

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA  
CELSO SUCKOW DA FONSECA – CEFET/RJ

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS  
E ELÉTRICAS DE COMPÓSITOS  
REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS  
DOPADOS COM NANOTUBOS DE CARBONO**

Gabriel Ayres Adão

Prof. Orientadora: Doina Mariana Banea

Prof. Orientador: Jorge de Souza e Silva Neto

Rio de Janeiro

Agosto de 2022

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA  
CELSO SUCKOW DA FONSECA – CEFET/RJ

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS  
E ELÉTRICAS DE COMPÓSITOS  
REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS  
DOPADOS COM NANOTUBOS DE CARBONO**

Gabriel Ayres Adão

Projeto final apresentado em cumprimento às  
normas do Departamento de Educação Superior do  
CEFET/RJ, como parte dos requisitos para obtenção  
do título de Bacharel em Engenharia Mecânica

Prof. Orientadora: Doina Mariana Banea

Prof. Orientador: Jorge de Souza e Silva Neto

Rio de Janeiro

Agosto de 2022

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

A221 Adão, Gabriel Ayres  
Análise das propriedades mecânicas e elétricas de compósitos reforçados por fibras naturais dopados com nanotubos de carbono / Gabriel Ayres Adão. — 2022.  
xv, 83f. : il.(algumas color). ; enc.

Projeto Final (Graduação) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2022.  
Bibliografia : f. 79-83  
Orientador: Doina Mariana Banea  
Coorientador: Jorge de Souza e Silva Neto

1. Engenharia mecânica. 2. Fibras naturais. 3. Tubos de aço. 4. Termoeletricidade. I. Banea, Doina Mariana (Orient.). II. Silva Neto, Jorge de Souza e (Coorient.). III. Título.

CDD 621

“trabalhar menos,  
trabalhar todos,  
produzir o necessário,  
redistribuir tudo”

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha mãe Inês, meu pai Anselmo e irmã Thaís por serem uma família que acompanhou e incentivou toda a caminhada até aqui. Nunca faltou apoio.

À minha querida esposa Beatriz que constrói um mundo inteiro junto comigo.

Aos meus avós e tios-avós que são meus exemplos de trabalho duro e perseverança. Em especial, à minha Vó Eulália que me inspirou muito nesse trabalho e me trouxe palavras tão necessárias nos momentos mais difíceis.

Ao meu padrinho Marcos, minhas madrinhas Aline e Jackline que são exemplos para mim desde que nasci e ao meu afilhado Lucas, que me incumbiu dessa responsabilidade de ser um exemplo.

Aos meus sogros Maria Lúcia e Marcos e minha cunhada Mariana que sempre me apoiaram e são pessoas maravilhosas.

Aos meus primos Rosa e Rafael por me colocar e me manter no caminho da engenharia.

Aos meus amigos Conrado, Daniel, Miguel e suas famílias.

Aos meus orientadores Mariana e Jorge que tiveram uma paciência e um profissionalismo incríveis. Trabalhar com vocês mais uma vez foi uma honra.

Aos parceiros de LADES: Rose, Henrique e Daniel. Me ensinam muito e sem vocês esse trabalho não seria possível.

Aos brilhantes técnicos e professores: Victor, Yuri, Bruno, Hiron e Brenno. Vocês sempre foram parceiros nas minhas empreitadas pelos laboratórios do CEFET/RJ e me apoiaram muito nessa reta final.

Aos Professores Ivan Henriques, Sandrine D'Haene e Leydervan Xavier que me inspiraram e ensinaram a viver uma engenharia que coexista com o planeta. Seja na Terra ou em Marte.

Aos Professores Ana Barros, Suresh Babu, Daniel e Raphael que tanto me ensinaram e me ajudaram no LAFEA.

Aos Professores Hector, Ricardo, Christian, Ulisses, Mauro e Bernardo que sempre tiveram um conselho que me caiu bem.

A todos os meus colegas de COLAN. Em especial meu chefe Diogo, parceiro de todo o curso.

A todos que tive a felicidade de conhecer na Venturi Aerodesign. Paixão & Compromisso.

## RESUMO

### ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ELÉTRICAS DE COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS DOPADOS COM NANOTUBOS DE CARBONO

Os materiais compósitos são material de estudo para as mais diversas aplicações devido a seu alto desempenho nas mais diversas aplicações e massa reduzida. As fibras naturais aliam o baixo impacto ambiental a características próximas das fibras de carbono e vidro. No entanto, as fibras naturais apresentam limitações em seu uso com matrizes poliméricas e em dispositivos multifunção. Dentre as técnicas para redução destas limitações está a dispersão de nanotubos de carbono nas matrizes ou nos reforços. O principal objetivo desse trabalho é comparar compósitos de fibras de juta e fibras de curauá funcionalizadas com 0,6% de seu peso em nanotubos de carbono multiparede (MWCNT) a suas contrapartes sem funcionalização. Neste estudo foi realizado para cada caso ensaios de tração, flexão, impacto, voltametria cíclica e medição de condutividade. Os compósitos de curauá demonstraram melhores propriedades mecânicas com a adição dos MWCNT, enquanto a juta teve suas propriedades reduzidas. Todas as fibras se tornaram condutoras com a adição do MWCNT. As fibras de juta dopadas com MWCNT demonstraram um comportamento de condutividade elétrica melhor que as fibras de curauá.

Palavras-chave: Fibras naturais; nanotubos de carbono; termoeletricidade

## ABSTRACT

### ANALYSIS OF MECHANICAL AND ELECTRICAL PROPERTIES OF COMPOSITES REINFORCED BY NATURAL FIBERS DOPED WITH CARBON NANOTUBES

Composite materials are study material for the most diverse applications due to their high performance in various applications and reduced mass. Natural fibers combine low environmental impact with characteristics close to carbon fibers and glass. However, natural fibers have limitations in their use with polymeric matrices and in multifunctional devices. Among the techniques for reducing these limitations is the dispersion of carbon nanotubes in the matrices or reinforcements. The main objective of this work is to compare composites of functionalized jute fibers and curaua fibers with 0.6% of their weight in multiwall carbon nanotubes (MWCNT) to their non-functionalizes counterparts. In this study, tensile stress, flexure, impact, cyclic voltametry and conductivity measurement tests were performed for each case. Curaua composites demonstrated better mechanical properties with the addition of MWCNT, while jute had its properties reduced. All fibers became conductive with the addition of MWCNT. Jute fibers doped with MWCNT demonstrated better electrical conductivity behavior than curaua fibers.

Keywords: Natural fibers; carbon nanotubes; thermoelectricity

## SUMÁRIO

Capítulo 1.....	16
1. Introdução .....	16
1.1. Motivação .....	17
1.2. Objetivo geral .....	17
1.3. Objetivo específico .....	17
1.4. Metodologia.....	18
1.5. Organização do trabalho .....	18
Capítulo 2.....	19
2. Revisão Bibliográfica .....	19
2.1. Materiais compósitos .....	19
2.2. Projeto de materiais compósitos .....	20
2.3. Fibras .....	20
2.3.1. Juta.....	24
2.3.2. Curauá.....	26
2.3.3. Fibras funcionalizadas .....	28
2.4. Matrizes .....	30
2.5. Processos de fabricação de compósitos .....	31
2.6. Nanotubos de Carbono .....	34
2.7. Métodos de fabricação dos nanotubos de carbono .....	36
2.7.1. Deposição química de vapor.....	36
2.7.2. Método de descarga de arco .....	37
2.7.3. Separação por laser .....	38
2.8. Dispersão de nanotubos em materiais compósitos .....	39



2.9. Condutividade elétrica e resistividade .....	41
2.10. Aplicações na indústria.....	43
2.10.1. Supercapacitores .....	44
2.10.2. Materiais termoelétricos .....	48
Capítulo 3.....	51
3. Materiais e métodos .....	51
3.1. Materiais .....	51
3.1.1. Matriz.....	51
3.1.2. Reforço .....	52
3.1.3. Nanotubos de carbono .....	53
3.1.4. Compósitos .....	54
3.2. Produção dos corpos de prova laminados manualmente .....	55
3.3. Caracterização dos corpos de prova.....	57
3.3.1. Ensaio de tração .....	58
3.3.2. Ensaio de flexão.....	59
3.3.3. Ensaio de impacto.....	60
3.3.4. Voltametria cíclica.....	61
3.3.5. Medição de tensão em diferentes temperaturas e cálculo do coeficiente de Seebeck .....	63
3.3.6. Medição da tensão e cálculo da condutividade por divisor de tensão .....	64
Capítulo 4.....	66
4. Resultados e Discussões .....	66
4.1. Resultados do ensaio de tração .....	66
4.2. Resultados do ensaio de flexão.....	69
4.3. Resultados do ensaio de impacto .....	70
4.4. Resultados da Voltametria Cíclica.....	71
4.5. Resultados da medição de condutividade elétrica .....	75

4.6. Viabilidade comercial .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
Capítulo 5.....	77
5. Conclusões .....	77
5.1. Considerações finais .....	77
5.2. Trabalhos futuros .....	78
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	79

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Montagem do protótipo Supermarine Spitfire utilizando compósitos de linho e resina fenólica. Fonte: (BISHOPP, 2005) .....	19
Figura 2: morfologia da fibrila de juta.....	21
Figura 3: Imagens estruturais por microscópio em vista de seção e longitudinal. (a) fibras naturais e (b) fibras sintéticas.....	22
Figura 4: Comparação entre diferentes fibras acerca do consumo de água, volume de produção das fibras, consumo de energia e emissão de gás carbônico.....	23
Figura 5: Fibras de juta no processo de secagem. ....	24
Figura 6: (a) Sacola de juta com fechamento fácil também de juta para batatas; (b) Exemplos do uso de juta para artesanato. ....	24
Figura 7: Planta de curauá. Fonte: Correio da Amazônia, 2017 .....	27
Figura 8: (a) cestos e descansos de panela feitos da fibra de curauá; (b) cordas feitas de fibra de curauá. Fonte: (FLORESTA ÁGUA DO NORTE, [s.d.].....	27
Figura 9: Fibras de juta tratadas e funcionalizadas com nanotubos de carbono. Fonte: (ISLAM, 2020).....	29
Figura 10: Imagens de FESEM de (a) Juta, (b) Juta tratada, (c) juta com CNT e (d) juta tratada e com CNT. Fonte: (ISLAM, 2020).....	29
Figura 11: Laminação manual. ....	31
Figura 12: Laminação manual de camadas em molde aberto.....	32
Figura 13: Processo de pré-impregnação por fusão a quente. ....	32
Figura 14: Processo de laminação com <i>vacuum bag</i> . ....	33
Figura 15: Processo de laminação com autoclave. ....	33
Figura 16: Enrolamento de filamentos pré-impregnados. Fonte: (GIBSON, 2016) .....	34
Figura 17: Alotropia do carbono a partir do grafeno: (a) constituição do fulereno; (b) constituição de nanotubos de carbono; (c) constituição do grafite. ....	35
Figura 18:.....	36
Figura 19: Diagrama de um aparelho para realizar deposição química de vapor. Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019) .....	37
Figura 20: Diagrama de um aparelho para realizar descarga em arco. Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019) .....	38

Figura 21: Diagrama de um aparelho para realizar separação por laser. Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019) .....	39
Figura 22: Sonicador ultrassônico QR500 da Ultronique. Fonte: Ultronique ....	40
Figura 23: Classificações de três estados diferentes relativos à transição de condutância elétrica baseada em teoria da percolação para nanocompósitos poliméricos funcionalizados com CNT. Fonte: (DOH; YANG; RAGHAVAN, 2020).....	41
Figura 24: Aplicações de compósitos poliméricos reforçados com CNT. Fonte: (MOHD NURAZZI et al., 2021) .....	43
Figura 25: Comparação da flamabilidade da juta (lado esquerdo) com juta tratada e funcionalizada com CNTs (lado direito). Fonte: ISLAM, 2020.....	44
Figura 26: (a) células unitárias comerciais de supercapacitores de diferentes tamanhos e fabricantes; e (b) módulos de supercapacitores. Fonte: (ŞAHIN; BLAABJERG; SANGWONGWANICH, 2022).....	45
Figura 27: Exemplos de supercapacitores 1D. Fonte: (YU et al., 2015).....	45
Figura 28: Eletrodo de linho e nanotubos de carbono proposto por Zhang et al. Fonte: (ZHANG et al., 2017).....	46
Figura 29: Esquemático do dispositivo de MANJAKKAL. Adaptado de (MANJAKKAL et al., 2021).....	47
Figura 30: Dispositivos de MANJAKKAL et al. usados em conjunto. (a) Esquema de carga do SC com o uso de uma célula solar; (b) gráfico representando a descarga do dispositivo de MANJAKKAL (2021); (c) bolsa de juta com célula solar, SC e sensor de temperatura; (d) Resposta do sensor de temperatura alimentado pelo SC desenvolvido. ....	47
Figura 31: Representação do processo de fabricação e produção de amostras do compósito de Juta, CNT e borracha natural. Fonte: (TZOUNIS et al., 2020).....	49
Figura 32: Embalagem da resina HEX 135 SLOW. Fonte: Barracuda Advanced Composites .....	51
Figura 33: Materiais em fibra e sem CNTs (a) curauá (b) manta de juta. Fonte: autor .....	53
Figura 34: (a) Fibras de curauá sendo pesadas; (b) Fibras de curauá em ordenamento unidirecional fixadas ao molde.....	55
Figura 35: Aplicação da matriz nas fibras de curauá posicionadas no molde....	56
Figura 36: Prensa utilizada. Fonte: acervo LADES. <b>Erro! Indicador não definido.</b>	

Figura 37: Laminado de EJCNT após cura.....	57
Figura 38: Corpos de prova de EJCNT e ECCNT cortados para ensaios. Fonte: autor.....	57
Figura 39: Ensaio de tração sendo realizado em um corpo de prova de compósito EJCNT. Fonte: autor.....	58
Figura 40: Máquina de impacto WPS 30 (Leipzig, Alemanha) no LAMAT/CEFET-RJ. Fonte: acervo LADES. ....	60
Figura 41: (a) representação dos eletrodos e solução eletrolítica; (b) foto do sistema durante ensaio. Adaptado de: (SANTOS, 2020) .....	61
Figura 42: Curvas de voltametria cíclica de (a) capacitor ideal, (b) supercapacitor de dupla camada e (c) pseudocapacitor. Fonte: Adaptado de (SANTOS, 2020) .....	62
Figura 43: Fibra de juta imersa em eletrólito passando por voltametria cíclica. Fonte: autor.....	62
Figura 44: Esquemático da medição para cálculo do coeficiente de Seebeck. Fonte: (PREISLER et al., 2013).....	63
Figura 45: Diagrama de um circuito divisor de tensão. Fonte: (“Voltímetro com Arduino: como montar, programar e calibrar”, [s.d.]) .....	64
Figura 46: Montagem da fonte de tensão, multímetro portátil e osciloscópio no laboratório LAPSI/CEFET-RJ. Fonte: autor. ....	65
Figura 47: Montagem do circuito com uso do Arduino Nano. Fonte: autor .....	65
Figura 49: Curvas representativas de tensão-deformação .....	66
Figura 50: Tensão de ruptura média dos compósitos. ....	67
Figura 51: Médias do módulo de Young dos compósitos. ....	67
Figura 52: Alongamento na ruptura dos compósitos. ....	68
Figura 53: Curvas representativas de tensão de flexão-deformação para os compósitos.....	69
Figura 54: Energia de impacto média com desvio padrão para os casos EJCNT, EC e ECCNT. Os dados para juta pura foram gentilmente cedidos por (QUEIROZ, 2021). .....	70
Figura 55: Resultado da voltametria cíclica da amostra FJCNT. ....	71
Figura 56: Resultado da voltametria cíclica da amostra FCCNT. ....	72
Figura 57: Resultado da voltametria cíclica da amostra EJCNT. ....	73
Figura 58: Resultado da Voltametria Cíclica de todas as amostras ensaiadas na taxa de escaneamento de 5 mV/s.....	74

Figura 59: Resultado da Voltametria Cíclica de todas as amostras ensaiadas na taxa de escaneamento de 50 mV/s.....	74
Figura 60: Resultado da Voltametria Cíclica de todas as amostras ensaiadas na taxa de escaneamento de 150 mV/s.....	75
Figura 61: Espécimes de (a) Juta e (b) curauá desgastados após conduzirem energia elétrica.....	76

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Condutividade elétrica de diferentes polímeros com dispersão de CNT. Fonte: adaptado de (MOHD NURAZZI et al., 2021).....	42
Tabela 2: Características mecânicas da resina HEX 135 SLOW. Fonte: Adaptado de Barracuda Advanced Composites, 2020.....	52
Tabela 3: Propriedades dos Nanotubos de Carbono (MWCNT). Fonte: Adaptado de (NETO et al., 2020) .....	54
Tabela 4: Relação de matriz e reforço estudados. Fonte: autor. ....	54
Tabela 5: Corpos de prova para ensaio de tração .....	59
Tabela 6: Corpos de prova para ensaio de flexão .....	59
Tabela 7: Corpos de prova para ensaio de impacto .....	60
Tabela 8: Dados trativos dos compósitos. ....	68
Tabela 9: Dados flexurais dos compósitos. ....	69

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CNT – NANOTUBO DE CARBONO

CVD – DEPOSIÇÃO DE VAPOR QUÍMICO

PEDOT:PSS - POLI(3,4-ETILENEDIOXITIOFENO) SULFONATO DE POLIESTIRENO

MWCNT – NANOTUBO DE CARBONO DE MÚLTIPLAS PAREDES

SWCNT – NANOTUBO DE CARBONO DE PAREDE ÚNICA

CNT – NANOTUBO DE CARBONO

PP – POLIPROPILENO

CE – CONTRAELETRODO

WE – ELETRODO DE TRABALHO

RE – ELETRODO DE REFERÊNCIA

EJCNT – Compósito de Epóxi, Juta e Nanotubos de Carbono

FJCNT – Fibra de Juta funcionalizada com Nanotubos de Carbono

ECCNT – Compósito de Epóxi, Curauá e Nanotubos de Carbono

FCCNT – Fibra de Curauá funcionalizada com Nanotubos de Carbono

ECNT – Nanocompósito de Epóxi e Nanotubos de Carbono



# Capítulo 1

## 1. Introdução

O ser humano sempre se utilizou de materiais fibrosos de origem vegetal para produzir roupas, ferramentas e construções. Com o tempo, esses materiais fibrosos foram sendo combinados a outros para atingir a complexidade que os crescentes desafios que a vida em sociedade promovia. Das casas de barro e palha às roupas inteligentes temos a presença constante dos materiais compósitos.

Materiais compósitos são formados por dois ou mais componentes em fases diferentes: um reforço, que provê características mecânicas ao componente e uma matriz, que agrega este reforço.

Deste modo, estes materiais servem para diferentes fins na engenharia e devem ser projetados de acordo com sua utilidade. Por exemplo, é desejável para a fuselagem de uma aeronave comercial que esta peça feita de material compósito suporte baixas temperaturas, aguente esforços trativos e compressivos e tenha um bom comportamento em fadiga. Por outro lado, uma tubulação flexível para transporte de óleo e gás de poços de petróleo do pré-sal precisa ser resistente a esforços de tração e compressão, resistir à atmosfera agressiva do Sulfeto de Hidrogênio ( $H_2S$ ) enquanto aliado a uma fácil fabricação.

Nos últimos anos parte da atenção da academia e da indústria se voltou às fibras naturais como elemento de reforço por seu baixo custo, baixa densidade e menor emissão de gases tóxicos em toda a sua cadeia produtiva e uso. Porém, estas características vantajosas contrastam com as limitações como propriedades mecânicas variáveis para uma mesma espécie, dificuldade de adesão da matriz ao reforço e baixas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas em comparação com as fibras sintéticas.

São nessas limitações que pesquisadoras e pesquisadores se debruçam para promover o uso das fibras naturais como substitutos das fibras sintéticas. Para superar a dificuldade de adesão, são propostos tratamentos químicos e superficiais. Para aprimorar as propriedades mecânicas são estudados a combinação de diferentes fibras e métodos de fabricação. Por último, para promover as propriedades eletrônicas e térmicas as fibras são dopadas com materiais que promovam essas características.

Este trabalho objetiva estudar a contribuição de nanotubos de carbono quando adicionados à matriz e/ou aos reforços de juta e curauá e a influência em suas propriedades mecânicas e eletrônicas.

## **1.1. Motivação**

Compósitos de fibras naturais são uma oportunidade para reduzir a dependência dos compósitos com fibras sintéticas enquanto oferece uma alternativa à indústria metalúrgica. As fibras naturais apresentam propriedades elétricas e mecânicas ligeiramente inferiores às das fibras sintéticas. Em contrapartida, nanotubos de carbono quando acrescentados à matriz ou à fibra podem melhorar essas propriedades.

Além disso, as fibras naturais podem ser ofertadas por fornecedores de pequeno e médio porte (KARIM et al., 2021), valorizando a agricultura familiar e gerando empregos de qualidade em todas as etapas da produção. Os nanotubos de carbono podem ser obtidos a partir do grafite, apesar do elevado grau de tecnologia utilizado para realizar os processos de sintetização.

Neste contexto, o presente trabalho busca o desenvolvimento de materiais compósitos com qualidades mecânicas e elétricas capazes de rivalizar ou substituir os compósitos tradicionais com reforços sintéticos.

## **1.2. Objetivo geral**

Avaliar o comportamento das fibras naturais dopadas com nanotubos de carbono em matrizes poliméricas. A resistência mecânica e a condutividade elétrica são investigadas, além da interação fibra-matriz com a adição dos nanotubos.

## **1.3. Objetivo específico**

São objetivos específicos do presente trabalho os seguintes tópicos:

Investigar o efeito da adição dos nanotubos de carbono nas propriedades mecânicas do compósito com a presença de dois tipos de fibras naturais.

Investigar o efeito da adição dos nanotubos de carbono nas propriedades elétricas do compósito com a presença de dois tipos de fibras naturais.

Analisar a morfologia e a dispersão dos nanotubos nos compósitos.

## 1.4. Metodologia

A primeira etapa foi a escolha das fibras naturais e resina para a pesquisa. As fibras selecionadas foram fibra de juta e curauá. A matriz selecionada foi a *Epoxy hex 135*.

A segunda etapa foi escolher o elemento condutivo adicionado às fibras ou matriz e seu método de fabricação. O elemento escolhido foram os nanotubos de carbono multiparede adicionados à fibra e matriz por sonificação.

A terceira etapa consiste nos ensaios de voltametria cíclica para avaliar a condutividade e funcionamento como armazenador de energia elétrica das fibras funcionalizadas.

A quarta etapa consiste na fabricação dos compósitos e preparação dos corpos de prova para os ensaios de tração, flexão e impacto. São avaliadas as propriedades mecânicas dos compósitos com ou sem os nanotubos de carbono.

A quinta etapa consiste na medição e cálculo da condutividade elétrica das fibras funcionalizadas.

## 1.5. Organização do trabalho

O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre materiais compósitos, fibras naturais, o carbono como elemento aditivo, supercapacitores, materiais termoelétricos e demais aplicações comerciais de materiais compósitos condutores.

No capítulo 3 são apresentados os equipamentos e métodos utilizados para caracterização das propriedades mecânicas e elétricas dos materiais estudados.

No capítulo 4 são apresentados e discutidos os dados obtidos.

No capítulo 5 é oferecida a conclusão e são sugeridos trabalhos futuros.

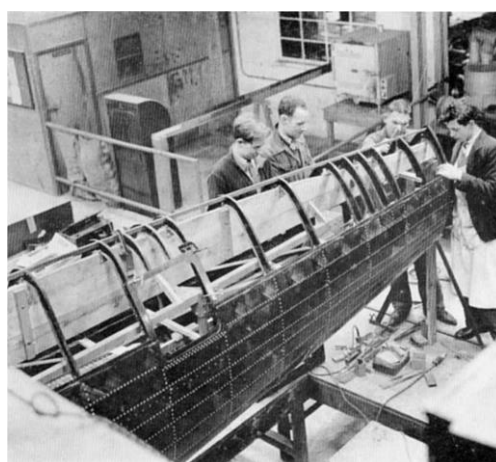
## Capítulo 2

### 2. Revisão Bibliográfica

#### 2.1. Materiais compósitos

Materiais compósitos não são novidade para os seres humanos. Os compósitos foram usados pelo menos desde 10.000 a.C.. Construções consideradas hoje rudimentares envolvendo barro e palhas foram erigidas no Antigo Egito, na Mesopotâmia, China Antiga e Américas pré-coloniais.

Durante a Segunda Guerra Mundial e Guerra Fria os materiais compósitos foram redescobertos pela indústria militar e aeroespacial. As primeiras aeronaves militares tinham construção de metal e madeira, sendo a última sensível à umidade. Foi então que Norman de Bruyne desenvolveu um compósito de linho e resina fenólica para uso em hélices, fuselagens e *cockpits* dos protótipos do *Supermarine Spitfire*, representado na Figura 1. Como ainda era uma tecnologia em desenvolvimento, a massa da aeronave era a mesma do correspondente em alumínio e carregava uma gama de imprevisibilidades, preferindo o compósito. Ainda assim, essa iniciativa abriu as portas para a tecnologia que viria a suprir a demanda crescente por materiais mais leves e mais baratos. (BALEY; BOURMAUD; DAVIES, 2021)



**Figura 1: Montagem do protótipo Supermarine Spitfire utilizando compósitos de linho e resina fenólica. Fonte: (BISHOPP, 2005)**

Materiais compósitos são materiais com dois ou mais elementos em fases diferentes compondo uma única estrutura homogênea a nível macroscópico. Em um material compósito um dos elementos será um agente de união e transição para os outros elementos que agem como componente de reforço. O objetivo de um material compósito é oferecer um material que apresente propriedades físicas mais interessantes do que apresentariam os elementos separadamente.

Os agentes de reforço podem ser divididos entre fibras, mantas e partículas.

Os agentes de união são chamados matriz e se encontram nos tipos de matriz polimérica, cerâmica e metálica. A matriz será responsável por transferir as cargas, dar forma à peça fabricada, manter o material de reforço alinhado e protegido de ambientes nocivos. (CALLISTER, 2013)

A escolha destes agentes é importante para garantir a afinidade entre matriz e reforço.

## **2.2. Projeto de materiais compósitos**

Para que um material compósito apresente características vantajosas a matriz e o reforço deve ser escolhido de acordo com a função do material final e sua forma de fabricação.

## **2.3. Fibras**

As fibras mais conhecidas utilizadas atualmente como reforço em materiais compósitos são a fibra de vidro, a fibra de carbono e fibra de aramida. Essas fibras de reforço são comercializadas em mantas, fios e aglomerados.

Segundo Hu et al. (2020), as principais propriedades físicas de materiais fibrosos são o comprimento de fibra, alongamento, tenacidade, absorção de umidade, aumento de volume, cor, brilho, comportamento elétrico, densidade e solubilidade.

Materiais fibrosos são altamente anisotrópicos, fáceis de deformar e heterogêneos. Também apresentam maior deformação e deslocamento em tensões baixas e natureza não linear e plástica em baixo estresse e temperatura ambiente (HU et al., 2020).

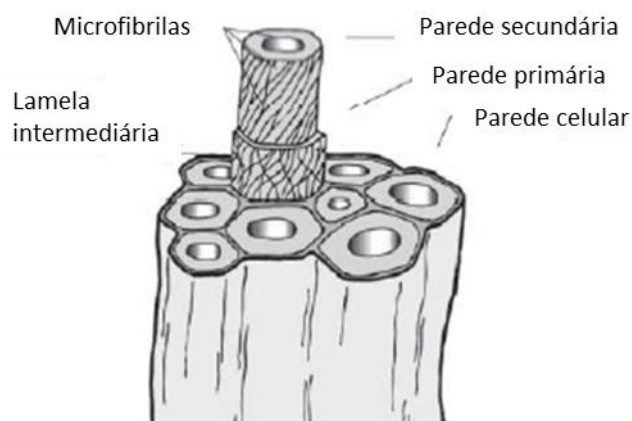
As fibras vegetais são originadas de folhas, caules, raízes, sementes ou até frutos. As fibras naturais crescem lentamente e são controladas através de genética para desenvolver diferentes estruturas. (HU et al., 2020)

A indústria da fibra natural envolve uma cadeia global de suprimentos, especialmente em países em desenvolvimento. As fibras naturais são divididas primariamente por sua origem: vegetal (à base de celulose), animal (à base de proteína) ou mineral.

Segundo KARIM et al. (2021), as fibras naturais perderam parte do entusiasmo com a introdução de fibras mais baratas como o poliéster e o nylon para aplicações têxteis e a fibra de vidro e de carbono para a produção de compósitos. Porém, com o crescente interesse em materiais *eco-friendly* as fibras naturais retornam ao centro das discussões em compósitos.

Fibras como cânhamo, linho, rami, juta, sisal, sumaúma, fibra de coco reencontram seu espaço nas engenharias automotiva e civil como substitutos das artificiais fibras de vidro, fibras de carbono e aramida em determinadas aplicações.

A morfologia das fibras vegetais é composta de fibrilas (Figura 2), paredes celulares, lúmen, gordura e pectina. A quantidade dessas substâncias varia de acordo com a espécie da planta, condições climáticas e de plantio às quais foram submetidas. O conhecimento e controle dessas substâncias é essencial para o desenvolvimento de compósitos de alto rendimento. (ASHBY, 2011).

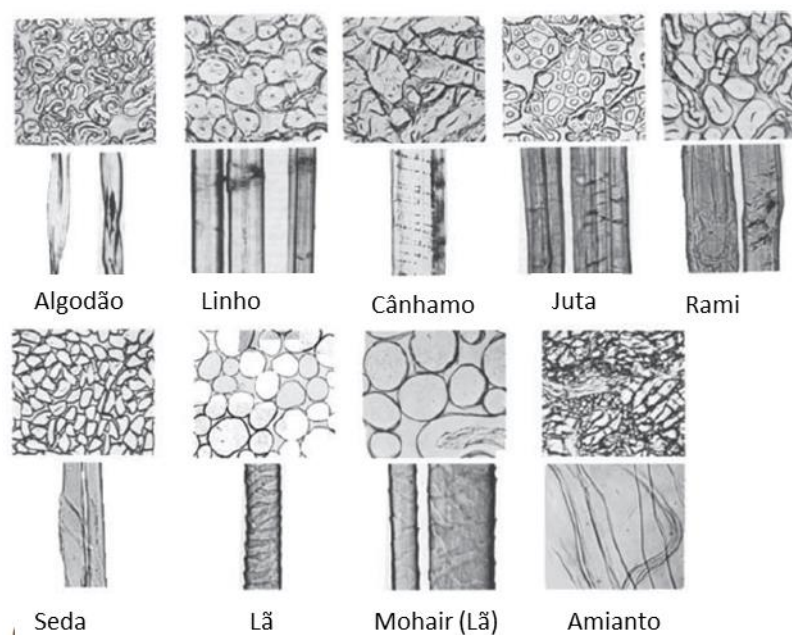
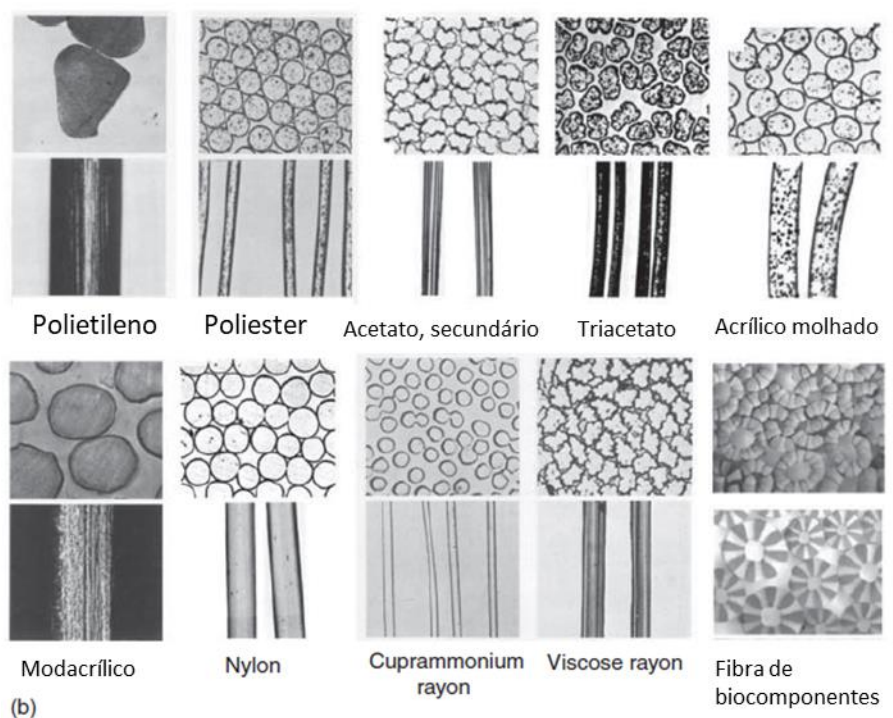


**Figura 2: morfologia da fibrila de juta.**

Fonte: Adaptado de (HU et al., 2020)

Na Figura 3 são expostas imagens estruturais de microscópio das fibras naturais de origem vegetal e animal (a) e das fibras sintéticas (b). É possível notar nas fotografias

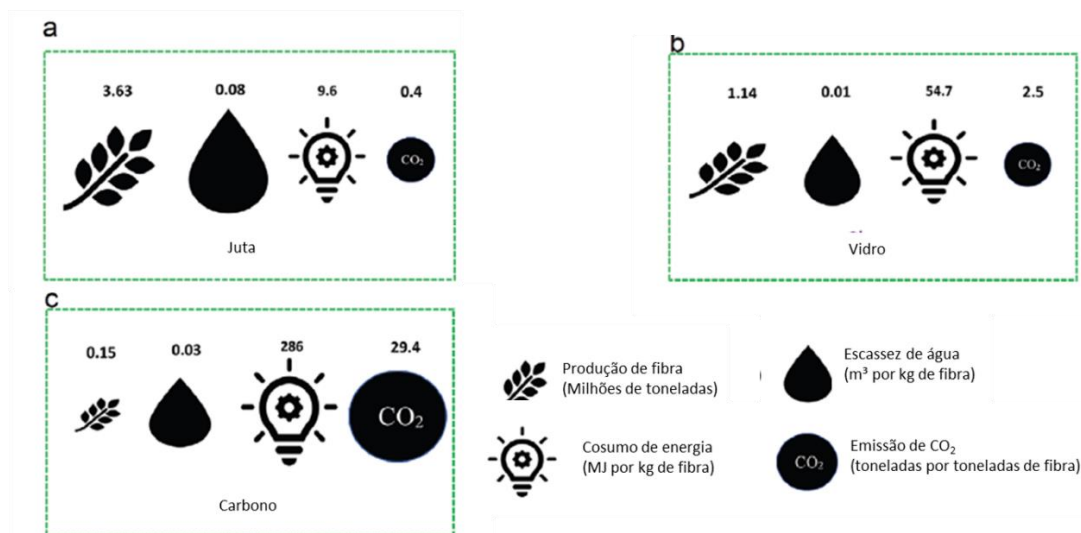
de fibras naturais a irregularidade de seus componentes quando comparadas às fibras sintéticas.



**Figura 3: Imagens estruturais por microscópio em vista de seção e longitudinal. (a) fibras naturais e (b) fibras sintéticas.**

Fonte: Adaptado de HU et al. (2020)

Entretanto, as fibras naturais apresentam diversas desvantagens. Partindo de um ponto de vista econômico as fibras naturais consomem menos energia para sua fabricação, mas em compensação consomem mais água durante sua produção. (KARIM et al., 2020). O consumo de energia é 6 vezes menor para a fibra de vidro e 30 vezes menor do que o necessário para fibra de carbono. (RANA; PICHANDI, 2015). Na Figura 4 é mostrada uma comparação entre diferentes fibras acerca do consumo de água, volume de produção das fibras, consumo de energia e emissão de gás carbônico.



**Figura 4: Comparação entre diferentes fibras acerca do consumo de água, volume de produção das fibras, consumo de energia e emissão de gás carbônico.**

Fonte: (CAMPILHO, 2016)

Os compósitos reforçados com fibras naturais também possuem desvantagens em suas propriedades físicas, como maior absorção de umidade, incompatibilidade com algumas matrizes poliméricas e alta absorção de umidade pelas fibras. (CAMPILHO, 2016)

Como opção às imperfeições são desenvolvidos tratamentos químicos superficiais. Segundo (LIMA, 2018), os tratamentos químicos superficiais apresentam influência relevante nas propriedades mecânicas e adesão interfacial e interlaminar dos compósitos híbridos fabricados. No entanto, atenção especial deve ser dada à execução destes tratamentos químicos, uma vez que uma exposição prolongada aos tratamentos pode gerar vazios e fendas ao longo da fibra que prejudicam as características mecânicas e de adesão. (ASHBY, 2011)

Apesar disso, as fibras vegetais também fornecem maior flexibilidade no projeto do compósito. O comportamento esperado de uma fibra vegetal é o de dobramento ao



invés da ruptura. Entretanto, sua resistência à tração e dureza são inferiores às encontradas nas fibras sintéticas. Apesar disso, com a crescente pesquisa destes materiais as propriedades mecânicas medidas chegam bem próximas as da fibra de vidro. (CAMPILHO, 2016)

### 2.3.1. Juta

A Juta (*Corchorus capsularis*) da família *Tiliaceae* é a segunda fibra natural mais produzida no mundo, atrás apenas do algodão e sendo pelo menos 50% mais baratas do que o linho.



**Figura 5: Fibras de juta no processo de secagem.**

Fonte: (TOLEDO; SOUZA, 2010)

A Juta está disponível em climas úmidos e tropicais e sua fibra é extraída entre a casca e o caule leitoso da planta através de maceração. Após a maceração, as fibras são lavadas e sofrem um processo de secagem – vide Figura 5.



**Figura 6: (a) Sacola de juta com fechamento fácil também de juta para batatas; (b) Exemplos do uso de juta para artesanato.**

Fonte: (ARTESANATOTOTAL, 2020; GLOBO RURAL ON-LINE, 2013)

No Brasil a fibra de juta é comercializada em forma de fios ou tramos e são utilizados por artesãos em todo o país. Segundo a (SISALSUL, [s.d.]), as fibras de juta podem ser utilizadas como nos exemplos da Figura 6 ou ainda para: amarrações de etiquetas, alças de bolsas e sacolas, acabamentos artesanais, laços em geral, malha de tricô, crochê, macramê, suplá, artesanato com juta, tecelagem artesanal, roupas, pingentes, cestarias, confecção artesanatos em geral, arranhadores para gatos, de escovas rotativas e escovas abrasivas.

No entanto, as fibras de juta possuem propriedades mecânicas inferiores e baixas propriedades interfaciais quando comparadas às fibras sintéticas. Segundo KORONIS et al. (2013) isso ocorre devido à baixa cristalinidade e hidrofiliabilidade introduzida via sua grande quantidade de materiais não celulósicos na sua estrutura. Além disso, fibras de juta são isolantes, o que limita sua aplicação como compósitos multifuncionais onde a condutividade elétrica é requerida. (KORONIS; SILVA; FONTUL, 2013)

Diversos autores estudaram maneiras de ampliar o uso da juta. Karim et al. (2021) relatam excelentes propriedades mecânicas, eletromagnéticas e interfaciais em compósitos contendo juta revestida com óxido de grafeno reduzido. Os autores observaram após os tratamentos um aumento de até 450% no módulo de Young e um aumento de 183% na resistência a tração. Os autores apontam o potencial uso em compósitos multifuncionais possivelmente graças à formação de ligação adequada entre os grupos funcionais de oxigênio residual do óxido de grafeno reduzido e os grupos hidroxis de fibras de juta. (KARIM et al., 2021)

Rahman et al. relatam a fabricação de um compósito a partir de fibras de juta e algodão de seis camadas reforçados por folhas de chá *Camellia sinensis* usadas. Quantidades variadas de pó feito das folhas de chá usado trituradas foram incorporadas como reforço à resina epóxi. Os autores realizaram ensaios de tração, compressão e flexão. Os resultados indicaram que foram obtidas melhorias significativas nas propriedades mecânicas a partir dos compósitos até uma certa proporção de reforço. A adição de 10 g de reforço de folhas de chá gastas melhorou a resistência à tração em 33,46% e a resistência à compressão em 38,86%. (RAHMAN et al., 2022)

Ramakrishnan et al. investigam as propriedades mecânicas e de absorção de água de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibra de juta preparados pelo método de laminação manual. Os autores estudam os efeitos do comprimento da fibra, fração de peso de fibra, a influência da concentração de NaOH no tratamento superficial dos reforços de juta e a adição de nano argila à matriz. Segundo os autores, os compósitos reforçados com

5% de fibra tratada com NaOH e 5 wt% de nano-argila apresentaram maiores resistências a tração, tensão de ruptura e resistência ao impacto de 103,05 MPa, 162,8 MPa e 0,358 kJ/mm<sup>2</sup>, respectivamente, e uma menor taxa de absorção de água. Além disso, verificou-se que o comprimento ideal da fibra e a fração de peso de fibras foram encontrados em 30mm e 20%, respectivamente, para melhores propriedades. (RAMAKRISHNAN et al., 2019)

Zhuang et al. estudaram a influência dos nanotubos de carbono multiparede em compósitos de fibra de juta e epóxi. Os autores confirmaram a formação de redes MWCNT eletricamente semicondutoras nas superfícies da fibra de juta, o que, por sua vez, causou a formação de interfases de juta/epóxi com MWCNTs altamente concentrados. Então, os autores avaliaram o comportamento do compósito para o sensoriamento de temperatura, umidade relativa e estresse/tensão. Além disso, observou-se que os compósitos fabricados usando os tecidos MWCNT-juta exibiram propriedades elétricas anisotrópicos controláveis e constantes dielétricas significativamente altas. (ZHUANG et al., 2011)

### **2.3.2. Curauá**

A fibra de curauá (*Ananas erectifolius*, Figura 7) é uma planta da família das bromeliáceas cultivada pela região amazônica. Esta fibra não possui cheiro, apresenta baixa densidade e elevada resistência mecânica em comparação com outras fibras de origem vegetal. (QUEIROZ, 2021). O plantio do curauá é realizado através das mudas que nascem na base foliar, rizoma e frutos. A produção é colhida pela primeira vez após um ano do plantio, retirando-se manualmente dois quilos de folhas de cada planta, cerca de 24 unidades maduras. Esse processo é repetido a cada três meses. (FLORESTA ÁGUA DO NORTE, [s.d.]).



**Figura 7: Planta de curauá. Fonte: Correio da Amazônia, 2017**

Tem sido utilizada na indústria automotiva brasileira desde 2004 por suas propriedades mecânicas que se equiparam à fibra de vidro, mas encontra desafios devido à baixa oferta da indústria nacional. Além dos usos de engenharia suas fibras são utilizadas para confecção de utensílios, cordas, roupas e medicamentos. (FLORESTA ÁGUA DO NORTE, [s.d.]; JUNIOR et al., 2020). Na Figura 8 podem ser observados utensílios artesanais feitos a partir da fibra de curauá.



**Figura 8: (a) cestos e descansos de panela feitos da fibra de curauá; (b) cordas feitas de fibra de curauá. Fonte: (FLORESTA ÁGUA DO NORTE, [s.d.])**

As folhas da planta curauá são colhidas e então descascadas para extrair de cerca de 7 a 10% de fibras secas para cada 1kg de folhas de curauá. As fibras são submersas em água quente – de 70°C a 80°C - por uma hora para limpeza remoção de impurezas. As fibras a seguir são penduradas em cordas por cerca de 48h para secagem. (MARTEL; SALGADO; SILVA, 2022)

Martel et al. investigam o efeito dos tratamentos superficiais de óxido de alumínio e areia de quartzo em fibras de curauá em relação à microestrutura, resistência à tração e capacidade de absorção de água. Os tratamentos aplicados aumentaram significativamente a resistência à tração e o módulo de Young das fibras devido à

penetração do revestimento nas paredes celulares. Segundo os autores, os tratamentos também foram eficazes no aumento da ligação de interface entre fibra e matriz. Além disso, o revestimento alterou a natureza hidrofílica dos filamentos, diminuindo sua capacidade de absorção de água e tornando as fibras menos suscetíveis à variação de volume em matrizes cimentícias e depósito de cristais de hidróxido de cálcio. (MARTEL; SALGADO; SILVA, 2022)

Veloso de Carvalho et al. modificaram fibras de curauá para promover maior adesão a matrizes cimentícias. Neste trabalho, foram desenvolvidas fibras de reforço a partir de fibras de curauá hornificadas e modificadas com polianilina (PANI), magnetita e a combinação de ambas. Os materiais obtidos foram testados em compatibilidade de adesão com a matriz de cimento *portland* através do teste de retirada da fibra e análise microestrutural. Os autores relatam menor retenção de água especialmente para as amostras de cobertura do PANI, devido à impermeabilização da fibra promovida pelo polímero hidrofóbico. Além disso, os autores encontraram uma melhora na adesão das fibras à matriz, chegando em 40% nas fibras revestidas com PANI e magnetita, quando comparadas às amostras com apenas o tratamento de hornificação. Os autores também apontam que as fibras adquiriram propriedades elétricas e magnéticas, ampliando as possibilidades de aplicação como por exemplo um escudo eletromagnético. (VELOSO DE CARVALHO et al., 2021)

### **2.3.3. Fibras funcionalizadas**

Quando as fibras são trabalhadas para apresentarem novas características são chamadas de fibras funcionalizadas. Essas fibras podem receber tratamentos que acrescentem a ela funções como impermeabilidade, retardante de chamas, impermeabilidade ao vapor d'água, resistência a dobras, armazenamento de energia elétrica, sensor, atuador, armazenamento de energia ou um incremento nas características da fibra sem tratamento (HU et al., 2020).

Dentre estas aplicações é destacado o uso em sensores e atuadores. Fibras naturais ou sintéticas são acrescidas de nanomateriais baseados em carbono para transformá-los em bons condutores ou armazenadores de energia elétrica vestíveis e de baixo peso. (HU et al., 2020). Na Figura 9 é possível observar da esquerda para a direita os nanotubos de

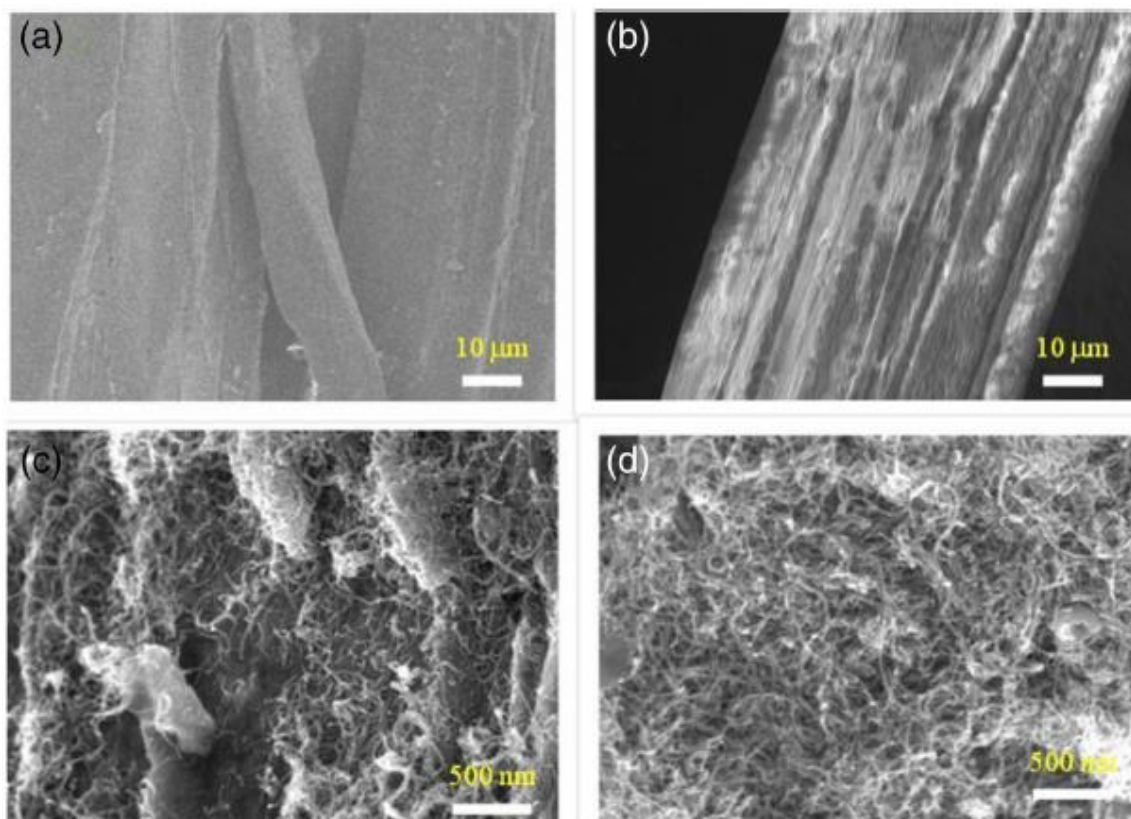
carbono prontos para serem aplicados, as fibras de juta e as fibras já funcionalizadas com os nanotubos de carbono.

A Figura 10 mostra imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de Emissão de Campo (FESEM). Na imagem (c) pode-se observar os nanotubos de carbono instalados na superfície da fibrila de juta.



**Figura 9: Fibras de juta tratadas e funcionalizadas com nanotubos de carbono.**

**Fonte: (ISLAM, 2020)**



**Figura 10: Imagens de FESEM de (a) Juta, (b) Juta tratada, (c) juta com CNT e (d) juta tratada e com CNT. Fonte: (ISLAM, 2020)**

## 2.4. Matrizes

O papel da matriz em um compósito reforçado com fibra é transferir tensões entre as fibras; fornecer uma barreira em ambientes adversos; e proteger a superfície das fibras da abrasão mecânica (CAMPILHO, 2016). As matrizes também são responsáveis por manter as fibras unidas e na orientação desejada. (YASHAS GOWDA et al., 2018). As matrizes poliméricas utilizadas em compósitos de fibras naturais são feitas a partir de materiais termoplásticos ou materiais termofixos.

O uso de polímeros termoplásticos para aplicações de engenharia é mais comum devido à sua excelente resistência química, boas propriedades mecânicas e menor custo. Uma grande desvantagem desses polímeros é que eles não são biodegradáveis após o uso final. Dentre as matrizes termoplásticas são citadas o Polipropileno (PP), Polietileno (PE), Poliestireno (PS), Policarbonatos (PC) e Cloridato de Polivinil (PVC). (CALLISTER, 2013)

Polímeros termofixos ou termorrígidos são materiais que ao atingirem sua temperatura de transição vítrea perdem suas propriedades originais e não retornam ao seu estado líquido se aquecidos. (CALLISTER, 2013). Dentre os principais exemplos estão Poliésteres insaturados, resina de vinil éster, resinas fenólicas, bismaleimidas, poliamidas termoendurecíveis e Epóxi. (LIMA, 2018). Por sua irreversibilidade os polímeros termofixos não são recicláveis.

As resinas epóxi são materiais termofixos com as seguintes vantagens: resistência à tração e baixa contração após a cura (CAMPILHO, 2016). Industrialmente, resinas epóxi são amplamente utilizadas como matriz em compósitos reforçados com fibra de carbono, fibra de vidro e aramida.

Resinas epóxi, como materiais termofixos, necessitam de agentes endurecedores, chamados agentes de cura. O tempo e a temperatura de cura para completar a reação de polimerização dependem do tipo e da quantidade do agente de cura. Além disso, podem ser usados aceleradores para reduzir o tempo total de cura. (CAMPILHO, 2016). Comercialmente resinas e seus respectivos agentes de cura costumam ser vendidos em conjunto. O presente trabalho se debruçará sobre resinas epóxi como matriz.

As excelentes propriedades das resinas epóxi em comparação com outros termofixos fazem deles um dos melhores materiais de matriz para compósitos: boa adesão; altas propriedades mecânicas; baixo teor de umidade; pequeno encolhimento após

a cura; facilidade de processamento; ausência de assuntos voláteis durante a cura; excelente resistência a produtos químicos e solventes; boa adesão a uma grande variedade de enchimentos, fibras e outros substratos; e uma grande variedade de propriedades (uma vez que um grande número de materiais de partida, agentes de cura e modificadores estão disponíveis).

É possível adicionar reforços particulados em matrizes a nível nanométrico e micrométrico para modificar suas propriedades. Dentre os materiais em escala nanométrica é possível citar as nano argilas, dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ), nano sílica ( $\text{SiO}_2$ ), materiais baseados em metais, nano reforços naturais e nanotubos de carbono (CNT). (QUEIROZ, 2021).

Os compósitos eletricamente condutores consistem em um material de matriz isolante e seus reforços particulados. As propriedades elétricas dos nanocompósitos são controladas através da seleção do material, frações de volume de componentes, condutividade, comportamento de percolação e anisotropia. (ISLAM, 2019).

## 2.5. Processos de fabricação de compósitos

Os processos de fabricação afetam diretamente as propriedades mecânicas e elétricas dos materiais compósitos. Fatores como quantidade, singularidade da peça, custo, disponibilidade, tempo de cura, materiais de matriz ou reforço e aplicação da peça construída influenciam na escolha do método de fabricação.

A seguir são apresentados alguns dos métodos para fabricação de compósitos de matriz polimérica e reforço de fibras descritos por GIBSON (2016).

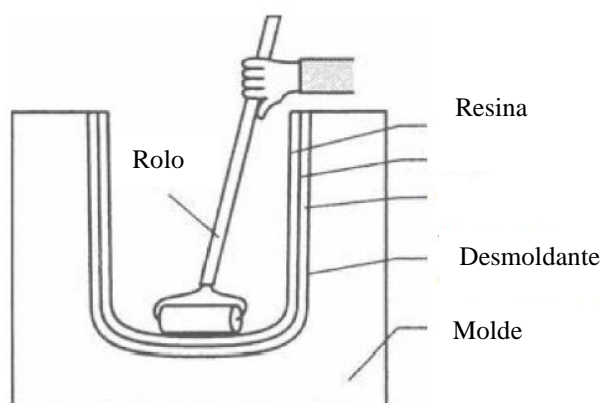


**Figura 11: Laminação manual.**

Fonte: Autor.



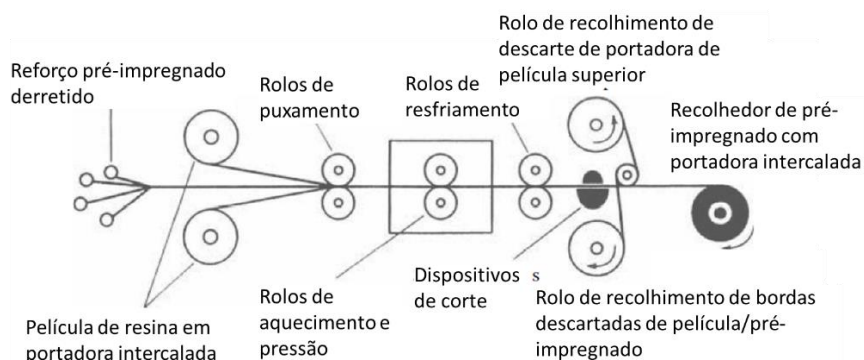
O processo de molde aberto com posicionamento manual de camadas de tecido de fibra ou retalhos de tecido de fibra é usado para desenvolvimento de peças únicas, protótipos (Figura 11) ou componentes de grandes dimensões. Um molde de múltiplos possíveis materiais – de isopor a metais, passando por impressão 3D – recebe uma camada de desmoldante e em seguida são acrescentadas a fibra e a resina polimérica. Um rolo é utilizado para que apenas a quantidade mínima de resina seja impregnada. A resina então é curada na temperatura ideal. A Figura 12 representa a laminação manual de camadas em molde aberto.



**Figura 12: Laminação manual de camadas em molde aberto.**

Fonte: GIBSON, 2016

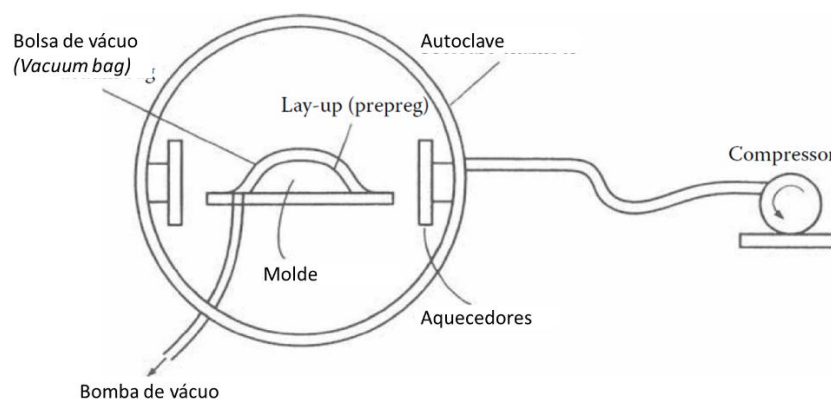
Já o processo de pré-impregnação consiste em uma fita de fibras cobertas previamente com a resina polimérica. (GIBSON, 2016). Essa forma de fabricação elimina boa parte da mão de obra necessária na laminação manual, uma vez que fibras e matriz estão preparadas nas proporções exatas. Durante a preparação do componente o operador precisa apenas posicionar as fitas pré-impregnadas de acordo com as especificações do projeto e curar em alta pressão e temperatura. (GIBSON, 2016). Na Figura 13 é possível visualizar o processo de pré-impregnação a quente.



**Figura 13: Processo de pré-impregnação por fusão a quente.**

Fonte: GIBSON, 2016

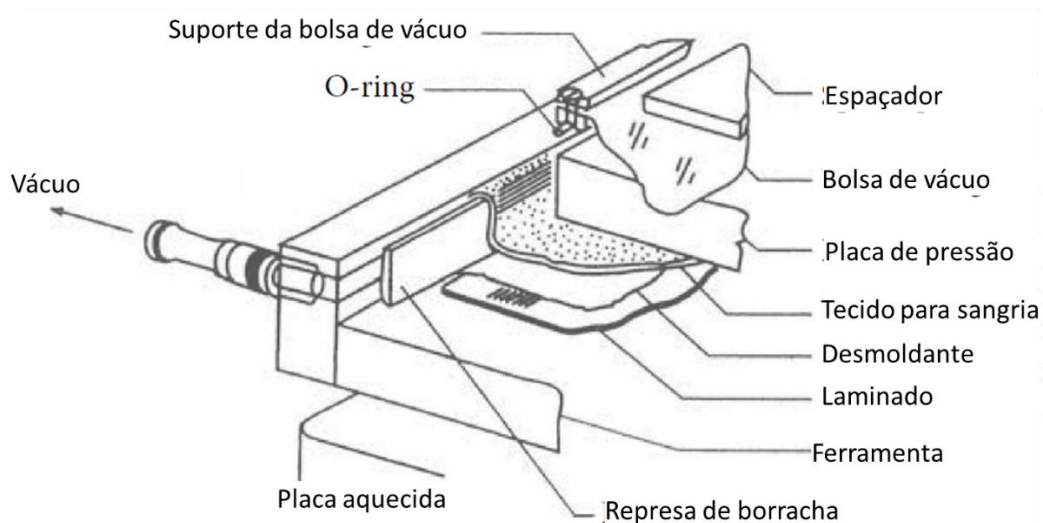
Outro processo bem acessível é com o uso de *vacum-bag*. As fibras são posicionadas à mão junto à resina em um molde. O molde é isolado em um filme plástico e então uma bomba de vácuo remove os gases de dentro do conjunto. Esse processo que é demonstrado na Figura 14 reduz a formação de bolhas e a mobilidade do reforço dentro da matriz. (CAVALCANTI, 2018).



**Figura 14: Processo de laminação com *vacum bag*.**

Fonte: (GIBSON, 2016)

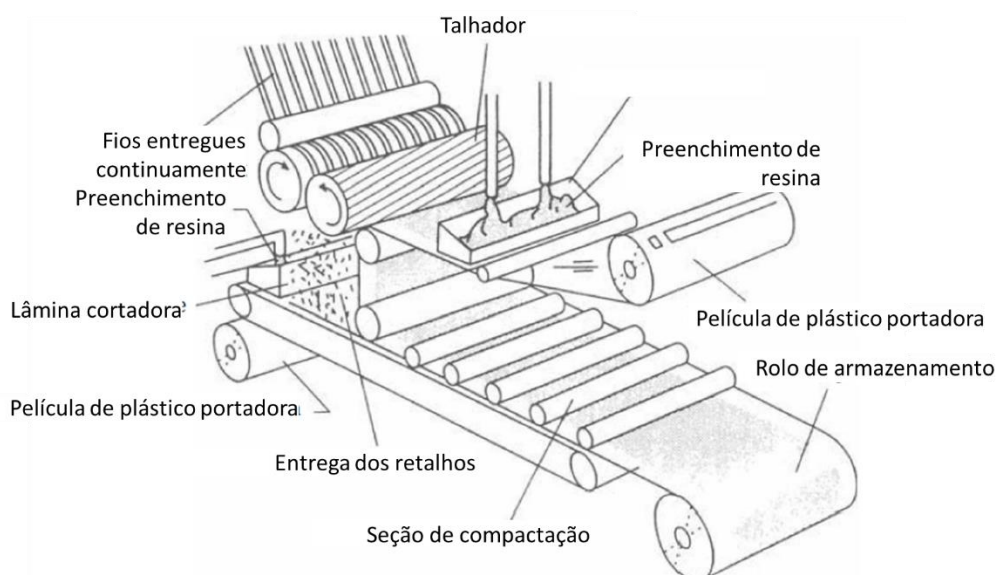
O Autoclave (Figura 15) é uma câmara aquecida e pressurizada em que o molde com suas matérias primas laminadas estão sujeitas a pressão e temperatura necessárias para a cura. São utilizados molde, desmoldante, pano de sangramento e linha de vácuo envoltas em uma *vacum bag*. Autoclaves possuem os mais diversos tamanhos dependendo das necessidades das peças produzidas. (GIBSON, 2016)



**Figura 15: Processo de laminação com autoclave.**

Fonte: (GIBSON, 2016)

Enrolamento de filamentos (Figura 16) é utilizado para produzir estruturas cilíndricas como vasos de pressão, eixos de transmissão de potência, fuselagens e tubulação flexível. O método compreende enrolar fita pré-impregnada helicoidalmente ao redor de um molde cilíndrico ou elíptico, podendo o molde ser até um outro elemento da peça construída. O conjunto é então curado com ajuda de uma fonte térmica. (GIBSON, 2016)



**Figura 16: Enrolamento de filamentos pré-impregnados. Fonte: (GIBSON, 2016)**

## 2.6. Nanotubos de Carbono

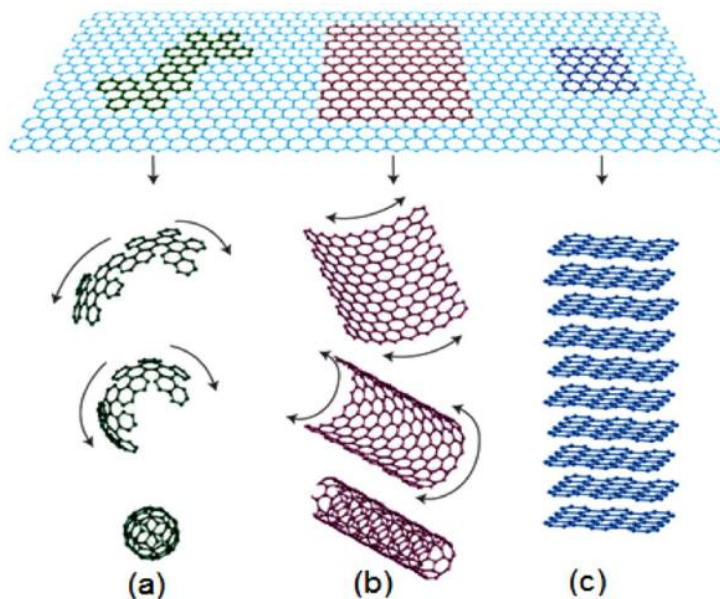
O carbono pode ser encontrado na natureza em infinitas fontes, como por exemplo carvão, petróleo bruto ou biomassa. O carbono tem sido usado pela indústria como fonte de energia, matéria prima, lubrificante e ferramenta em suas diferentes formas macroscópicas.

Isolado pela primeira vez em 2004, o grafeno tem recebido bastante atenção na indústria pela sua versatilidade e capacidade de melhorar propriedades físicas de outros materiais. Por exemplo, SUN (2019) destaca que o grafeno ou materiais feitos à base de grafeno apresentam melhor flexibilidade mecânica, maior superfície de contato, estabilidade química, condutividade térmica e eletrônica superiores.

O grafeno pode ser modificado para ampliar as características de armazenamento e transferência de elétrons. Para isso, o grafeno pode ser depositado em camadas em

eletrodos porosos ou pode ser modificado para que sejam depositadas em camadas de grafeno outros elementos eletroquimicamente ativos. (SUN, 2019).

Como grafeno (2D) o elemento pode ser reorganizado em fulerenos (0D), enrolado em um cilindro como um nanotubos de carbono (1D) ou empilhado como o grafite (3D). (KUMAR; SHARMA; DIXIT, 2021). Cada forma alotrópica do carbono possui propriedades mecânicas, físicas ou utilidades diferentes. Na Figura 17 podem ser observadas a forma como o grafeno pode se transformar nos diferentes formatos citados.



**Figura 17: Alotropia do carbono a partir do grafeno: (a) constituição do fulereno; (b) constituição de nanotubos de carbono; (c) constituição do grafite.**

Fonte: (KUMAR; SHARMA; DIXIT, 2021)

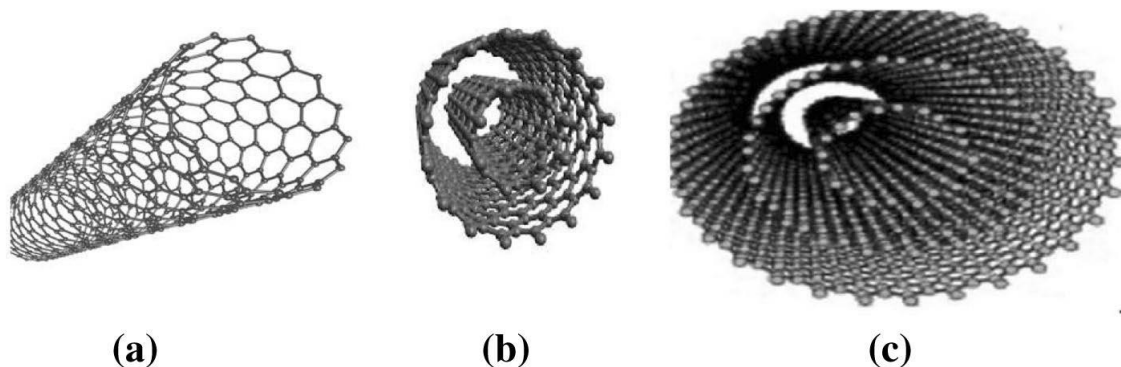
Os nanotubos de carbono de parede única consistem em uma estrutura bem simples de um cilindro formado por uma camada de grafeno. Os nanotubos de carbono foram sintetizados pela primeira vez em 1991 por Sujiro Iijima (IJIMA, 1991).

Devido às forças atrativas de van der Waals, os nanotubos de carbono apresentam baixa dispersibilidade na água, o que, segundo Islam et al. (2020) dificulta uma cobertura uniforme das fibras.

Os nanotubos de carbono se classificam em nanotubos de carbono de parede única (SWCNT), de parede dupla (DWCNT), de multiparede (MWCNT) e nanotubos de carbono defectivos. Exemplos podem ser encontrados na Figura 18.

Por sua vez, os nanotubos de multiparede foram descobertos antes mesmo dos nanotubos de única parede. Este tipo de nanotubos consiste em três formas: cilindros

concêntricos, estrutura espiral – onde as camadas de grafeno são enroladas como um helicóide e estrutura mista.



**Figura 18: (a) Nanotubos de carbono de parede única (SWCNT), (b) Nanotubos de carbono de duas paredes (DWCNT) e (c) Nanotubos de carbono múltipla parede (MWCNT). Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019)**

Os nanotubos de carbono defectivos acontecem quando ocorrem anéis pentagonais ou heptagonais onde deveria haver hexágonos na estrutura de átomos de carbono que formam o nanotubo. Isso faz com que o nanotubo desenvolva superfícies curvas que prejudicarão as propriedades físicas e mecânicas do nanocompósito.

## 2.7. Métodos de fabricação dos nanotubos de carbono

Os nanotubos de carbono são produzidos pelos métodos descritos a seguir.

### 2.7.1. Deposição química de vapor

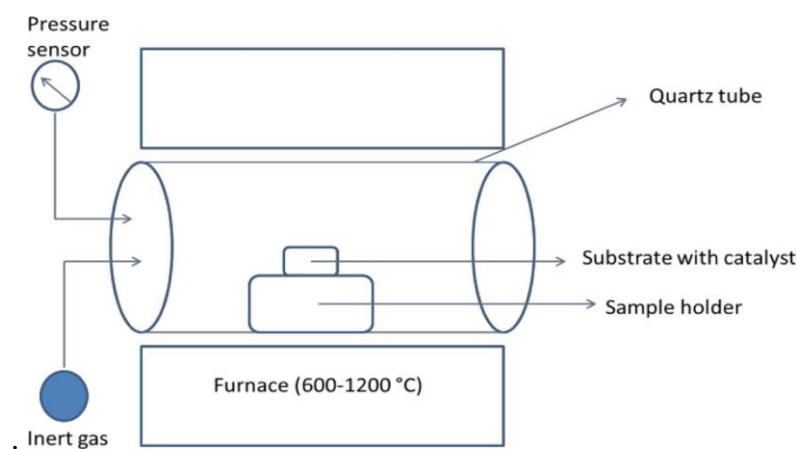
Esse método é utilizado para produzir CNT em larga escala.

O vapor de carbono é formado pela dissociação de gases carbonáceos em alta temperatura. Esse carbono é então depositado de forma controlada em um substrato revestido de catalisador para promover o crescimento do CNT. (ALIOFKHAZRAEI, 2019). A Figura 19 exemplifica o posicionamento dos elementos citados.

O tipo de catalisador e seu respectivo tamanho de partícula influencia na formação de SWCNT ou MWCNT e no tamanho das partículas.

O método de deposição química de vapor se destaca em comparação aos outros métodos em relação à pureza do material obtido, ao rendimento, cristalinidade, controle

de estrutura. Além disso, a deposição química de vapor permite o uso de uma variedade maior de substratos e permite o crescimento dos CNTs nas mais diversas formas, como pós, filmes, tubos retos ou em formato helicoidal. (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019)



**Figura 19: Diagrama de um aparelho para realizar deposição química de vapor.**

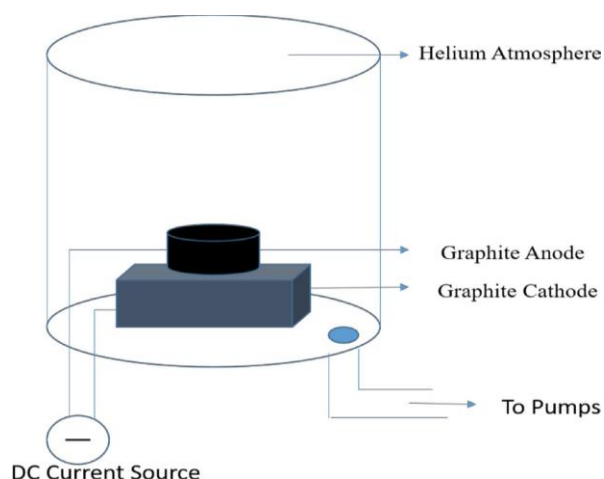
**Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019)**

### 2.7.2. Método de descarga de arco

Foi o método usado por IJIMA, 1991 para a primeira síntese de MWCNTs.

CNTs podem ser produzidos pelo método de descarga de arco, onde uma câmara de reação preenchida com gás inerte e dois eletrodos de grafite. Uma descarga em arco em corrente contínua auxilia a vaporização do carbono do grafite anodo e então o carbono vaporizado. (BALASUBRAMANIAN; JAWAHAR, 2021). A Figura 20 exemplifica o aparelho para realizar a descarga em arco.

Para alcançar um bom rendimento e uma boa qualidade no processo é necessário realizar uma boa escolha dos anodos dopados, uma concentração ideal de catalisadores, a influência dos gases componentes do plasma, a pressão do gás inerte intensidade do arco e distância entre eletrodos. A variação destes elementos afeta a estrutura resultante, como SWCNT, MWCNT ou outros. (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019).



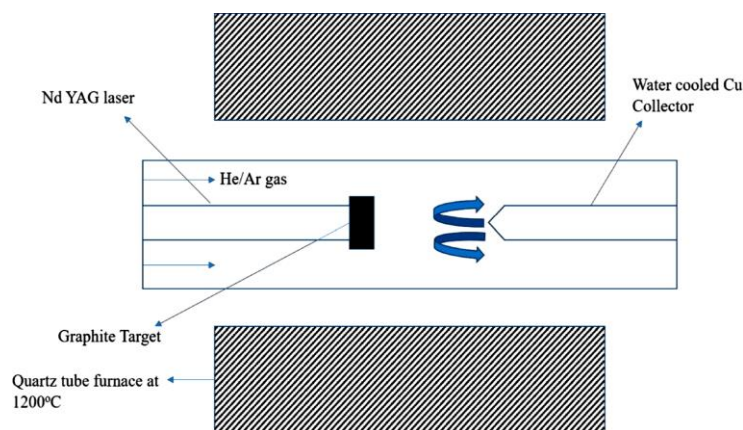
**Figura 20: Diagrama de um aparelho para realizar descarga em arco.**

**Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019)**

### 2.7.3. Separação por laser

É o processo com menor custo-benefício, mas que provê um rendimento excelente em comparação com os outros métodos. (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019)

O laser promove o processo de vaporização do grafite em uma atmosfera inerte, geralmente argônio. No processo de separação por laser várias nanoestruturas de carbono são formadas a partir de carbono vaporizado, que são coletados a partir de coletor de cobre resfriado de água. Nesse método de fabricação temperatura, atmosfera gasosa, pressão e propriedades do laser controlam as propriedades CNT. (BALASUBRAMANIAN; JAWAHAR, 2021). Na Figura 21 está um diagrama do método de separação por laser.



**Figura 21: Diagrama de um aparelho para realizar separação por laser.**

**Fonte: (GUPTA; GUPTA; SHARMA, 2019)**

## 2.8. Dispersão de nanotubos em materiais compósitos

CNTs podem ser utilizados em compósitos como reforços particulados para a matriz ou como um elemento de reforço das fibras.

Quando os nanotubos de carbono são acrescentados em matrizes poliméricas tem-se elementos com área de superfície muito maiores, dificultando uma dispersão uniforme destas partículas. (QUEIROZ, 2021).

Uma dispersão homogênea dos nanotubos de carbono e uma boa adesão interfacial melhoram as propriedades dos nanocompósitos, uma vez que as cargas serão transferidas para os nanotubos de carbono. Partículas CNT bem dispersas na matriz são capazes de modificar a propagação de trincas, promovendo um aumento na resistência a tração dos compósitos. (ZHOU et al., 2016). Ainda, uma dispersão bem realizada dos nanotubos pode superar o limite de percolação e tornar materiais dielétricos condutores. (TRAKAKIS et al., 2020). Em contrapartida, uma aglomeração indesejada ou concentração muito alta dos nanotubos é prejudicial às propriedades mecânicas (NETO et al., 2020) e elétricas (TRAKAKIS et al., 2020).

A dispersão em laboratórios de pesquisa é usualmente realizada por meio da ultrassonicação utilizando um equipamento chamado sonicador. A ultrassonicação consiste na aplicação de energia de ultrassom de modo a agitar partículas em uma solução. A propagação deste ultrassom induz a formação de ondas de compressão atenuadas nas moléculas do meio por onde passa, removendo as partículas do aglomerado. (QUEIROZ,



2021). Os tempos de sonicação e a potência são fatores importantes que afetam as características finais do material.

Para o presente trabalho foi utilizado o Sonicador Ultrassônico QR500 da Ultronique, apresentado na Figura 22. Segundo o fabricante, a energia elétrica é transformada em energia mecânica e transferida para o líquido em ciclos de tensão e compressão formando bolhas locais de pressão altíssima que farão com que os elementos presentes sejam rompidos. (“DESRUPTOR DE CÉLULA SONICADOR DE PONTEIRA ULTRASSÔNICO”, [s.d.]



**Figura 22: Sonicador ultrassônico QR500 da Ultronique. Fonte: Ultronique**

Para realizar a sonificação são variados os parâmetros da concentração dos nanotubos e da potência aplicada. NETO et al. estudam a influência destes parâmetros nas propriedades térmicas e mecânicas variando a potência em 25W, 50W e 75W e a concentração de MWCNT em 0,2%, 0,4% e 0,6% em uma matriz epóxi. Foi encontrado um acréscimo de 14% na resistência à tração e 15% no módulo de Young para uma concentração de 0,6% sonicada a 75W quando comparada ao epóxi sem MWCNTs dispersos.

## 2.9. Condutividade elétrica e resistividade

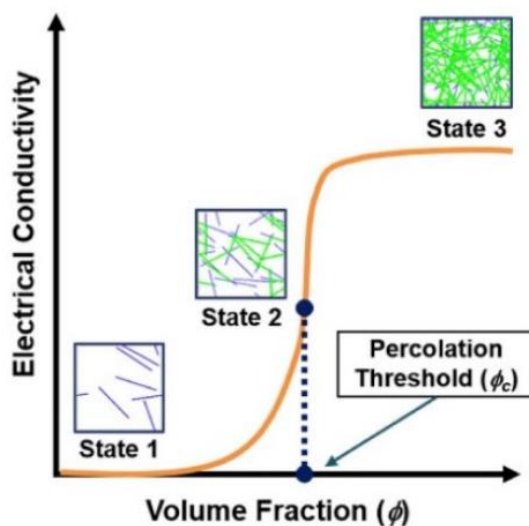
Condutividade é a facilidade em que um material é capaz de conduzir corrente elétrica. Seu inverso é a resistividade (CALLISTER, 2013).

$$\rho = \frac{R \cdot A}{l} = \frac{V \cdot A}{I \cdot l} \quad [\Omega \cdot m] \quad (1)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad [\Omega \cdot m]^{-1} \quad (2)$$

A Equação (1) relaciona resistência ( $R$ , em ohm), área de seção transversal ( $A$ , em  $m^2$ ), comprimento de medição ( $l$ , em metros), tensão ( $V$ , em Volts) e corrente ( $I$ , em amperes). A Equação (2) é a condutividade elétrica em  $\Omega \cdot m^{-1}$ . Quanto maior o valor da resistividade menor é a condutividade.

O limiar de percolação em um composto de matriz polimérica é o teor mínimo de reforço particulado que não permite alterações na condutividade elétrica do composto. Quando são adicionados os CNTs (Figura 23, estado 2) em pequenas quantidades é promovida a redução deste limite de percolação dos materiais e então materiais que antes eram dielétricos se tornam condutores em frequências menores. (MOHD NURAZZI et al., 2021)



**Figura 23: Classificações de três estados diferentes relativos à transição de condutância elétrica baseada em teoria da percolação para nanocompósitos poliméricos funcionalizados com CNT. Fonte: (DOH; YANG; RAGHAVAN, 2020)**

Fatores significativos que afetam a condutividade elétrica dos compósitos poliméricos reforçados por CNTs são: a dispersão dos CNTs pela matriz; a proporção de

reforços particulados; a estrutura dos CNTs; e o tipo de polímero. (MOHD NURAZZI et al., 2021)

Além dos fatores citados acima, o tamanho da nanoestrutura também desempenha um papel importante na promoção da condutividade através de sua capacidade de permitir a incorporação homogênea em matrizes de polímeros. (MOHD NURAZZI et al., 2021). Essa estrutura de rede de enchimentos cria caminhos condutivos onde as CNTs estão em contato próximo entre si, facilitando assim a condução de elétrons através de mecanismos de 'salto' ou 'tunelamento'. (TRAKAKIS et al., 2020). Portanto, com o aumento das frações de volume das CNTs, as vias de rede se intensificam e, portanto, aumentam abruptamente a condutividade das matrizes de polímeros reforçados.

Assim, são destacados os principais mecanismos de condutividade na percolação de CNTs: a condutividade elétrica dos próprios CNTs; a condutância de contato direto em microescala; e o fenômeno em nanoescala de salto ou tunelamento de elétrons.

**Tabela 1: Condutividade elétrica de diferentes polímeros com dispersão de CNT.**

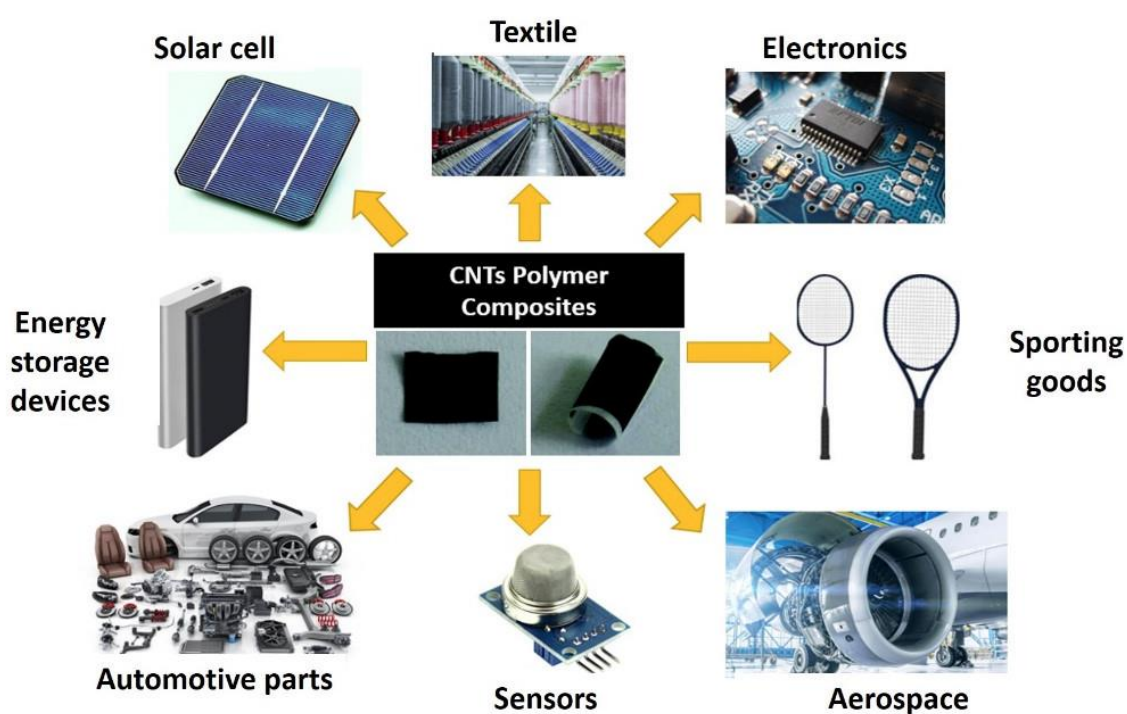
**Fonte: adaptado de (MOHD NURAZZI et al., 2021)**

Polímero	CNT	Condutividade elétrica ( $S m^{-1}$ )
polianilina (PANI)	$\leq 8$ wt.% f-MWCNT	28,6
poliamida	7 wt.% MWCNT	~101
PVDF	0.5 wt.% MWCNT	0,8
PC	$\leq 3$ wt.% SWCNT	101
polipropileno (PP)	$\leq 3.5$ wt.% MWCNT	20
-	100 wt.% CNT	106-107

## 2.10. Aplicações na indústria

Apesar da previsão de ampliação do mercado de CNTs, o crescimento deste mercado é afetado pelos custos das CNTs, dificuldades de processamento e pela disponibilidade de substitutos ou grupos funcionais específicos, como nanotubos de carbono de silício (SiCNTs). Como observado na seção anterior, os métodos usados para produzir nanotubos de carbono por enquanto são complexos, caros, danosos ao meio-ambiente e pouco lucrativos para a produção em larga escala.

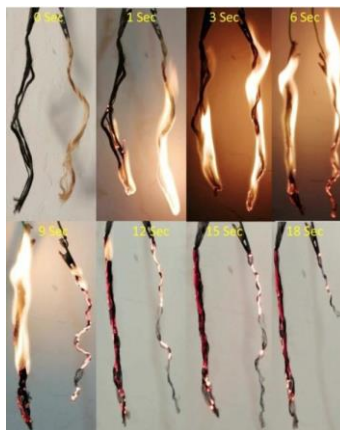
A China lidera a demanda por CNTs, seguida de perto por Índia, Coreia do Sul, Vietnã, Taiwan e Cingapura. O aumento da demanda vem sendo puxado por aplicações como displays de emissão de campo, circuitos integrados, armazenamento de hidrogênio, baterias de lítio (Li), células solares fotovoltaicas, células de combustível, sensores químicos e entrega de medicamentos. (MOHD NURAZZI et al., 2021). Nesta seção são apresentadas aplicações dos CNTs. Algumas destas aplicações podem ser visualizadas na Figura 24.



**Figura 24: Aplicações de compósitos poliméricos reforçados com CNT. Fonte: (MOHD NURAZZI et al., 2021)**

MWCNTs agem como retardantes de chamas quando funcionalizados em matrizes. (ZENG et al., 2018). Os autores de Islam et al. (2020) acrescentam que a fibra

de juta quando funcionalizada com os CNTs fica termicamente mais estável e capaz de retardar as chamas como pode ser visto na Figura 25.



**Figura 25: Comparação da flamabilidade da juta (lado esquerdo) com juta tratada e funcionalizada com CNTs (lado direito). Fonte: ISLAM, 2020**

Além dos dispositivos referenciados acima podemos citar sensores biocompatíveis ou biodegradáveis para monitoramento de qualidade de alimentos, do meio ambiente ou da saúde de seres humanos. (MANJAKKAL et al., 2021).

### 2.10.1. Supercapacitores

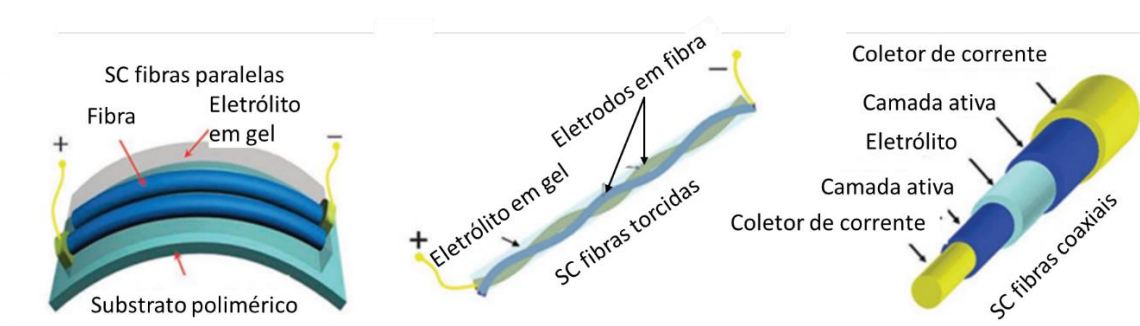
Supercapacitores são dispositivos armazenadores de energia que realizam ciclos de carga e descarga frequentes sob altas correntes e em um curto período de tempo (SUBRAMANIAM; NAINAR; NORDIN, 2022). Os supercapacitores se destacam das baterias por possuir menor densidade de energia e uma maior densidade de potência, ou seja, armazenam menos energia, mas liberam essa energia mais rápido. Sua construção compreende eletrodos, eletrólito, dielétrico e conversor de corrente. Eles funcionam através da adsorção e dessorção de íons na interface entre eletrodos e eletrólitos e reações rápidas de oxirredução farádica de superfície. (SUN, 2022).

Comercialmente os supercapacitores são encontrados em células unitárias de formato cilíndrico e prismático ou já organizado em módulos – vide Figura 26. As principais vantagens de adquirir um módulo de supercapacitores é a economia de espaço, um tratamento melhor da temperatura interna do sistema e um balanceamento ativo das células. (ŞAHIN; BLAABJERG; SANGWONGWANICH, 2022)



**Figura 26: (a) células unitárias comerciais de supercapacitores de diferentes tamanhos e fabricantes; e (b) módulos de supercapacitores. Fonte: (ŞAHIN; BLAABJERG; SANGWONGWANICH, 2022)**

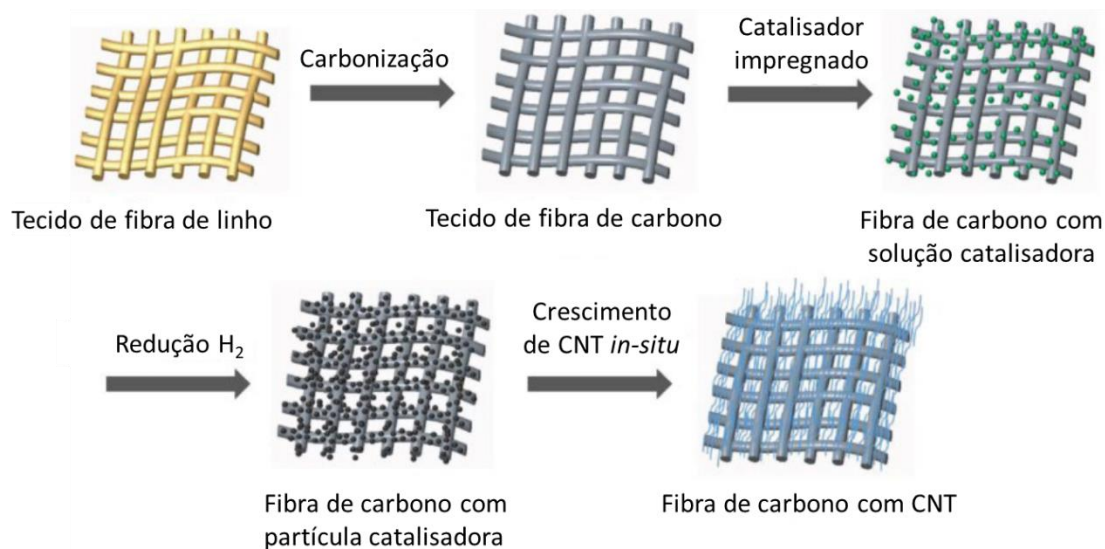
Além disso, os supercapacitores podem ser desenvolvidos nos mais diferentes formatos. Por exemplo, a partir de 2003 são desenvolvidos os supercapacitores 1D, ou seja, em formato de fios. Esse formato oferece um material flexível, deformável, cabem em espaços menores se integram com outros dispositivos 1D, como baterias ou sensores 1D. Adicionalmente, esses fios supercapacitores podem ser trançados em tecidos, abrindo inúmeras possibilidades em dispositivos vestíveis inteligentes. (ZHAI et al., 2020). Na Figura 27 estão algumas das estruturas unidimensionais. São elas: SC de fibras paralelas, SC de fibras torcidas e SC de fibras coaxiais.



**Figura 27: Exemplos de supercapacitores 1D. Fonte: (YU et al., 2015)**

Zhang et al produziram eletrodos flexíveis para um supercapacitor baseado em linho carbonizado e nanotubos de carbono cultivados in situ. O tecido de linho

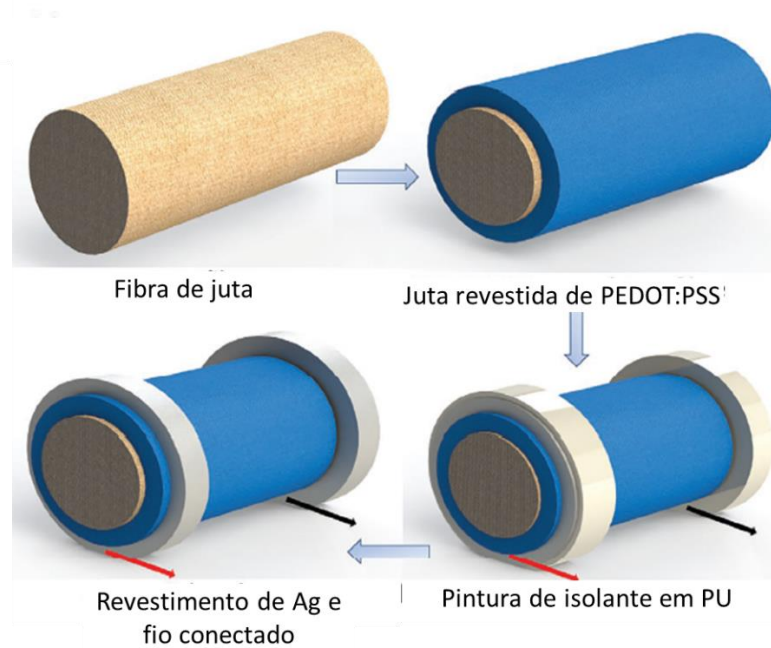
carbonizado serve como passarelas 3D flexíveis, nanotubos de carbono cultivados uniformemente em superfícies de tecido fornecem uma grande área de superfície acessível com uma relação de volume configurável entre microporos e mesoporos, e o crescimento *in situ* oferece interfaces estreitamente contatadas (Vide Figura 28). Os autores ainda afirmam que o eletrodo exibe uma alta superfície de  $580 \text{ m}^2/\text{g}$ , uma excelente capacitância específica de  $191 \text{ F/g}$  a  $0,1 \text{ A/g}$ , uma alta retenção de ciclos de 96% após 5000 ciclos a  $20 \text{ A/g}$ , e uma alta densidade de potência de  $3,3 \text{ kW/kg}$ .



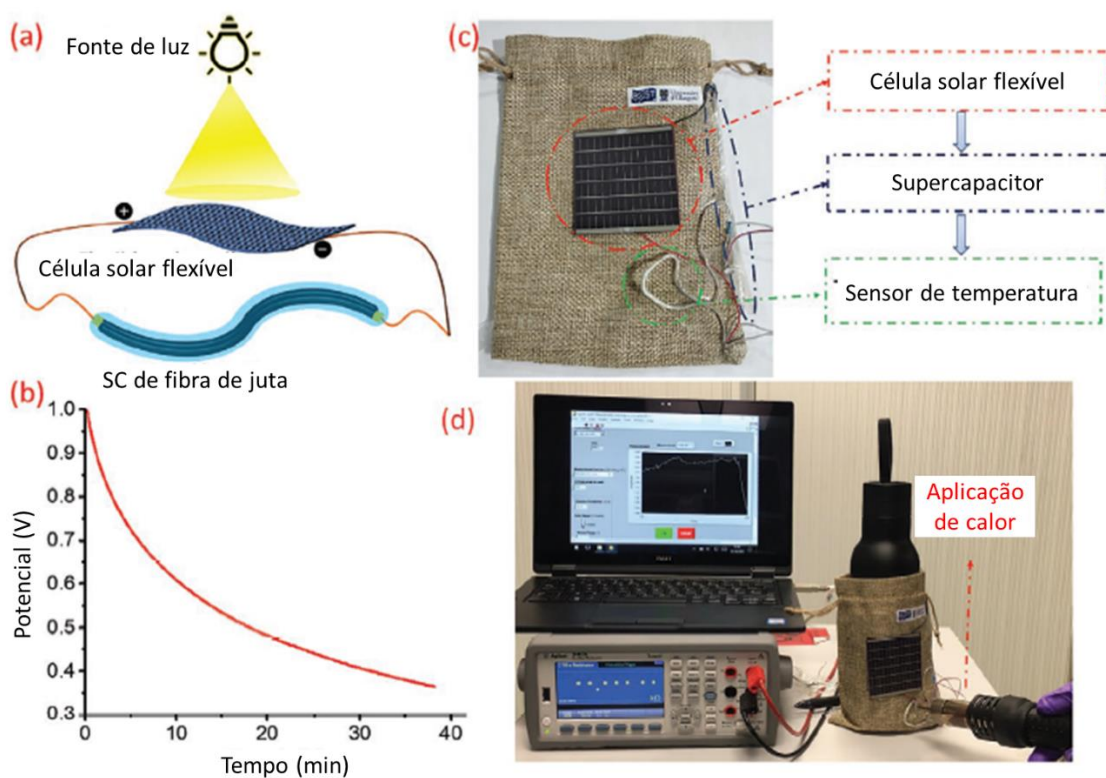
**Figura 28: Eletrodo de linho e nanotubos de carbono proposto por Zhang et al.**

**Fonte: (ZHANG et al., 2017)**

MANJAKKAL et al. desenvolveram e analisaram eletroquimicamente um supercapacitor unidimensional e um sensor de temperatura e umidade à base da matriz condutora poli(3,4-etilenedioxitiofeno) sulfonato de poliestireno (PEDOT:PSS) misturado a etileno glicol, fibra de juta revestida com SWCNT e uma nova celulose hidroxil (HEC) com eletrólito de gel à base de sal KCl. O dispositivo analisado pode ser conferido na Figura 29 e em combinação com um painel solar flexível na Figura 30. Os autores encontraram um bom funcionamento dos dispositivos isoladamente e em combinação e que apontam um caminho confiável para produção de dispositivos vestíveis ou de armazenamento que proveem informação confiável sobre o elemento vestido ou armazenado.



**Figura 29: Esquemático do dispositivo de MANJAKKAL. Adaptado de (MANJAKKAL et al., 2021)**



**Figura 30: Dispositivos de MANJAKKAL et al. usados em conjunto. (a) Esquema de carga do SC com o uso de uma célula solar; (b) gráfico representando a descarga do dispositivo de MANJAKKAL (2021); (c) bolsa de juta com célula**



**solar, SC e sensor de temperatura; (d) Resposta do sensor de temperatura alimentado pelo SC desenvolvido. Fonte: Adaptado de MANJAKKAL et al., 2021**

### 2.10.2. Materiais termoelétricos

Materiais termoelétricos são materiais são materiais capazes de gerar energia elétrica, aquecimento ou refrigeração a partir dos efeitos Peltier ou Seebeck. Eles se destacam dos demais materiais para essa utilidade por serem compactos, leves, não precisarem de partes móveis e não emitirem poluição durante seu uso.

Para que um material termoelétrico apresente valor comercial precisa ter um valor alto de figura de mérito (ZT, calculado pela Equação (4)), que por sua vez precisa de um alto coeficiente de Seebeck (S ou  $\alpha$ , calculado pela Equação (3)), alta condutividade elétrica e baixa condutividade térmica. O coeficiente Seebeck é uma propriedade intrínseca de materiais relacionados às suas propriedades eletrônicas. Especificamente, não depende da geometria, embora tenha valores positivos para tipo p e negativo para semicondutores do tipo N. No entanto, os principais materiais termoelétricos comerciais têm em sua composição quantidades relevantes de elementos raros como telúrio (Te) ou o poluente chumbo (Pb). (JIANG et al., 2020). Em contrapartida, nos últimos anos tem surgido pesquisas com polímeros e nanotubos de carbono como substitutos ou complementos.

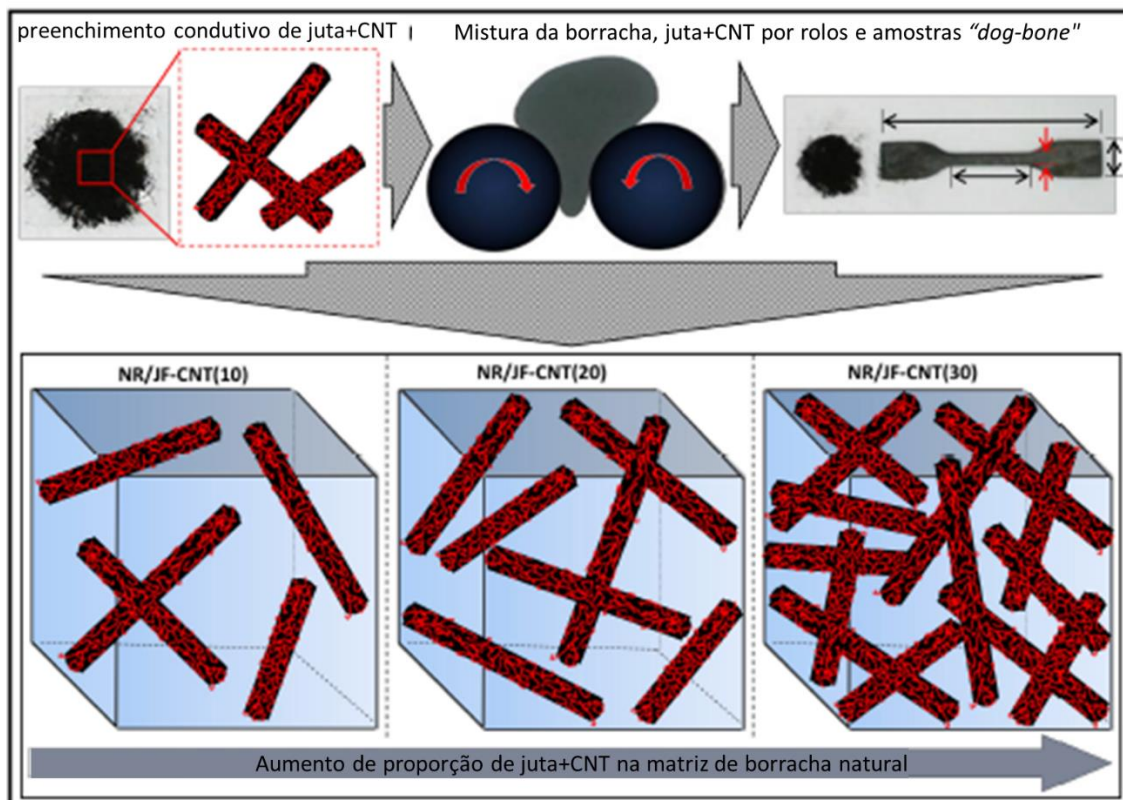
$$\alpha = \frac{\Delta V_{TH}}{\Delta T} \quad (3)$$

$$ZT = \frac{\alpha^2 * \sigma * T}{\kappa} \quad (4)$$

Onde  $\alpha$  é o coeficiente de Seebeck (V/K),  $\Delta V_{TH}$  é a diferença de tensão nos dois pontos medidos (em V),  $\Delta T$  é a diferença de temperatura entre os pontos medidos (em K), ZT é a Figura de Mérito, (adimensional),  $\sigma$  é a condutividade elétrica do material ( [  $\Omega * m$  ]<sup>-1</sup>) e  $\kappa$  é a condutividade térmica do material (W/K) e T é a temperatura absoluta. (WANG et al., 2015).

Um valor de ZT alto pode ser alcançado criando um material que exibe um fator de alta potência e baixa condutividade térmica. No entanto, deve-se sempre considerar a relação direta entre a condutividade elétrica (mobilidade portadora) e a contribuição da densidade do portador de carga (Seebeck) para a condutividade térmica.

Tzounis et al. desenvolveram um compósito de fibras curtas de juta revestidas com MWCNT em uma matriz de borracha natural criando uma rede percolada tridimensional como demonstrado na Figura 31. A Juta+CNT proveu condutividade elétrica e propriedades termoelétricas ao compósito. O maior valor de condutividade elétrica ( $\sigma$ ) foi de 81 S/m. As medições termoelétricas revelaram pequenas diferenças no coeficiente Seebeck, enquanto o maior fator de potência (PF) foi de  $1,80 \times 10^{-2} \mu\text{W}/\text{m K}^2$  para uma maior proporção de fibra de Juta+CNT na borracha. (TZOUNIS et al., 2020)



**Figura 31: Representação do processo de fabricação e produção de amostras do compósito de Juta, CNT e borracha natural. Fonte: (TZOUNIS et al., 2020)**

Wang et al. prepararam compósitos termoelétricos de alto desempenho usando fibra de carbono como reforço e poli (3-alquilthiophene) (P3AT) como matriz. A fibra de carbono forneceu um bom caminho condutor nos compósitos. O material analisado pelos autores apresentou condutividade elétrica de 380 S/m e coeficiente Seebeck de  $136 \mu\text{V}/\text{K}$ . Os autores se utilizaram de vários métodos de otimização para melhorar a incompatibilidade química entre materiais orgânicos e materiais inorgânicos, as propriedades termoelétricas dos materiais compostos foram muito melhoradas. No entanto, ainda existe uma lacuna significativa em relação aos materiais a granel inorgânicos e, ainda segundo os autores, o desenvolvimento de materiais compósitos

termoelétricos de alto desempenho tornou-se a prioridade máxima para a produção de tecidos termoelétricos vestíveis estáveis e confiáveis. (WANG et al., 2015)

Karalis et al. descreve a fabricação de um gerador termoelétrico a partir de um compósito de fibra de carbono e epóxi. Os reforços de fibra de carbono exibiram um coeficiente de Seebeck (S) de  $+33,85 \mu\text{V/K}$  (tipo p) e  $-11,83 \mu\text{V/K}$  (tipo n). As medições de condutividade elétrica revelaram valores extremamente elevados de  $1,63 \pm 0,04 \times 10^5 \text{ S/m}$  para o CF-M40B e  $1,14 \pm 0,03 \times 10^5 \text{ S/m}$  para o CF-A38. CF-M40B de 33,4 mm de comprimento foram empregados para fabricar um TEG constituído por dez termopares interligados em série. O laminado exibiu uma saída de tensão de  $19,56 \pm 1,31 \text{ mV}$  a uma diferença de temperatura de  $75^\circ\text{C}$ . Ainda segundo os autores, a geração de termoeletricidade utilizando materiais estruturais que podem ser rotineiramente expostos a altas temperaturas representará um avanço em materiais multifuncionais, tornando-os uma tecnologia atraente para futuras estruturas de consumo de energia zero. Pode-se prever que compósitos estruturais inovadores habilitados para geração de energia termoelétrica contribuirão para (i) a proteção do meio ambiente devido à redução do uso convencional de combustíveis, (ii) fortalecer as interfaces entre os sistemas de Energia e Transporte, transmissão e distribuição e (iii) promover sinergias com os setores de Energia/TIC. (KARALIS et al., 2019)

## Capítulo 3

### 3. Materiais e métodos

Este capítulo apresenta os materiais utilizados para confecção dos ensaios, sua preparação e caracterização.

#### 3.1. Materiais

##### 3.1.1. Matriz

O objetivo deste estudo é comparar e avaliar o resultado da adição dos nanotubos de carbono à matriz ou aos reforços de fibras naturais.

Para a implementação dos nanotubos de carbono na matriz as resinas epóxi costumam ser as mais utilizadas por possuir elevada resistência específica, dureza, estabilidade dimensional e resistência química, mostrando também uma boa adesão a seu reforço. (KAUSAR; RAFIQUE; MUHAMMAD, 2016).

A resina escolhida para a matriz foi a epóxi bicomponente HEX 135 SLOW da Barracuda Composites. As características mecânicas da resina utilizada estão disponíveis na Tabela 2. Na Figura 32 se encontra a embalagem da resina e do agente de cura utilizado.



**Figura 32: Embalagem da resina HEX 135 SLOW. Fonte: Barracuda Advanced Composites**

**Tabela 2: Características mecânicas da resina HEX 135 SLOW. Fonte: Adaptado de Barracuda Advanced Composites, 2020**

<b>Propriedade</b>	<b>Unidade</b>	<b>Valor</b>
<b>Densidade</b>	g/cm <sup>3</sup>	1,10 - 1,20
<b>Resistência à flexão</b>	MPa	100 – 120
<b>Módulo de elasticidade</b>	GPa	2,8 – 3,2
<b>Resistência à tração</b>	MPa	65 – 75
<b>Resistência à compressão</b>	MPa	80 – 100
<b>Alongamento na ruptura</b>	%	7,0 – 10,0
<b>Força de impacto</b>	kJ/m <sup>2</sup>	60 – 80
<b>Absorção de água a 23°C em 24h</b>	%	0,10 – 0,50
<b>Absorção de água a 23°C em 7 dias</b>	%	0,20 – 0,80
<b>Cura 8h a 70°C</b>		

### **3.1.2. Reforço**

Para o reforço foram escolhidas as fibras naturais Juta e Curauá. A fibra de juta está entre as mais aplicadas pela indústria (NETO et al., 2022). A fibra de Curauá apresenta excelentes propriedades mecânicas em comparação com as demais fibras naturais.

Os materiais utilizados serão Juta, Juta 0,6% MWCNT, Curauá, Curauá 0,6% MWCNT.

As fibras de Curauá foram obtidas diretamente de um produtor rural da região do Pará (Figura 33a). A manta bidirecional T10 de juta (Figura 33b) foi fornecida pela Sisalsul, de São Paulo.



**Figura 33: Materiais em fibra e sem CNTs (a) curauá (b) manta de juta. Fonte: autor**

### **3.1.3. Nanotubos de carbono**

Os nanotubos de carbono sintetizados para este trabalho foram adquiridos comercialmente. É possível fabricar esse componente a partir dos métodos apontados no capítulo anterior, mas necessitaria a aquisição de todo o aparato, mais tempo de projeto e ainda assim não seria capaz de garantir que o resultado seja de fato nanotubos ou que estejam em um nível de pureza razoável para os experimentos.

Em vista da inviabilidade de produção local, foi dada a preferência por utilizar a opção comercial da Nanostructured & Amorphous Materials, EUA. Assim, este componente pode apresentar uma pureza média de 95%, diâmetro externo entre 50-100 nm, diâmetro interno de 5-10nm e um tamanho médio de 5-10 $\mu$ m. As propriedades do MWCNT estão disponíveis na Tabela 3.

**Tabela 3: Propriedades dos Nanotubos de Carbono (MWCNT). Fonte: Adaptado de (NETO et al., 2020)**

Propriedade	Unidade	Valor
Densidade	g/cm <sup>3</sup>	1,8
Módulo de elasticidade	GPa	0,3 - 1
Resistência à tração	MPa	65 – 75
Estabilidade térmica no ar	°C	700

### 3.1.4. Compósitos

Para encontrar o melhor componente em que serão acrescentados os MWCNT serão feitos quatro tipos de corpos de prova. Em dois a matriz será acrescida dos nanotubos e reforçada pelas diferentes fibras sem os nanotubos. Nos outros dois as fibras receberão o reforço dos nanotubos e a matriz epóxi será aplicada sem qualquer acréscimo.

As combinações podem ser conferidas na Tabela 4: Relação de matriz e reforço estudados.

**Tabela 4: Relação de matriz e reforço estudados. Fonte: autor.**

	Nome	Matriz	Reforço de fibra
1	EJCNT	Resina Epóxi	Juta + 0,6% MWCNT
2	ECCNT	Resina Epóxi	Curauá + 0,6% MWCNT
3	EJ	Resina Epóxi	Juta
4	EC	Resina Epóxi	Curauá

#### 3.1.4.1. Funcionalizando o reforço

Para preparar os reforços funcionalizados será utilizado o método da sonificação. Os reforços funcionalizados são preparados seguindo as etapas abaixo.

1. Adicionar nanotubos a 100ml de água destilada;
2. Misturar por sonificação por 40 minutos a 75W;
3. Imergir as fibras em água destilada por uma hora e meia;
4. Secar as fibras na estufa por uma hora e meia a 100°C;
5. Armazenar as fibras ou acrescentá-las à matriz, de acordo com o respectivo corpo de prova.

### 3.2. Produção dos corpos de prova laminados manualmente

Os compósitos analisados no presente trabalho foram fabricados no Laboratório de Compósitos e Adesivos (LADES) no CEFET/RJ. Neste estudo foi utilizado como reforço a juta em manta e o curauá em fibras. Exceto onde indicado, o processo de fabricação dos laminados é o mesmo para ambos os materiais.

As fibras de curauá são cortadas no mesmo tamanho e presas por suas extremidades em duas tiras de fita crepe. É tomado o cuidado para que todas as fibras de curauá estejam o mais uniformemente distribuídas o possível. Deste modo foram obtidas cinco camadas de uma manta unidirecional de curauá.

Previamente, o molde de aço é preparado com desmoldante e uma barreira de silicone e borracha adesiva. O objetivo do uso destes componentes é facilitar a extração do laminado, promover a saída do excesso de resina e bolhas e preservar a geometria do laminado.

As mantas de juta e de curauá foram pesadas em uma balança de precisão para calcular a quantidade de resina e endurecedor que serão utilizados. A proporção definida é de 30% de massa em reforço fibroso.

As mantas funcionalizadas com os MWCNT foram empilhadas e posicionadas no molde. Em ambos os casos foram utilizadas cinco camadas de manta.



**Figura 34: (a) Fibras de curauá sendo pesadas; (b) Fibras de curauá em ordenamento unidirecional fixadas ao molde.**



Em seguida, a resina Hex 135 e seu endurecedor em uma proporção de 100:33 são misturados lentamente de forma manual para evitar a formação de bolhas.



**Figura 35: Aplicação da matriz nas fibras de curauá posicionadas no molde**

Em seguida, a resina e endurecedor são aplicados com um rolo nas fibras como na Figura 35. Assim que toda a resina é aplicada ao conjunto o molde é fechado e posicionado na prensa aquecida modelo Solab 12/20 (**Erro! Fonte de referência não encontrada.**). Os laminados permanecem na prensa por 8 horas para sua cura a uma pressão de 10 ton e temperatura de 75°.

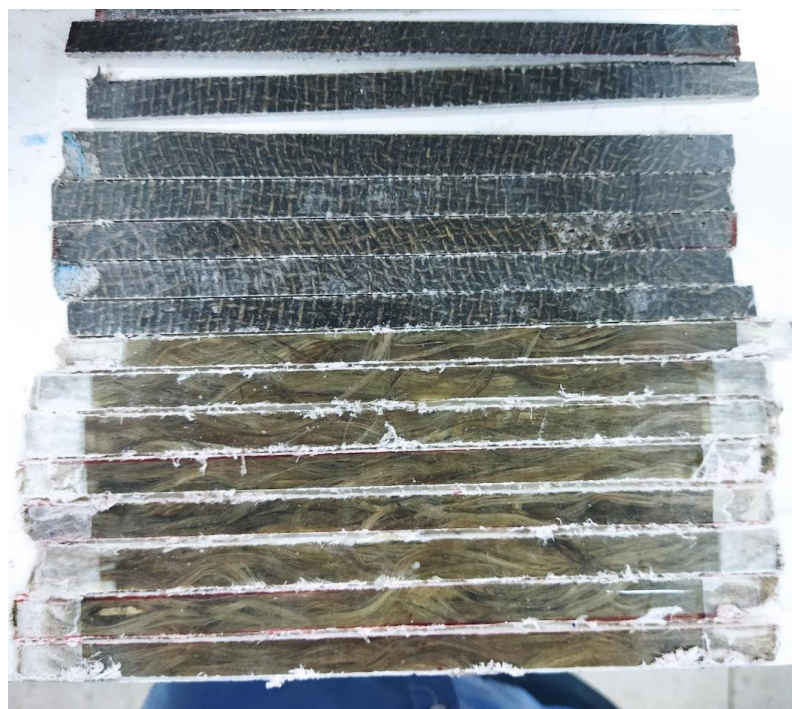


**Figura 36: Prensa utilizada. Fonte: acervo LADES.**

Concluído o tempo de cura, o aquecimento é desligado e o molde é resfriado na própria prensa para evitar uma queda brusca de temperatura e promover o surgimento de trincas. Atingida a temperatura ambiente, o laminado é facilmente desmoldado (Figura 37) e cortado por um disco diamantado seguindo as instruções da norma ASTM D 638 (Figura 38).



**Figura 37: Laminado de EJCNT após cura.**



**Figura 38: Corpos de prova de EJCNT e ECCNT cortados para ensaios.**

### **3.3. Caracterização dos corpos de prova**

Os corpos de prova serão testados para que sejam levantadas suas propriedades mecânicas e elétricas.

### 3.3.1. Ensaio de tração

O ensaio de tração compreende tracionar um corpo de prova até a ruptura. Ao longo do processo a carga e o deslocamento são medidos, o que fornecerá uma curva de tensão deformação (Figura 39). A partir da curva podem ser extraídos: tensão máxima, tensão nominal, tensão de escoamento, tensão de ruptura, deformação e módulo de Young. (CALLISTER, 2013).

Para o presente estudo será utilizado um corpo de prova de acordo com a norma ASTM D638 - *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics* (tradução livre: “Método de ensaio padronizado para propriedades trativas em plásticos”. Segundo Rahman e Putra (2019), a norma ASTM D638 é recomendada para compósitos de volume de reforço direcionados aleatoriamente, descontínuos, moldáveis ou com baixo volume de reforço. (RAHMAN; PUTRA, 2019)

A máquina utilizada foi a INSTRON 5966 localizada no laboratório LADES (Laboratório de Compósitos e Adesivos) no CEFET/RJ. Os valores de tensão de ruptura foram calculados de acordo com os dados de deformação real adquiridos com o extensômetro da máquina.



**Figura 39: Ensaio de tração sendo realizado em um corpo de prova de compósito EJCNT. Fonte: autor**

Foram preparados corpos de prova nas medidas apresentadas na Tabela 5.

**Tabela 5: Corpos de prova para ensaio de tração**

<b>Caso</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>	<b>Comprimento (mm)</b>	<b>Quantidade</b>
<b>EJCNT</b>	12,6 ± 1,0	3,2 ± 0,1	125 ± 5,0	4
<b>EJ</b>	11,0 ± 0,1	3,2 ± 0,1	125 ± 5,0	2
<b>ECCNT</b>	12,4 ± 1,0	3,3 ± 0,1	125 ± 5,0	4
<b>EC</b>	11,0 ± 0,1	3,3 ± 0,1	125 ± 5,0	4

### 3.3.2. Ensaio de flexão

O ensaio de flexão foi executado de acordo para a flexão em três pontos. Foi utilizada uma célula de carga de 10kN e velocidade de 1mm/min. A máquina utilizada foi a INSTRON 5966 também utilizada nos ensaios de tração.

Os corpos de prova foram produzidos baseados na norma ASTM D790 2017 - Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials” (tradução livre: “Ensaio de flexão em plásticos reforçados, não reforçados e materiais isolantes elétricos”) para uma taxa de comprimento/espessura de 1:16.

**Tabela 6: Corpos de prova para ensaio de flexão**

<b>Caso</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>	<b>Comprimento (mm)</b>	<b>Quantidade</b>
<b>EJCNT</b>	14,2 ± 3,5	3,2 ± 0,1	50 ± 1,0	4
<b>EJ</b>	12 ± 2,0	3,2 ± 0,1	60 ± 1,0	2
<b>ECCNT</b>	11 ± 0,5	3,2 ± 0,1	54 ± 1,0	4
<b>EC</b>	12 ± 2,0	3,2 ± 0,1	60 ± 1,0	10

### 3.3.3. Ensaio de impacto

Para o ensaio de impacto a máquina de impacto WPS 30 (Leipzig, Alemanha, Figura 40) foi gentilmente emprestada pelo LAMAT/CEFET-RJ. A máquina conta com um martelo de energia de 30 kgf e erro de 0,0075 kgf. A geometria das amostras foi baseada na norma ASTM D 4812 de 80x13 mm.



**Figura 40: Máquina de impacto WPS 30 (Leipzig, Alemanha) no LAMAT/CEFET-RJ. Fonte: acervo LADES.**

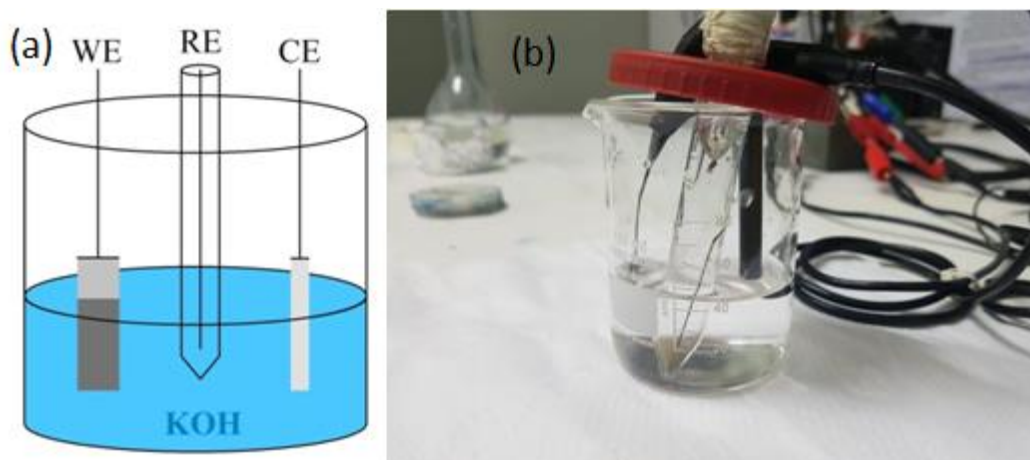
**Tabela 7: Corpos de prova para ensaio de impacto**

<b>Caso</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>	<b>Comprimento (mm)</b>	<b>Quantidade</b>
<b>EJCNT</b>	12,0 ± 1,0	3,2 ± 0,1	60	5
<b>EJ</b>	12,0 ± 1,0	3,2 ± 0,1	60	2
<b>ECCNT</b>	12,0 ± 1,0	3,2 ± 0,1	60	5
<b>EC</b>	12,0 ± 1,0	3,2 ± 0,1	60	7

### 3.3.4. Voltametria cíclica

A voltametria cíclica (CV) é uma técnica eletroquímica utilizada para analisar os processos de redução e oxidação em espécies moleculares e investigar reações químicas iniciadas por transferência de elétrons. (ELGRISHI et al., 2018).

A voltametria cíclica acompanha o comportamento do eletrodo quando submetido a uma diferença de potencial gerado por um potenciostato. A célula eletroquímica é montada em um béquer contendo uma solução eletrolítica, um eletrodo de trabalho (WE), um eletrodo de referência (RE) e um contra eletrodo (CE).



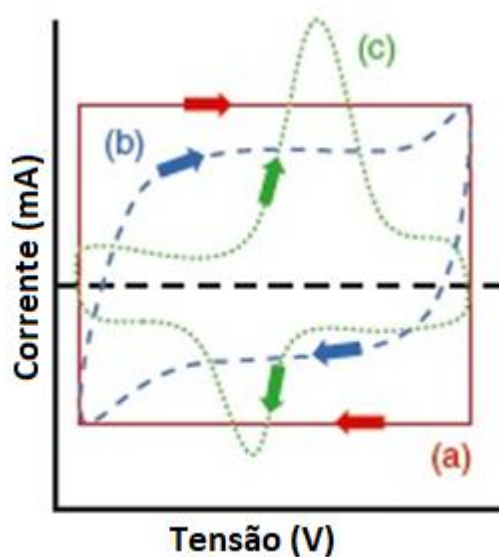
**Figura 41: (a) representação dos eletrodos e solução eletrolítica; (b) foto do sistema durante ensaio. Adaptado de: (SANTOS, 2020)**

O material ensaiado será aplicado no eletrodo de trabalho e ficará completamente imerso na solução eletrolítica (Figura 41). Então, o potenciostato faz com que o eletrodo de trabalho aplique um potencial elétrico nessa solução e o contraeletrodo forneça corrente elétrica adequada para controlar o potencial do WE. Enquanto o fluxo de corrente circula entre WE e CE, o RE servirá de referência para que o CE continue fornecendo corrente ideal para manutenção do sistema. (SANTOS, 2020).

O resultado de uma voltametria cíclica é um gráfico chamado voltamograma. O eixo x apresenta o potencial aplicado e o eixo y apresenta a corrente resultante. A partir deste gráfico é possível comparar dispositivos supercapacitores e avaliar seu correto funcionamento.

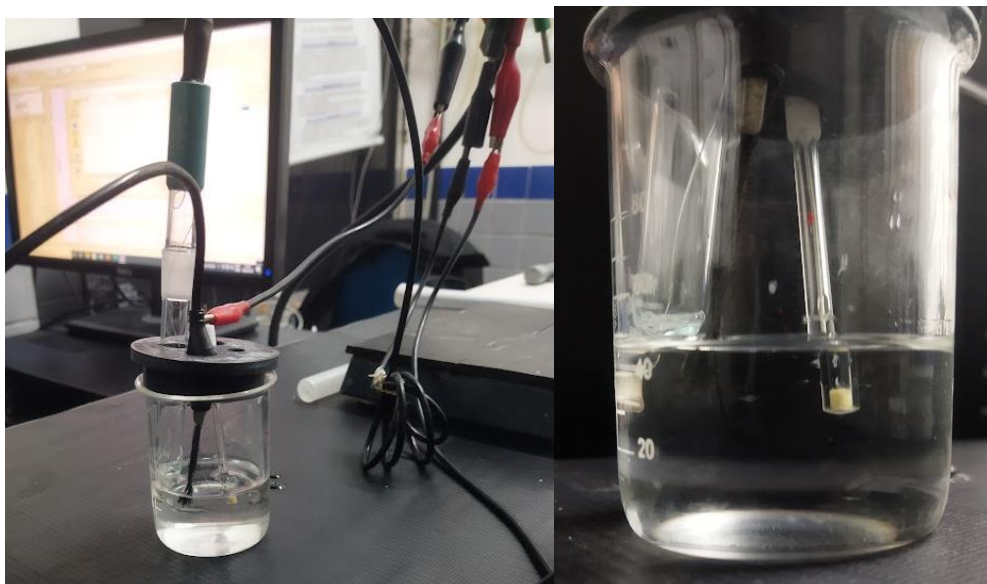
Em um capacitor ideal (a) é esperado uma corrente elétrica constante. Em um supercapacitor de dupla camada (b) podemos verificar variações na corrente conforme a tensão é aumentada. Em (c) é possível observar o fenômeno da pseudocapacitância, onde

o material sofre grandes picos de corrente onde podem ser visualizadas a oxidação e redução entre eletrodo e eletrólito.



**Figura 42: Curvas de voltametria cíclica de (a) capacitor ideal, (b) supercapacitor de dupla camada e (c) pseudocapacitor. Fonte: Adaptado de (SANTOS, 2020)**

O eletrólito é o material que facilita o fluxo de cargas entre os eletrodos anodo e catodo de materiais pseudocapacitivos. O comportamento do gráfico será afetado pelos reagentes presentes, sua concentração e comportamento junto aos demais materiais selecionados.



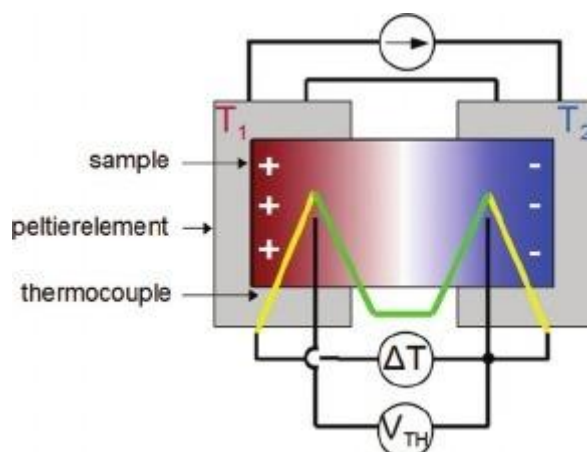
**Figura 43: Fibra de juta imersa em eletrólito passando por voltametria cíclica.**

Fonte: autor.

### 3.3.5. Medição de tensão em diferentes temperaturas e cálculo do coeficiente de Seebeck

Para se obter o coeficiente de Seebeck e melhor caracterizar um material termoelétrico é necessário aplicar uma variação de temperatura em um fio, filme ou placa e então medir a tensão e temperatura nas zonas termicamente afetadas. A Figura 44 mostra um diagrama simplificado do funcionamento do aparato de medição. Existem soluções comerciais e a possibilidade de replicar o sistema em laboratório.

Bano et al. resumem alguns dos principais métodos utilizados e desafios enfrentados durante este tipo de ensaio. (BANO; KUMAR; MISRA, 2021).



**Figura 44: Esquemático da medição para cálculo do coeficiente de Seebeck. Fonte: (PREISSLER et al., 2013)**

Dentre os desafios para calcular o coeficiente de Seebeck com termopares estão o efeito *cold finger*. Esse efeito é causado por termopares que estejam em temperaturas diferentes do corpo de prova. O termopar conseqüentemente transfere calor e causa um outro gradiente de temperatura que interferirá na tensão medida. Mais um desafio é a variação do coeficiente de Seebeck na fiação dos termopares que causa incerteza nas medições. Bano et al. sugerem considerar 5% de erro a partir desta dificuldade. Ainda sobre a fiação, é possível que exista uma discrepância nos fios que cause erro nas medições. (BANO; KUMAR; MISRA, 2021). Além disso, o dimensionamento e a calibração de um medidor de coeficiente de Seebeck são complexos e custosos.

Como alternativa para realizar as medições supracitadas pode ser citada a medição por radiometria fototérmica (STREZA et al., 2016) ou através de uma câmera

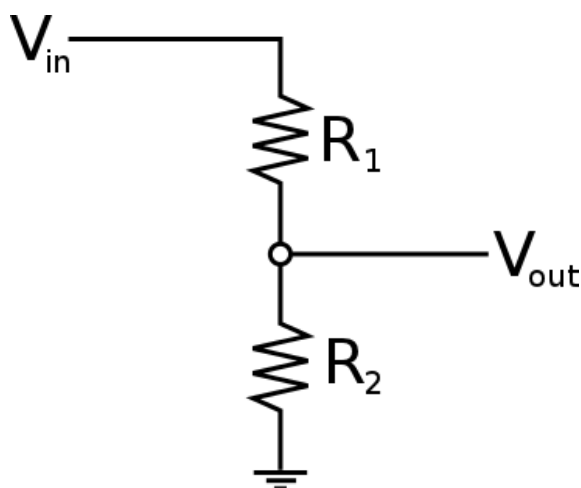


termográfica (SANIVADA et al., 2022). Esses métodos demandam a aquisição dos equipamentos citados e não foram considerados para a execução deste trabalho.

### 3.3.6. Medição da tensão e cálculo da condutividade por divisor de tensão

Diante das dificuldades citadas acima e a impossibilidade de acessar um medidor comercial, é proposto o uso de um circuito divisor de tensão para medir indiretamente a resistência das fibras e assim calcular a condutividade nos casos com e sem MWCNT. Na Figura 45 pode ser visto o circuito.

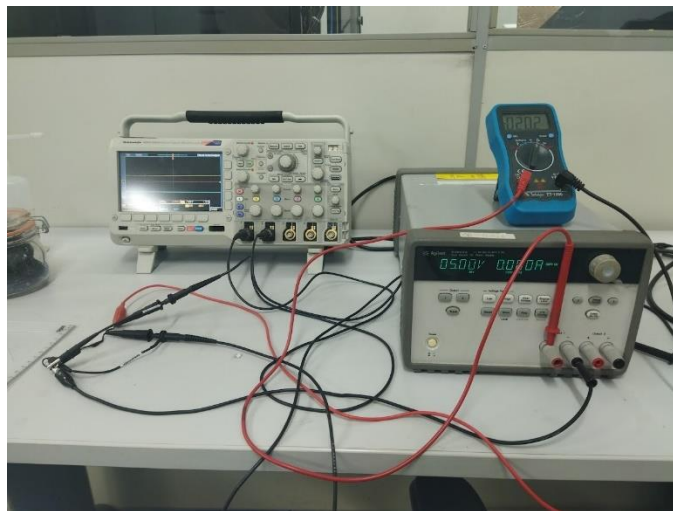
Assumindo o fio como um resistor ôhmico e sabendo a tensão de entrada ( $V_{in}$ ), a corrente de entrada e o valor da resistência  $R_1$  é possível calcular a resistência de  $R_2$  medindo a tensão nos pontos  $V_{in}$  e  $V_{out}$ .



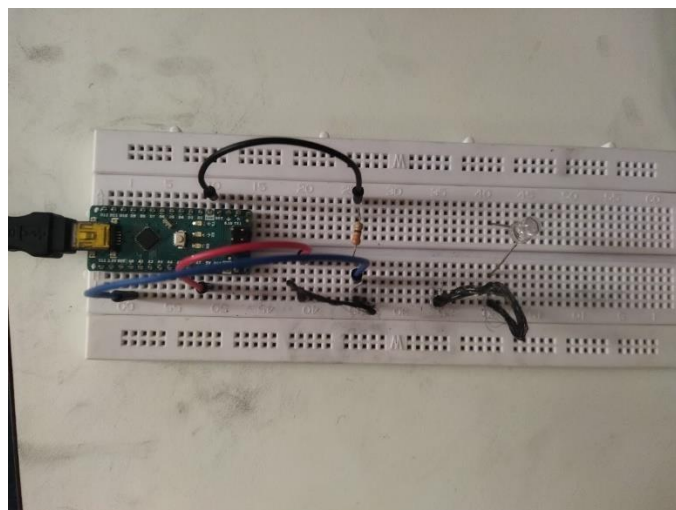
**Figura 45: Diagrama de um circuito divisor de tensão. Fonte: (“Voltímetro com Arduino: como montar, programar e calibrar”, [s.d.]**

Foram montados dois sistemas para realizar essa medição. Um com o uso de um osciloscópio e uma fonte de bancada (Figura 46) e outro a partir de um Arduino Nano (Figura 47).

Apesar de sua fácil implementação, esse método também possui suas limitações. O sistema desconsidera a temperatura e inviabiliza o cálculo do coeficiente de Seebeck e ZT. Além disso, os sistemas ainda estão muito suscetíveis a ruídos pela forma como foram montados.



**Figura 46: Montagem da fonte de tensão, multímetro portátil e osciloscópio no laboratório LAPSI/CEFET-RJ. Fonte: autor.**



**Figura 47: Montagem do circuito com uso do Arduino Nano. Fonte: autor**

Um multímetro comum Minipa ET-1600 foi utilizado para realizar as medições. Ele trabalha com tensões de corrente contínua nas faixas de 600 mV, 6V, 60V e outras. Além disso, ele tem uma resolução de 0,1 mV e precisão de  $\pm (0,8\%+4D)$ .

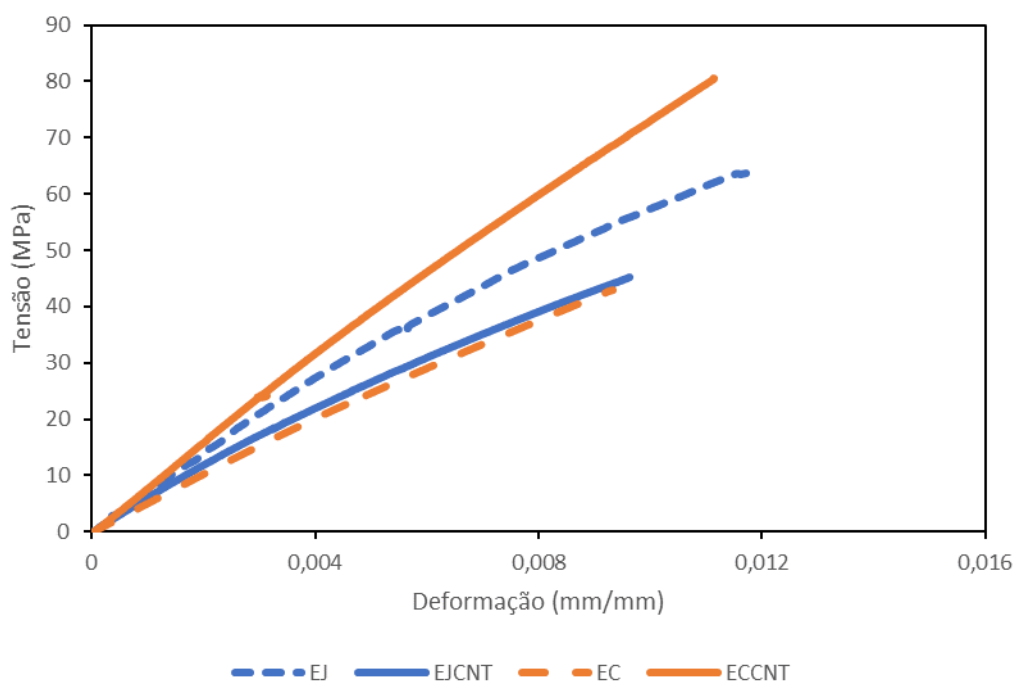
Pela limitação dos dispositivos disponíveis ficou inviabilizada a medição dos casos EJCNT e ECCNT. Estes compósitos possuem uma condutividade menor em sua superfície pela forma como foram fabricados e estariam fora das faixas de potencial elétrico e corrente mensuráveis.

## Capítulo 4

### 4. Resultados e Discussões

#### 4.1. Resultados do ensaio de tração

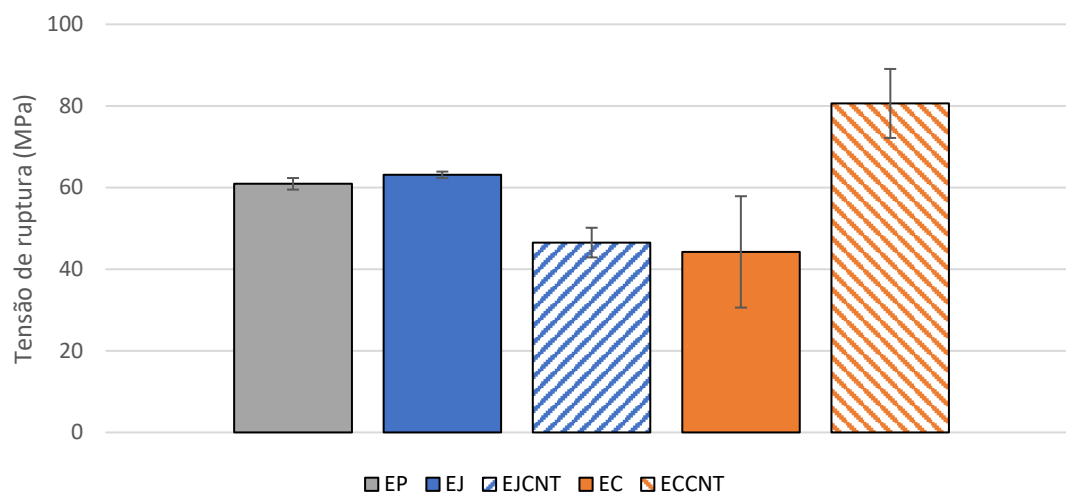
O ensaio de tração foi realizado nos quatro casos citados na Tabela 5 e as curvas de tensão-deformação são representadas na Figura 48 a seguir.



**Figura 48: Curvas representativas de tensão-deformação**

A partir das curvas representativas são calculadas a tensão de ruptura, módulo de Young e alongamento.

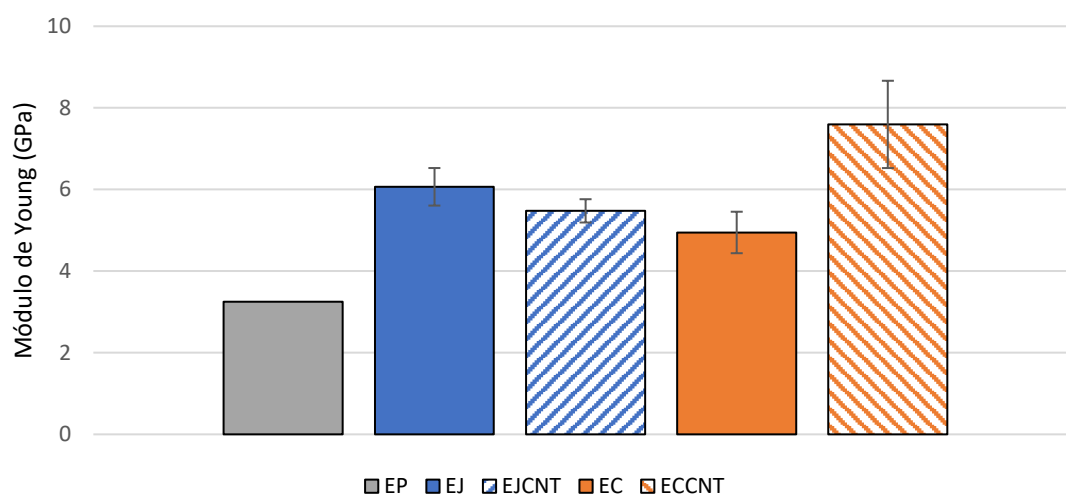
Na Figura 48 pode ser notada a melhoria significativa nas propriedades trativas do compósito reforçado por curauá após a dispersão das fibras de carbono. Além disso, o caso EJCNT demonstrou um desempenho inferior à sua contraparte (EJ) sem os MWCNT.



**Figura 49: Tensão de ruptura média dos compósitos.**

Na Figura 49 pode ser conferido o aumento de 82% na tensão de ruptura do caso ECCNT em relação ao EC, apontando uma contribuição relevante dos MWCNT.

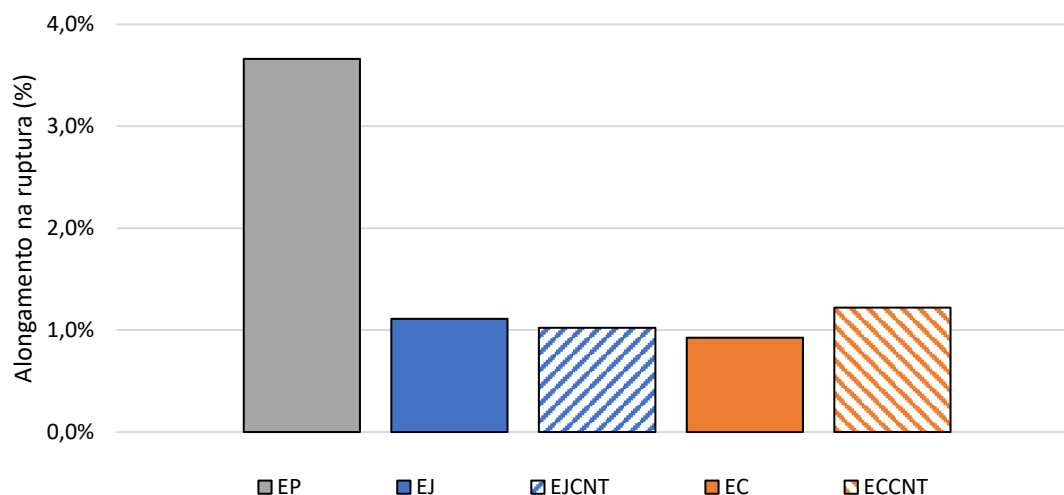
Já o caso EJCNT teve uma queda de 26% na tensão de ruptura quando comparado ao caso EJ.



**Figura 50: Médias do módulo de Young dos compósitos.**

Quanto aos valores calculados do módulo de Young exibidos na Figura 50, a dispersão dos nanotubos também afetou positivamente o caso ECCNT. É possível observar um aumento de 54% no módulo de Young em comparação com o EC.

Já no caso EJCNT é possível notar uma redução tímida da rigidez do material quando comparado à sua contraparte pura. A redução foi de 10%.



**Figura 51: Alongamento na ruptura dos compósitos.**

De acordo com as medições que podem ser visualizadas na Figura 51, as amostras de curauá tiveram um aumento de aproximadamente 32% em seu alongamento.

As amostras de juta demonstram uma pequena diminuição de cerca de 8% em seu alongamento.

A Tabela 8 apresenta com mais detalhe os resultados obtidos nos testes de tração e seus respectivos desvios padrão.

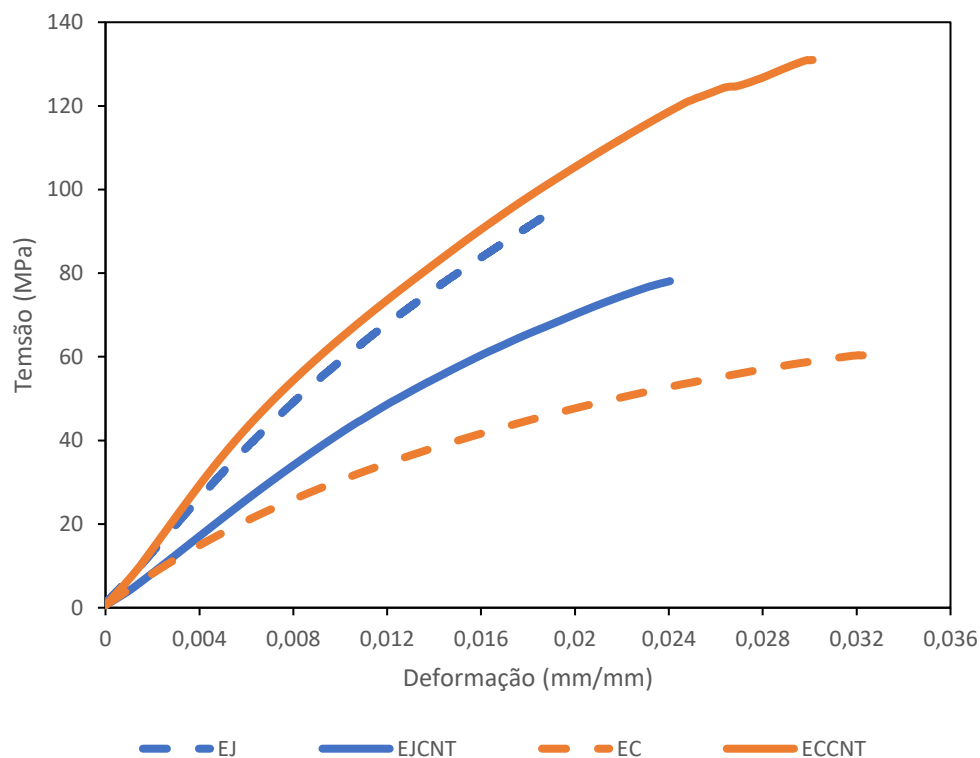
**Tabela 8: Dados trativos dos compósitos.**

Compósito	Tensão de Ruptura (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento (%)
EP	60,92 ±1,42	3,25 ± 0,08	3,66
EJ	63,13 ±0,79	6,07 ± 0,46	1,11 ±0,09
EC	44,23 ±13,65	4,95 ± 0,51	0,92 ±0,13
EJCNT	46,52 ±3,63	5,48 ± 0,29	1,02 ±0,11
ECCNT	80,62 ±8,45	7,60 ± 1,07	1,22 ±0,37

Como pode ser observado na Tabela 9 e na Figura 48 o caso que apresentou melhor interação com os nanotubos de carbono na proporção de 0,6% em peso foi o curauá.

## 4.2. Resultados do ensaio de flexão

Os dados foram coletados e tratados após os ensaios. As curvas representativas de tensão de flexão-deformação se encontram na Figura 52.



**Figura 52: Curvas representativas de tensão de flexão-deformação para os compósitos.**

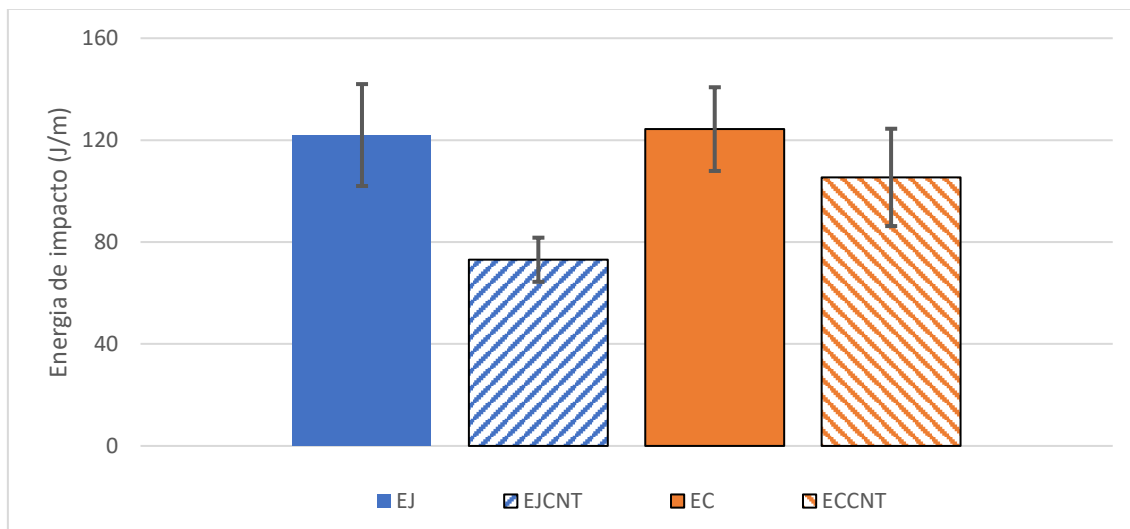
Seguindo a tendência dos ensaios de tração, o caso ECCNT teve um aumento de 105% na sua tensão máxima para flexão em relação à sua contraparte sem CNTs. Já o caso EJCNT teve uma redução de 20% nesta propriedade.

**Tabela 9: Dados flexurais dos compósitos.**

	Compósito	Tensão de Ruptura (MPa)	Módulo de Young Flexural (GPa)	Alongamento (%)
<b>EJ</b>	Epóxi + Juta	97,27 ± 8,83	6,39 ± 0,65	2,07 ± 0,17
<b>EC</b>	Epóxi + Curauá	63,65 ± 17,30	3,30 ± 0,81	3,49 ± 0,52
<b>EJCNT</b>	Juta +0,6% CNT/ Epóxi	77,91 ± 7,62	4,64 ± 0,70	2,23 ± 0,19
<b>ECCNT</b>	Curauá +0,6% CNT/Epóxi	130,41 ± 17,00	7,12 ± 1,26	2,88 ± 0,18

### 4.3. Resultados do ensaio de impacto

Concluídos os ensaios de impacto, foi calculada a resistência ao impacto média a partir dos resultados obtidos. Os valores podem ser observados na Figura 53.



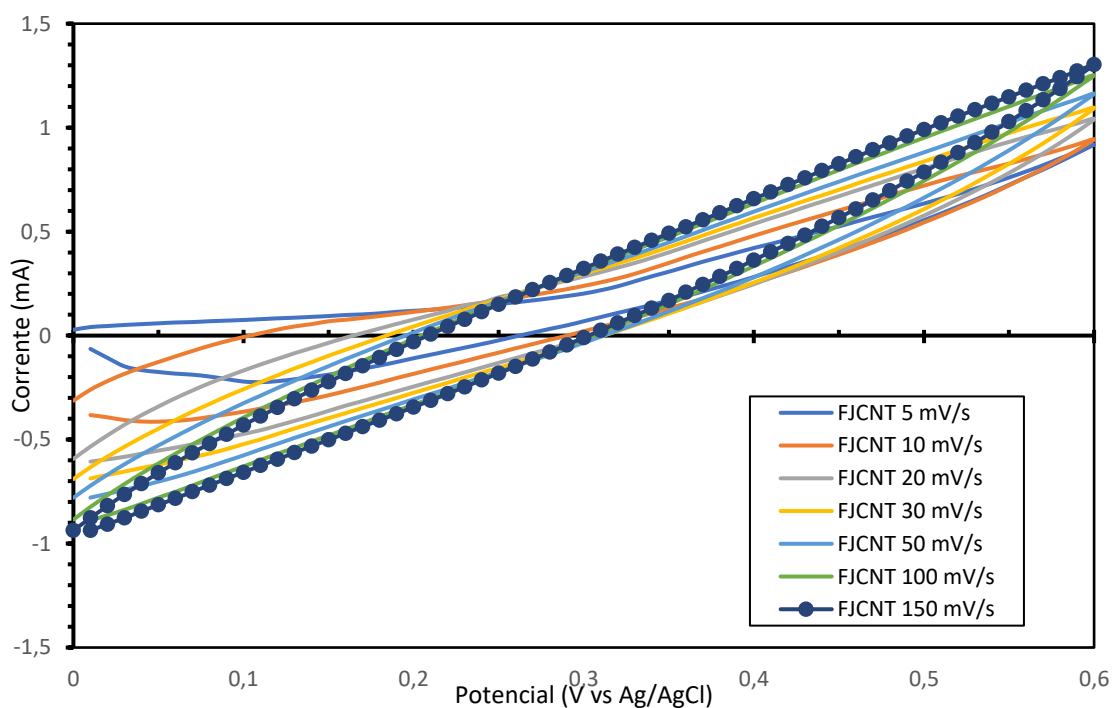
**Figura 53: Energia de impacto média com desvio padrão para os casos EJCNT, EC e ECCNT. Os dados para juta pura foram gentilmente cedidos por QUEIROZ (2021).**

A dispersão dos MWCNT na proporção de 0,6% por peso reduziu em aproximadamente 15% o desempenho de impacto do compósito com reforço de Curauá. Já o caso EJCNT teve uma redução menor para o desempenho de impacto em comparação com sua contraparte EJ. A redução ficou em aproximadamente 8%.

A hipótese para esse comportamento é de que para a dispersão obtida os mecanismos de adesão das fibras aos nanotubos e à matriz não são rápidos o suficiente para transferir corretamente a carga do impacto para todos os elementos sem que haja a separação destes mesmos elementos.

#### 4.4. Resultados da Voltametria Cíclica

Em um primeiro momento foi realizado um procedimento de aferição de estabilidade e estimulação dos materiais do eletrodo em contato com o eletrólito através de uma varredura cíclica de 50mV/s em uma janela de potencial entre 0 e 1,0 V. Em seguida foi realizada a voltametria cíclica das amostras de FJCNT, FCCNT e EJCNT. Cada uma das amostras foi ensaiada nas taxas de escaneamento de 5 mV/s, 10 mV/s, 20 mV/s, 30 mV/s, 50 mV/s, 100 mV/s, 150 mV/s e os resultados são demonstrados nas figuras abaixo. Para referência a região positiva do eixo y representa a oxidação e a região negativa de y representa a redução.



**Figura 54: Resultado da voltametria cíclica da amostra FJCNT.**

Para a amostra FJCNT (Figura 54) a corrente máxima medida atinge o valor aproximado de 1 mA. Não são observados quaisquer picos de corrente que representem a oxidação ou redução. Essa amostra é feita apenas dos materiais orgânicos da fibra, os nanotubos de carbono e a interação com o eletrólito. Para gerar os picos que caracterizam um material que acumule carga pelo mecanismo de acúmulo de carga da pseudocapacitância deve ser introduzido um material que participe ativamente das reações de oxidação e redução. Dessa forma, não era esperado que surgissem os picos de movimentação de íons.

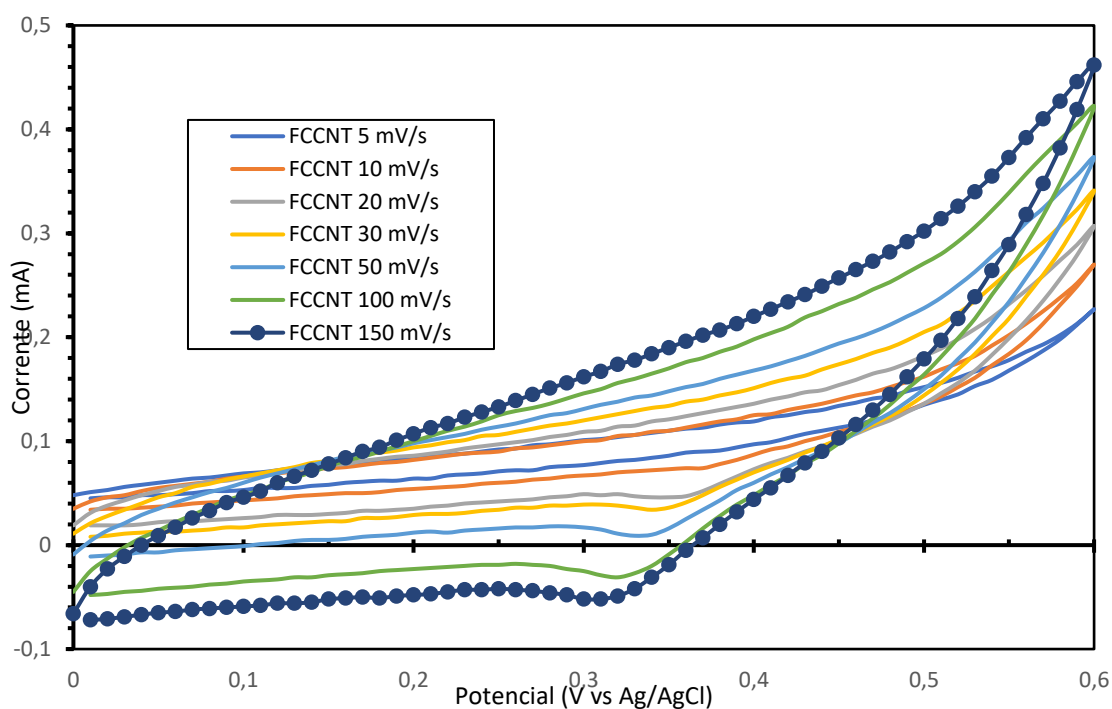


Além disso, não é possível visualizar uma simetria entre as etapas de carga e descarga nas curvas com menor taxa de escaneamento.

De acordo com o aumento da taxa de escaneamento as curvas vão ficando cada vez mais esbeltas e atingem valores mais altos de corrente.

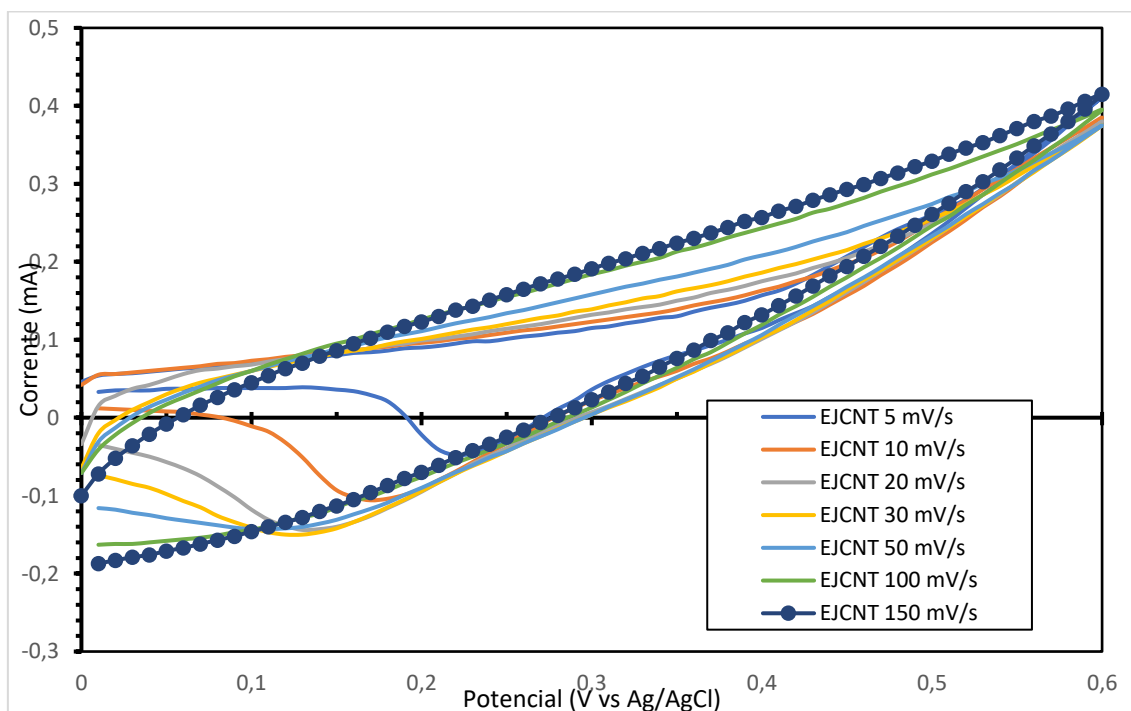
Era esperado uma curva em um formato retangular. O formato inclinado provavelmente se dá devido à alta resistência contida no material.

Os resultados dos ensaios apontam materiais com baixo potencial de oxidação e redução, uma vez que não dispõem de materiais disponíveis para a difusão.

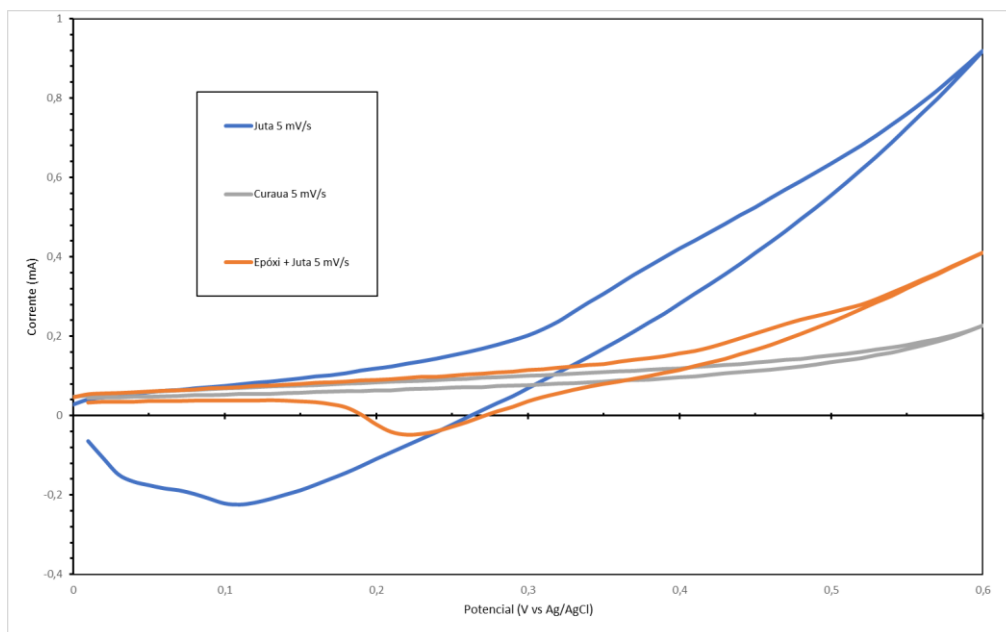


**Figura 55: Resultado da voltametria cíclica da amostra FCCNT.**

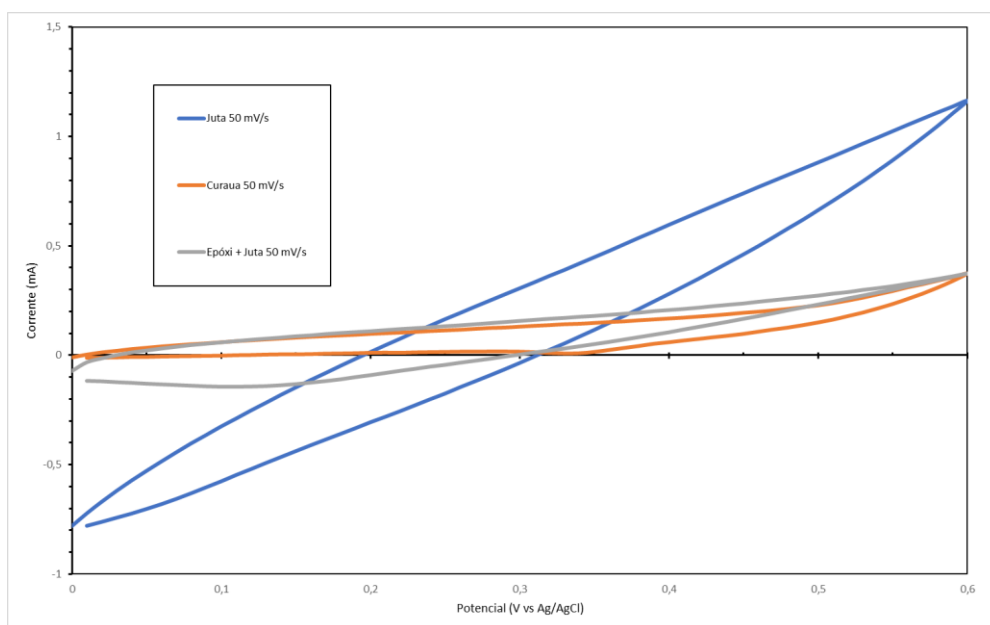
A voltametria cíclica da amostra de FCCNT (Figura 55) demonstrou estabilidade em todas as taxas de escaneamento. Apesar disso, a corrente armazenada foi muito menor do que a amostra de juta. Em contrapartida, o acúmulo de carga só acontece durante a oxidação.

**Figura 56: Resultado da voltametria cíclica da amostra EJCNT.**

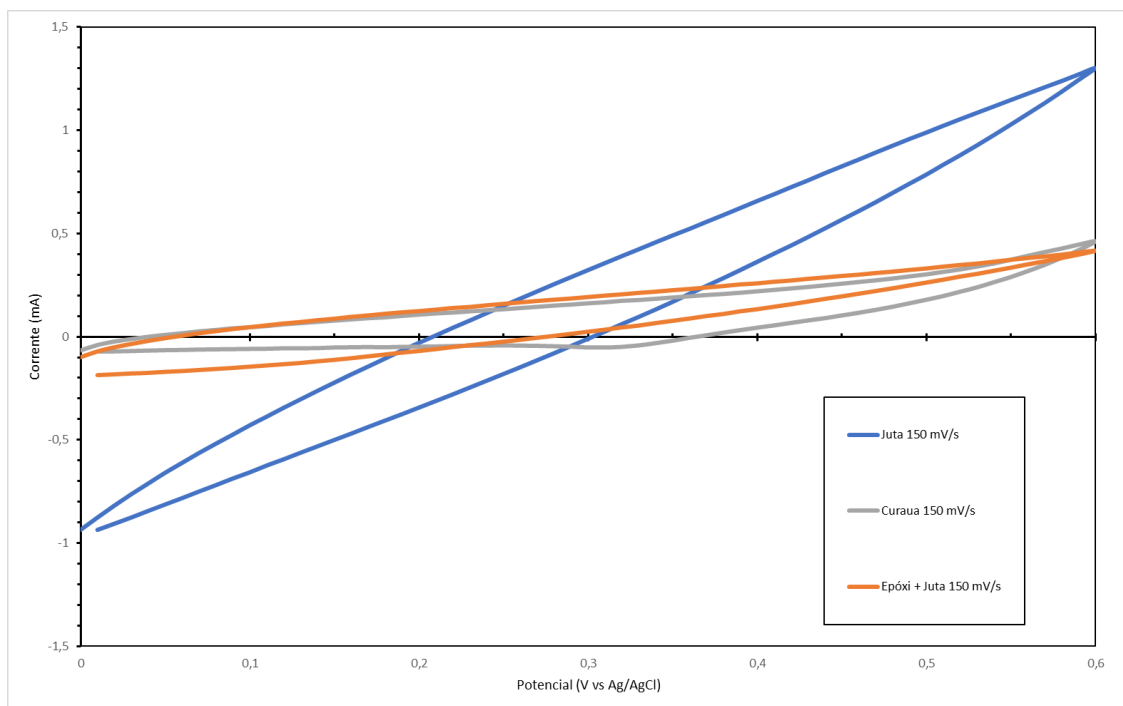
Já a amostra de EJCNT (Figura 56, Figura 57, Figura 58, Figura 59) apresentou o pico apenas na redução. Além disso, a corrente máxima foi inferior à corrente máxima da amostra de juta. A amostra permaneceu estável ao longo de todas as taxas de escaneamento.



**Figura 57: Resultado da Voltametria Cíclica de todas as amostras ensaiadas na taxa de escaneamento de 5 mV/s**



**Figura 58: Resultado da Voltametria Cíclica de todas as amostras ensaiadas na taxa de escaneamento de 50 mV/s**



**Figura 59: Resultado da Voltametria Cíclica de todas as amostras ensaiadas na taxa de escaneamento de 150 mV/s**

#### 4.5. Resultados da medição de condutividade elétrica

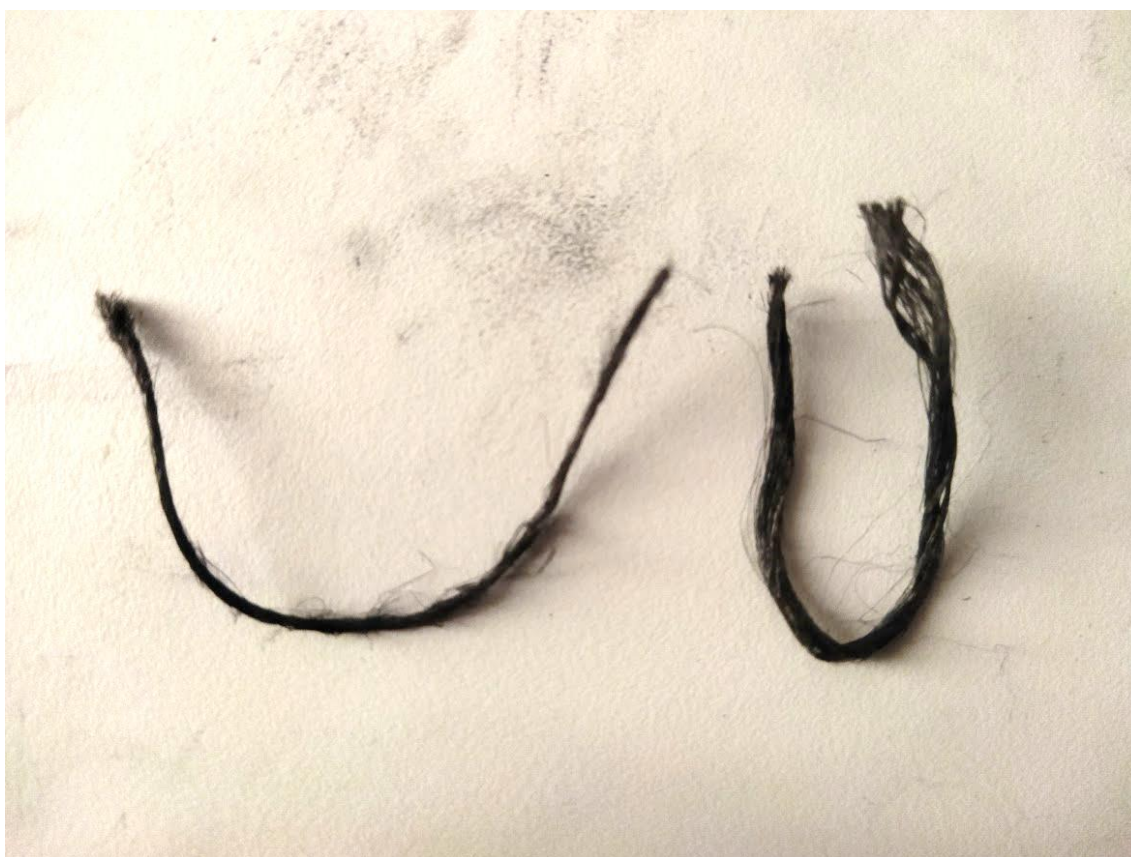
As amostras foram posicionadas com a distância de 20mm para condutividade elétrica. Uma diferença de potencial de 12,0V é aplicada próximo às extremidades da amostra e a diferença de potencial é medida nas extremidades. A partir destas medições foi possível confirmar que a maior parte dos materiais analisados são capazes de conduzir eletricidade.

Medida a diferença de potencial e calculada a resistência e a resistividade  $\rho$ , calcula-se a condutividade  $\sigma$  a partir da Equação (2).

No entanto, não foi possível concluir a medição da condutividade elétrica. Os sistemas para medição apresentaram ruídos impeditivos para uma medição preliminar que apresentasse resultados compatíveis e reproduzíveis em uma quantidade grande de espécimes. Além disso, esse teste possui a limitação de ser comparável apenas a ele mesmo, uma vez que possui uma grande quantidade de perdas de exatidão ao longo do processo.

Apesar disso, foi possível notar a diferença entre as fibras puras e as fibras com CNT. Adicionalmente, foi perceptível a diferença da condutividade entre FJCNT e FCCNT. Na maior parte das medições a juta conduziu a mesma corrente com menor diâmetro de “cabo” e maior comprimento.

Durante a passagem da corrente as fibrilas tendem se a abrir ou soltar a ponta de algumas fibrilas curtas. As fibras de curauá mais curtas se destorceram (Figura 60b), ampliando a distância entre as fibrilas e impedindo um fluxo de corrente ideal. Além disso, o manuseio das fibras é dificultado mesmo com luvas. A maior parte dos espécimes perdeu muito material e o aumento da resistência foi perceptível ao longo do tempo ao ponto de alguns espécimes ficarem isolantes.



**Figura 60: Espécimes de (a) Juta e (b) curauá desgastados após conduzirem energia elétrica.**

Para fins de ilustração, um LED de 0,7V foi aceso com as fibras de Juta e de Curauá como resistores. Como a resistência dos elementos era na faixa de  $10^6$  e  $10^9 \Omega$  e a tensão máxima atingida pelo circuito disponível foi de 5,0V, as correntes ficaram baixíssimas e a luz emitida pôde ser vista apenas com a iluminação do cômodo desligada.

## Capítulo 5

### 5. Conclusões

#### 5.1. Considerações finais

Neste trabalho foram preparadas e comparadas amostras de compósitos de Juta e Curauá em fibra e em compósito, ambos com ou sem a adição de 0,6 % do peso em MWCNT. Foram analisados o comportamento dos compósitos em relação à resistência a tração, flexão, impacto e rigidez. Além disso, as fibras com MWCNT foram avaliadas quanto a sua condutividade e resistividade.

Dito isto, as seguintes conclusões podem ser tiradas:

- a) Os compósitos de Curauá tiveram ganhos significativos com a dispersão de 0,6% MWCNT na tensão máxima de ruptura em tração, na tensão máxima de ruptura em flexão e no módulo de Young e no alongamento (82 %, 105 % 54 % e 32 % respectivamente). Apesar disso, o desempenho em impacto reduziu 8 %.
- b) Os compósitos de Juta tiveram perdas com a dispersão de 0,6 % MWCNT na tensão máxima de ruptura em tração (menos 26 %), na tensão máxima de ruptura em flexão (menos 20 %), no módulo de Young (menos 10 %), no alongamento (menos 8%) e no desempenho em impacto (menos 15 %). O excesso de MWCNT ou sua dispersão insuficiente provoca aglomerados concentradores de tensão.
- c) A caracterização eletroquímica aponta que a FJCNT se sobressaiu ao FCCNT e ao EJCNT. A corrente máxima atingida é maior e a curva da voltametria cíclica demonstra um armazenamento de carga maior que seus demais concorrentes. Ainda assim, os valores estão bem abaixo dos atingidos com outros coletores de corrente amplamente utilizados na literatura.
- d) Para tornar FJCNT e FCCNT melhores armazenadores de eletricidade deve-se considerar em adição ao MWCNT o uso de óxidos metálicos ou outros elementos que promovam o armazenamento de cargas nos íons.
- e) Apesar das dificuldades técnicas de montagem do sistema de medição, foi possível realizar as primeiras medições de condutividade nas fibras. Há

potencial para melhorar a medição e obter dados mais concretos acerca da resistividade e então trabalhar na melhor proporção de MWCNT para que as fibras sejam melhores condutores de eletricidade ou calor enquanto mantêm características mecânicas atraentes.

- f) Por fim, as fibras de juta e curauá são capazes de trabalhar simultaneamente como elementos estruturais e condutores de energia elétrica ainda que possuam propriedades inferiores às opções mais comuns no mercado e na literatura, mas se mantêm como potenciais substitutos mais econômicos, recicláveis e com impacto reduzido ao meio-ambiente.

## **5.2. Trabalhos futuros**

Como sugestão para trabalhos futuros indica-se a análise da morfologia do material para melhor confirmar a adesão dos nanotubos de carbono à superfície e sua interface com os elementos orgânicos das fibras.

Outra sugestão é o acréscimo de óxidos metálicos à superfície das fibras para uma melhora no funcionamento como supercapacitor, atingindo valores competitivos de capacitância e confirmando as fibras estudadas como bons coletores de corrente.

Por fim, sugere-se o desenvolvimento de dispositivos com os compósitos estudados neste documento.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALIOFKHAZRAEI, M. (ED.). **Advances in nanostructured composites**. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2019.

ARTESANATOTOTAL. **Artesanato com Juta: Dicas de decoração e enfeites em geral**. , 28 dez. 2020. Disponível em: <<https://www.artesanatototal.com/artesanato-com-juta/>>. Acesso em: 30 jul. 2022

ASHBY, M. F. **Materials selection in mechanical design**. 4th ed ed. Burlington, MA: Butterworth-Heinemann, 2011.

**ASTM D790 2017 - Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials**. . [s.l.] ASTM International, 2017.

BALASUBRAMANIAN, M.; JAWAHAR, P. Rubber—CNT Nanocomposites. Em: ALIOFKHAZRAEI, M. (Ed.). **Polymer Composites for Electrical Engineering**. Advances in nanostructured composites. 1. ed. [s.l.] Mahmood Aliofkhaezei, 2021. v. 1.

BALEY, C.; BOURMAUD, A.; DAVIES, P. Eighty years of composites reinforced by flax fibres: A historical review. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 144, p. 106333, maio 2021.

BANO, S.; KUMAR, A.; MISRA, D. K. Errors Associated in Seebeck Coefficient Measurement for Thermoelectric Metrology. **MAPAN**, v. 36, n. 2, p. 423–434, jun. 2021.

BISHOPP, J. Chapter 5 Aerospace: A pioneer in structural adhesive bonding. Em: **Handbook of Adhesives and Sealants**. [s.l.] Elsevier, 2005. v. 1p. 215–347.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

CAMPILHO, R. D. S. G. (ED.). **Natural fiber composites**. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016.

CAVALCANTI, D. K. K. **CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM REFORÇOS DE FIBRAS NATURAIS**. Dissertação (Mestrado)—Rio de Janeiro: Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET/RJ, 2018.

**DESRUPTOR DE CÉLULA SONICADOR DE PONTEIRA ULTRASSÔNICO**. **Ultronique**, [s.d.]. Disponível em: <<https://ultronique.com.br/product/desruptor-de-celula/>>. Acesso em: 24 mar. 2022

DOH, J.; YANG, Q.; RAGHAVAN, N. Reliability-based robust design optimization of polymer nanocomposites to enhance percolated electrical conductivity considering correlated input variables using multivariate distributions. **Polymer**, v. 186, p. 122060, jan. 2020.



ELGRISHI, N. et al. A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry. **Journal of Chemical Education**, v. 95, n. 2, p. 197–206, 13 fev. 2018.

FLORESTA ÁGUA DO NORTE. CURAUA. **Floresta Água do Norte**, [s.d.]. Disponível em: <<http://www.florestaaguadonorte.com.br/galeria-da-pagina-inicial/fruta-da-amazonia/curaua/#!>>

GIBSON, R. F. **Principles of composite material mechanics**. Fourth edition ed. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016.

GLOBO RURAL ON-LINE. **Novo saco de juta diminui custos na cadeia da batata. Globo Rural On-line**, 15 jun. 2013. Disponível em: <<http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,EMI339275-18532,00-NOVO+SACO+DE+JUTA+DIMINUI+CUSTOS+NA+CADEIA+DA+BATATA.html>>. Acesso em: 30 jul. 2022

GUPTA, N.; GUPTA, S. M.; SHARMA, S. K. Carbon nanotubes: synthesis, properties and engineering applications. **Carbon Letters**, v. 29, n. 5, p. 419–447, out. 2019.

HU, J. et al. Fundamentals of the Fibrous Materials. Em: KUMAR, B.; LU, J. (Eds.). **Handbook of fibrous materials**. Weinheim: Wiley-VCH, 2020.

IJIMA, S. Helical microtubules of graphitic carbon. **Nature**, v. 354, n. 6348, p. 56–58, nov. 1991.

ISLAM, J. FUNCTIONALIZATION OF CARBON NANOTUBES USING OXYGEN PLASMA TO PREPARE JUTE NANOCOMPOSITES. p. 109, dez. 2019.

ISLAM, MD. J. Safely functionalized carbon nanotube-coated jute fibers for advanced technology. **Advanced Composites and Hybrid Materials**, v. 3, n. 3, p. 285–293, set. 2020.

JIANG, Q. et al. Recent advances, design guidelines, and prospects of flexible organic/inorganic thermoelectric composites. **Materials Advances**, v. 1, n. 5, p. 1038–1054, 2020.

JUNIOR, I. B. et al. FIBRAS VEGETAIS E COMPÓSITOS NA INDÚSTRIA AUTOMOTIVA. p. 10, 2020.

KARALIS, G. et al. A carbon fiber thermoelectric generator integrated as a lamina within an 8-ply laminate epoxy composite: Efficient thermal energy harvesting by advanced structural materials. **Applied Energy**, v. 253, p. 113512, nov. 2019.

KARIM, N. et al. Sustainable Personal Protective Clothing for Healthcare Applications: A Review. **ACS Nano**, p. 28, 2020.

KARIM, N. et al. Sustainable and Multifunctional Composites of Graphene-Based Natural Jute Fibers. **Advanced Sustainable Systems**, v. 5, n. 3, p. 2000228, mar. 2021.

KAUSAR, A.; RAFIQUE, I.; MUHAMMAD, B. Review of Applications of Polymer/Carbon Nanotubes and Epoxy/CNT Composites. **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, v. 55, n. 11, p. 1167–1191, 23 jul. 2016.

KORONIS, G.; SILVA, A.; FONTUL, M. Green composites: A review of adequate materials for automotive applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 44, n. 1, p. 120–127, jan. 2013.

KUMAR, A.; SHARMA, K.; DIXIT, A. R. A review on the mechanical properties of polymer composites reinforced by carbon nanotubes and graphene. **Carbon Letters**, v. 31, n. 2, p. 149–165, abr. 2021.

LIMA, R. DE A. A. **Influência de tratamentos superficiais em compósitos híbridos reforçados com fibras naturais**. Rio de Janeiro: Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET/RJ, ago. 2018.

MANJAKKAL, L. et al. Natural Jute Fibre-Based Supercapacitors and Sensors for Eco-Friendly Energy Autonomous Systems. **Advanced Sustainable Systems**, v. 5, n. 3, p. 2000286, mar. 2021.

MARTEL, W. DE N. D. R.; SALGADO, I. P.; SILVA, F. A. The Influence of Fiber Treatment on the Morphology, Water Absorption Capacity and Mechanical Behavior of Curauá Fibers. **Journal of Natural Fibers**, v. 19, n. 2, p. 642–657, 1 fev. 2022.

MOHD NURAZZI, N. et al. Fabrication, Functionalization, and Application of Carbon Nanotube-Reinforced Polymer Composite: An Overview. **Polymers**, v. 13, n. 7, p. 1047, 26 mar. 2021.

NETO, J. et al. Analysis of mechanical and thermal properties of epoxy multiwalled carbon nanocomposites. **Journal of Composite Materials**, v. 54, n. 30, p. 4831–4840, dez. 2020.

NETO, J. et al. A Review of Recent Advances in Hybrid Natural Fiber Reinforced Polymer Composites. **Journal of Renewable Materials**, v. 10, n. 3, p. 561–589, 2022.

PREISLER, N. et al. Electrical transport, electrothermal transport, and effective electron mass in single-crystalline  $\text{In}_2\text{O}_3$  films. **Physical Review B**, v. 88, n. 8, p. 085305, 7 ago. 2013.

QUEIROZ, H. F. M. DE. **Análise de juntas coladas com compósitos híbridos de juta/fibra de vidro interlaminar e caracterização mecânica de compósitos híbridos com aditivos particulados**. Dissertação (Mestrado)—Rio de Janeiro: Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET/RJ, fev. 2021.

RAHMAN, A. et al. Improvement of Mechanical, Thermal, and Physical Behaviors of Jute/Cotton Biocomposites Reinforced by Spent Tea Leaf Particles. **Journal of Composites Science**, v. 6, n. 5, p. 145, 17 maio 2022.

RAHMAN, R.; PUTRA, S. Z. F. S. Tensile properties of natural and synthetic fiber-reinforced polymer composites. Em: **Mechanical and Physical Testing of**

**Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites.** [s.l.] Elsevier, 2019. p. 81–102.

RAMAKRISHNAN, S. et al. An experimental study on the effect of nano-clay addition on mechanical and water absorption behaviour of jute fibre reinforced epoxy composites. **Journal of Industrial Textiles**, v. 49, n. 5, p. 597–620, nov. 2019.

RANA, S.; PICHANDI, S. Carbon Footprint of Textile and Clothing Products. Em: MUTHU, S. S. (Ed.). **Handbook of sustainable apparel production.** [s.l.: s.n.]. p. 141–166.

ŞAHİN, M.; BLAABJERG, F.; SANGWONGWANICH, A. A Comprehensive Review on Supercapacitor Applications and Developments. **Energies**, v. 15, n. 3, p. 674, 18 jan. 2022.

SANIVADA, U. K. et al. Joule-Heating Effect of Thin Films with Carbon-Based Nanomaterials. **Materials**, v. 15, n. 12, p. 4323, 18 jun. 2022.

SANTOS, R. DE S. DOS. **CONSTRUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ELETRODOS DE ÓXIDOS METÁLICOS DOPADOS COM NITRETO DE CARBONO GRAFÍTICO APLICADOS A SUPERCAPACITORES.** Mestrado—Rio de Janeiro: Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET/RJ, dez. 2020.

SISALSUL. **FIO DE JUTA NATURAL F/3 - 3 CABOS - 1,5MM - ROLOS COM APROX 6KG.** , [s.d.]. Disponível em: <<https://www.sisalsulonline.com.br/fios-e-barbantes/fibra-natural/juta-natural/fio-de-juta-natural-f3-rolos-com-aprox-6kg>>

STREZA, M. et al. An active thermography approach for thermal and electrical characterization of thermoelectric materials. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 49, n. 28, p. 285601, 20 jul. 2016.

SUBRAMANIAM, T.; NAINAR, M. A. M.; NORDIN, N. A. A Review on Synthesis and Characterization of Activated Carbon from Natural Fibers for Supercapacitor Application. **Pertanika Journal of Science and Technology**, v. 30, n. 1, p. 351–376, 10 jan. 2022.

SUN, C. Graphene-based Nanocomposites for Electrochemical Energy Storage. Em: ALIOFKHAZRAEI, M. (Ed.). **Advances in nanostructured composites.** A science publishers book. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2019.

SUN, J. A Review on the Conventional Capacitors, Supercapacitors, and Emerging Hybrid Ion Capacitors: Past, Present, and Future. **Advanced Energy and Sustainability Research**, p. 2100191, 28 abr. 2022.

TOLEDO, L. R.; SOUZA, E. DE. **Gente de fibra.** **Globo Rural On-line**, 28 out. 2010. Disponível em: <<http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,EMI183007-18283,00-GENTE+DE+FIBRA.html>>. Acesso em: 1 ago. 2022

TRAKAKIS, G. et al. Mechanical, Electrical, and Thermal Properties of Carbon Nanotube Buckypapers/Epoxy Nanocomposites Produced by Oxidized and Epoxidized Nanotubes. **Materials**, v. 13, n. 19, p. 4308, 27 set. 2020.

TZOUNIS, L. et al. Three-Dimensional (3D) Conductive Network of CNT-Modified Short Jute Fiber-Reinforced Natural Rubber: Hierarchical CNT-Enabled Thermoelectric and Electrically Conductive Composite Interfaces. **Materials**, v. 13, n. 11, p. 2668, 11 jun. 2020.

VELOSO DE CARVALHO, F. et al. Polyaniline and magnetite on curaua fibers for molecular interface improvement with a cement matrix. **Journal of Molecular Structure**, v. 1233, p. 130101, jun. 2021.

**Voltímetro com Arduino: como montar, programar e calibrar. BR-Arduino.org**, [s.d.]. Disponível em: <<https://br-arduino.org/2015/06/voltmetro-com-arduino-como-montar-programar-e-calibrar.html>>. Acesso em: 4 ago. 2022

WANG, D. et al. Preparation and characterization of poly(3-octylthiophene)/carbon fiber thermoelectric composite materials. **Composites Part B: Engineering**, v. 69, p. 467–471, fev. 2015.

YASHAS GOWDA, T. G. et al. Polymer matrix-natural fiber composites: An overview. **Cogent Engineering**, v. 5, n. 1, p. 1446667, 1 jan. 2018.

YU, D. et al. Emergence of fiber supercapacitors. **Chemical Society Reviews**, v. 44, n. 3, p. 647–662, 2015.

ZENG, S. et al. Self-assembled montmorillonite–carbon nanotube for epoxy composites with superior mechanical and thermal properties. **Composites Science and Technology**, v. 162, p. 131–139, jul. 2018.

ZHAI, S. et al. 1D Supercapacitors for Emerging Electronics: Current Status and Future Directions. **Advanced Materials**, v. 32, n. 5, p. 1902387, fev. 2020.

ZHANG, Y. et al. Carbon Nanotubes Grown on Flax Fabric as Hierarchical All-Carbon Flexible Electrodes for Supercapacitors. **Advanced Materials Interfaces**, v. 4, n. 9, p. 1601123, maio 2017.

ZHOU, H. W. et al. Carbon fiber/carbon nanotube reinforced hierarchical composites: Effect of CNT distribution on shearing strength. **Composites Part B: Engineering**, v. 88, p. 201–211, mar. 2016.

ZHUANG, R.-C. et al. Multi-functional multi-walled carbon nanotube-jute fibres and composites. **Carbon**, v. 49, n. 8, p. 2683–2692, jul. 2011.