

**UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA – UDESC  
CENTRO DE CIÊNCIAS TECNOLÓGICAS – CCT  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**KELVIN MASA KAZU KUROKI IWASAKI**

**DEPOSIÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO EM FIBRA NATURAL UTILIZANDO  
ELETROFORESE MODIFICADA COM IMPULSOS BIPOLARES DE ALTA TENSÃO  
PARA OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI MULTIFUNCIONAIS**

**JOINVILLE**

**2025**

**KELVIN MASAKAZU KUROKI IWASAKI**

**DEPOSIÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO EM FIBRA NATURAL UTILIZANDO  
ELETROFORESE MODIFICADA COM IMPULSOS BIPOLARES DE ALTA TENSÃO  
PARA OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI MULTIFUNCIONAIS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Centro de Ciências Tecnológicas da Universidade do Estado de Santa Catarina, como requisito parcial para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dra. Daniela Becker

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo De Medeiros

**JOINVILLE**

**2025**

**Ficha catalográfica elaborada pelo programa de geração automática da  
Biblioteca Universitária Udesc,  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

Kuroki Iwasaki, Kelvin Masakazu

Deposição de nanotubos de carbono em fibra natural utilizando eletroforese modificada com impulsos bipolares de alta tensão para obtenção de compósitos de matriz epóxi multifuncionais / Kelvin Masakazu Kuroki Iwasaki. -- 2025.

132 p.

Orientador: Daniela Becker

Coorientador: Ricardo De Medeiros

Tese (doutorado) -- Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências Tecnológicas, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Joinville, 2025.

1. Fibras naturais. 2. Deposição eletroforética. 3. Nanotubos de carbono. 4. Fabricação por VARTM. 5. Compósitos multifuncionais. I. Becker, Daniela . II. De Medeiros, Ricardo. III. Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências Tecnológicas, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título.

**KELVIN MASAKAZU KUROKI IWASAKI**

**DEPOSIÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO EM FIBRA NATURAL UTILIZANDO  
ELETROFORESE MODIFICADA COM IMPULSOS BIPOLARES DE ALTA TENSÃO  
PARA OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI MULTIFUNCIONAIS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Centro de Ciências Tecnológicas da Universidade do Estado de Santa Catarina, como requisito parcial para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

**BANCA EXAMINADORA:**

Dr. Ricardo De Medeiros  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)

Membros:

Dr. Luis Cesar Fontana  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC-CCT)

Dr. Carlos Vinicios Opelt  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC-CEPLAN)

Dr. Romeu Rony Cavalcante da Costa  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR)

Dr. André Ferreira Costa Vieira  
Universidade da Beira Interior (Covilhão - Portugal)

Joinville, 25 de fevereiro de 2025

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus por todas as bênçãos e oportunidades concedidas ao longo desta jornada. Sem sua graça e sabedoria, não teria chegado até aqui. Agradeço profundamente aos meus pais, Masaki (*in memoriam*) e Yayoi, Kelly, Luiz, Hayato, Sabrina, Marcella e Aparecida por todo o apoio e suporte ao longo dessa caminhada.

Gostaria também de agradecer à minha orientadora, Prof<sup>a</sup> Dra. Daniela Becker, por aceitar conduzir o meu trabalho de pesquisa, pela paciência, compreensão e dedicação em cada etapa deste trabalho, que contribuíram imensamente para o meu desenvolvimento acadêmico e pessoal. Extendo os meus agradecimentos ao meu coorientador, Prof. Dr. Ricardo de Medeiros, por toda a orientação, confiança, amizade e valiosos ensinamentos.

Aos amigos do laboratório, Bruna Louise, Teresa, Larissa, Luis, Bruna, Daniela, Rafael, Marcio, Karla, Anelise, Vanessa e Catarine, deixo meu sincero agradecimento pelo companheirismo, pelas conversas e momentos compartilhados, que tornaram essa jornada mais leve e significativa.

Aos alunos de iniciação científica, Leonardo, Amanda, Gustavo e João, que compartilharam essa jornada, meu sincero agradecimento. O entusiasmo, a curiosidade e a troca de conhecimentos que tivemos ao longo do tempo foram inspiradores e ajudaram a enriquecer tanto este trabalho quanto minha experiência acadêmica.

Agradeço também ao Centro Multiusuário do Centro de Ciências Tecnológicas da Universidade do Estado de Santa Catarina (CMU/CCT/UDESC), Laboratório de Polímeros e Compósitos (POLICOM) do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e ao Laboratório de Materiais Compósitos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná de Cornélio Procópio (LMC UTFPR-CP) por disponibilizarem equipamentos e infraestrutura fundamentais para a realização deste trabalho.

Sou grato aos professores Luis Cesar Fontana e Julio Cesar Sagás por seus ensinamentos e contribuições, que foram fundamentais para a construção do conhecimento que carrego hoje.

Deixo meu agradecimento especial à Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC pela excelência da qualidade técnica, e por todo o suporte e pela oportunidade de me desenvolver como profissional e ser humano.

Gostaria de expressar o meu agradecimento à Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação de Santa Catarina (FAPESC) pelo suporte financeiro (FAPESC - 2017TR1747, 2021TR843, 2023TR563 e 2024TR2327). À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES 001). Ao Programa de Bolsas de Monitoria de Pós-Graduação (PROMOP) da Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC). Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro (CNPq 304795/2022-4) e ao Fundo Estadual de Apoio à Manutenção e ao Desenvolvimento da Educação Superior (UNIEDU/FUMDES).

A todos que, de alguma forma, fizeram parte desta trajetória, meu mais sincero obrigado!

## RESUMO

A incorporação de nanotubos de carbono (CNTs) na superfície das fibras tem sido uma estratégia para melhorar a adesão interfacial e desenvolver compósitos com propriedades multifuncionais, devido às características únicas dos CNTs. Sendo assim, o principal objetivo deste estudo é analisar os efeitos da incorporação de CNT sobre a superfície de fibras de juta (JF) através da eletroforese modificada com impulsos de alta tensão (HIEPD). Esta estratégia visa melhorar a adesão interfacial entre a fibra e matriz, bem como propriedades elétricas, térmicas e de inflamabilidade do compósito reforçado com fibra de juta à base de matriz epóxi (JFEC). A deposição homogênea de CNT foi obtida utilizando uma suspensão estabilizada com Dodecil Sulfato de Sódio (SDS) combinada com pulso positivos e negativos ( $2p^+2p^-$ ). A análise de termogravimetria (TG) confirmou a quantificação dos CNTs depositados (14% de resíduo), enquanto as análises por espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) e microscopia corroboraram a uniformidade da deposição e a formação de uma rede condutora interconectada. Conforme o resultado do EIS, com a adição de CNT na fibra, houve um aumento da condutividade elétrica em 7 ordem de grandeza. A modificação da superfície transformou as JFs em condutoras e alterou seu comportamento hidrofílico para hidrofóbico, conforme evidenciado pelos ensaios de ângulo de contato. Adicionalmente, análises de FTIR demonstraram a preservação da celulose nas fibras tratadas, enquanto a espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-x (XPS) revelou um aumento nos grupos de oxigênio nas fibras. Do ponto de vista macromecânico, os compósitos CNTJFEC apresentaram melhorias em relação ao JFEC. No ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos (SBS), foi observado um aumento de 10% na resistência interlaminar (ILSS), enquanto no ensaio à tração transversal (TT), os compósitos tratados apresentaram uma tensão transversal 17% maior do que os não tratados, devido à ancoragem mecânica promovida pelos CNTs. No entanto, o ensaio de *pull-out* (SFP) demonstrou limitações devido à sensibilidade do método, embora tenha evidenciado melhorias no mecanismo de falha. Já os resultados de análise dinâmico-mecânica (DMA) indicaram aumentos no módulo de armazenamento nas regiões vítrea e borrachosa, sugerindo adesão eficaz entre a fibra e a matriz. Quanto às propriedades térmicas, a introdução de CNTs reduziu a taxa de queima em 48% nos ensaios de inflamabilidade, atribuída à formação de uma camada carbonizada que atua como barreira térmica. Além disso, a temperatura de degradação térmica foi aumentada em 9°C. No entanto, a absorção de água permaneceu um desafio, possivelmente devido à micro-espacos presentes na interface fibra-matriz. De forma geral, os resultados demonstram que a modificação de fibras de juta por CNTs via HIEPD é uma estratégia eficaz e *eco-friendly* para a produção de compósitos multifuncionais com propriedades otimizadas, destacando-se como uma alternativa competitiva e sustentável.

**Palavras-chave:** Fibras naturais. Deposição eletroforética. Nanotubos de carbono. Fabricação por VARTM. Compósitos multifuncionais.

## ABSTRACT

The incorporation of carbon nanotubes (CNTs) on the surface of fibres has been a strategy to improve interfacial adhesion and develop composites with multifunctional properties, due to the unique characteristics of CNTs. Therefore, the main objective of this study is to analyse the effects of incorporating CNTs on the surface of jute fibres (JF) through High-Impulse Electrophoretic Deposition (HIEPD). This strategy primarily aims to improve the interfacial adhesion between the fibre and matrix, as well as the electrical, thermal, and flame-retardant properties of the jute fibre-reinforced epoxy matrix composite (JFEC). Homogeneous CNT deposition was achieved using a suspension stabilised with Sodium Dodecyl Sulphate (SDS) combined with positive and negative pulses ( $2p^+2p^-$ ). Thermogravimetric analysis (TG) confirmed the quantification of the deposited CNTs (14% residue), while impedance spectroscopy (EIS) and microscopy analyses corroborated the uniformity of the deposition and the formation of an interconnected conductive network. According to the EIS results, the addition of CNTs to the fibre increased electrical conductivity by 7 orders of magnitude. The surface modification transformed the JFs into conductors and altered their hydrophilic behaviour to hydrophobic, as evidenced by contact angle tests. Additionally, FTIR analyses demonstrated the preservation of cellulose in the treated fibres, while X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) revealed an increase in oxygen-containing groups on the fibres. From a macro-mechanical perspective, the CNTJFEC composites showed improvements compared to the JFEC. In the three-point interlaminar shear test (SBS), a 10% increase in interlaminar shear strength (ILSS) was observed, while in the transverse tensile test (TT), the treated composites exhibited a 17% higher transverse stress compared to untreated ones, due to the mechanical anchorage provided by the CNTs. However, the pull-out test (SFP) showed limitations due to the sensitivity of the method, although it highlighted improvements in the failure mechanism. Dynamic mechanical analysis (DMA) results indicated increases in storage modulus in both the glassy and rubbery regions, suggesting effective adhesion between the fibre and matrix. Regarding thermal properties, the introduction of CNTs reduced the burn rate by 48% in flame retardant tests, attributed to the formation of a charred layer that acts as a thermal barrier. Moreover, the thermal degradation temperature increased by 9°C. However, water absorption remained a challenge, possibly due to micro-spaces at the fibre-matrix interface. Overall, the results demonstrate that the modification of jute fibres with CNTs via HIEPD is an effective and eco-friendly strategy for producing multifunctional composites with optimised properties, standing out as a competitive and sustainable alternative.

**Keywords:** Natural fibres. Electrophoretic deposition. Carbon nanotubes. VARTM manufacturing. Multifunctional composites.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Classificação das fibras naturais de acordo com a sua origem. . . . .	25
Figura 2 – Estrutura de uma fibra vegetal. . . . .	26
Figura 3 – Representação estrutural dos principais componentes químicos de uma fibra vegetal: (a) celulose (b) hemicelulose e (c) lignina. . . . .	27
Figura 4 – Produção de juta da espécie <i>Corchorus capsularis</i> : (a) Colheita das hastes de juta, (b) Secagem das hastes. . . . .	28
Figura 5 – Tipos de mecanismos: (a) ligação por reação (b) ligação química (c) atração eletrostática (d) ligação mecânica. . . . .	29
Figura 6 – Micrografias da superfície de fibras de bambu: (a) não tratadas (b) tratadas à plasma. . . . .	30
Figura 7 – Curva força-deslocamento obtida de um ensaio de <i>pull-out</i> de uma fibra sintética. . . . .	31
Figura 8 – Ilustração dos ensaios: (a) de arrancamento ( <i>Pull-out</i> ), (b) de cisalhamento interlaminar de 3 pontos ( <i>Short beam strength</i> - SBS), (c) à tração transversal ( <i>Transverse tensile test</i> - TT), (d) análise dinâmico-mecânica ( <i>Dynamic mechanical analysis</i> - DMA). . . . .	32
Figura 9 – Imagens de análise de fractografia que possibilitam a identificação de: (a) delaminação, (b) <i>pull-out</i> da fibra, (c) descolamento, (d) cúspides e (e) linhas de rio. . . . .	33
Figura 10 – Nanotubo de Carbono (CNT):(a) parede simples (b) paredes múltiplas. . . . .	34
Figura 11 – Estrutura molecular do Dodecil Sulfato de Sódio - SDS. . . . .	36
Figura 12 – Diagrama representativo da EPD com partículas carregadas positivamente. . . . .	37
Figura 13 – Procedimento da metodologia geral do trabalho. . . . .	43
Figura 14 – (a) Tecido de juta C9 (b) fibra de juta extraída do tecido. . . . .	44
Figura 15 – Diagrama detalhado do processo de Deposição Eletroforética (HIEPD) de Nanotubos de Carbono (CNT) em Fibras de Juta (JF). . . . .	46
Figura 16 – Diagrama representativo da configuração elétrica e do reator do processo de HIEPD. . . . .	47
Figura 17 – Representação dos pulsos:(a) positivos ( $2p^+$ ) e (b) positivos e negativos ( $2p^+2p^-$ ). . . . .	47
Figura 18 – Metodologia de fabricação adotada para obter JFEC e CNTJFEC com fibras alinhadas longitudinalmente:a) JFs com 150 mm de comprimento, b) JFs alinhadas e fixadas, c) aplicação da resina epóxi com endurecedor e posicionamento do bloco superior, d) aplicação de vácuo para promover a compressão do compósito. . . . .	52
Figura 19 – Metodologia de fabricação adotada para obter JFEC com fibras na forma de tecido: a) JF posicionadas b) aplicação da resina e vácuo. . . . .	53

Figura 20 – Procedimento de pós-cura do epóxi e compósito. . . . .	54
Figura 21 – Processo de fabricação das amostras para o ensaio de SFP: (a-b) obtenção do contramolde a partir da impressão 3D (c) moldagem do epóxi por gravidade no molde de silicone (d-e) amostra de SFPP com comprimento livre de 100 mm fixado na máquina universal de ensaios. . . . .	56
Figura 22 – Ensaio à tração transversal: (a) contramolde obtido por impressão 3D (b) fabricação do molde de silicone (c) fibras fixadas no molde aberto (d) resina epóxi moldada por vazamento (e) dimensões dos corpos de prova TT/JFEC (f) corpos de prova fixado nas garras da na máquina universal de ensaios INSTRON EMIC 23-100. . . . .	57
Figura 23 – Metodologia do ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos: a) corpos de prova SBS (fibras alinhadas) b) corpos de prova SBSW (fibras na forma de tecido) c) distância entre os suportes (span length). . . . .	58
Figura 24 – Procedimento do ensaio de absorção de água: (a) Secagem dos corpos de prova (b) Aferição das massas dos corpos de prova secos (c) Submersão em água (d) Registro das massas após a submersão em água. . . . .	60
Figura 25 – Obtenção dos corpos de prova para o ensaio de flamabilidade: (a) Corte dos corpo de prova de acordo com as normas ASTM D3801 e ASTM D635 na serra tico-tico de bancada. (b) corpos de prova UL94/JFEC (c) corpos de prova UL94/CNTJFEC. . . . .	62
Figura 26 – Ensaio de flamabilidade vertical: a) Posicionamento e distâncias dos elementos, b) forma adequada de aproximação da chama. . . . .	62
Figura 27 – Vista frontal do ensaio de flamabilidade horizontal. . . . .	64
Figura 28 – Posicionamento das marcas dos corpos de prova do ensaio de flamabilidade horizontal segundo a norma ASTM D635. . . . .	64
Figura 29 – Processo de fabricação dos corpos de prova para o ensaio de condutividade elétrica: a) compósitos JFEC e CNTJFEC obtidos a partir do VARTM com fibras alinhadas, d) corpos de prova CA/JFEC e CA/CNTJFEC cortados a partir dos compósitos. . . . .	66
Figura 30 – Sinais de tensão e corrente observado durante o processo de HIEPD: (a) Representação gráfica geral do sinal de tensão de pulsos positivos (b) representação gráfica geral do sinal de tensão de pulsos positivos e negativos (c) representação gráfica do sinal na região de tensão de trem de pulsos de pulsos positivos (d) representação gráfica do sinal de tensão na região de trem de pulsos positivos e negativos (e) representação gráfica do sinal de corrente na região de trem de pulsos positivos (f) representação gráfica do sinal de corrente na região de trem de pulsos positivos e negativos. . . . .	68

Figura 31 – Imagens obtidas da microscopia óptica de JF tratadas e não tratadas: (a) Comercial JF, (b) $JF\_CNT\_2p^+$ , (c) $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ , (d) $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$ , (e) $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$ . . . . .	69
Figura 32 – Imagens obtidas do FEG-SEM da amostra JF comercial. . . . .	70
Figura 33 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H <sub>2</sub> O sob descarga com pulsos positivos ( $JF\_CNT\_2p^+$ ). . . . .	71
Figura 34 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H <sub>2</sub> O sob descarga com pulsos positivos e negativos ( $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ ). . . . .	71
Figura 35 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H <sub>2</sub> O + SDS sob descarga com pulsos positivos ( $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$ ). . . . .	72
Figura 36 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H <sub>2</sub> O + SDS sob descarga com pulsos positivos e negativos ( $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$ ). . . . .	73
Figura 37 – Análise de termogravimetria (TG) das amostras tratadas e não tratadas: (a) perda de massa (b) derivada da perda de massa. . . . .	74
Figura 38 – Espectro do FTIR: intervalo de 4000 a 400 cm <sup>-1</sup> para JF tratadas e não tratadas. . . . .	75
Figura 39 – Espectro exploratório das amostras de CNT. . . . .	77
Figura 40 – Imagem dos perfis de gota: (a) JF comercial (b) $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$ (c) $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$ (d) $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ (e) $JF\_CNT\_2p^+$ representando o ângulo de contato obtido pelo goniômetro. . . . .	78
Figura 41 – Condutividade elétrica das JF tratadas e não tratadas em função da frequência. . . . .	79
Figura 42 – Hipótese sugerida ao mecanismo de deposição de CNT sobre a superfície das JF através do processo de HIEPD com pulsos positivos e positivos e negativo. . . . .	82
Figura 43 – Representação da hipótese de interação entre a molécula CNT/SDS e JF. . . . .	83
Figura 44 – Curvas de força-deslocamento das amostras de extração: amostras SFP/JFEC (Compósito de Fibra de Juta com Epóxi) e amostras SFP/CNT/JFEC (Compósito de Fibra de Juta incorporada com CNT com Epóxi). . . . .	84
Figura 45 – Imagens de microscopia: (a) boa impregnação de epóxi é observada em todas as partes da seção transversal da amostra SFP/CNT/JFEC (b) nanorugosidade formada pela incorporação de CNT na superfície da fibra promovida pelo HIEPD na amostra SFP/CNT/JFEC (c) fraca adesão interfacial ou impregnação insuficiente das fibras da amostra SFP/JFEC (d) nenhuma adesão residual de epóxi na superfície da amostra SFP/JFEC é encontrada. . . . .	86

Figura 46 –	Imagens de microscopia das amostras de fratura do ensaio SBS: (a) SBS/JFEC mostrando o mecanismo de falha por <i>pull-out</i> de fibra e uma porção de vazios (b) SBS/CNT/JFEC indicando o mecanismo de quebra de fibra e quantidade de vazios (c) SBS/CNT/JFEC evidenciando o ancoramento mecânico da resina na superfície da fibra (d) SBS/CNTJFEC boa adesão interfacial entre CNT e epóxi (e) SBSW/JFEC (tipo de reforço: tecido de fibra não tratado) mostrando o mecanismo de falha por <i>pull-out</i> de fibra e vazios (f) SBSW/CNTJFEC (tipo de reforço: tecido de fibra tratado) evidenciando quebra de fibra. . . . .	88
Figura 47 –	Resistência à tração transversal:(a) Curvas de Força vs. deslocamento dos compósitos TT/JFEC and TT/CNT/JFEC (b) Valores médios da tensão à tração transversal dos compósitos TT/JFEC and TT/CNT/JFEC. . . . .	89
Figura 48 –	Imagens de microscopia da região do feixe de fibras: (a) amostra TT/JFEC exibindo falha no mecanismo de descolamento das fibras (b) amostra TT/CNT/JFEC revelando ancoragem mecânica da epóxi na superfície da fibra. . . . .	90
Figura 49 –	Resultados do DMA para as amostras JFEC, CNT/JFEC e epóxi:(a) Módulo de armazenamento (b) $\tan\delta$ em função da temperatura. . . . .	91
Figura 50 –	Ensaio de flamabilidade vertical: a) Corpo de prova em chamas fixado no suporte b) Corpo de prova consumido pela chama até a região da fixação. . .	93
Figura 51 –	Curvas de TG e DTG do JFEC, CNTJFEC e epóxi:a) Perda de massa vs. temperatura, b) derivada termogravimétrica vs. temperatura. . . . .	96
Figura 52 –	Resultado do ensaio de condutividade elétrica dos compósitos JFEC e CNTJFEC. . . . .	97
Figura 53 –	Variação percentual de absorção de água dos corpos de prova ao longo do experimento. . . . .	100
Figura 54 –	Relatório do potencial Zeta. . . . .	121
Figura 55 –	Amostra fibra de juta comercial: (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície. . . . .	122
Figura 56 –	Amostra $JF\_CNT\_2p^+$ : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície. . . . .	123
Figura 57 –	Amostra $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície. . . . .	124

Figura 58 – Amostra <i>JF_CNT_SDS_2p<sup>+</sup></i> : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície. . . . .	125
Figura 59 – Amostra <i>JF_CNT_SDS_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup></i> : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície. . . . .	126
Figura 60 – Curva DSC do epóxi com cura para a identificação da Tg. . . . .	130
Figura 61 – Espectros de FTIR para epóxi sem cura e com cura. . . . .	130
Figura 62 – Propriedades mecânicas e físicas do sistema de resina AR720 e AH723. . .	131

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas e físicas das fibras sintéticas. . . . .	22
Tabela 2 – Propriedades físicas e mecânicas das fibras naturais. . . . .	24
Tabela 3 – Faixas de temperaturas em que a hemicelulose, celulose e lignina degradam-se.	26
Tabela 4 – Substratos, nanopartículas e parâmetros utilizados na deposição eletroforética (EPD) e descarga elétrica pulsada (DEP). . . . .	41
Tabela 5 – Informações relativas às características gerais e fornecedor dos principais materiais utilizados. . . . .	44
Tabela 6 – Condições experimentais e parâmetros aplicados no processo de HIEPD. . .	48
Tabela 7 – Identificação das amostras de acordo com cada teste experimental e disposição e formato das fibras. . . . .	54
Tabela 8 – Dimensões médias dos corpos de prova WA/JFEC e WA/CNTJFEC para o ensaio de absorção de água. . . . .	60
Tabela 9 – Critérios de avaliação para classificação V-0, V-1 e V-2 de acordo com a norma ASTM D3801. . . . .	63
Tabela 10 – Critérios para classificação HB ( <i>Horizontal Burning</i> ) segundo ASTM D635.	65
Tabela 11 – Dimensões dos corpos de prova CA/JFEC e CA/CNTJFEC para o ensaio de condutividade elétrica. . . . .	65
Tabela 12 – Caracterização da corrente aplicada no processo de HIEPD em meios com adição de SDS. . . . .	69
Tabela 13 – Contribuições relativas das ligações referente ao C extraído dos espectros de alta resolução do C 1s de todas as amostras. . . . .	76
Tabela 14 – Composição química da superfície das amostras de CNT determinado pelo XPS. . . . .	77
Tabela 15 – Resultado das medidas de pH e condutividade elétrica das soluções. . . . .	81
Tabela 16 – Resultados do ensaio de <i>pull-out</i> de todas as amostras de SFP, incluindo força, deslocamento e IFSS aparente. . . . .	85
Tabela 17 – Informações do ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos de todas as amostras, incluindo o ILSS calculado. . . . .	87
Tabela 18 – Propriedades físicas e mecânicas de amostras de ensaio à tração transversal.	89
Tabela 19 – Resultados do ensaio de flamabilidade vertical do compósito JFEC e CNTJFEC.	94
Tabela 20 – Resultados do ensaio de flamabilidade horizontal dos compósitos JFEC e CNTJFEC. . . . .	95
Tabela 21 – Resultados de ensaios de condutividade elétrica de compósitos com fibras incorporadas com CNT reportados na literatura. . . . .	98
Tabela 22 – Ensaio de absorção de água: registro das massas e variações ao longo do tempo dos compósitos WA/JFEC e WA/CNTJFEC. . . . .	100

Tabela 23 – Valores médios das características dimensionais como comprimento, largura e espessura dos corpos de prova WA/JFEC e WA/CNTJFEC antes e depois do ensaio de absorção de água. . . . .	101
Tabela 24 – Dimensões dos corpos de prova JFEC e CNTJFEC para o ensaio de flamabilidade vertical. . . . .	127
Tabela 25 – Dimensões dos corpos de prova JFEC e CNTJFEC para o ensaio de flamabilidade horizontal. . . . .	128
Tabela 26 – Dimensões dos corpos de prova JFEC para o ensaio de absorção de água. . .	129
Tabela 27 – Dimensões dos corpos de prova CNTJFEC para o ensaio de absorção de água.	129

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>16</b>
1.1	OBJETIVO GERAL	19
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>21</b>
2.1	MATERIAIS COMPÓSITOS	21
2.2	FIBRAS SINTÉTICAS E NATURAIS	22
<b>2.2.1</b>	<b>Juta</b>	<b>27</b>
2.3	INTERFACE FIBRA-MATRIZ	28
2.4	NANOTUBOS DE CARBONO (CNT)	34
2.5	DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA (EPD)	36
2.6	DEPOSIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS PARA APLICAÇÃO DE MATERIAIS COMPÓSITOS	38
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>43</b>
3.1	MATERIAIS	44
3.2	MÉTODOS	45
<b>3.2.1</b>	<b>Eletroforese modificada com impulsos de alta tensão (HIEPD)</b>	<b>45</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Caracterização da fibra de juta (JF)</b>	<b>48</b>
3.2.2.1	<i>Análise de Termogravimetria (TG)</i>	48
3.2.2.2	<i>Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	48
3.2.2.3	<i>Espectroscopia de Fotoelétrons por Raios-X (XPS)</i>	48
3.2.2.4	<i>Microscópio Eletrônico de Varredura com Fonte de Elétrons por Emissão de Campo (MEV-FEG)</i>	49
3.2.2.5	<i>Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS)</i>	50
3.2.2.6	<i>Ângulo de Contato (CAM)</i>	50
3.2.2.7	<i>Análise do pH e condutividade da suspensão</i>	50
<b>3.2.3</b>	<b>Caracterização do compósito reforçado com fibra de juta de matriz epóxi (JFEC)</b>	<b>51</b>
3.2.3.1	<i>Validação das informações relacionadas ao processo de pós-cura do epóxi</i>	51
3.2.3.2	<i>Descrição do processo de fabricação do JFEC</i>	52
3.2.3.3	<i>Ensaio de arrancamento (SFP)</i>	53
3.2.3.4	<i>Ensaio à tração transversal (TT)</i>	56
3.2.3.5	<i>Ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos (SBS)</i>	57
3.2.3.6	<i>Análise Dinâmico-Mecânica (DMA) do compósito</i>	58
3.2.3.7	<i>Análise de MEV-FEG do compósito</i>	59
3.2.3.8	<i>TG do compósito e epóxi</i>	59

3.2.3.9	<i>Ensaio de absorção de água do compósito</i>	59
3.2.3.10	<i>Ensaio de flamabilidade do compósito</i>	61
3.2.3.11	<i>Ensaio de condutividade elétrica do compósito</i>	65
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>67</b>
4.1	PARÂMETROS DE CONFIGURAÇÃO DO HIEPD	67
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS JF TRATADAS E NÃO TRATADAS	69
4.2.1	Análise da morfologia da superfície das JF	69
4.2.2	Análise de estabilidade térmica e quantificação de deposição de CNT	72
4.2.3	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	73
4.2.4	Análise da composição química da superfície da JF	74
4.2.5	Ângulo de contato (CAM)	76
4.2.6	Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)	78
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS JFEC E CNTJFEC	83
4.3.1	Resistência ao cisalhamento interfacial aparente (IFSS)	83
4.3.2	Resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS)	85
4.3.3	Resistência à tração transversal (TT)	87
4.3.4	Propriedades dinâmico-mecânicas do compósito	89
4.3.5	Mecanismo de falha interfacial	91
4.3.6	Ensaio de flamabilidade do compósito	92
4.3.6.1	<i>Ensaio de flamabilidade vertical do compósito</i>	92
4.3.6.2	<i>Ensaio de flamabilidade horizontal do compósito</i>	93
4.3.7	Estabilidade térmica do compósito	95
4.3.8	Ensaio de condutividade elétrica do compósito	96
4.3.9	Ensaio de absorção de água	98
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>102</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>104</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>105</b>
	<b>APÊNDICE A – RELATÓRIO DO PONTECIAL ZETA</b>	<b>121</b>
	<b>APÊNDICE B – ANÁLISE DE XPS</b>	<b>122</b>
	<b>APÊNDICE C – DIMENSÕES DOS CORPOS DE PROVA</b>	<b>127</b>
C.1	ENSAIO DE FLAMABILIDADE	127
C.2	ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA	128
	<b>APÊNDICE D – FTIR E DSC DA MATRIZ EPÓXI</b>	<b>130</b>
	<b>ANEXO A – SISTEMA DE RESINA AR720 E AH723</b>	<b>131</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, o interesse em utilizar Fibras Naturais (NF) para reforçar compósitos poliméricos vem aumentando (Pickering; Efendy; Le, 2016), pois as fibras naturais são encontradas em abundância na natureza, apresentam baixo custo e são um recurso renovável. Além disso, apresentam baixa densidade, o que resulta na obtenção de compósitos poliméricos reforçados com fibra natural (*Natural Fibre Reinforced Composite* - NFRC) com propriedades mecânicas específicas atrativas. Algumas fibras apresentam propriedades mecânicas específicas que são comparáveis às propriedades mecânicas específicas de compósitos reforçados com fibras de vidro (*Glass Fibre Reinforced Composite* - GFRC). Sendo assim, em algumas aplicações, os NFRCs têm sido considerados potenciais candidatos para substituir o GFRC (Lilli *et al.*, 2021; Singh *et al.*, 2018; Rao; Rao, 2007)..

No entanto, os NFRCs apresentam algumas limitações, como baixa estabilidade térmica, baixa molhabilidade e baixa adesão entre as fases fibra-matriz. A primeira limita a aplicação em temperaturas da ordem de 180 °C, temperatura à qual inicia-se a degradação de sua estrutura química. A segunda resulta no caráter hidrofílico, porque são altamente polares devido à presença de grupos hidroxilas (-OH) (Seki, 2009; Islam *et al.*, 2021). Essas limitações elencadas influenciam as propriedades físico-químicas e a morfologia entre as fases fibra e matriz (também conhecida como interface fibra-matriz).

Sabe-se que uma boa adesão entre essas fases é essencial para a integridade dos materiais compósitos poliméricos reforçados com fibra, principalmente quando submetidos a condições ambientais severas, como por exemplo, sob exposição a umidade excessiva (Kim; Mai, 1991; Herrera-Franco; Drzal, 1992; Huang *et al.*, 2021). Desta forma, com a finalidade de garantir uma adesão forte entre a fibra e a matriz, são empregados tratamentos de superfície que modificam a superfície das fibras seja de forma física ou química. Os métodos mais utilizados são agentes de acoplamento, adição de monômeros compatíveis com a matriz, também conhecidos pelo termo em inglês (*graft polymerization*), plasma e dispersão de nanoestruturas de carbono sobre a superfície das fibras (Rowell; Young; Rowell, ; Luna; Lizarazo-Marriaga; Mariño, 2016; Li *et al.*, 2013; Islam *et al.*, 2021).

A modificação das fibras por meio de tratamentos químicos tem demonstrado melhorias significativas na adesão interfacial dos compósitos de fibras naturais reforçadas (NFRCs), conforme destacado por Shahinur *et al.* (2021). No entanto, propriedades como inflamabilidade, absorção de água e resistência antimicrobiana ainda representam desafios consideráveis para o desenvolvimento desses materiais. Nesse contexto, a incorporação de nanomateriais na superfície das fibras (a qual dá a origem de uma estrutura hierárquica, na qual as nanopartículas se distribuem ao longo de toda a superfície da fibra) surge como uma estratégia promissora para otimizar não apenas as propriedades mecânicas, mas também aprimorar características físicas, térmicas e elétricas dos compósitos. Dessa forma, por meio dessa abordagem de modificação superficial, torna-se possível conferir propriedades multifuncionais aos materiais compósitos

(Förster *et al.*, 2016).

Ao introduzir nanotubos de carbono (*Carbon nanotubes* - CNT) nos materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras, pode-se aperfeiçoar propriedades como a resistência ao cisalhamento interfacial, tenacidade à fratura inter-laminar, resistência à fadiga, temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e condutividade elétrica. Além disso, os CNTs podem atuar como sensores de danos para monitorar deformações locais, início de microtrincas e acumulação de danos, os quais podem ser utilizados em aplicações como monitoramento da integridade estrutural (*Structure Health Monitoring* - SHM) (Li *et al.*, 2013; Kamae; Drzal, 2012).

Há quatro técnicas de deposição de CNT sobre a superfície das fibras: (1) crescimento de CNT por deposição química à vapor (*Chemical Vapor Deposition* - CVD) (Sager *et al.*, 2009; Qian *et al.*, 2010), (2) deposição por imersão (*dip coating*) (Mei *et al.*, 2011; He *et al.*, 2007), (3) deposição por spray (*spray coating*) (Zhang *et al.*, 2010), e (4) deposição eletroforética (Bekyarova *et al.*, 2007). A Deposição Eletroforética (*Electrophoretic Deposition* - EPD) é um processo eficiente utilizado para se obter filmes e deposições homogêneas a partir de suspensões coloidais (Boccaccini *et al.*, 2006; Rehman *et al.*, 2021). Ela se destaca dentre as demais técnicas de deposição por ser um método simples, rápido e de baixo custo (Mittal; Rhee, 2021). Em relação ao *dip coating* e *spray coating*, a EPD permite uma maior quantidade de nanopartícula depositada (Zhang *et al.*, 2010). Já o processo de CVD não é indicado, pelo fato de operar em elevadas temperaturas, da ordem de 650 °C. Sendo assim, não é um método indicado para ser aplicado em fibras naturais, pois estas serão degradadas (Zhang *et al.*, 2010; Mittal; Rhee, 2018).

Para que seja possível obter uma deposição homogênea sobre o substrato (material, como por exemplo, a fibra) a partir do processo de EPD, deve-se manter a solução estável, isto é, as nanopartículas precisam se manter dispersas na suspensão (Ferrari; Moreno, 2010). Os CNT tendem a se aglomerar devido às interações de van der Waals entre os tubos. Por esta razão, é necessário dispersar os nanotubos, com a finalidade de obter suspensões estáveis (Alam; Wan; McNally, 2017; Rastogi *et al.*, 2008; Mallakpour; Soltanian, 2016). Uma das formas de se obter uma suspensão estável é através da funcionalização covalente, normalmente é obtida a partir da oxidação promovida por ácidos fortes, que criam defeitos na rede de carbonos do CNT, podendo comprometer algumas propriedades como, por exemplo, as propriedades elétricas (Alam; Wan; McNally, 2017; Kim *et al.*, 2019). Ainda, vale considerar que o uso de ácidos fortes eleva o custo do processo e gera resíduos químicos. Por essas razões, é conveniente utilizar a funcionalização não covalente, a qual não altera a integridade da estrutura química da rede de carbonos do CNT.

A partir da funcionalização não covalente, pode-se promover interações através de interações hidrofóbicas, interações hidrofílicas, interações iônicas, ligações de hidrogênio e interações de van der Waals (Alam; Wan; McNally, 2017). Desta forma, ao utilizar o surfactante Dodecil Sulfato de Sódio (*Sodium Dodecyl Sulfate* - SDS) como agente dispersante em soluções aquosas, pode-se promover a dispersão dos CNT através da repulsão eletrostática gerada pela estrutura micelar. Tal estrutura é formada pelas interações hidrofóbicas entre o CNT e a parte apolar do SDS. Sendo assim, a parte hidrofílica do SDS pode apresentar interações com os grupos

hidroxílicos da fibra de juta e com o epóxi, ambos através de ligações de hidrogênio (Kim *et al.*, 2019; Everett *et al.*, 1973; Ghorabi *et al.*, 2012). Apesar destas vantagens de utilizar o SDS como agente dispersante, há poucos relatos da introdução deste surfactante na suspensão do processo de EPD, pois a oxidação química é amplamente empregada para dispersar e funcionalizar os CNT (Boccaccini *et al.*, 2006; Rehman *et al.*, 2021).

Em sua maioria, os processos de EPD são realizados aplicando baixas tensões e corrente contínua. No entanto, quando a EPD é realizada em suspensões aquosas, podem ocorrer reações eletroquímicas onde há formação de gases ( $O_2$  e  $H_2$ ) resultando em uma deposição com morfologia porosa. Uma maneira de evitar a formação dessa reação eletroquímica é aplicando tensões abaixo da eletrólise da água; porém, os resultados de deposição obtidos nesses casos são de baixa qualidade, isto é, resultam em uma deposição não homogênea. Por esta razão, a aplicação de corrente alternada com pulsos simétricos de alta frequência tem sido uma alternativa para contornar este problema (Ammam, 2012; Chávez-Valdez; Boccaccini, 2012). Alguns estudos como o de Neirinck *et al.* (2009) e Chávez-Valdez, Herrmann e Boccaccini (2012) aplicaram correntes alternadas no EPD, com a finalidade de suprimir os efeitos de formação de bolhas, porém aplicando tensões da ordem de 5 a 20 V e 500 V (pico a pico), respectivamente. Vale mencionar que a quantidade de deposição de nanopartículas aumenta linearmente à medida que a amplitude da tensão é elevada. Considerando isto, investigar os efeitos da aplicação de correntes alternadas de alta tensão na EPD é algo que ainda pode ser explorado (Chávez-Valdez; Boccaccini, 2012).

Recentemente, diversos estudos têm sido realizados para modificar a superfície de fibras utilizando EPD clássico e avaliar a resistência interfacial dos compósitos (Mittal; Rhee, 2021; Deng *et al.*, 2015b; Hu *et al.*, 2021). Alguns estudos (Mittal; Rhee, 2021; Sun *et al.*, 2020; Wu *et al.*, 2020; Deng *et al.*, 2015b; Yuan *et al.*, 2018a) conseguiram, com sucesso, depositar nanopartículas, como CNT, nanofibras de aramida e óxido de grafeno (*Graphene Oxide* - GO), de forma homogênea na superfície das fibras, aplicando Corrente Contínua (DC) com baixas tensões de cerca de 5,0 a 40,0 V e tempos de deposição de 1,0 a 20,0 min. Na maioria dos casos, essas nanopartículas (funcionalizadas por oxidação química em múltiplas etapas) foram depositadas em fibras sintéticas, como fibra de carbono e fibra de vidro. Recentemente, foi relatada a aplicação de EPD em fibras naturais, como a fibra de basalto, que é extraída de minerais. No entanto, não há relatos da aplicação de EPD em fibras naturais provenientes da extração de plantas com a finalidade de reforçar materiais compósitos (Mittal; Rhee, 2021).

Dentro deste contexto, este trabalho fundamentou-se na deposição de CNT sobre a superfície da fibra de juta (*Jute Fibre* - JF), a fim de obter compósitos multifuncionais. Para isto, o trabalho foi dividido em duas partes. A primeira parte foi focada em propor uma metodologia para promover a deposição de CNT sobre a superfície da JF através da Eletroforese Modificada com Impulsos de Alta Tensão (*High-Impulse Electrophoretic Deposition* - HIEPD), que é uma adaptação do EPD clássico. Esta adaptação é conferida graças às características únicas da fonte de alimentação de plasma bipolar assimétrica (A.BiPPS), a qual possibilita a geração de pulsos

intermitentes de alta tensão e frequência. Como este processo de deposição é uma proposta inovadora para incorporar nanopartículas em fibras naturais (que apresentam caráter isolante), este estudo contribuiu, nesta primeira parte, para determinar os parâmetros de deposição, como tipos de suspensão e tipos de pulsos de descarga elétrica (unipolares e bipolares) que resultam em uma deposição homogênea de CNT sobre a superfície da JF. Vale ressaltar que, diferentemente de outros estudos que utilizaram a EPD, a HIEPD pode ser considerada um processo *one-pot* (um método que combina múltiplas etapas em apenas um processo operacional) e *eco-friendly* pelo fato de não utilizar solventes orgânicos ao longo do processo.

Já na segunda parte, os esforços deste trabalho foram direcionados para avaliar a influência da incorporação de CNT sobre a JF, resultante da melhor combinação dos parâmetros da HIEPD, nas propriedades térmicas, elétricas, físicas e mecânicas do compósito reforçado com fibra de juta (*Jute Fibre Reinforced Epoxy Composite - JFEC*). Diferentemente de introduzir CNT na matriz, a proposta de obter estruturas hierárquicas visa melhorar as propriedades interfaciais e demais propriedades como térmicas e elétricas, conferindo ao material compósito propriedades multifuncionais. Considerando que a adesão interfacial é o principal fator limitante dos materiais compósitos, principalmente para NFRC, a avaliação da adesão interfacial entre a JF e a matriz epóxi, promovida por uma técnica inovadora, foi realizada a partir de diversas técnicas. Essa avaliação das propriedades interfaciais, juntamente com as demais caracterizações, proporcionou maior compreensão do comportamento do JFEC de modo a elencar as potencialidades e limitações deste compósito.

## 1.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver e avaliar compósitos multifuncionais reforçados com fibras naturais, por meio da modificação da superfície de fibras de juta com nanotubos de carbono (CNTs) via deposição eletroforética modificada com impulsos de alta tensão (HIEPD), visando à melhoria da adesão interfacial, propriedades elétricas e térmicas.

## 1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Com a finalidade de atingir o objetivo geral, alguns objetivos específicos foram estabelecidos:

- Investigar o efeito do surfactante (Dodecil Sulfato de Sódio - SDS) no processo de deposição de CNT sobre a JF;
- Avaliar os efeitos dos pulsos unipolares e bipolares de descarga elétrica aplicados no processo de deposição de CNT sobre a JF;
- Caracterizar a deposição dos CNTs nas JFs visando a verificação de quantificação, uniformidade e a formação da rede condutora;

- Avaliar as alterações nas propriedades físico-químicas das JFs tratadas, incluindo comportamento hidrofílico/hidrofóbico e modificações químicas na superfície;
- Investigar os efeitos da modificação da fibra nas propriedades mecânicas do compósito reforçado com fibra de juta e matriz epóxi (JFEC), por meio de ensaios de cisalhamento interlaminar de três pontos, tração transversal e *pull-out*;
- Analisar a adesão interfacial entre fibra e matriz nos compósitos CNTJFEC utilizando ensaios dinâmico-mecânicos para verificar o impacto na rigidez e resistência estrutural do material;
- Examinar as propriedades térmicas e de flamabilidade dos compósitos modificados, determinando a taxa de queima e a temperatura de degradação térmica, bem como a formação de camadas carbonizadas como barreira térmica;
- Investigar a absorção de água nos compósitos CNTJFEC e sua relação com a interface fibra-matriz, identificando possíveis desafios e limitações do processo de modificação.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo tem como finalidade fornecer um embasamento teórico dos principais conteúdos abordados para auxiliar nas discussões dos resultados obtidos deste trabalho.

### 2.1 MATERIAIS COMPÓSITOS

Conforme Jones (1999), os materiais compósitos são uma combinação de dois ou mais materiais, fase dispersa e fase matriz, em uma escala macroscópica, com a finalidade de obter um terceiro material. O termo macroscópico significa que os componentes podem ser identificados a olho nu. Muitos materiais podem ser combinados em uma escala microscópica, como, por exemplo, as ligas metálicas; no entanto, o material resultante não pode ser distinguido a olho nu, ou seja, macroscopicamente são homogêneos. Estes materiais constituintes devem apresentar propriedades químicas diferentes e estar separadas por uma interface contrastiva, ou seja, não são solúveis entre si, por este motivo materiais metálicos e cerâmicos não se enquadram nesta definição (Kaw, 2005; Callister, 2000). A fase dispersa, ou no âmbito da engenharia mecânica, também chamada de reforço (fibra), é responsável por suportar o carregamento transferido pela matriz que a envolve. A matriz, por sua vez, além de transferir o carregamento para a fibra, fixa-a e protege-a de degradações causadas pela umidade e agentes químicos (Mallick, 2007; Callister, 2000). A combinação destes materiais visa obter propriedades que não conseguem ser obtidas pelos constituintes quando consideradas de forma individual, tais como resistência, rigidez, impacto, fadiga, condutibilidade térmica, condutibilidade elétrica e resistência à corrosão. Vale ainda ressaltar que estas propriedades, em sua maioria, apresentam valores intermediários ao das fibras e à da matriz, isto é, são inferiores ao das fibras e superiores ao das matrizes (Mendonça, 2005). Adicionalmente, as propriedades mecânicas das matrizes, em geral, são menores que as fibras (Kaw, 2005).

Os materiais compósitos podem ser classificados através das matrizes, que são divididas em poliméricas, metálicas e cerâmicas (Pardini; Neto, 2006; Mallick, 2007). Os compósitos de matriz metálica (CMM) apresentam vantagens sobre os metais monolíticos, como alto módulo específico, boas propriedades mecânicas à temperatura elevada e baixo coeficiente de expansão térmica. Já os de matriz cerâmica (CMC) apresentam alta dureza, resistência e rigidez. Por fim, os compósitos de matriz polimérica (CMP) são a classe mais utilizada, devido às suas boas propriedades quando reforçados e por não requerer altas energias durante o processo de fabricação (Chandramohan; Marimuthu *et al.*, 2011). As matrizes poliméricas são divididas em duas classes, termorrígidas (termofixas), termoplásticas e elastoméricas. As matrizes termorrígidas, usualmente, consistem de uma resina misturada com um agente catalisador ou endurecedor compatível com a mesma. O volume deste agente (normalmente indicado pelo fabricante) pode variar de acordo com cada aplicação, sendo este um fator determinante no tempo de cura. Durante este processo de reação de cura, inúmeras ligações cruzadas são geradas entre as cadeias poliméricas formando uma rede com ligações covalentes. Por este motivo, esta classe não pode ser

reprocessada quando aquecida. Diferentemente dos termorrígidos, os termoplásticos podem ser reprocessados, pois são moldáveis em altas temperaturas e pressão, devido ao enfraquecimento das fracas ligações de van der Waals (Campbell, 2011; Rana; Fanguero, 2016; Mendonça, 2005). Dentre os termofixos, a resina epóxi (a qual é preparada com um endurecedor) é amplamente empregada para fabricar materiais compósitos, pelo fato de apresentar baixo custo, boa estabilidade dimensional, boas propriedades mecânicas, resistência a líquidos e ambientes corrosivos e boa resistência a elevadas temperaturas (Cain, 2016).

Da mesma maneira que os compósitos podem ser classificados pelas matrizes, eles podem ser divididos de acordo com o reforço de que são fabricados, como por exemplo: fibras naturais, sintéticas e híbridas. Este último é uma combinação das fibras naturais e sintéticas (Pardini; Neto, 2006; Mallick, 2007).

## 2.2 FIBRAS SINTÉTICAS E NATURAIS

Nas últimas décadas, as fibras sintéticas, como, por exemplo, as fibras de vidro, aramida e carbono, têm sido empregadas para reforçar materiais compósitos poliméricos. Esta classe de materiais permite a obtenção de materiais leves, resistentes, com módulos de elasticidade específicos elevados e, por fim, com boa resistência à corrosão quando comparado aos materiais metálicos. Devido a estas características, são amplamente utilizadas nos segmentos aeronáutico, automotivo e de energia eólica (Sun *et al.*, 2020). As fibras de vidro, normalmente, são aplicadas em estruturas de baixo custo, como pás de turbinas, navios e estruturas da engenharia civil. Já as fibras de carbono são comumente utilizadas em estruturas que requerem alta performance mecânica e térmica, como, por exemplo, no setor aeroespacial e automobilístico. Por fim, as fibras de aramida são utilizadas em aplicações que exigem absorção de energia mecânica, resistência à abrasão e que suportem elevadas temperaturas. Pode-se citar como exemplo de aplicação o segmento balístico (Talreja; Varna, 2015). A Tabela 1 apresenta as propriedades mecânicas e físicas das fibras sintéticas mais utilizadas.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas e físicas das fibras sintéticas.

<b>Material</b>	$\rho$ ( $kg.m^{-3}$ )	$E$ (GPa)	$\sigma_T$ (MPa)	$\varepsilon$ (%)
Fibra de vidro ( <i>E – glass</i> )	2600	76	2000	2,6
Fibra de aramida ( <i>Kevlar<sup>TM</sup></i> )	1450	130	3000	2,3
Fibra de carbono de alto módulo	1950	380	2400	0,6
Fibra de carbono de alta resistência	1750	230	3400	1,4

\* $\rho$  = Densidade ( $kg/m^3$ ),  $E$  = Módulo de Elasticidade axial (GPa),  $\sigma_T$  = Resistência à Tração (MPa),  
 $\varepsilon$  = Deformação até a falha (%)

Fonte: Adaptado de Talreja e Varna (2015).

Por outro lado, as fibras sintéticas apresentam algumas desvantagens, dentre elas, alto

custo de fabricação, dependência de matéria-prima não renovável e alto custo de reciclagem (Bajpai; Singh; Madaan, 2014; Zakikhani *et al.*, 2014; Hebel *et al.*, 2014). Por exemplo, o método da pirólise, o qual consiste em incinerar os rejeitos oriundos do material compósito, apresenta alto custo, pois necessita de elevadas temperaturas para promover a degradação dos resíduos. Sendo assim, torna-se economicamente inviável realizar este processo (Naqvi *et al.*, 2018). Por esta razão, a solução adotada está sendo o descarte em aterros (Lilli *et al.*, 2021; Faruk *et al.*, 2014). Uma alternativa para reduzir a dependência de matéria-prima de origem não renovável e custo, as fibras naturais têm-se destacado como material reforçante de materiais compósitos, em determinadas aplicações, visto que apresentam boas propriedades mecânicas (Tabela 2), baixo custo de obtenção e alta disponibilidade na natureza (Mohanty *et al.*, 2004; Rowell *et al.*, 1997; Rajan *et al.*, 2011). Conforme pode ser visto na Tabela 2, as densidades das fibras naturais são baixas, resultando em propriedades mecânicas específicas dos NFRC comparáveis às dos GFRC (Osorio *et al.*, 2011).

Alguns segmentos, como o de construção civil, aeronáutico, embalagens e automotivo, já reportaram o uso de NFRC. O setor automotivo apresenta um relevante histórico de uso de NFRC, qual está associado à imposição de leis por parte da União Europeia. Tal exigência, que está vigente desde 2006, (Parliament, 2000), estabelece que um veículo deve ser fabricado com aproximadamente 80% de materiais recicláveis ou reutilizáveis. O Japão, que também passou a adotar esta medida, aplicou a exigência com uma proporção maior, da ordem de 88% de materiais recicláveis ou reutilizáveis (Iwasaki; Reis; Medeiros, 2022). Grandes empresas como BMW, Opel, Audi Group, Ford, Volkswagen, Daimler Chrysler e Mercedes-Benz já utilizaram NFRC em estruturas e componentes internos (Chinta; Reddy; Prasad, 2022). Utilizando NFRC na fabricação dos veículos, obteve-se componentes 25% mais leves em relação aos componentes fabricados por GFRC. Como resultado disto, estruturas mais leves são obtidas, implicando na redução de consumo de combustíveis, que, por sua vez, reduzem a emissão de gases que contribuem para o efeito estufa (Miller *et al.*, 2000).

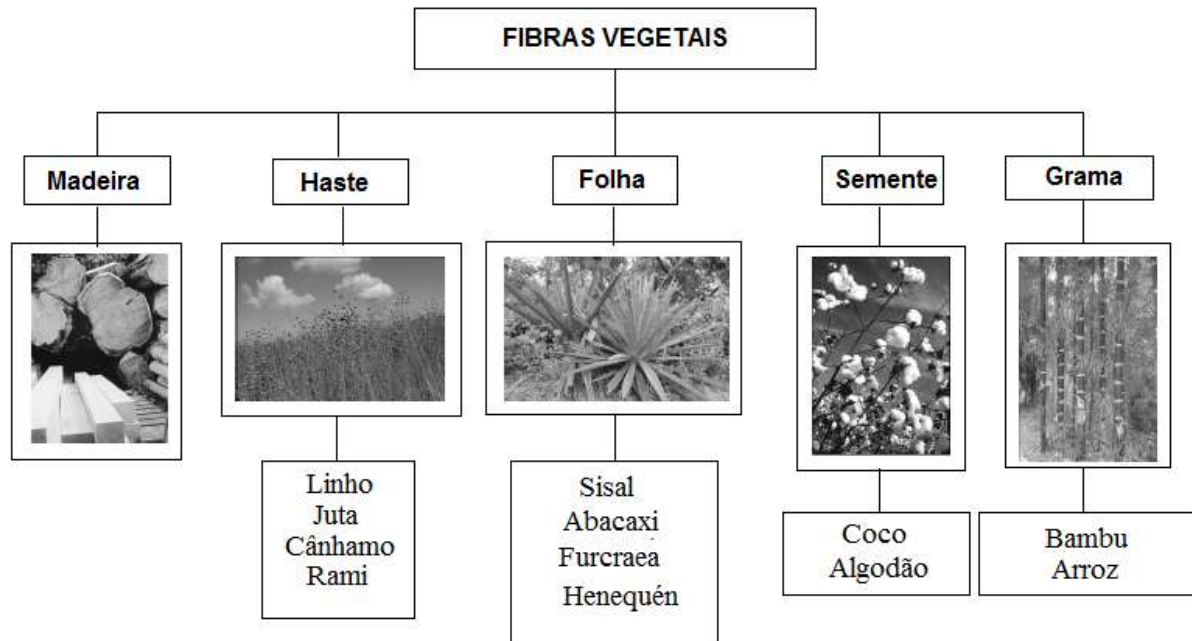
As fibras naturais são classificadas de acordo com a sua origem: vegetal, mineral e animal. As fibras animais, constituídas de proteínas, são extraídas de seda, lã e cabelo, enquanto as fibras vegetais são extraídas das plantas. As plantas fornecem matéria-prima de várias formas, tais como: semente, fruto, caule, gramas e folhas (Osorio *et al.*, 2010), conforme Figura 1.

Tabela 2 – Propriedades físicas e mecânicas das fibras naturais.

<b>Fibra</b>	<b>Densidade (<math>g/cm^3</math>)</b>	<b>Deformação (%)</b>	<b>Resistência à Tração (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>	<b>Diâmetro (<math>\mu m</math>)</b>
Algodão	1,5 - 1,6	3 - 10	287 - 597	5,5 - 12,6	-
Linho	1,4 - 1,5	1,2 - 3,2	344 - 1500	27 - 100	17 - 20
Bambu	0,6 - 1,4	4,11	140 - 860	9,8 - 55	125 - 350
Juta	1,3 - 1,49	1,5 - 1,8	331 - 414	10 - 64	10 - 120
Cânhamo	1,4 - 1,49	1,6 - 4	550 - 900	70 - 96	15 - 60
Kenaf	1,2 - 1,45	1,6	930	53	14 - 33
Ramie	1,5	1,2 - 3,8	400 - 938	24,5 - 128	-
Sisal	1,2 - 1,5	2 - 4,3	510 - 700	9,4 - 38	7 - 200
Coco	1,15 - 1,25	15 - 44	120 - 304	2,5 - 6	7 - 450
Abacaxi	0,6 - 1,6	0,8 - 14,5	170 - 627	1,44 - 62	20 - 82
Vidro-E	2,5 - 2,7	0,5 - 3	2000 - 3500	70 - 73	4,8
Vidro-S	2,5 - 2,7	2,8	4570	86	5,4
Aramida	1,4	3,3 - 3,7	3000 - 3150	63 - 67	-
Carbono	1,4	1,4 - 1,8	4000	230 - 240	-

Referências: (Rana; Fangueiro, 2016; Wambua; Ivens; Verpoest, 2003; Holbery; Houston, 2006; Bisanda; Ansell, 1992; Rao; Rao, 2007; Sridhar *et al.*, 1982; Okubo; Fujii, 2002; Okubo; Fujii; Yamamoto, 2004; Zhang *et al.*, 2018; Jain; Kumar; Jindal, 1992; Ugbolue, 1990; Biswas *et al.*, 2013; Gupta, 2014; Mendonça, 2005; Zhang *et al.*, 2018; Sano *et al.*, 2002; Hargitai; Rácz; Anandjiwala, 2008; Roe; Ansell, 1985; Ramesh; Sudharsan, 2018; Defoirdt *et al.*, 2010).

Figura 1 – Classificação das fibras naturais de acordo com a sua origem.

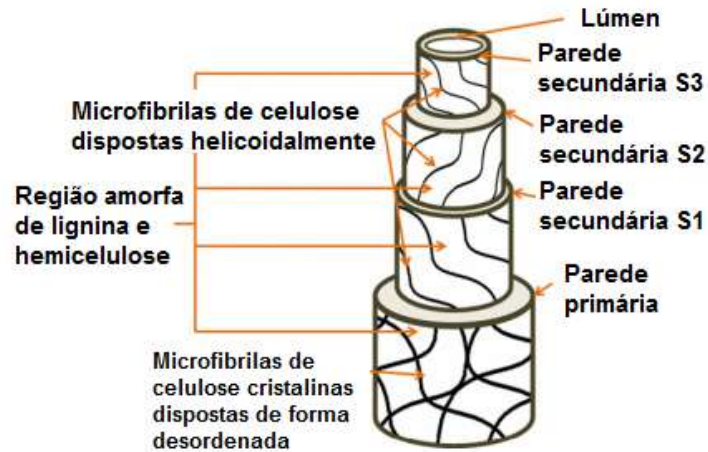


Fonte: Adaptado de Osorio *et al.* (2010).

As fibras extraídas das plantas são comumente chamadas de fibras vegetais e fibras lignocelulósicas. As fibras vegetais são constituídas, majoritariamente, em peso, por celulose (60 - 80 %), hemicelulose (20 - 40 %), lignina (5 - 25 %). Há alguns outros componentes, mas que correspondem a pequenos percentuais, como a pectina e cera. As fibras vegetais são constituídas de várias fibras elementares embutidas em uma matriz de lignina e hemicelulose. Conforme pode ser observado na Figura 2, as fibras elementares formam uma estrutura complexa constituída por uma parede celular primária (onde as microfibrilas de celulose cristalinas dispostas de forma desordenada) e três secundárias. As paredes secundárias são classificadas em S1, S2 e S3, sendo que a espessura da parede celular S2 apresenta um papel fundamental, visto que determina as propriedades mecânicas da fibra. Ainda, vale ressaltar que, diferentemente das fibras sintéticas, as fibras naturais apresentam um canal interno oco que percorre o centro das fibras naturais chamado de lúmen (Azwa *et al.*, 2013; Alam; Maniruzzaman; Morshed, 2014).

Considerado o biopolímero mais abundante da Terra, a celulose é o componente essencial de todas as plantas, pois é responsável pela resistência e rigidez mecânica das fibras. Além disso, a celulose apresenta a tendência de formar ligações de hidrogênio intramoleculares e intermoleculares, as quais são responsáveis por grande parte da estrutura supermolecular e comportamento físico-químico da celulose. Por outro lado, devido à presença de grupos hidroxílicos (OH), ela pode ser facilmente oxidada e convertida em éter (Alam; Maniruzzaman; Morshed, 2014; Campilho, 2015). A hemicelulose e a lignina, além de aglutinar a celulose, apresentam outras funções. A hemicelulose é responsável pelo caráter biodegradável, absorção de umidade (caráter higroscópico) e degradação térmica da fibra (é o componente químico

Figura 2 – Estrutura de uma fibra vegetal.



Fonte: Adaptado de Azwa *et al.* (2013).

que começa a se degradar primeiro). Já a lignina, que contém anéis aromáticos e alifáticos, é responsável pela degradação por raios ultravioletas, rigidez das plantas e auxilia no transporte da água. Por fim, a pectina e a cera promovem a flexibilidade e proteção superficial das fibras (Saheb; Jog, 1999; Bledzki; Gassan, 1999; Yang *et al.*, 2007).

A Tabela 3 apresenta faixa de temperatura que a hemicelulose, celulose e lignina degradam-se. Conforme pode ser observado, a degradação da hemicelulose ocorre na faixa de 250 a 300 °C devido à sua baixa massa molecular. Já a celulose se degrada inicialmente nessa mesma faixa de temperatura, mas sua decomposição principal ocorre entre 300 e 400 °C, devido à sua estrutura mais cristalina e maior estabilidade térmica. Por fim, a degradação da lignina ocorre de 160 a 900 °C (Fazita *et al.*, 2016; Yang *et al.*, 2007; Alves *et al.*, 2011).

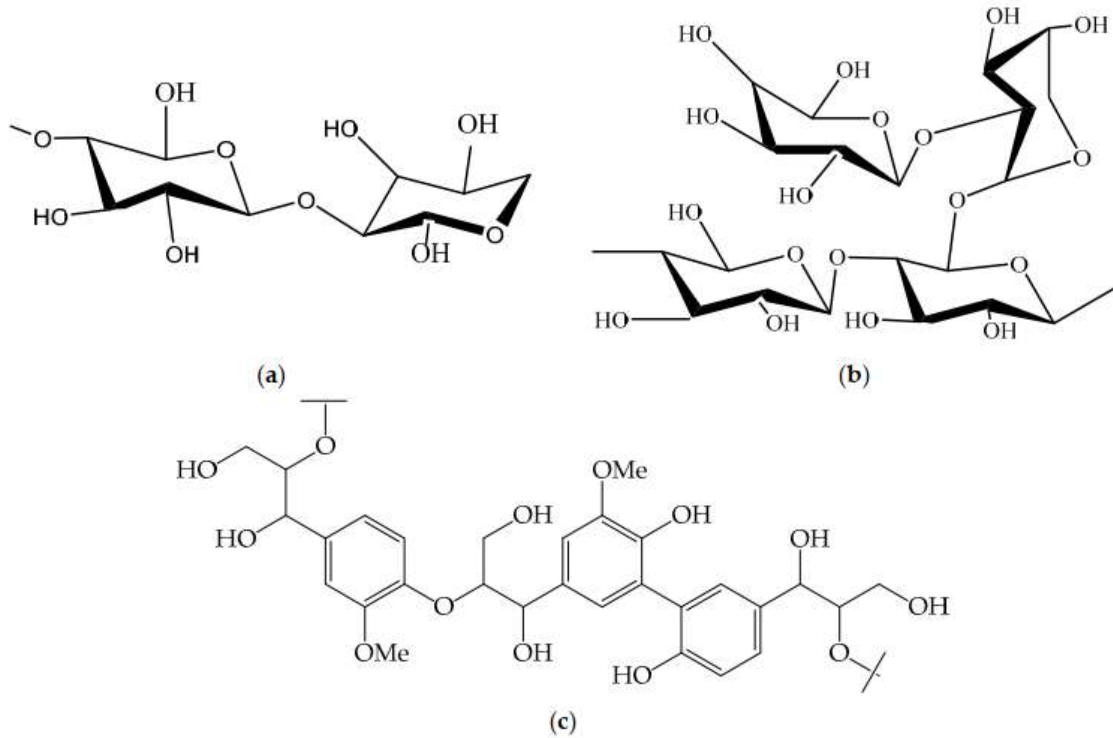
Tabela 3 – Faixas de temperaturas em que a hemicelulose, celulose e lignina degradam-se.

Componente químico	Temperatura de degradação (°C)
Hemicelulose	250 a 300
Celulose	300 a 400
Lignina	160 a 900

Fonte: Adaptado de Fazita *et al.* (2016), Yang *et al.* (2007).

A Figura 3 representa a estrutura química dos principais componentes de uma fibra vegetal, que são a celulose, a hemicelulose e a lignina. Conforme pode ser observado, a celulose e a hemicelulose são formadas por ligações C-C, C-O-C, e C=C, as quais são mais fracas quando comparadas com a lignina. Em relação à celulose e hemicelulose, a lignina apresenta uma cadeia mais longa e com presença do grupo fenol (Shahinur *et al.*, 2021).

Figura 3 – Representação estrutural dos principais componentes químicos de uma fibra vegetal: (a) celulose (b) hemicelulose e (c) lignina.



Fonte: Adaptado de Shahinur *et al.* (2021)

### 2.2.1 Juta

A juta é considerada a segunda planta mais popular do mundo, atrás apenas do algodão. Atualmente, grande parte do seu cultivo é encontrada em Bangladesh, Índia, China, Nepal, Indonésia, Tailândia e Brasil. Há mais de 40 espécies de juta, porém apenas duas são utilizadas para fins comerciais: *Corchorus capsular* e *Corchorus olitorius*. No Brasil, o cultivo de juta (*Corchorus capsular*) é predominante na região norte do país, nos estados do Pará e Amazonas. Conforme apresentado na Figura 4(a), as fibras de juta são extraídas da haste, que pode atingir até 3,5 metros de altura. Após a colheita, as hastes de juta são secadas para serem armazenadas em fardos (Figura 4(b)). A partir desses fardos é que são extraídas e produzidas as fibras de juta, que estão disponíveis comercialmente na forma de fio e tecido (Castanhal, 2021). Estas fibras são empregadas em produtos de artesanato, embalagens (sacarias) e bolsas. Além disso, as fibras de juta vêm se destacando como potenciais materiais reforçantes de compósitos poliméricos, principalmente por apresentar módulo de elasticidade específico comparável ao compósito polimérico reforçado com fibra de vidro (Rowell; Stout, 2007; Sever *et al.*, 2012; Alves *et al.*, 2011).

Os principais constituintes das fibras de juta são celulose (61-71 m/m), hemicelulose (14-20 m/m), lignina (12-13 m/m), pectina (0,2 m/m), ceras (0,5 m/m) e umidade (12,6 m/m) (Islam *et al.*, 2021; Kumar; Allamraju, 2019). Devido à presença de celulose e lignina em sua

Figura 4 – Produção de juta da espécie *Corchorus capsularis*: (a) Colheita das hastes de juta, (b) Secagem das hastes.



Fonte: Castanhal (2021).

estrutura, as fibras naturais apresentam propriedades elétricas isolantes. No entanto, ao realizar a deposição de aditivos, como por exemplo o CNT, sobre a superfície das fibras naturais, é possível torná-las condutoras (Zhuang *et al.*, 2011).

O desempenho mecânico e demais propriedades de um material compósito reforçado por fibras são dependentes de uma boa adesão interfacial entre as fases fibra-matriz. Por exemplo, uma boa adesão entre a fibra e a matriz promoverá uma transferência do carregamento da matriz para a fibra de maneira efetiva, resultando em compósitos com elevadas resistências, módulos e tenacidade (Banik; Dey; Sastry, 2017; Sun *et al.*, 2020). No entanto, materiais compósitos fabricados a partir de fibras naturais, que são hidrofílicas, e resinas hidrofóbicas apresentam, baixa adesão por não apresentarem interações entre as fases. Desta forma, torna-se necessário o uso de modificadores de superfície das fibras para melhorar a adesão interfacial.

### 2.3 INTERFACE FIBRA-MATRIZ

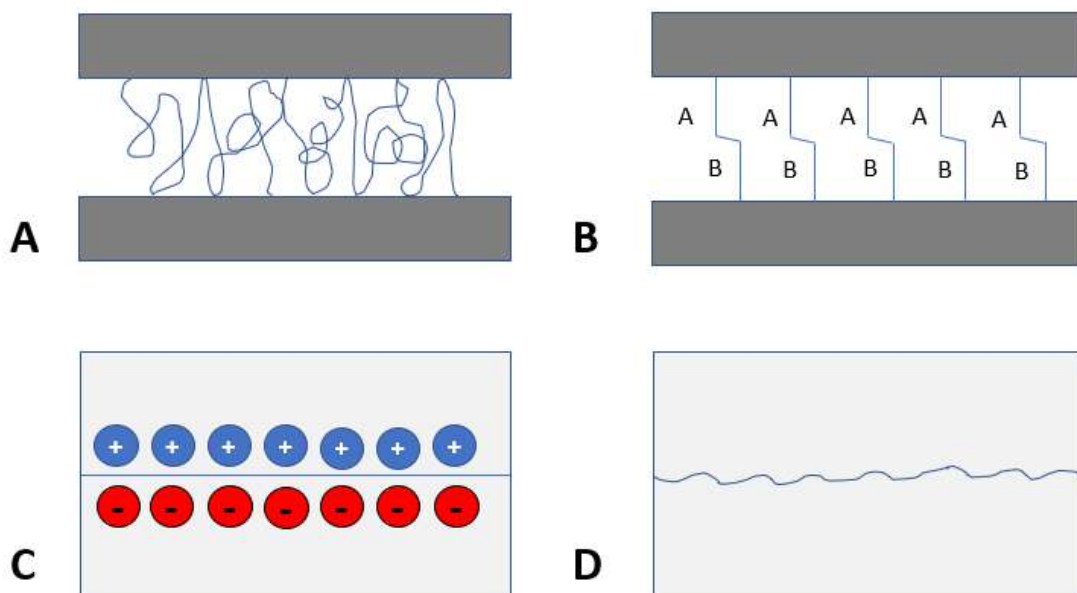
A adesão interfacial está correlacionada com a estrutura molecular interfacial, composição química, morfologia e difusividade. Sendo assim, ela pode ser classificada de acordo com o mecanismo que é formada: ligação por reação, ligação química, ligação por atração eletrostática e ligação mecânica. A Figura 5(a) representa a ligação por reação ou inter-difusão, que consiste em uma ligação onde os átomos ou moléculas dos componentes podem se inter-difundir na interface. Em materiais poliméricos, esse tipo de ligação promove o entrelaçamento das cadeias. A resistência deste tipo de interface é dependente da extensão e da distância do entrelaçamento, bem como do número de moléculas por unidade de área da interface. A ligação química, conforme representado na Figura 5(b), é considerada a forma de adesão mais eficiente, a qual é formada entre grupos químicos funcionais que estão presentes na superfície da fibra e grupos químicos funcionais da matriz. Vale ressaltar que é necessário que os grupos químicos funcionais sejam

compatíveis. Este tipo de ligação é dependente do número de ligações por unidade de área e do tipo de ligação (ligação covalente, ligação de hidrogênio). Adicionalmente, ela pode ser obtida a partir da aplicação de agentes de acoplamento e plasma, pois eles contribuem formando uma ponte química entre materiais que apresentam uma fraca adesão.

A ligação eletrostática, também conhecida por atração eletrostática, ocorre quando uma superfície é carregada positivamente e outra negativamente, conforme representado na Figura 5(c). Apresenta uma forte ligação em curtas distâncias (aproximadamente de nível atômico) e é dependente da diferença de carga entre as superfícies.

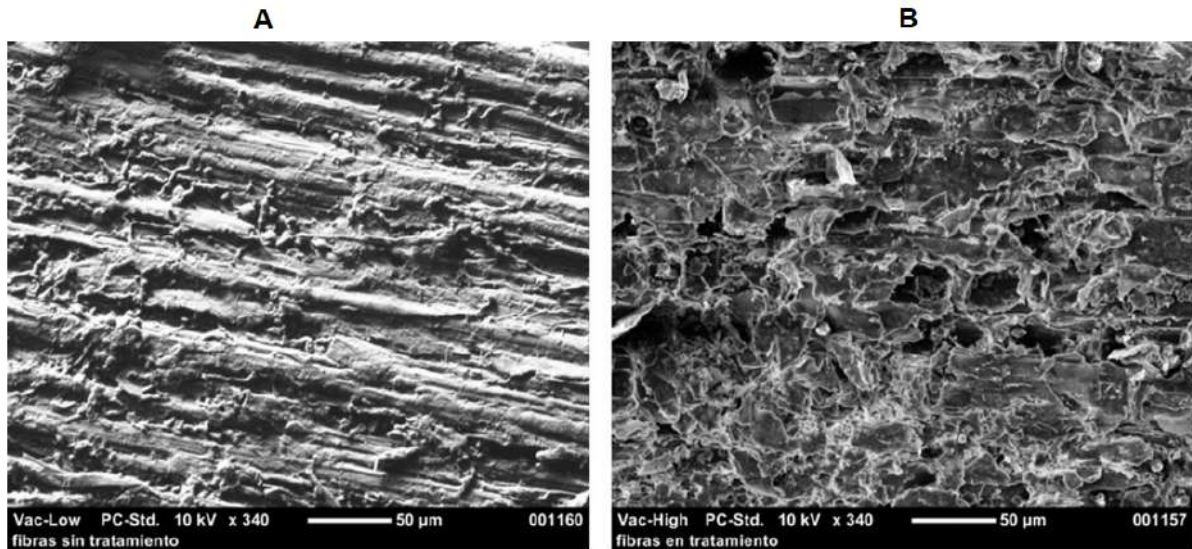
Conforme representado na Figura 5(d), as ligações que ocorrem de forma mecânica são também conhecidas por travamento ou até mesmo chaveamento mecânico entre as superfícies. Neste caso, quanto maior a rugosidade, maior será o travamento e a ligação. Ela pode ser obtida através de tratamentos de superfície como o uso de agentes de acoplamento (uso de hidróxido de sódio) e plasma. A Figura 6 apresenta a diferença entre a fibra de bambu não tratada, Figura 6(a) e a fibra tratada a plasma, Figura 6(b). Claramente, observa-se um aumento da rugosidade resultante do bombardeamento iônico. Vale ressaltar que este tipo de mecanismo apresenta melhor desempenho quando a força é aplicada paralelamente à interface, isto é, quando sofre os efeitos do cisalhamento. Já quando forem aplicadas forças na direção transversal à interface, ocorrerá o tracionamento. Como não ocorrerá o travamento, será mais fácil separar as fases fibra-matriz. (Sánchez; Capote; Carrillo, 2019; Kim; Mai, 1998).

Figura 5 – Tipos de mecanismos: (a) ligação por reação (b) ligação química (c) atração eletrostática (d) ligação mecânica.



Fonte: Adaptado de Kim e Mai (1998).

Figura 6 – Micrografias da superfície de fibras de bambu: (a) não tratadas (b) tratadas à plasma.

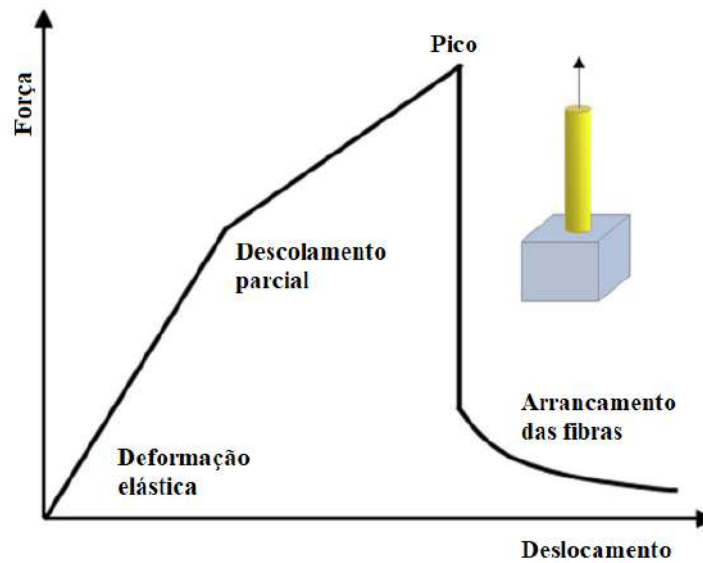


Fonte: Adaptado de Luna, Lizarazo-Marriaga e Mariño (2016).

Várias técnicas estão disponíveis para avaliar a adesão interfacial entre a fibra e a matriz. Elas podem ser divididas em duas categorias: microescala e macroescala. Dentre as técnicas de microescala, o ensaio de arrancamento da fibra, também chamado de (*Single fibre pull-out test* - SFP), tem-se destacado pelo fato de avaliar o grau de adesão entre as fases fibra-matriz diretamente, através da resistência ao cisalhamento interfacial (IFSS) da fibra ou fio (feixe de microfibrilas) embutida na matriz (Lee *et al.*, 2016; Li *et al.*, 2015). Para realizar este ensaio, a matriz é fixada na base da máquina universal, enquanto a outra extremidade é tracionada até ocorrer a ruptura da fibra ou arrancamento total da parte embutida, conforme apresentado na Figura 8(a). A Figura 7 apresenta uma curva típica de força-deslocamento obtida de um ensaio de *pull-out* de uma fibra sintética. Observa-se que pequenas mudanças na inclinação dessas curvas, conhecidas como *kinks*, indicam o início do descolamento, ou seja, o momento em que a fibra começa a se separar da matriz. A partir dessa curva, é possível determinar a resistência ao cisalhamento interfacial (IFSS) (Wang *et al.*, 2014; Zhandarov; Mäder, 2005). Apesar de ser uma maneira direta de verificar a adesão interfacial, esse tipo de abordagem apresenta algumas limitações, como a necessidade de equipamentos delicados e operadores qualificados para obter resultados corretos, além de uma correlação fraca com o desempenho dos compósitos em aplicações práticas. (Li *et al.*, 2019).

Uma forma alternativa de aferir o grau de adesão interfacial, neste caso, de forma aparente, é por meio do ensaio *short beam strength* (SBS) (ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos ou flexão de viga curta), onde é determinada a resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS) (Silva *et al.*, 2013; Rathore *et al.*, 2016). Este ensaio é amplamente empregado para entender a aderência entre as camadas do material compósito quando submetido a forças de cisalhamento. Para induzir tensões de cisalhamento, durante os ensaios, é necessário que a

Figura 7 – Curva força-deslocamento obtida de um ensaio de *pull-out* de uma fibra sintética.



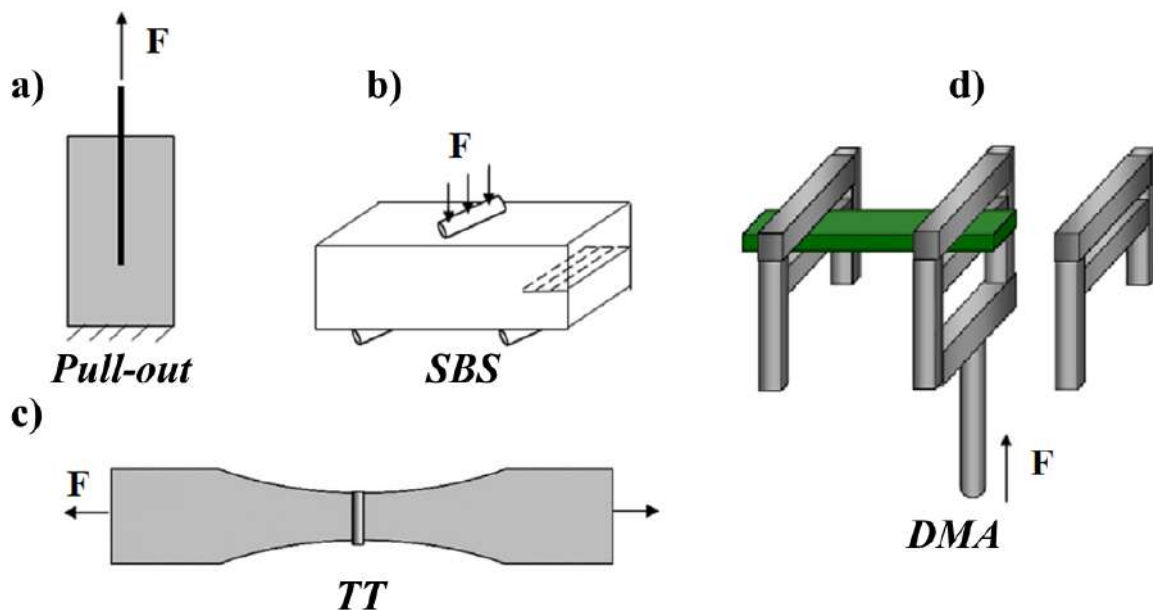
Fonte: Adaptado de Li *et al.* (2015).

relação entre a distância entre os apoios (*span length*) e a espessura seja de 4:1 com a finalidade de maximizar as tensões de cisalhamento e minimizar as tensões de flexão e tração (ASTM International, 2013; Silva *et al.*, 2013). O fato deste ensaio experimental ser estabelecido por norma internacional (ASTM D2344) resulta em uma pequena variação nos resultados (Li *et al.*, 2019). Entre os métodos baseados em feixe de fibras (FBC), o ensaio à tração transversal tem sido empregado em diversos estudos para confirmar a melhoria das propriedades interfaciais promovida pelo tratamento superficial das fibras (Drescher *et al.*, 2013; Ageorges; Friedrich; Ye, 1999). Comparado aos métodos de macroescala, essa abordagem reduz o consumo de mão de obra, principalmente durante o processo de preparação das amostras (Li *et al.*, 2019). De acordo com (Li *et al.*, 2019), o compósito reforçado por feixe de fibras (FBC), que é um compósito embutido em um feixe de fibras em uma matriz polimérica, é considerado uma boa alternativa para avaliar o desempenho de laminados que falham sob tensão transversal ou cisalhamento interlaminar.

Além desses ensaios, a análise dinâmico-mecânica (Dynamic mechanical analysis - DMA) tem sido considerada uma técnica importante para avaliar a qualidade das propriedades interfaciais e viscoelásticas de materiais compósitos, conforme apresentado na Figura 8(d) (Kumar *et al.*, 2020; Saba *et al.*, 2016). O princípio da DMA baseia-se na utilização de uma fonte de energia oscilatória (cargas cíclicas) com a finalidade de medir a deformação apresentada à medida que a temperatura é variada ao longo do ensaio. A resposta resultante à deformação é geralmente utilizada para avaliar as propriedades de um material em termos de tempo, frequência, temperatura e a combinação desses parâmetros. A partir dessa análise do comportamento viscoelástico, pode-se medir as propriedades dinâmico-mecânicas como módulo de armazenamento, módulo de perda, amortecimento e temperatura de transição vítrea. (Venkategowda;

Manjunatha; Anilkumar, 2022; Das; Chaudhary, 2020). Conforme mencionado anteriormente, a DMA possibilita avaliar a adesão interfacial entre matriz e reforço, visto que esta análise permite a detecção de falhas ou interações na interface, por meio de alguns parâmetros. A primeira delas é a avaliação do módulo de armazenamento, onde um elevado valor indica boa transferência de tensão entre os componentes, sugerindo uma forte adesão interfacial. Caso a adesão seja fraca, o módulo de armazenamento tende a apresentar valores baixos devido ao deslizamento entre as fases. Outro parâmetro que pode ser monitorado é o fator de amortecimento, que em casos de adesão fraca, há um aumento deste valor, devido à dissipação de energia proveniente do movimento relativo entre as fases. Em contrapartida, se a adesão for forte, a dissipação será menor e o fator de amortecimento será reduzido (Venkategowda; Manjunatha; Anilkumar, 2022; Das; Chaudhary, 2020; Kumar *et al.*, 2020; Shanmugam; Thiruchitrambalam, 2013).

Figura 8 – Ilustração dos ensaios: (a) de arrancamento (*Pull-out*), (b) de cisalhamento interlaminar de 3 pontos (*Short beam strength - SBS*), (c) à tração transversal (*Transverse tensile test - TT*), (d) análise dinâmico-mecânica (*Dynamic mechanical analysis - DMA*).

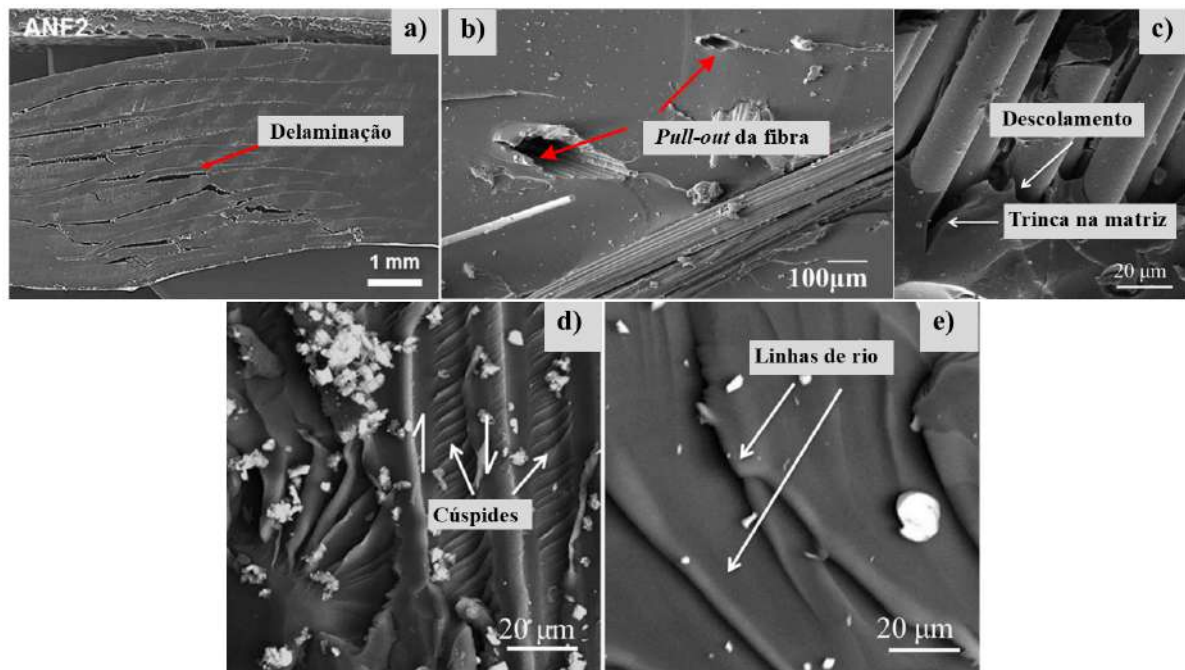


Fonte: Adaptado de Li *et al.* (2019), Venkategowda, Manjunatha e Anilkumar (2022).

Após os ensaios destrutivos mencionados, a fractografia, a qual consiste na avaliação visual da morfologia da superfície de fratura, pode fornecer informações importantes, como os mecanismos que levaram o compósito à falha, assim como a direção de propagação das trincas. No entanto, para isso é importante que a amostra avaliada esteja preservada e isenta de agentes contaminantes, os quais podem comprometer e inviabilizar a análise, em muitos casos. (Greenhalgh, 2009). A Figura 9 apresenta imagens de análises de fractografia. Na Figura 9(a) nota-se a presença da delaminação, que é um tipo de falha interlaminar que ocorre em planos paralelos aos das camadas. Este tipo de mecanismo tende a ser dominado pela quebra da matriz e

separação entre a fibra e a matriz (camadas), indicando a existência de concentração de tensões, porosidade e baixa adesão entre as fibras e a matriz (Greenhalgh, 2009). Outros mecanismos que indicam uma adesão fraca são o *pull-out* e o descolamento (*debonding*). Conforme pode ser observado na Figura 9(b), o *pull-out* é o mecanismo que ocorre quando as fibras são extraídas da matriz, em vez de se romperem ou de haver uma fratura na matriz. Já o descolamento é quando ocorre a separação entre a fibra e a matriz devido à baixa resistência adesiva, resultando na propagação e crescimento da trinca e eventual falha do material (Figura 9(c)). A análise de fractografia permite também verificar a direção de propagação das trincas por meio de padrões como estruturas linhas de rio (*riverlines*) e cúspides (*cusps*), conforme pode ser observado nas Figuras 9(d) e (e). As linhas de rio são padrões em formas de linhas curvas que apontam o sentido do crescimento da fratura local (a origem da falha é onde linhas de rio convergem). Já as cúspides são estruturas em forma de crista ou pico na superfície da fratura, indicando a ocorrência de cisalhamento (Silva *et al.*, 2013; Rathore *et al.*, 2016; Zhandarov; Mäder, 2005; Greenhalgh, 2009; Greenhalgh; Hiley, 2008).

Figura 9 – Imagens de análise de fractografia que possibilitam a identificação de: (a) delaminação, (b) *pull-out* da fibra, (c) descolamento, (d) cúspides e (e) linhas de rio.



Fonte: Adaptado de Lee *et al.* (2016), Rathore *et al.* (2016), Zhang *et al.* (2018).

Recentemente, devido às suas boas propriedades mecânicas, térmicas, elétricas e ópticas, o emprego de Nanoestruturas de Carbono (NCPs) como agente modificador de superfície vem crescendo. A partir da introdução de NCPs sobre as superfícies dos materiais, é possível melhorar a interação entre o nanomaterial de carbono e o polímero, devido ao aumento da rugosidade, molhabilidade e energia de superfície. A formação de uma nanofase de NCP

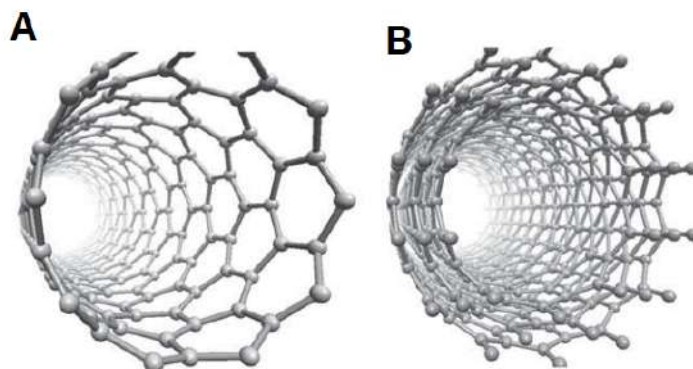
sobre a fibra pode promover interações (podendo ser interações hidrofóbicas e ligações de hidrogênio) com os grupos funcionais presentes na matriz, como, por exemplo, a resina epóxi. Ainda, a deposição dessas estruturas nanométricas aumenta a área superficial, proporcionando o aumento da molhabilidade; isto é, a resina se espalhará por uma área maior, garantindo uma boa adesão (Sun *et al.*, 2020; Yuan *et al.*, 2018b). Entre os nanomateriais, o CNT se destaca como um excelente candidato para aplicações avançadas devido às suas excepcionais propriedades mecânicas, térmicas e elétricas (Zhuang *et al.*, 2011).

## 2.4 NANOTUBOS DE CARBONO (CNT)

A nanotecnologia tem apresentado um papel de melhorar as propriedades macroscópicas dos materiais, devido ao controle das nanoestruturas (Ferrari; Moreno, 2010). Por exemplo, nas últimas décadas, as nanoestruturas de carbono (*Carbon Nanoparticles* - CNP), dentre elas o nanotubo de carbono (*Carbon Nanotubes* - CNT), vêm apresentando um papel importante nos segmentos de catálise, armazenamento de energia, sensores e materiais compósitos (Cazorla-Amorós, 2014; Sun *et al.*, 2020; Yuan *et al.*, 2018b), devido às excelentes propriedades mecânicas, térmicas, elétricas e ópticas (Zhuang *et al.*, 2011).

O CNT é uma nanoestrutura de carbono tubular formada por redes de carbono que estão dispostas concêntricamente (Crevillen; Escarpa; García, 2018). Conforme representado na Figura 10, os CNT são classificados de acordo com o número de paredes: quando há uma parede, é denominado CNT de parede simples (Figura 10(a)) e, quando é composta por duas ou mais paredes, é chamada de CNT de paredes múltiplas (Figura 10(b)). O CNT de parede simples apresenta diâmetro de 0,4 a 3,0 nm e comprimento de 200,0 a 1000,0 nm. Já o CNT de paredes múltiplas apresenta diâmetro da ordem de 2,0 a 100,0 nm, comprimento de 1,0 a 50,0  $\mu\text{m}$  e a distância entre as folhas de grafeno é de aproximadamente 0,340 nm. A razão de aspecto, dada pela razão comprimento (L) por diâmetro (D) é de  $L/D=1:1000$  (Alam; Wan; McNally, 2017; Karimi *et al.*, 2015).

Figura 10 – Nanotubo de Carbono (CNT):(a) parede simples (b) paredes múltiplas.



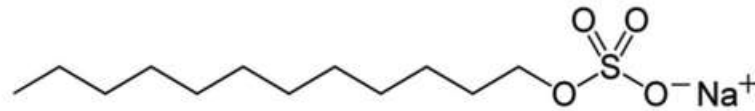
Fonte: Adaptado de Karimi *et al.* (2015).

Devido à rede formada pelas ligações entre carbonos  $sp^2$ , os CNT de paredes múltiplas apresentam módulo de elasticidade de 0,9 TPa e resistência à tração de 150 GPa. Além disso, exibem excelente estabilidade térmica, da ordem de 2800 °C, no vácuo. Já em relação à temperaturas ambientes, a condutividade elétrica e térmica são da ordem de  $10^7$  S/m e 3500 W/m K, respectivamente (Alam; Wan; McNally, 2017). Considerando essas propriedades, os CNT ao serem depositados sobre a superfície da fibra podem promover a propriedade de multifuncionalidades ao compósito. Por exemplo, ao depositar CNT sobre uma superfície de fibra de caráter isolante, pode-se transformá-la em uma fibra com superfície condutora. Este processo pode ser uma forma alternativa de se obter materiais compósitos que requerem alta condutividade elétrica, utilizando fibras que apresentam alta resistência elétrica, como, por exemplo, fibras naturais e fibra de vidro (Kim *et al.*, 2019). Da mesma forma, através da incorporação de CNT em materiais compósitos, é possível promover o retardamento de chama (Bannov *et al.*, 2020). De acordo com Kashiwagi *et al.* (2005b), a obtenção de uma deposição homogênea e interconectada de CNT sobre a superfície de um material pode atuar como uma blindagem térmica que pode retardar a degradação térmica (Babu *et al.*, 2020). Ainda, a formação de uma nanofase de CNT sobre a fibra pode promover interações (podendo ser interações hidrofóbicas e ligações de hidrogênio) com os grupos funcionais presentes na matriz, como, por exemplo, a resina epóxi. Ainda, a deposição dessas estruturas nanométricas aumenta a área superficial, proporcionando o aumento da molhabilidade, isto é, a resina se espalhará por uma área maior, garantindo uma boa adesão (Sun *et al.*, 2020; Yuan *et al.*, 2018b).

Os CNT tendem à formar aglomerados, devido às interações de van der Waals entre os tubos. (Alam; Wan; McNally, 2017; Rastogi *et al.*, 2008; Mallakpour; Soltanian, 2016). Desta forma, a modificação de superfície pode ser uma alternativa para promover a dispersão dos CNT em suspensões ou resinas. Os métodos químicos, também conhecidos como química úmida, promovem a oxidação dos CNT através de ácidos fortes (empregado em funcionalizações covalentes). No entanto, apresentam alto custo e produzem resíduos poluentes, tornando o processo economicamente inviável e não *eco-friendly* (termo em inglês que refere-se a produtos, serviços, diretrizes políticas e atitudes que têm o objetivo de causar menor dano ao meio ambiente). Uma alternativa para esses tipos de oxidação é o uso de plasma e o tratamento eletroquímico (Moraitis *et al.*, 2011; Yao *et al.*, 2018a). Adicionalmente, o uso de funcionalização não covalente, o qual preserva a integridade da rede de carbono do CNT, baseia-se no mecanismo da adsorção, onde as moléculas anfífilas que apresentam componentes hidrofóbicos e aromáticos, interagem com os CNT através de interações hidrofóbicas e/ou interações eletrônicas  $\pi$ - $\pi$ . Já a parte hidrofílica interage com a água. A dispersão de CNT promovida a partir da introdução de surfactantes é dependente do tempo de agitação do sonicador de ponta e da relação massa surfactante por massa de CNT. Um dos surfactantes mais utilizados é o Dodecil Sulfato de Sódio (*Sodium Dodecyl Sulfate* - SDS), também conhecido como Lauril Sulfato de Sódio. Este é um surfactante do tipo aniônico, que apresenta uma cadeia hidrocarbonada simples (Khodaei; Pirbazari; Talebizadeh, 2017; Domingui *et al.*, 2015). Conforme representado na Figura 11, o SDS apresenta uma

cauda (*tail*) orgânica apolar e a cabeça iônica (*head*). De acordo com os resultados de microscopia realizados por Karimi *et al.* (2015), o SDS forma uma estrutura micelar (organização espontânea de moléculas anfifílicas) em torno do CNT, o que possibilita a dispersão dos CNT. De acordo com Rastogi *et al.* (2008), ao adotar a relação entre surfactante e CNT de 1:520, obtém-se uma suspensão de CNT estável.

Figura 11 – Estrutura molecular do Dodecil Sulfato de Sódio - SDS.



Fonte: Dominguini *et al.* (2015).

Dentre as técnicas de deposição de CNT, pode-se destacar: (1) crescimento de CNT por deposição química à vapor (*Chemical Vapor Deposition - CVD*) (Sager *et al.*, 2009; Qian *et al.*, 2010), (2) deposição por imersão (*dip coating*) (Mei *et al.*, 2011; He *et al.*, 2007), (3) deposição por spray (*spray coating*) (Zhang *et al.*, 2010), e (4) deposição eletroforética (Bekyarova *et al.*, 2007). A Deposição Eletroforética (*Electrophoretic Deposition - EPD*) tem-se destacado por ser um processo eficiente para se obter filmes e deposições homogêneas a partir de suspensões coloidais, além de outras vantagens que serão apresentadas na próxima seção 2.5 (Boccaccini *et al.*, 2006; Rehman *et al.*, 2021; Mittal; Rhee, 2021).

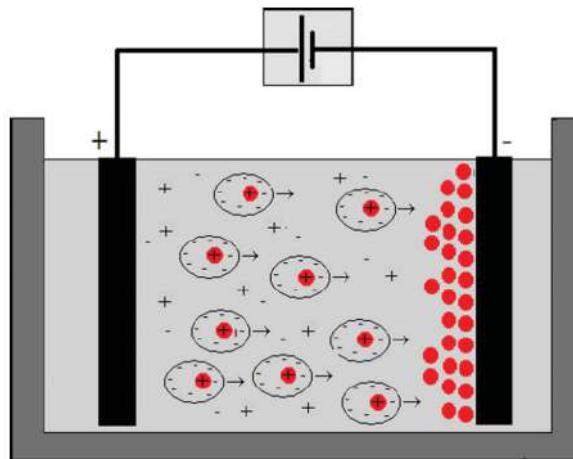
## 2.5 DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA (EPD)

A Deposição Eletroforética (*Electrophoretic Deposition - EPD*) tem-se destacado na comunidade científica e é altamente empregada na indústria devido à sua efetividade, versatilidade e aplicabilidade em diversos tipos de materiais e formatos (Sarkar; Nicholson, 1996; Binner, 1990). Além disso, a EPD permite a obtenção de filmes e deposições uniformes e homogêneos, que são dependentes da concentração da nanopartícula, tensão aplicada, suspensão estável, tempo de deposição e distância entre eletrodos (Besra; Liu, 2007; Boccaccini *et al.*, 2010; Sun *et al.*, 2020). Adicionalmente, outro fator que torna essa técnica de deposição atrativa é o fato de apresentar baixo custo tanto em equipamentos quanto em infraestrutura (Biest; Vandeperre, 1999; Boccaccini; Zhitomirsky, 2002; Besra; Liu, 2007). Por outro lado, a EPD apresenta uma limitação que é o fato de requerer substratos condutores para facilitar o movimento das partículas carregadas. Quando o substrato é isolante, sem a condutividade, a deposição resultante pode ser inadequada devido à formação de uma camada/filme insuficiente. No entanto, tal limitação pode ser minimizada com a aplicação de tensões elevadas da ordem de centenas de volts (Vilarinho *et al.*, 2015). Quando comparada ao *dip coating* e *spray coating*, a EPD pode atingir maior quantidade de material depositado (Zhang *et al.*, 2010). Já em relação ao processo de CVD, que atinge temperaturas de trabalho de 650 °C, a EPD é indicada pelo fato de não degradar o

substrato, o que se torna conveniente para a aplicação em fibras naturais (Zhang *et al.*, 2010; Mittal; Rhee, 2018; Battisti *et al.*, 2014).

A EPD é uma técnica que baseia-se no fenômeno da eletroforese. Durante este fenômeno, partículas carregadas na suspensão (solução) se movem em direção ao eletrodo de carga oposta, pois sofrem a influência de um campo elétrico formado entre dois eletrodos (Biest; Vandeperre, 1999; Ferrari; Moreno, 2010). Esta migração promove a deposição sobre o substrato, formando filmes finos e deposição em componentes de formas complexas e rugosas (Besra; Liu, 2007; Böhmer, 1996; Boccaccini; Zhitomirsky, 2002; Bekyarova *et al.*, 2007). Vale ressaltar que a direção em que as partículas se moverão será dependente da carga das partículas suspensas. Conforme apresentado na Figura 12, quando a partícula estiver carregada positivamente, ela se moverá em direção ao eletrodo de carga oposta, neste caso, o cátodo. Quando o EPD apresenta este tipo de comportamento, é chamado de EPD catódico. Por outro lado, se as partículas estiverem carregadas negativamente, elas serão atraídas pelo eletrodo de carga positiva, o ânodo. Neste caso, é chamado de EPD anódico.

Figura 12 – Diagrama representativo da EPD com partículas carregadas positivamente.



Fonte: Adaptado de Ammam (2012).

O campo elétrico pode ser modulado por meio do tipo de tensão aplicada. Ela pode ser corrente contínua pulsada (*Pulsed Direct Current - PDC*), corrente alternada (*Alternating Current - AC*) e corrente contínua (*Continuous Direct Current - CDC*). Quando é utilizado AC no processo de EPD, diferentemente de quando é aplicado CDC, as partículas carregadas se movem periodicamente em direções opostas, ora para o lado positivo, ora para o lado negativo. Por esta razão, o mecanismo que ocorre durante o processo é mais complexo, pois estão envolvidos inúmeros fenômenos (Ammam, 2012). Além do tipo de pulso, o tipo e estado da suspensão utilizada apresentam um papel fundamental no processo de EPD. Empregam-se solventes orgânicos porque são estáveis quimicamente na solução e não apresentam reações eletroquímicas. Esta combinação permite a obtenção de deposição de alta qualidade. Por outro lado, o uso de solventes orgânicos apresenta alto custo, são voláteis, tóxicos (em sua maioria) e inflamáveis.

Além disso, como os solventes orgânicos têm baixa constante dielétrica, é necessária a aplicação de campos elétricos de maior intensidade para promover a migração das partículas em direção ao eletrodo. Uma alternativa para reduzir custos e os impactos ambientais, suspensões em solução aquosa têm sido utilizadas (Ammam, 2012). Para que se obtenha uma deposição de partículas sem aglomerados, é necessário que a suspensão esteja estável e dispersa para que as partículas possam se mover em direção ao eletrodo de forma independente (Ferrari; Moreno, 2010). Em contrapartida, soluções extremamente estáveis podem apresentar forças de repulsão entre as partículas, as quais o campo elétrico não será capaz de superar. Por este motivo, o processo de deposição não ocorrerá (Ammam, 2012).

## 2.6 DEPOSIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS PARA APLICAÇÃO DE MATERIAIS COMPÓSITOS

Conforme mencionado anteriormente, a nanotecnologia tem-se destacado pelo fato de modificar as propriedades do material a partir da introdução de nanoestruturas (Ferrari; Moreno, 2010). Sendo assim, a partir da incorporação de nanopartículas, é possível conferir ao material resultante propriedades multifuncionais. A definição de compósitos multifuncionais pode ser compreendida como materiais compósitos que desempenham funções estruturais e não estruturais simultaneamente. Por exemplo, uma estrutura de material compósito pode ser projetada para apresentar rigidez e resistência mecânica, e com a incorporação de nanopartículas, a estrutura passa a apresentar propriedades adicionais, como condutividade elétrica e resistência térmica (Baltopoulos; Kostopoulos, 2015; Doshi *et al.*, 2015).

A introdução dessas nanopartículas pode ser realizada por meio de duas formas: como aditivos (*fillers*) na matriz polimérica e como modificadores de superfície, que dão origem a uma estrutura hierárquica (fibra incorporada com a nanopartícula ao longo de toda a superfície). Quando utilizado como aditivo, pode-se melhorar as propriedades mecânicas, elétricas, térmicas e de inflamabilidade de um material, uma vez que a dispersão homogênea dos NCP seja garantida, a qual usualmente é obtida a partir da funcionalização (Alam; Wan; McNally, 2017; Saiteja; Jayakumar; Bharathiraja, 2020). Além da aglomeração das nanopartículas, outro fator que pode ser considerado uma limitação da adição de *fillers* na matriz é o aumento da viscosidade da resina, que é um fator importante para o processo de fabricação com resina líquida (exemplo: infusão, RTM e VARTM), método utilizado para a fabricação dos compósitos deste estudo. Se a viscosidade aumenta, isso dificulta a infusão completa da matriz polimérica. Como resultado, a impregnação parcial das fibras compromete a qualidade estrutural do compósito (Shi *et al.*, 2020; Yao *et al.*, 2018b; Doshi *et al.*, 2015).

Desta forma, a dispersão de nanopartículas sobre a superfície da fibra é considerada uma alternativa para essas situações. A obtenção de estruturas hierárquicas resulta na formação de uma camada superficial onde as propriedades são distintas, possibilitando alterações como rugosidade, composição química e energia da superfície, as quais implicam na adesão interfacial das fases, e

consequentemente, das propriedades mecânicas do material compósito, como tenacidade à fratura. Além dessa melhoria, ao utilizar nanoestruturas de carbono, pode-se criar uma camada condutora de eletricidade, a qual permite que o compósito desempenhe funções de autodiagnóstico (*self-diagnosing*), que são materiais que detectam danos, como trincas ou deformações antes que a falha na estrutura ocorra (Doshi *et al.*, 2015; Gao; Mäder, 2015).

Nos últimos anos, diversos estudos avaliaram a influência da incorporação de CNT sobre a superfície da fibra, por meio de várias técnicas, visando aperfeiçoar as propriedades mecânicas, elétricas e térmicas dos materiais compósitos. Na pesquisa de Garcia *et al.* (2008), foi realizada a modificação da interface fibra-matriz por meio do crescimento de CNTs diretamente na superfície de fibras de alumina. O processo envolveu *dip-coating* para deposição do catalisador de crescimento dos CNTs e CVD em pressão atmosférica. Os compósitos sem CNTs eram isolantes, apresentando resistências elevadas, independentemente da espessura. Com a introdução de CNT, pode-se reduzir drasticamente a resistividade elétrica. Na direção do plano do laminado e na direção através da espessura, o aumento da condutividade foi de  $10^6$  e  $10^8$  vezes, respectivamente. O estudo de Zhuang *et al.* (2011) teve como objetivo depositar CNT utilizando o método de *dip-coating* visando transformar a superfície da JF condutora. Além disso, este estudo avaliou o comportamento do compósito epoxídico reforçado com a JF com CNT depositado. Ao introduzir CNT na fibra, foi possível melhorar as propriedades dielétricas do compósito quando comparado ao compósito sem a adição da nanopartícula. No estudo de Tzounis *et al.* (2014) foi avaliado a influência da introdução de CNT na superfície das fibras curtas de juta através da técnica *dip-coating*, que consistiu em submergir as fibras em uma suspensão aquosa de CNT estável. Com as fibras modificadas superficialmente e não tratadas, pode-se fabricar o compósito reforçado de borracha natural. De acordo com os resultados, a incorporação de CNT sobre a superfície da JF melhorou a adesão interfacial e a estabilidade térmica. Os autores concluíram que o aumento das propriedades mecânicas deve-se ao ancoramento mecânico promovido por uma boa adesão entre a JF e a borracha natural. O estudo de Li *et al.* (2014) teve como objetivo melhorar as propriedades mecânicas do compósito reforçado com fibra de linho através da adição de CNT (funcionalizados com grupos carboxílicos) sobre a superfície da fibra, através do método de deposição *spraying*. A partir da modificação superficial, pode-se reduzir a área de dano por impacto e melhorar a adesão interfacial, que está associada ao entrelaçamento mecânico entre as fibras de linho e a matriz epóxi.

A Tabela 4 sumariza os substratos, nanopartículas e parâmetros utilizados na deposição eletroforética (EPD) e descarga elétrica pulsada (DEP) de forma detalhada. Conforme pode ser observado, a maioria dos estudos utilizou oxidação química para promover a oxidação das nanopartículas (visando à obtenção de suspensões estáveis). No entanto, após essa etapa, faz-se necessário ajustar o pH da suspensão para 10 por meio da adição de NaOH ou KOH, exigindo uma etapa adicional durante o processo (Wu *et al.*, 2020; Deng *et al.*, 2015b; Mittal; Rhee, 2021; Mahmood *et al.*, 2016). Em relação à tensão aplicada, nota-se que todos utilizaram tensões de polaridade única de até 50 V (Battisti *et al.*, 2014; Li *et al.*, 2014; Deng *et al.*, 2015a; Wu *et al.*,

2020; Li *et al.*, 2019), em função da maior parte dos substratos ser condutores, como é o caso da fibra de carbono (Bekyarova *et al.*, 2007; Battisti *et al.*, 2014; Deng *et al.*, 2015b; Li *et al.*, 2019; Yuan *et al.*, 2018a; Sun *et al.*, 2020). Nos estudos que utilizaram substratos isolantes, como é o caso da fibra de vidro e fibra de basalto (Li *et al.*, 2014; Mahmood *et al.*, 2016; Mittal; Rhee, 2021), os autores aplicaram a estratégia de fixar as fibras em uma chapa para assumir a função de eletrodo e minimizar esta limitação da EPD que é o fato de exigir que o substrato seja condutor. Conforme apontado por Vilarinho *et al.* (2015), uma maneira de contornar essa limitação é a aplicação de tensões elevadas da ordem de centenas de Volts (este estudo aplicou 600 V de forma unipolar) para facilitar o processo da EPD. Este fato pode ser corroborado pelo estudo realizado por Santos *et al.* (2021) que desenvolveu a técnica de DEP em meio líquido, para depositar nanopartículas de TiO<sub>2</sub> sobre o tecido de algodão. Neste caso, tensões de polaridade única de 1,2 kV, porém com trens de pulso, foram aplicadas para minimizar os efeitos do substrato isolante.

Tabela 4 – Substratos, nanopartículas e parâmetros utilizados na deposição eletroforética (EPD) e descarga elétrica pulsada (DEP).

Método de deposição	Nanopartícula	Substrato	Suspensão	Distância entre eletrodos	Tensão	Tempo	Pulso	Ref.
EPD	CNT	Fibra de carbono	Água+NaOH	-	10 V/cm	1h	Unipolar	(Bekyarova <i>et al.</i> , 2007)
EPD	CNT	Fibra de carbono	Água	8 mm	50 V	50 s	Unipolar	(Battisti <i>et al.</i> , 2014)
EPD	CNT	Fibra de vidro	Água +CTAB	50 mm	45 V	10 min	Unipolar	(Li <i>et al.</i> , 2014)
EPD	GO	Fibra de carbono	NaOH	2 cm	20 V	20 min	Unipolar	(Deng <i>et al.</i> , 2015b)
EPD	ANF	Fibra de carbono	DMSO+KOH	5 cm	5 V	1 min	Unipolar	(Li <i>et al.</i> , 2019)
EPD	GO	Fibra de vidro	Água	2 cm	10V/cm	5 min	Unipolar	(Mahmood <i>et al.</i> , 2016)
EPD	GO	Fibra de carbono	Água+KOH	-	-	100 s	Unipolar	(Yuan <i>et al.</i> , 2018a)
EPD	GO	Fibra de carbono	Água+KOH	1 cm	-	20 min	Unipolar	(Sun <i>et al.</i> , 2020)
EPD	CNT	Fibra de carbono	Água+HNO3/H2SO4	1 cm	20V	150 s	Unipolar	(Wu <i>et al.</i> , 2020)
EPD	GO	Fibra de basalto	Água	2 cm	5 V	5 min	Unipolar	(Mittal; Rhee, 2021)
DEP	TiO2	Fibra de algodão	Água	-	1200 V	30 min	Unipolar	(Santos <i>et al.</i> , 2021)

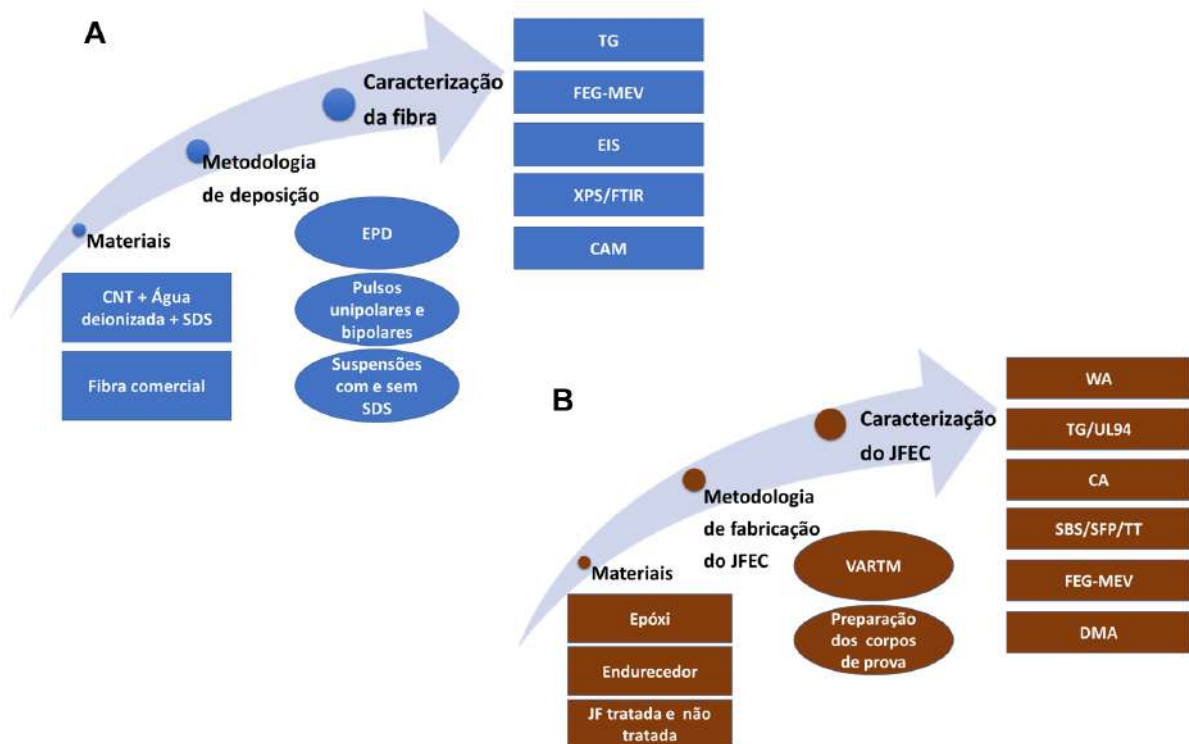
Conforme mencionado na introdução, o objetivo deste trabalho é obter os compósitos de matriz epóxi reforçados com fibra natural, com propriedades multifuncionais, promovidas pela incorporação de CNT sobre a superfície da JF. Sendo assim, este trabalho foi dividido em duas partes, onde na primeira, o foco do estudo foi em desenvolver uma metodologia de deposição de nanopartículas sobre fibras naturais (de origem vegetal) a partir de uma adaptação do processo de EPD, com a finalidade de preencher algumas lacunas encontradas, as quais foram destacadas no parágrafo anterior. A adaptação, a qual pode ser considerada uma pesquisa inédita para deposição de EPD em fibras naturais de origem vegetal (isolantes), denominada Eletroforese Modificada com Impulsos de Alta Tensão (*High-Impulse Electrophoretic Deposition* - HIEPD), consiste na aplicação de descargas elétricas pulsadas de alta tensão, unipolares e bipolares, em meio aquoso. Como trata-se de uma proposição de metodologia inédita, buscou-se avaliar os efeitos dos tipos de pulsos e o efeito do surfactante SDS na deposição, com a finalidade de encontrar os parâmetros que resultam na deposição homogênea de CNT sobre a superfície da JF. Devido ao caráter isolante da JF, as tensões aplicadas foram da ordem de 600 a 800 V. Já a estratégia de utilizar o surfactante SDS está fundamentada no fato de tornar a suspensão estável sem a aplicação de ácidos, e subsequente ajuste de pH. Desta forma, o HIEPD pode ser considerado um processo *one-pot* e *eco-friendly* em relação aos EPD clássicos. Na segunda etapa deste estudo, os esforços foram direcionados para avaliar a influência da incorporação de CNT sobre a JF, resultante da otimização dos parâmetros da HIEPD, nas propriedades térmicas, elétricas, físicas e mecânicas do compósito reforçado com fibra de juta (Jute Fibre Reinforced Epoxy Composite - JFEC). Diferente da abordagem convencional de incorporação de CNT diretamente na matriz polimérica, a estratégia de desenvolvimento de estruturas hierárquicas permitiu a modificação das propriedades interfaciais, conferindo ao material compósito características multifuncionais, como aumento da condutividade elétrica e melhoria do desempenho retardante de chama. Considerando que a adesão interfacial é um dos principais fatores limitantes em compósitos, especialmente em NFRCs, a interação entre a JF e a matriz epóxi foi analisada por meio de diversas técnicas. A caracterização das propriedades interfaciais, associada às demais análises, a qual será apresentada nos próximos capítulos, possibilitou uma compreensão mais aprofundada do comportamento do JFEC, permitindo identificar suas potencialidades e limitações.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente capítulo apresenta a metodologia geral do trabalho, onde são relacionados os materiais utilizados, a metodologia do processo de deposição de CNT sobre a superfície da JF através da Eletroforese Modificada com Impulsos de Alta Tensão (*High-Impulse Electrophoresis Deposition - HIEPD*), o processo de fabricação do compósito e a metodologia das caracterizações da JF e da caracterização do compósito epoxídico reforçado com fibra de juta (*Jute Fibre Reinforced Epoxy Composite - JFEC*). Conforme representado na Figura 13(a), para a caracterização das fibras foram realizadas a Termogravimetria (TG), Microscópio Eletrônico de Varredura com Fonte de Elétrons por Emissão de Campo (MEV-FEG), Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Espectroscopia de Fotoelétrons por Raios-X (XPS), Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS) e Ângulo de Contato (CAM).

A Figura 13(b) apresenta de forma resumida os materiais utilizados na fabricação dos compósitos a partir da Moldagem por Transferência de Resina Assistida à Vácuo (VARTM) além das caracterizações conduzidas para o compósito. Dentre as caracterizações relacionadas ao JFEC, foram realizados o ensaio de absorção de água (WA), análise de termogravimetria (TG), análise de flamabilidade (UL94), análise de condutividade elétrica (CA), *Short Beam Test* (SBS), *Pull-out* (SFP), ensaio à tração transversal (TT), análise de microscopia MEV-FEG e análise dinâmico-mecânica (DMA).

Figura 13 – Procedimento da metodologia geral do trabalho.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

### 3.1 MATERIAIS

A Tabela 5 resume os principais materiais utilizados neste trabalho. As Fibras de Juta (JF), da espécie *Corchorus Capsularis*, comercializadas pela empresa Armarinho São José (Londrina - Paraná) e fabricadas pela Companhia Têxtil Castanhal (Castanhal, Pará), conforme representado na Figura 14(a). É importante ressaltar que toda vez que o termo JF ou fibra for mencionado, o texto estará se referindo ao fio (*yarn*=feixe de microfibrilas torcidas a partir de um processo de fabricação) retirado manualmente do tecido plano (Figura 14(b)). Já os Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas (CNT) foram comprados da empresa *Chengdu Organic Chemicals*. O CNT, categorizado como TNIM4, apresenta 95% de pureza, comprimento de 10 a 30  $\mu\text{m}$ , diâmetros externos de 10 a 30 nm e diâmetros internos de 5 a 10 nm. Ainda, utilizou-se o surfactante aniônico Dodecil Sulfato de Sódio (SDS), da empresa Jand Química (São Paulo). Para a fabricação dos compósitos, foram utilizados a resina epóxi AR720 e o endurecedor AH723, adquiridos da empresa Barracuda *Advanced Composites*, Rio de Janeiro. A viscosidade da resina e do endurecedor, a 25 °C, é de 2350 e 70 cps, respectivamente. O tempo de gelificação (*gel time*) é de 55 min a 25 °C.

Tabela 5 – Informações relativas às características gerais e fornecedor dos principais materiais utilizados.

Descrição	Características gerais	Fornecedor
JF - C9	Gramatura - 287 $\text{g}/\text{cm}^2$	Armarinho São José
CNT - TNIM4	Comprimento 10 a 30 $\mu\text{m}$ Diâmetro externo 30 nm	<i>Chengdu Organic Chemicals</i>
Surfactante - SDS	-	Jand Química
Epóxi - AR720	Viscosidade - 2350 cps	Barracuda <i>Advanced Composites</i>
Endurecedor - AH723	70 cps	Barracuda <i>Advanced Composites</i>

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).



(a)



(b)

Figura 14 – (a) Tecido de juta C9 (b) fibra de juta extraída do tecido.

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

## 3.2 MÉTODOS

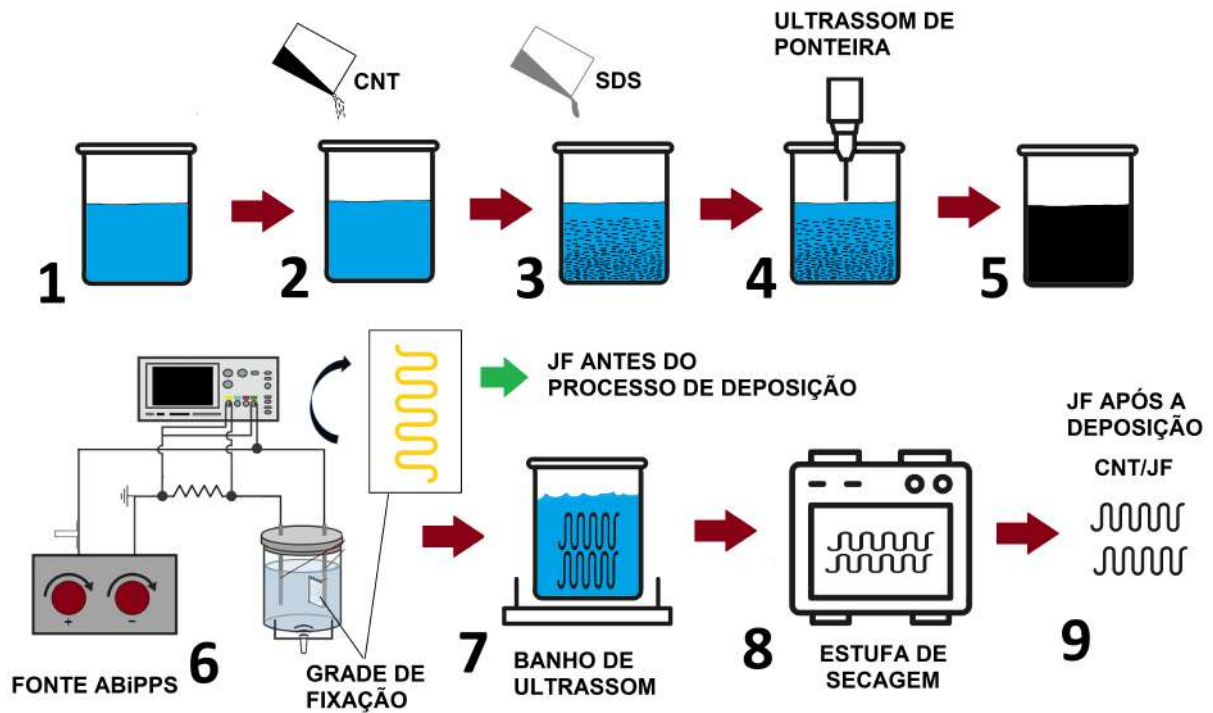
A seção da metodologia está dividida em três partes: processo da HIEPD, caracterização da fibra e caracterização do compósito epoxídico reforçado com fibra de juta (*Jute Fibre Reinforced Epoxy Composite* - JFEC).

### 3.2.1 Eletroforese modificada com impulsos de alta tensão (HIEPD)

A Figura 15 representa todo o processo de HIEPD. (Etapa 1 e 2) Para o preparo das soluções, 0,5% (em massa) de CNT foi misturado em água deionizada (H<sub>2</sub>O). Este valor foi adotado com base no estudo de (Santos *et al.*, 2021). Em soluções que foram adicionadas o SDS, considerou-se a proporção de 1/520 em relação à massa da solução (Rastogi *et al.*, 2008) (Etapa 3). Com a finalidade de promover a dispersão dos CNT na solução, utilizou-se o sonicador de ponteira (*Sonics VCX 750*). A configuração do sonicador foi baseada em uma metodologia definida pelo Grupo de Pesquisas (Laboratório de Polímeros - UDESC/CCT) (Schuster *et al.*, 2015), onde a configuração de potência adotada foi de 400 J/g sob uma amplitude de 24% do dispositivo. Como o tempo de sonicação é dependente da energia adicionada à mistura, o sonicador de ponteira ficou dispersando a solução por 1 h 20 min (Etapa 4 e 5). Após este processo, as JF que foram extraídas do tecido, com comprimentos de 1,5 m, foram fixadas na grade do eletrodo (conforme representado na Figura 16), em temperatura ambiente. Durante o processo de HIEPD, com a finalidade de promover a agitação da suspensão, foi utilizado um banho de ultrassom a 30 kHz (Etapa 6). Após o processo de HIEPD, as JF foram lavadas com o objetivo de retirar o excesso de CNT sobre a sua superfície através do banho de ultrassom por 10 min. Neste caso, foi utilizada água deionizada para este processo (Etapa 7). Após a lavagem, as amostras foram expostas a 70 °C, durante 1 h, em uma estufa de secagem (Euro Brás - RD-857) (Etapa 8). Vale mencionar que as suspensões aquosas com CNT apresentaram valor de potencial Zeta de -78,9 mV (conforme apresentado no relatório disponível no Anexo A, Figura 54), indicando estabilidade. Esse fato possibilitou a preparação de suspensões em grandes quantidades, permitindo seu uso posterior.

A configuração do reator e elétrica aplicados nos ensaios experimentais deste trabalho, foram baseadas no estudo de Santos *et al.* (2021). A fonte elétrica denominada A.BiPPS (Asymmetric Bipolar Plasma Power Supply), desenvolvida na Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC) (Scholtz; Fontana; Mezaroba, 2018) e disponível no Laboratório de Plasmas, Filmes e Superfícies (LabPlasma), foi utilizada para gerar os pulsos de descarga elétrica. Estes pulsos podem ser gerados de forma simétrica e assimétrica, isto é, pode-se gerar sinais positivos, e positivos e negativos. Neste estudo, ambos os pulsos foram aplicados, onde adotou-se as seguintes nomenclaturas:  $2p^+$  para pulsos positivos e  $2p^+2p^-$  para pulsos positivos e negativos. Conforme pode ser observado na Figura 17, a amplitude dos pulsos positivos aplicada foi de +800 V, enquanto que para os pulsos positivos e negativos foi de +600 V e -600 V. Todas as amostras foram submetidas ao processo de HIEPD durante 30 min (com o banho de ultrassom)

Figura 15 – Diagrama detalhado do processo de Deposição Eletroforética (HIEPD) de Nanotubos de Carbono (CNT) em Fibras de Juta (JF).

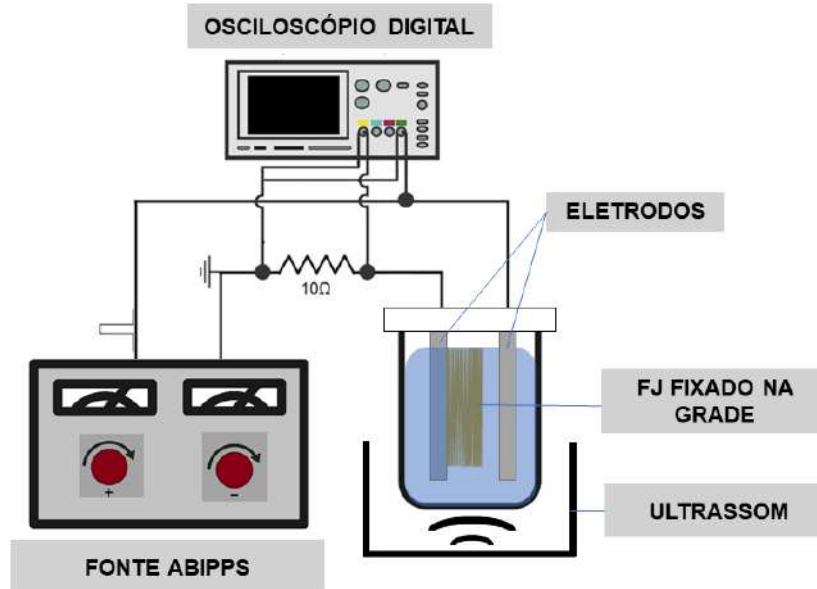


Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

sob pulsos elétricos fornecidos pela ABiPPS, compostos por sequência de trens de pulsos com intervalos de  $100 \mu\text{s}$  entre eles. Cada trem de pulso é composto por dois pulsos que apresentam  $1 \mu\text{s}$  de duração. Além disso, a solução da temperatura foi controlada por meio de um termômetro de mercúrio, mantendo a temperatura abaixo de  $100^\circ\text{C}$  durante todo o processo de HIEPD.

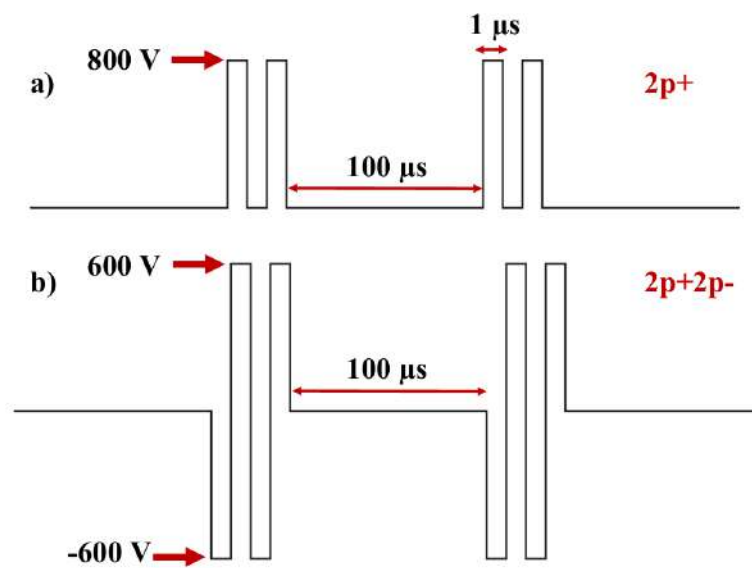
A Tabela 6 apresenta as condições do processo de HIEPD adotadas em todas as amostras, como tipo de suspensão (solução) e tipos de pulsos de descarga elétrica. Conforme pode ser observado, a Fibra de Juta Comercial (JF Comercial) refere-se à amostra sem tratamento, isto é, a amostra conforme foi recebida do fornecedor. Já as  $JF\_CNT\_2p^+$  e  $JF\_CNT\_2p^+2p^-$  representam as amostras que foram submetidas a uma solução composta por CNT e água deionizada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) sob pulsos de descarga elétrica positivos e negativos, respectivamente. Finalmente, as amostras  $JF\_SDS\_CNT\_2p^+$  e  $JF\_SDS\_CNT\_2p^+2p^-$  referem-se às amostras que foram submetidas na suspensão com CNT +  $\text{H}_2\text{O}$  e o surfactante Dodecil Sulfato de Sódio (SDS). Similarmente às amostras anteriores, a amostra  $JF\_SDS\_CNT\_2p^+$  foi realizada sob pulsos de descarga elétrica positiva e a amostra  $JF\_SDS\_CNT\_2p^+2p^-$  sob pulsos de descarga elétrica positiva e negativa.

Figura 16 – Diagrama representativo da configuração elétrica e do reator do processo de HIEPD.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Figura 17 – Representação dos pulsos: (a) positivos ( $2p^+$ ) e (b) positivos e negativos ( $2p^+2p^-$ ).



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Tabela 6 – Condições experimentais e parâmetros aplicados no processo de HIEPD.

Amostra	Meio	Ultrassom	Tempo (min)	2p <sup>+</sup>	2p <sup>+</sup> 2p <sup>-</sup>
JF Comercial	Sem tratamento	-	-	-	-
<i>JF_CNT_2p<sup>+</sup></i>	CNT + H <sub>2</sub> O	×	30	×	-
<i>JF_CNT_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup></i>	CNT + H <sub>2</sub> O	×	30	-	×
<i>JF_CNT_SDS_2p<sup>+</sup></i>	CNT +H <sub>2</sub> O+SDS	×	30	×	-
<i>JF_CNT_SDS_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup></i>	CNT +H <sub>2</sub> O+SDS	×	±10	-	×

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

### 3.2.2 Caracterização da fibra de juta (JF)

Esta seção apresenta a metodologia das caracterizações das fibras incorporadas com CNT e sem tratamento.

#### 3.2.2.1 Análise de Termogravimetria (TG)

A Análise de Termogravimetria (TG) é comumente utilizada para avaliar o comportamento da degradação térmica dos materiais. Para analisar as JF tratadas e não tratadas, utilizou-se o analisador NETZSCH STA 449 C (Departamento de Engenharia Mecânica - DEM/CCT/UDESC). Todas as amostras foram submetidas a temperaturas de 23 a 600 °C, com taxas de aquecimento configuradas em 10 °C/min, à atmosfera de nitrogênio sob um fluxo de 40 ml/min.

#### 3.2.2.2 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foi realizada para verificar se ocorreu alguma mudança na estrutura química e detectar a presença de grupos funcionais de forma qualitativa sobre a JF. O dispositivo utilizado foi o espectrômetro Modelo INVENIO-S (Bruker) disponível no (Centro Multiusuário do Centro de Ciências Tecnológicas da Universidade do Estado de Santa Catarina - CMU/CCT/UDESC). Os dados foram adquiridos através de um *software* OPUS, versão 8.2, utilizando o modo ATR de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>. Um espectro no infravermelho foi realizado com resolução de 4 cm<sup>-1</sup>. Com a finalidade de obter um bom sinal, 2 varreduras foram realizadas para cada espectro.

#### 3.2.2.3 Espectroscopia de Fotoelétrons por Raios-X (XPS)

A análise de XPS foi realizada com a finalidade de avaliar a composição química e a concentração dos grupos funcionais sobre a superfície das JF de forma quantitativa. Para esta técnica de caracterização, utilizou-se o espectrômetro comercial *K-Alpha - Thermo Scientific*, CMU/CCT/UDESC, o qual utiliza uma fonte de raio-X de Al K $\alpha$  ( $h\nu= 1486,60$  eV) para

promover a ionização. A pressão base configurada foi de aproximadamente  $10^{-8}$  mbar e o diâmetro do feixe (*spot*) incidido sobre as amostras foi de 400,00  $\mu\text{m}$ . Adicionalmente, um canhão de elétrons/íons (*flood gun*) foi aplicado durante todas as medições como um neutralizador de carga. O neutralizador de carga tem como objetivo recobrir as amostras com um feixe de elétron de baixa energia, a qual é ajustada de forma que seja obtida maior simetria dos picos de fotoelétrons. Os espectros exploratórios foram obtidos em uma faixa de energia de ligação de -10,00 a 1350,00 eV com energia de passagem (*pass energy*) ajustada de 200,00 eV, tempo de permanência (*dwell time*) de 10 ms e passo 1,00 eV. Vale ressaltar que esses espectros são uma média de 10 varreduras.

Os espectros de alta resolução das regiões do C 1s (279,00 - 298,00 eV), O 1s (525,00 - 545,00 eV), N 1s (393,00 - 410,00 eV) foram adquiridos utilizando um valor de *pass energy* de 50,00 eV, um *dwell time* de 50 ms, e um passo de 0,10 eV. Estes espectros avaliados são uma média de 5 varreduras. Os espectros de XPS foram analisados no *software* Avantage. Para os espectros de alta resolução, o ajuste do *background* utilizado foi o método de Shirley com uma opção chamada *Smart* do Avantage. Em todos os espectros, foram realizadas correções de valores de energia em relação ao pico de C-C em 284,8 eV. Com a finalidade de determinar a concentração dos grupos funcionais, funções de convolução Gaussianas e Lorentzianas (30% Lorentziana) foram utilizadas para o ajuste de curvas do espectro do C 1s. Adicionalmente, visando mensurar o grau de oxidação dos CNT que foram submetidos em soluções compostas por CNT e H<sub>2</sub>O e sob pulsos de descarga elétrica de alta tensão, foram extraídos os espectros exploratórios dessas amostras, os quais seguiram os mesmos procedimentos adotados nas amostras de JF. Para esta análise, três amostras foram preparadas. O *pristine* é a amostra que representa o CNT conforme recebido da fornecedora. Já o *CNT\_2p<sup>+</sup>*, refere-se à amostra extraída da solução *JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>* (Tab. 6, a qual foi submetida sob pulsos de descargas elétricas positivas. Finalmente, a terceira amostra, *CNT\_2p<sup>+</sup>\_2p<sup>-</sup>*, representa o CNT extraído da solução *JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>\_2p<sup>-</sup>* (Tab. 6, a qual foi submetida sob pulsos de descarga elétrica positiva e negativa.

#### 3.2.2.4 Microscópio Eletrônico de Varredura com Fonte de Elétrons por Emissão de Campo (MEV-FEG)

Com o objetivo de verificar a morfologia da superfície das amostras, foram realizadas 2 análises de microscopia. A primeira foi a Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (MEV-FEG), JSM 6701F, JEOL, CMU/UEDESC/CCT. Para garantir a condutividade das fibras durante as análises, todas as amostras foram recobertas de partículas de ouro, através do Baltec SCD 050 Sputter Coater, durante 90,0 s. A tensão aplicada foi de 5,0 a 15,0 kV. A segunda análise de microscopia foi realizada no Microscópio Óptico (MO), BX53M, disponível no Laboratório de Plasma, Filme e Superfícies (LPFS), UEDESC.

### 3.2.2.5 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS)

Para caracterizar o comportamento elétrico das JF, as amostras foram cortadas em pedaços pequenos com a finalidade de preencher uma área de seção transversal circular de  $1 \text{ cm}^2$  dos eletrodos. A distância mantida entre os eletrodos, durante os ensaios, foi de aproximadamente 0,85 mm. O valor da impedância foi medido através do Potenciostato Gamry -1010e, CMU/UDESC/CCT. Durante o ensaio de espectroscopia de impedância de corrente alternada, tensões com amplitudes de 10 mV foram aplicadas. Já o intervalo de frequência avaliado foi de 1 a  $10^4$  Hz. A partir dos resultados obtidos do ensaio, a condutividade específica ( $\sigma$ ) das amostras foi calculada utilizando a seguinte formulação:

$$\sigma(f) = \frac{1t}{|Z^* \times (f)|} \frac{t}{A'} \quad (1)$$

onde  $A'$  é a área da superfície,  $t$  é a espessura da amostra fixada entre os eletrodos, e  $Z^*(f)$  é a impedância complexa da amostra em função da frequência (Martin *et al.*, 2004). Para determinar  $Z^*(f)$ , foram consideradas uma média aritmética de 3 medições de cada amostra.

### 3.2.2.6 Ângulo de Contato (CAM)

A molhabilidade das fibras tratadas e não tratadas foi avaliada a partir do goniômetro, ramé-hart Model 590, CMU/UDESC/CCT. As amostras não foram secadas antes de conduzir as medições dos ângulos de contato. Uma micro-seringa foi utilizada para depositar uma gota de  $1 \mu\text{l}$  de água deionizada sobre a superfície da JF. Devido à natureza rugosa das JF, após a suspensão da gota, foi utilizado o recurso de vídeo para capturar o perfil da gota. Para cada perfil de gota, o ângulo de contato foi medido utilizando a opção de captura de imagens através da câmera de vídeo do goniômetro. Através desta ferramenta, foi possível extrair as imagens de perfil da gota sobre as amostras. As imagens foram capturadas 5 s após a deposição da gota sobre a superfície das amostras. Como a JF apresenta uma superfície irregular e com microfibrilas expostas, foram necessárias edições através de um *software* comercial, para apagar esses pontos indesejados, com a finalidade de evitar o erro da leitura do ângulo de contato que é realizado pelo *software* de imagem do goniômetro. Os ângulos de contato foram medidos uma vez de cada lado, lado direito (R) e lado esquerdo (L). Pelo menos três medidas de cada região da amostra foram realizadas, visando a obtenção de resultados estatisticamente válidos. O ensaio foi realizado a temperatura ambiente.

### 3.2.2.7 Análise do pH e condutividade da suspensão

Com o objetivo de verificar o comportamento das soluções antes e depois do processo de EDP, realizaram-se medidas de pH e condutividade utilizando o pHmetro e o condutímetro (Quimis Q402M). Foram consideradas três amostras para esta análise. A primeira amostra,  $\text{H}_2\text{O}+\text{CNT}$ , é a suspensão composta por  $\text{H}_2\text{O}$  e CNT, sem a aplicação dos pulsos. Como não foi

utilizado um tensoativo nesta amostra, o CNT foi disperso utilizando o sonicador de ponteira, seguindo o mesmo procedimento apresentado na metodologia de preparo das soluções (Seção 3.2.1). A segunda amostra, H<sub>2</sub>O+CNT+SDS, é uma suspensão composta por H<sub>2</sub>O, CNT e SDS, e que foi dispersa com o sonicador de ponteira. A terceira amostra, H<sub>2</sub>O+CNT+2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>, é a mesma solução da amostra 2, porém foi submetida ao processo de EDP com pulsos positivos e negativos.

### 3.2.3 Caracterização do compósito reforçado com fibra de juta de matriz epóxi (JFEC)

Com a finalidade de verificar a influência da incorporação de CNT sobre a superfície da JF nas propriedades térmicas, elétricas e mecânicas do compósito, dois tipos de compósitos foram fabricados. O primeiro compósito foi fabricado com epóxi reforçado com JF, como recebido (JFEC), enquanto o segundo compósito foi produzido utilizando JF incorporado com CNT e reforçado com epóxi (CNTJFEC).

Baseado nos resultados obtidos da caracterização das fibras, os parâmetros que resultaram na melhor deposição foram a suspensão de CNT com adição de SDS, tempo de deposição de 10 min e pulsos positivos e negativos (2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>). Sendo assim, essas condições foram adotadas para a fabricação e caracterização do CNTJFEC. É importante ressaltar que a HIEPD realizada nessas deposições utilizou uma nova versão da fonte A.BiPPS desenvolvida pela SUPPLIER Ind. e Com. de Eletroeletrônicos Ltda e disponível no LabPlasma.

#### 3.2.3.1 Validação das informações relacionadas ao processo de pós-cura do epóxi.

Com o objetivo de garantir que a matriz epóxi atingiu as propriedades mecânicas especificadas pelo fabricante, foram realizadas duas técnicas para validar a efetividade do processo de pós-cura.

A técnica de calorimetria exploratória diferencial (*Differential Scanning Calorimetry* - DSC) foi utilizada para determinar a temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) do epóxi. O ensaio foi realizado utilizando o calorímetro diferencial exploratório Netzsch DSC 200 F3 (CMU/CCT/UDESC) em uma atmosfera de nitrogênio de 25 a 200 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min.

A Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foi realizada para verificar se ocorreu o processo de pós-cura do epóxi. O dispositivo utilizado foi o espectrômetro Modelo INVENIO-S (Bruker), (CMU/CCT/UDESC). Os dados foram adquiridos através de um *software* OPUS, versão 8.2, utilizando o modo ATR de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>. Um espectro no infravermelho foi realizado com resolução de 4 cm<sup>-1</sup>. Com a finalidade de obter um bom sinal, 2 varreduras foram realizadas para cada espectro.

### 3.2.3.2 Descrição do processo de fabricação do JFEC

A Moldagem por Transferência de Resina Assistida à Vácuo (*Vacuum Assisted Resin Transfer Molding - VARTM*) foi utilizada para fabricar o compósito JFEC. Este método é uma variação de molde aberto do RTM, que é amplamente empregado como uma alternativa ao uso do processo de autoclave. Este processo de manufatura é composto basicamente por um molde, plástico, fita selante para a vedação e bomba de vácuo (Kuentzer *et al.*, 2007). Uma das vantagens do VARTM é que não promove a degradação da celulose pelo fato de não envolver elevadas temperaturas (Holbery; Houston, 2006).

Devido à limitação que o HIEPD deste estudo apresenta, como por exemplo a produtividade e o tamanho da fibra/tecido (limitação dimensional do reator), optou-se por utilizar a JF na forma de fibra e tecido. Para isso, duas metodologias de fabricação foram empregadas para obter os compósitos. A primeira metodologia foi utilizada para fabricar compósitos reforçados com fibras alinhadas no sentido longitudinal (com 150 mm de comprimento), entre dois blocos que visam a retenção da resina, conforme ilustrado na Figura 23(a) e (b). Para fabricar este compósito, as extremidades das JFs foram fixadas com fita adesiva para manter as fibras alinhadas e esticadas (Fig. 23(b)). Posteriormente a esta etapa, a mistura do sistema epóxi foi aplicada sobre as fibras (o preparo da mistura será explanado na sequência) e, na sequência, o bloco superior foi posicionado sobre elas (Fig. 23(c)). Para promover o vácuo, o plástico foi sobreposto e fixado por meio das fitas adesivas, que inibem a passagem de ar, garantindo a compactação do compósito pela variação de pressão, resultando no compósito reforçado por JFs alinhadas (Fig. 23(d)). A segunda metodologia baseia-se nessa mesma sequência lógica, porém com tipo de reforço diferente, na forma de tecido plano (150 mm × 45 mm), e sem os blocos laterais e superior, conforme pode-se observar na Figura 19.

Figura 18 – Metodologia de fabricação adotada para obter JFEC e CNTJFEC com fibras alinhadas longitudinalmente: a) JFs com 150 mm de comprimento, b) JFs alinhadas e fixadas, c) aplicação da resina epóxi com endurecedor e posicionamento do bloco superior, d) aplicação de vácuo para promover a compressão do compósito.

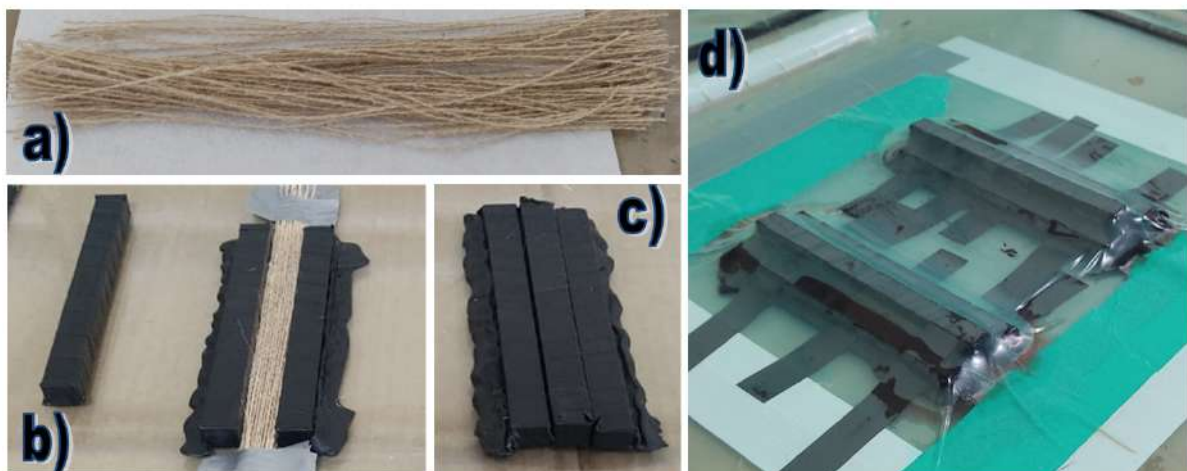


Figura 19 – Metodologia de fabricação adotada para obter JFEC com fibras na forma de tecido:  
a) JF posicionadas b) aplicação da resina e vácuo.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

A Tabela 7 resume todas as identificações das amostras, de acordo com o formato da fibra, número de camadas e tipo de ensaio experimental ao qual foram submetidas. Como pode ser observado, existem três tipos de formatos e disposições das fibras, tais como JF alinhadas manualmente, JF em forma de tecido e uma única JF. Para as amostras do ensaio de condutividade elétrica (CA) e análise mecânica dinâmica (DMA), as JFs foram alinhadas manualmente em paralelo. Já para as amostras do ensaio de flamabilidade (UL94), do ensaio de absorção de água (WA) e ensaio de termogravimetria (TG) o reforço utilizado foi no formato de tecido. O ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos (SBS) utilizou, conforme pode ser verificado, o reforço nas duas formas.

Todos os compósitos foram preparados assumindo uma fração volumétrica de fibra ( $V_f$ ) de aproximadamente 45% e utilizando o VARTM, exceto para as amostras do ensaio de *pull-out*, ensaio de tração transversal e amostra do epóxi puro para a análise dinâmico-mecânica, que foram fabricadas pelo processo de resina moldada por vazamento (descrito nas Seções 3.2.3.3, 3.2.3.4 e 3.2.3.6, respectivamente). O sistema de resina epóxi foi preparado com uma proporção em massa de 100:33, equivalente a 75% de resina epóxi (AR720) e 25% de agente de cura (AH723), em peso.

É importante destacar que, antes dos ensaios, todas as amostras foram submetidas a uma estufa de secagem (Solab SL-100) por 4 h a 80 °C para promover a pós-cura do epóxi, conforme representado na Figura 20. Segundo (Barracuda Advanced Composites, 2025), ao realizar este procedimento, a  $T_g$  do epóxi AR720 será 82 °C (Anexo A). Tal resultado é confirmado pela análise de DSC realizada (Apêndice D - Figura 60) e complementado pelo resultado do FTIR do epóxi, que indica que houve reticulação completa, visto que não há presença de bandas epóxi (915  $\text{cm}^{-1}$ ) ou mudanças na região do C-O-C no epóxi curado (Larranaga *et al.*, 2006; Silva, 2018), conforme apresentado no Apêndice D - Figura 61.

### 3.2.3.3 Ensaio de arrancamento (SFP)

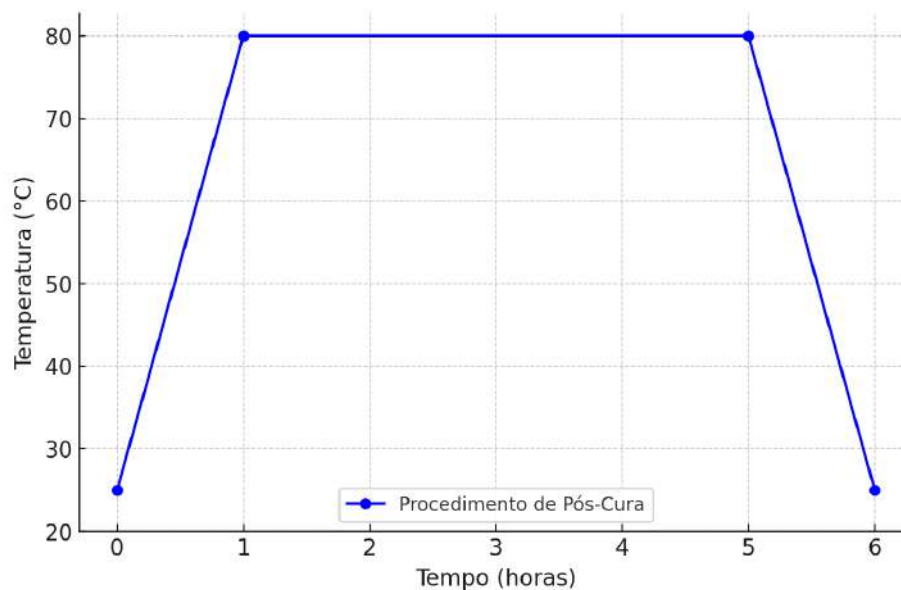
O ensaio de arrancamento, também conhecido como *single fibre pull-out test* (SFP), requer amostras com uma única fibra embutida em um pedaço de polímero, como neste caso,

Tabela 7 – Identificação das amostras de acordo com cada teste experimental e disposição e formato das fibras.

Amostra	Fibra	Tipo de ensaio	Nº de camadas	VARTM
WA/JFEC	Tecido	Absorção de água	4	×
WA/CNT/JFEC	Tecido	Absorção de água	4	×
UL94/JFEC	Tecido	Flamabilidade	4	×
UL94/CNT/JFEC	Tecido	Flamabilidade	4	×
TG/JFEC	Tecido	Termogravimetria	4	×
TG/CNT/JFEC	Tecido	Termogravimetria	4	×
CA/JFEC	Alinhadas	Condutividade elétrica	2	×
CA/CNT/JFEC	Alinhadas	Condutividade elétrica	2	×
SBS/JFEC	Alinhadas	<i>Short Beam Strength</i>	9	×
SBS/CNT/JFEC	Alinhadas	<i>Short Beam Strength</i>	9	×
SBSW/JFEC	Tecido	<i>Short Beam Strength</i>	4	×
SBSW/CNT/JFEC	Tecido	<i>Short Beam Strength</i>	4	×
TT/JFEC	Alinhadas	Tração trasversal	3	-
TT/CNT/JFEC	Alinhadas	Tração trasversal	3	-
SFP/JFEC	Única fibra	<i>Pull-out</i>	-	-
SFP/CNT/JFEC	Única fibra	<i>Pull-out</i>	-	-
DMA/E	-	Análise dinâmico-mecânica	-	-
DMA/JFEC	Alinhadas	Análise dinâmico-mecânica	3	×
DMA/CNT/JFEC	Alinhadas	Análise dinâmico-mecânica	3	×

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Figura 20 – Procedimento de pós-cura do epóxi e compósito.



uma fibra de juta embutida em um pequeno bloco de epóxi. A idealização das amostras de SFP foi baseada em um estudo proposto por (Slama; Gallias; Fiorio, 2021) e (Leon; Tank; Sweat, 2022). A Figura 21 ilustra todos os processos de fabricação das amostras de SFP e a configuração do ensaio de SFP. A impressão 3D foi utilizada para obter o contramolde (filamento de polietileno terftalato de etileno glicol - PET-G), e então moldes de silicone (borracha silicone poli Z branca - Polisil) foram fabricados por meio de moldagem por gravidade (Figura 21(a) e Figura 21(b)). Posteriormente, as fibras foram posicionadas dentro do molde de silicone em uma extremidade (uma película de material polimérico foi utilizada pra fixá-las e evitar o vazamento da resina do molde), enquanto a outra extremidade foi fixada com fita adesiva para mantê-la esticada. Em seguida, o sistema epóxi, preparado conforme mencionado na Seção 3.2.3.2, foi moldado para obter o comprimento embutido (Figura 21(c)). Este comprimento foi calculado de acordo com (Leon; Tank; Sweat, 2022; Liu *et al.*, 2015), que relataram que, para obter um ensaio de SFP bem-sucedido, o comprimento crítico embutido deve respeitar a condição apresentada na Equação 2.

$$L_c < \frac{\sigma_f \times D_f}{4 \times \tau_{IFSS}} \quad (2)$$

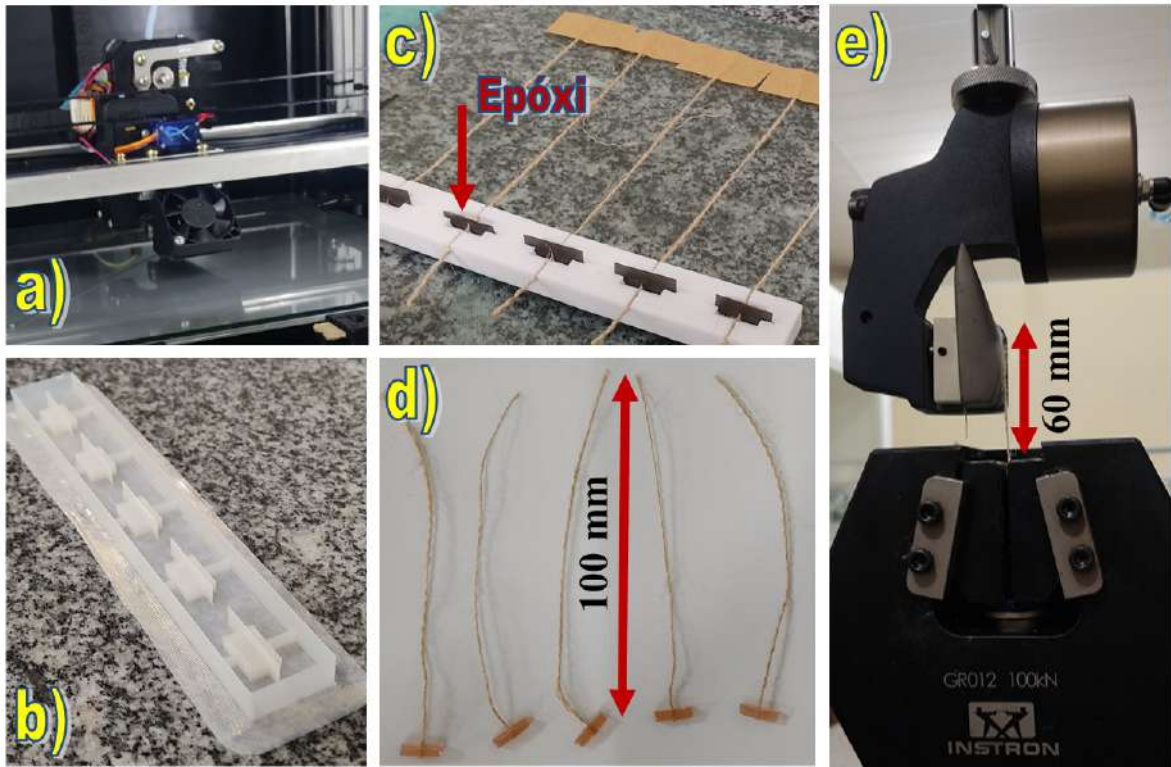
onde  $L_c$  é o comprimento crítico embutido,  $\sigma_f$  é a resistência à tração da fibra,  $D_f$  é o diâmetro da fibra, e  $\tau$  é o IFSS aparente. Além disso, todas as amostras de SFP foram desmoldadas após 24 h e apresentaram um comprimento livre do fio de 100 mm. Cinco amostras de SFP foram testadas para cada compósito (SFP/JFEC e SFP/CNTJFEC) conforme representado na Figura 21(d). Uma célula de carga de 500 N foi utilizada para as medições. Após fixar as amostras de SFP na estrutura, os fios de JF foram fixados aproximadamente 50 mm acima da superfície da amostra, resultando em um comprimento livre total de aproximadamente 60 mm (Figura 21(e)). Os ensaios de SFP foram realizados na máquina universal de ensaios Instron (INSTRON EMIC 23-100 - disponível no Laboratório de Estruturas Leves e Vibrações - LaVEL do CMU/CCT/UEDESC) a 0,5 mm/min até que o deslocamento atingisse o valor do comprimento embutido ou ocorresse a falha. Essa velocidade de deslocamento foi definida com base nos estudos de (Thomason; Rudeiros-Fernández, 2022; Liu *et al.*, 2015).

A partir das curvas de força-deslocamento extraídas do sistema da INSTRON EMIC 23-100, pode-se calcular o IFSS aparente, que é baseado em um modelo de cisalhamento constante desenvolvido por Kelly Tyson (Equação 3) (Patterson; Sodano, 2016; Liu *et al.*, 2015).

$$\tau_{IFSS} = \frac{F_{max}}{P_f L_e} \quad (3)$$

onde  $F_{max}$  é a carga máxima,  $P_f$  é o perímetro da fibra e  $L_e$  é o comprimento embutido (Leon; Tank; Sweat, 2022; Thomason; Rudeiros-Fernández, 2022; Liu *et al.*, 2015; Slama; Gallias; Fiorio, 2021). Esta equação considera uma fibra cilíndrica uniforme cercada por uma matriz, onde as tensões estão uniformemente distribuídas (Yang; Liu, 2015). Portanto, para obter  $P_f$ ,

Figura 21 – Processo de fabricação das amostras para o ensaio de SFP: (a-b) obtenção do contramolde a partir da impressão 3D (c) moldagem do epóxi por gravidade no molde de silicone (d-e) amostra de SFPF com comprimento livre de 100 mm fixado na máquina universal de ensaios.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

todos os diâmetros das amostras foram medidos utilizando o projetor de perfil Mitutoyo modelo PJ-A3000.

#### 3.2.3.4 Ensaio à tração transversal (TT)

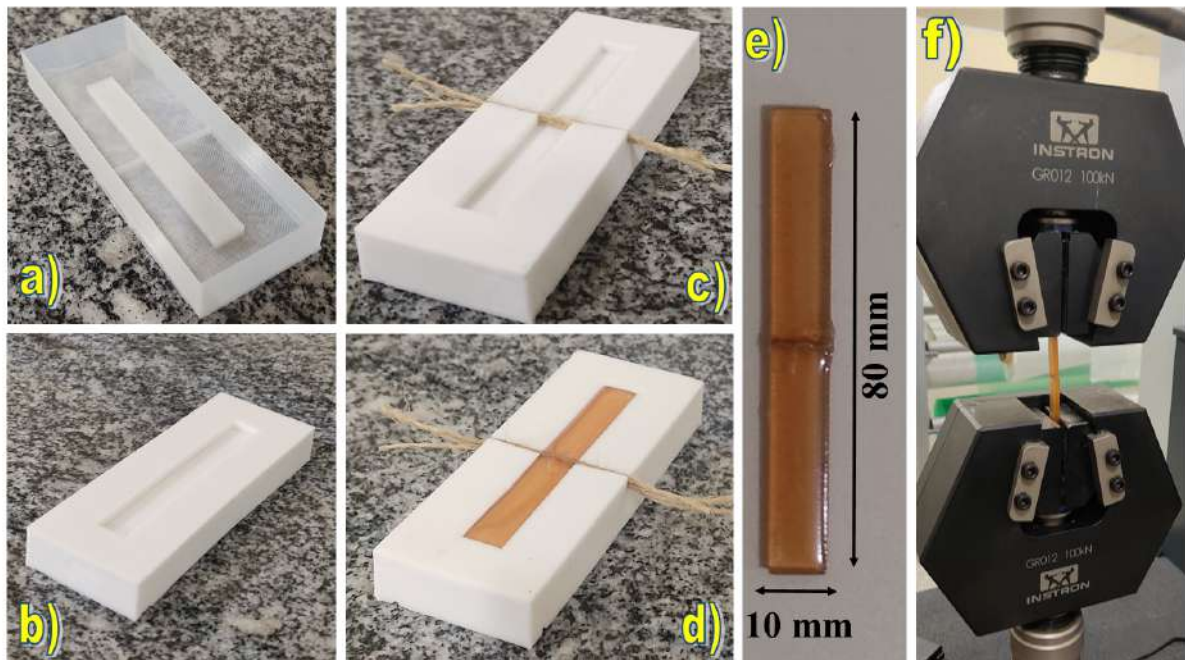
O ensaio à tração transversal tem sido destacado por imitar o comportamento mecânico de compósitos poliméricos reforçados com fibras unidirecionais (UFPC). Comparado aos métodos de macroescala, essa abordagem reduz o consumo de mão de obra, principalmente durante o processo de preparação das amostras (Li *et al.*, 2019). Desta forma, esta técnica foi utilizada para avaliar resistência à tração transversal entre a fibra e a matriz, utilizando amostras de FBC (compósitos com reforço na forma de feixe de fibras), nos indicando informações relacionadas à adesão interfacial.

A Figura 22 ilustra o processo de fabricação do compósito na configuração de FBC para o ensaio à tração transversal (TT). A Figura 22(a) mostra os contramoldes obtidos por impressão 3D (filamento de polietileno terftalato de etileno glicol - PET-G), que possibilitaram a obtenção dos moldes de silicone conforme representado na Figura 22(b) (borracha silicone poli Z branca -

Polisil). Em seguida, três JFs foram fixadas no centro e, por moldagem por gravidade, foram embutidas com resina epóxi já misturada com o endurecedor, seguindo o procedimento descrito na subseção 3.2.3.2 (Figura 22(c) e (d)).

Para realizar o ensaio mecânico, utilizou-se a INSTRON EMIC 23-100 (LaVEL) com uma célula de carga de 100 kN, onde os corpos de prova com dimensões  $80 \times 10$  mm (Figura 22(e)) foram fixados nas garras da máquina universal de ensaios (A Figura 22(f)). A velocidade do ensaio foi ajustada para 1 mm/min de acordo com os estudos de (Li *et al.*, 2019; Jiang *et al.*, 2008), com base na norma ISO 527-1. Ao todo, 5 amostras de cada tipo de compósito (TT/JFEC e TT/CNTJFEC) foram fabricadas.

Figura 22 – Ensaio à tração transversal: (a) contramolde obtido por impressão 3D (b) fabricação do molde de silicone (c) fibras fixadas no molde aberto (d) resina epóxi moldada por vazamento (e) dimensões dos corpos de prova TT/JFEC (f) corpos de prova fixado nas garras da na máquina universal de ensaios INSTRON EMIC 23-100.

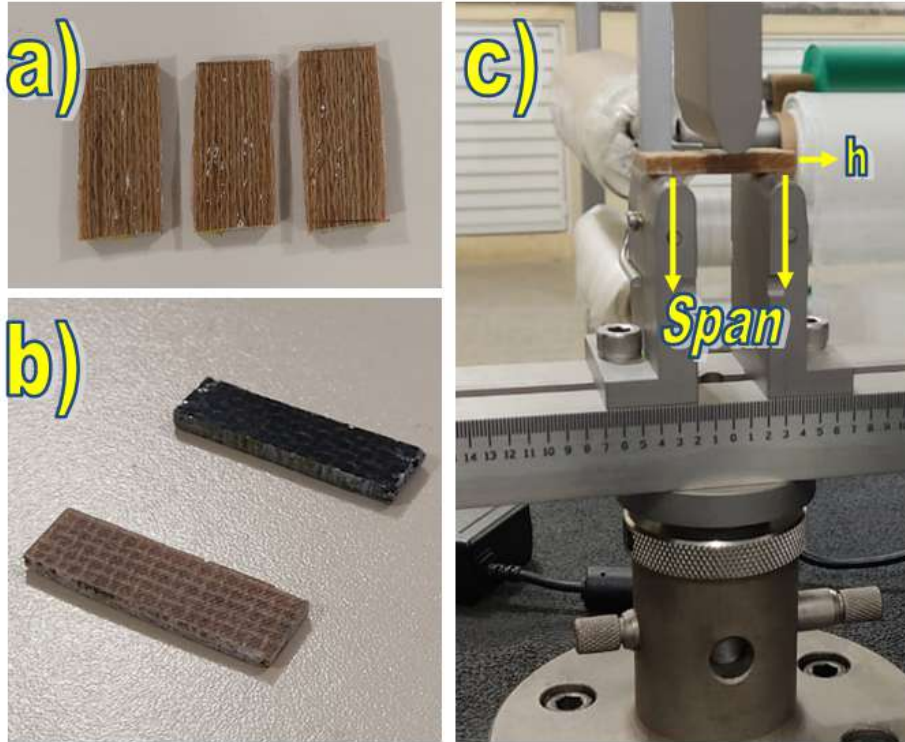


Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

### 3.2.3.5 Ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos (SBS)

De modo complementar, o ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos, também conhecido como *Short Beam Strength* (SBS) para avaliar a adesão interfacial dos compósitos JFEC e CNTJFEC. Este ensaio foi realizado com base na norma ASTM D2344M, visando calcular a resistência aparente ao cisalhamento interlaminar (ILSS), conforme estabelece a Equação 4 (Yao *et al.*, 2018b; Seki, 2009; Stojcevski; Hilditch; Henderson, 2019).

Figura 23 – Metodologia do ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos: a) corpos de prova SBS (fibras alinhadas) b) corpos de prova SBSW (fibras na forma de tecido) c) distância entre os suportes (span length).



$$\tau_{ILSS} = \frac{3P_b}{4bh} \quad (4)$$

onde  $P_b$  é a carga aplicada, e  $h$  e  $b$  são, respectivamente, a espessura e a largura da amostra. Neste teste, as amostras são colocadas em um dispositivo de teste de flexão em três pontos (INSTRON EMIC 23-100 - LaVEL), onde a distância entre os suportes (*span length*) deve respeitar a relação entre os suportes (*span*) e a espessura em torno de 4:1, a fim de minimizar a tensão de flexão e maximizar a tensão de cisalhamento induzida. A velocidade do ensaio foi ajustada de acordo com a norma, que sugere 1,0 mm/min (Silva *et al.*, 2013; ASTM International, 2013). O processo VARTM foi utilizado para fabricar compósitos reforçados com fibras alinhadas manualmente e fibras dispostas em forma de tecido, conforme descrito na Seção 3.2.3.2. Pelo menos três amostras de cada compósito foram utilizadas para este ensaio (SBS/JFEC, SBSW/JFEC, SBS/CNTJFEC e SBSW/CNTJFEC).

### 3.2.3.6 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA) do compósito

A análise dinâmico-mecânica (DMA) tem sido considerada uma técnica importante para avaliar a qualidade das propriedades interfaciais e viscoelásticas de materiais compósitos (Kumar *et al.*, 2020; Saba *et al.*, 2016). Sendo assim, o DMA foi realizado (no instrumento NETZSCH

DMA 242 disponível no CMU/CCT/UEDESC) para complementar os demais ensaios relativos às propriedades interfaciais.

Nesta análise, com a finalidade de compreender o comportamento dinâmico-mecânico, além dos DMA/JFEC e DMA/CNTJFEC, o epóxi puro também foi analisado. Os compósitos foram obtidos a partir do VARTM com fibras dispostas de forma manual e alinhada, conforme descrito na Subseção 3.2.3.2. Já o epóxi foi fabricado por meio da moldagem por gravidade. Todas as amostras foram fabricadas e cortadas, quando necessário, em formato retangular com dimensões de 39 mm × 10 mm × 2,6 mm. O experimento foi conduzido no modo de flexão a uma frequência de 1 Hz e em temperaturas variando da temperatura ambiente até 120 °C, com uma taxa de aquecimento de 3 K/min.

#### 3.2.3.7 *Análise de MEV-FEG do compósito*

A análise de microscopia foi realizada com a finalidade de verificar qualquer evidência de um mecanismo de falha na superfície de fratura, a fim de nos fornecer informações para melhor compreensão dos mecanismos envolvidos na falha dos compósitos JFEC e CNTJFEC. A superfície de fratura dos compósitos foi observada por microscopia eletrônica convencional (SEM, Neo Scope, modelo JCM-700) e por um microscópio eletrônico de varredura com canhão de elétrons de campo (MEV-FEG - Tescan modelo Mira3) em diferentes ampliações. Tais dispositivos estão disponíveis no CMU/CCT/UEDESC e no Laboratório C-Lamu da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), respectivamente. Devido às propriedades isolantes, as porções fraturadas das amostras foram cortadas e submetidas ao processo de revestimento com ouro.

#### 3.2.3.8 *TG do compósito e epóxi*

Com a finalidade de obter uma melhor compreensão acerca da estabilidade térmica do epóxi (11,215 mg), TG/JFEC (11,682 mg) e TG/CNTJFEC (13,960 mg) foi realizada a análise de termogravimetria. Neste ensaio, foi utilizado o equipamento TGA55, da marca TA Instruments, disponível no Laboratório de Análise Instrumental (LAI) do CMU/CCT/UEDESC. O dispositivo foi configurado para realizar a análise de 23 a 600 °C, com taxas de aquecimento configuradas em 10 °C/min, à atmosfera de nitrogênio.

#### 3.2.3.9 *Ensaio de absorção de água do compósito*

A metodologia do ensaio de absorção de água foi baseada na norma ASTM D570 (ASTM International, 2018). Os compósitos foram fabricados de acordo com a metodologia citada na subseção 3.2.3.2 (reforço na forma de tecido) e, subsequentemente, foram cortados utilizando a serra tico-tico de bancada (Makita SJ401), onde, ao todo, três amostras foram preparadas para cada tipo. As dimensões médias das amostras do WA/JFEC e WA/CNTJFEC estão disponíveis na Tabela 8 (os valores de todas as amostras estão disponíveis no Apêndice C.2).

O procedimento deste ensaio consistiu em submeter os corpos de prova WA/JFEC e WA/CNTJFEC, com as suas respectivas dimensões disponíveis na Tabela 8, a um processo de imersão em água por diferentes intervalos de tempo, com aferições periódicas realizadas em 24 h, 192 h, 528 h e 864 h. Tais intervalos correspondem ao estabelecido pela norma, 24 h, 1 semana e 2 semanas.

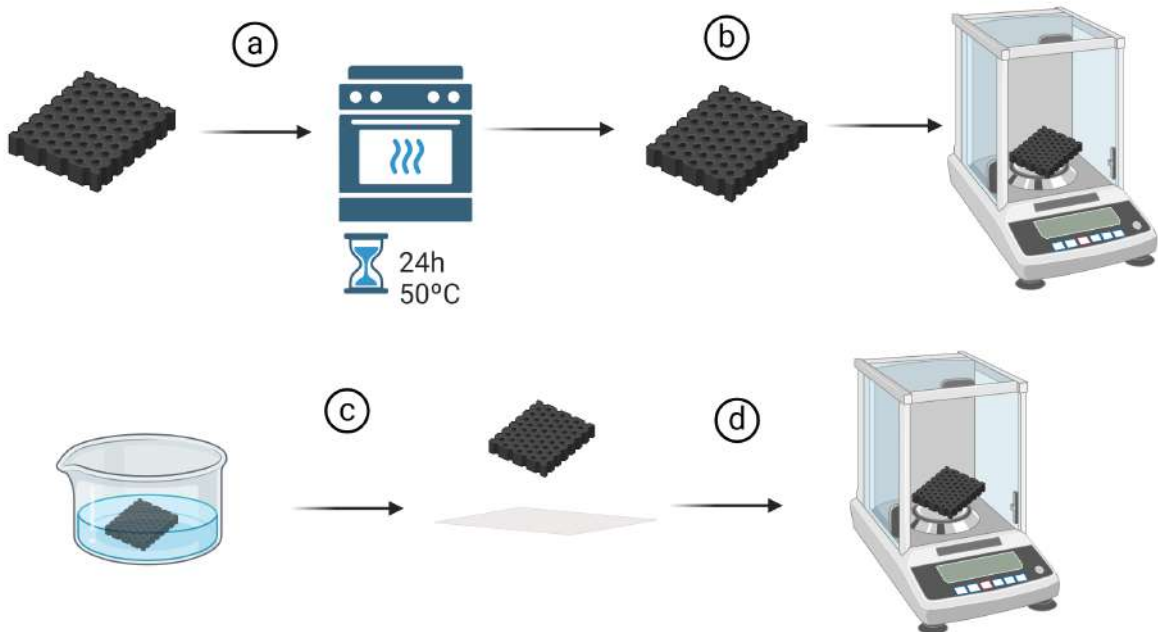
Tabela 8 – Dimensões médias dos corpos de prova WA/JFEC e WA/CNTJFEC para o ensaio de absorção de água.

Amostra	Comprimento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)
WA/JFEC	44,48 ± 1,68	31,58 ± 0,99	3,28 ± 0,28
WA/CNTJFEC	44,17 ± 0,67	31,67 ± 0,49	3,97 ± 0,31

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Inicialmente, os corpos de prova foram submetidos ao procedimento de secagem na estufa Solab SL-100 (conforme representado na Figura 24(a) a uma temperatura de 50 °C durante 24 h. Em seguida, as massas dos corpos de prova foram registradas na balança analítica Sartorius Quintix 125-10BR (precisão de 0,0001 g) (Figura 24(b)). Após cada período de imersão, foram removidos da água, secos superficialmente com um lenço de papel duplo (Figura 24(c)) e, novamente, as massas foram medidas com o auxílio da balança (Figura 24(d)).

Figura 24 – Procedimento do ensaio de absorção de água: (a) Secagem dos corpos de prova (b) Aferição das massas dos corpos de prova secos (c) Submersão em água (d) Registro das massas após a submersão em água.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

A variação de massa das amostras foi registrada ao longo do tempo para avaliar a quantidade de água absorvida durante o processo. Para determinar a saturação substancial, utilizou-se o critério estabelecido pela norma ASTM D570 (ASTM International, 2018), no qual a diferença de massa entre três medições consecutivas deve ser comparada com dois valores: 1% do aumento total da massa absorvida ou 5 mg, considerando-se o maior dos dois. A saturação é considerada atingida quando a variação de massa fica abaixo desse limite, indicando que a absorção de água se estabilizou.

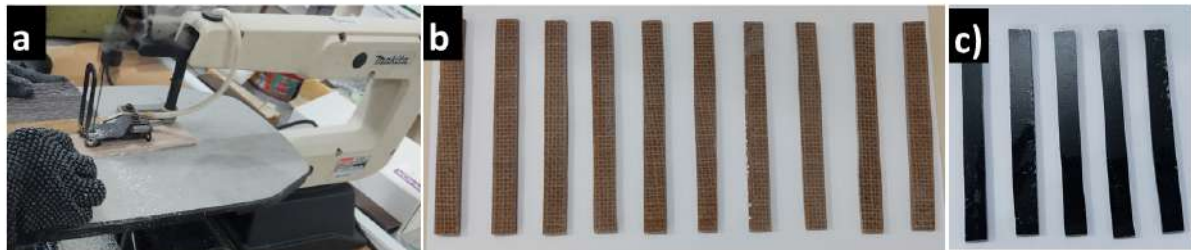
#### 3.2.3.10 Ensaio de flamabilidade do compósito

Com a finalidade de verificar a influência da deposição de CNT sobre a superfície da JF nas propriedades de flamabilidade do compósito, foi conduzido o teste UL-94, desenvolvido pelo *Underwriters Laboratories*, que é um ensaio em escala laboratorial utilizado para determinar as classificações de flamabilidade de materiais plásticos por meio de observações visuais (Bhattacharyya; Subasinghe; Kim, 2015; Muralidharan *et al.*, 2024). Este tipo de classificação aborda dois tipos de ensaios, de acordo com a posição de sustentação da amostra: o ensaio de flamabilidade vertical e o ensaio de flamabilidade horizontal, que foram realizados na câmara de ensaios de flamabilidade desenvolvida pelo Lotto (2017), da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Cornélio Procópio. O projeto dessa câmara foi baseado nos requisitos estabelecidos pelas normas ASTM D3801 ASTM International (2022a) e ASTM D635 ASTM International (2022b), as quais orientam que a câmara deve ser fechada com volume mínimo de 0,5 m<sup>3</sup>, livre de correntes de ar forçadas ou induzidas. Adicionalmente, a câmara deve apresentar um vidro resistente ao calor para a observação, além de exaustor para a remoção de gases provenientes da combustão.

Para esta análise, os compósitos foram fabricados a partir do processo VARTM e com fibras na forma de tecido, conforme o procedimento descrito na subseção 3.2.3.2. De acordo com as normas mencionadas, os corpos de prova devem apresentar comprimento de 125 ± 5 mm, largura de 13 ± 0,5 mm e espessura de pelo menos 3 mm. Considerando isto, os corpos de prova foram cortados com o auxílio de uma serra tico-tico de bancada (Makita SJ401), conforme representado na Figura 25(a). Para o ensaio de flamabilidade horizontal, 10 corpos de prova foram preparados (25(b)) para cada grupo de compósito (UL94/JFEC e UL94CNTJFEC), enquanto para o ensaio de flamabilidade vertical, 5 corpos de prova foram preparados, conforme representado na 25(c). As dimensões de todos os corpos de prova estão disponíveis no Apêndice C.1.

A norma ASTM D3801 estabelece alguns requisitos no que se refere ao posicionamento do corpo de prova e dos elementos requeridos para a realização do ensaio, conforme apresentado na Figura 26(a). Como pode ser observado, é necessário um suporte para fixar o corpo de prova verticalmente, algodão (100% algodão) para absorver o material em caso de gotejamento e o bico de Bunsen (queimador) para fornecer a chama resultante da combustão do gás butano. A parte inicial do ensaio consiste em ajustar o queimador de modo a fornecer uma chama na cor

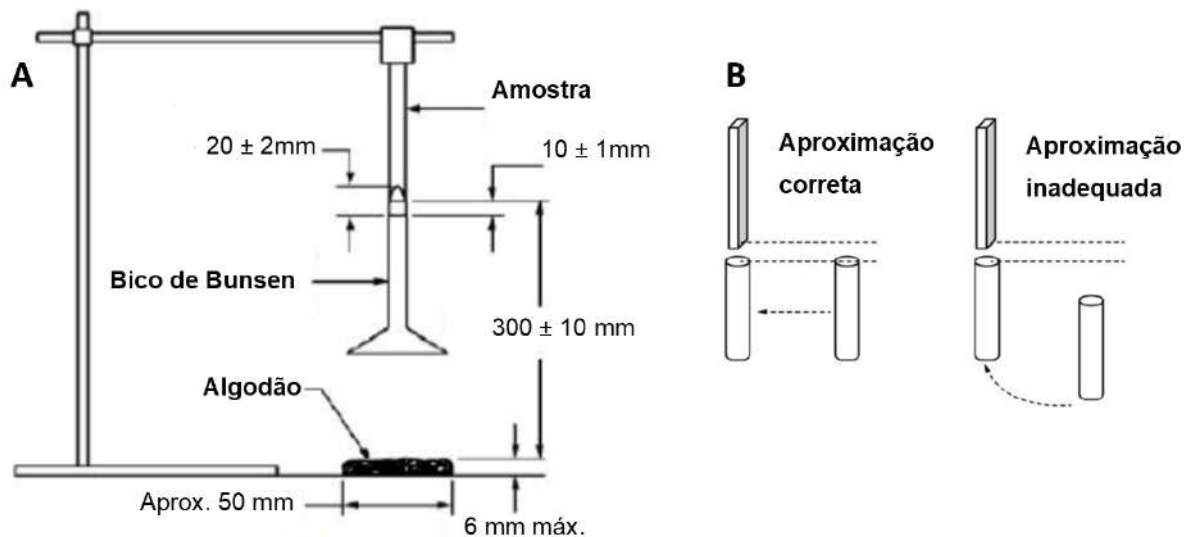
Figura 25 – Obtenção dos corpos de prova para o ensaio de flamabilidade: (a) Corte dos corpo de prova de acordo com as normas ASTM D3801 e ASTM D635 na serra tico-tico de bancada. (b) corpos de prova UL94/JFEC (c) corpos de prova UL94/CNTJFEC.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

azul e com um comprimento de  $20 \pm 2$  mm afastado da amostra. Após o ajuste da chama, o bico de Bunsen é posicionado de forma centralizada e a uma distância de  $10 \pm 1$  mm em relação à extremidade do corpo de prova. Vale ressaltar que a aproximação da chama deve ocorrer horizontalmente e paralelamente à aresta da extremidade da amostra, conforme representado na Figura 26(b).

Figura 26 – Ensaio de flamabilidade vertical: a) Posicionamento e distâncias dos elementos, b) forma adequada de aproximação da chama.



Fonte: Adaptado de ASTM International (2022a).

Consoante essa norma, três tempos devem ser registrados através de um dispositivo de tempo com precisão 0,5 s, denominados  $t_1$ ,  $t_2$  e  $t_3$ . O  $t_1$  corresponde ao *afterflame time* que é o tempo durante o qual o material continua a queimar após a remoção da fonte de ignição. É importante ressaltar que na primeira aplicação da chama, a amostra fica exposta ao queimador durante  $10 \pm 0,5$  s. Caso ocorra a extinção do fogo, deve-se aplicar a chama rapidamente por

mais  $10 \pm 0,5$  s. Este tempo da segunda exposição ao queimador refere-se ao  $t_2$ , onde é registrado o tempo em que a amostra permanece com chamas. Já o  $t_3$  corresponde ao *afterglow time*, que é o tempo em que a amostra apresenta alguma incandescência após a remoção da chama. Além desses tempos avaliados, deve-se observar se ocorre o gotejamento das amostras. Em caso de gotejamento, tal informação será considerada no critério para a classificação do material, conforme representado na Tabela 9.

Com o auxílio da Tabela 9, pode-se realizar a classificação dos materiais analisados. Nota-se que a classificação V-0 é atribuída ao material que extingue a chama em menos de 10 s, com a média do tempo de combustão ( $t_1 + t_2$ ) não ultrapassando 50 s para as cinco amostras e o tempo de queima e incandescência ( $t_2 + t_3$ ) após a segunda aplicação do queimador não excedendo 30 s. O material também não deve queimar a braçadeira de fixação e nem apresentar gotejamento inflamável. A classificação V-1 é concedida ao material que extingue a chama em menos de 30 s, com a média do tempo de combustão não ultrapassando 250 s para cinco amostras e o tempo de queima e incandescência após a segunda aplicação do queimador não excedendo 60 s. O material também não pode queimar a braçadeira que fixa o corpo de prova nem apresentar gotejamento inflamável. A classificação V-2 é dada quando os critérios de V-1 são atendidos, mas ocorre gotejamento inflamável no algodão.

Tabela 9 – Critérios de avaliação para classificação V-0, V-1 e V-2 de acordo com a norma ASTM D3801.

<b>Condição</b>	<b>V-0</b>	<b>V-1</b>	<b>V-2</b>
Tempo total de queima de cada amostra ( $t_1$ e $t_2$ )	$\leq 10$ s	$\leq 30$ s	$\leq 30$ s
Tempo total de queima das 5 amostras ( $t_1 + t_2$ )	$\leq 50$ s	$\leq 250$ s	$\leq 250$ s
Tempo de queima e incandescência de cada amostra ( $t_2 + t_3$ )	$\leq 30$ s	$\leq 60$ s	$\leq 60$ s
Chama ou incandescência ao longo de todo corpo de prova	Não	Não	Não
Indicador de algodão foi inflamado por gotejamento	Não	Não	Sim

Fonte: ASTM International (2022a).

Em conformidade com o que já foi mencionado, os corpos de prova deste ensaio apresentam  $125 \pm 5$  mm de comprimento, onde são marcados em duas regiões, sendo a primeira marca posicionada em  $25 \pm 1$  mm em relação à extremidade, e a segunda marca em  $100 \pm 1$  mm da mesma extremidade (Figura 28). No ensaio de flamabilidade horizontal, os corpos de prova são fixados na posição horizontal e expostos à chama que deve ser inclinada em um ângulo de  $45^\circ \pm 2$  em relação à amostra, conforme representado na Figura 27. Diferentemente do ensaio vertical, nesse ensaio utiliza-se uma tela de arame, que tem a finalidade de sustentar os resíduos da combustão e gás metano para produzir a chama.

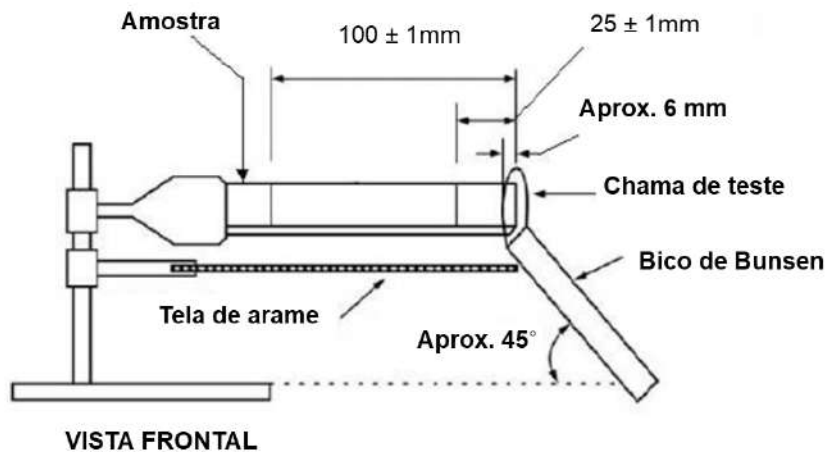
Antes de aproximar o queimador à amostra, é importante realizar alguns ajustes na chama, como, por exemplo, aguardar 5 min para atingir o equilíbrio,  $20 \pm 2$  mm de comprimento e coloração azul por inteiro. Conforme pode ser observado na Figura 27, a aproximação da chama

deve ser realizada na extremidade livre do corpo de prova até atingir, aproximadamente, 6 mm de profundidade. De forma simultânea, o tempo de contagem deve ser iniciado e a chama deve ficar atuando durante 30 s ou até quando a chama atingir a marca de 25 mm. Após a retirada do bico de Bunsen, o tempo necessário até a chama extinguir ou até chegar à marca de 100 mm é registrado. Em seguida, o comprimento da propagação da chama é medido a partir da marca de 25 mm. Por exemplo, se a chama atinge a marca de 100 mm, o comprimento de queima é de 75 mm. Com essas informações, é possível calcular a taxa de queima através da seguinte Equação 5

$$V = \frac{L_p}{t} \quad (5)$$

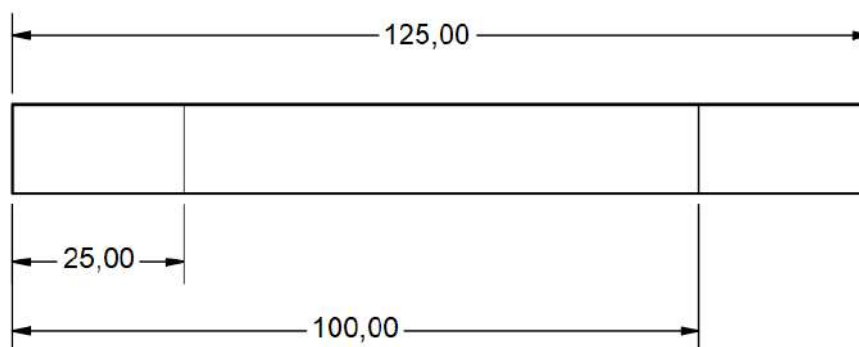
onde  $V$  é a taxa de queima ( $mm/min$ ),  $L_p$  é o comprimento da propagação da chama (mm) e  $t$  é o tempo registrado (s).

Figura 27 – Vista frontal do ensaio de flamabilidade horizontal.



Fonte: Adaptado de ASTM International (2022b)

Figura 28 – Posicionamento das marcas dos corpos de prova do ensaio de flamabilidade horizontal segundo a norma ASTM D635.



Fonte: Adaptado de ASTM International (2022b)

O procedimento mencionado deve ser realizado até que 3 corpos de prova atinjam a marcação de 100 mm. Caso isso não ocorra, o teste deve ser realizado em um total de 10 corpos

de prova. Após a execução do ensaio de flamabilidade horizontal, pode-se classificar o material como *Horizontal Burning* (HB) se as amostras respeitarem os critérios listados na Tabela 10.

Tabela 10 – Critérios para classificação HB (*Horizontal Burning*) segundo ASTM D635.

<b>Critério</b>	<b>Descrição</b>
Sem sinais visíveis de combustão após a remoção do queimador	Após retirar o bico de Bunsen da amostra, o material deve parar de queimar imediatamente.
A chama não atinge a marca de 25 mm	Mesmo após o tempo de exposição à chama (30 s), a propagação do fogo não ultrapassa a primeira marca de 25 mm na amostra.
A chama atinge a marca de 25 mm, mas não chega a 100 mm	O fogo se propaga além de 25 mm, mas não alcança a segunda marca, situada a 100 mm da extremidade.
A chama atinge a marca de 100 mm, mas a taxa de queima é inferior a 40 mm/min	O fogo percorre toda a distância entre as marcas (75 mm), mas o tempo necessário para isso deve ser suficiente para que a taxa de propagação do fogo seja menor ou igual a 40 mm/min.

Fonte: ASTM International (2022b).

### 3.2.3.11 Ensaio de condutividade elétrica do compósito

A Figura 29 apresenta o procedimento realizado para a obtenção dos corpos de prova dos compósitos CA/JFEC e CA/CNTJFEC. Conforme pode ser observado na Figura 29(a), as fibras foram alinhadas manualmente e fixadas com fitas em suas extremidades. Após o alinhamento das fibras (duas camadas), utilizou-se o VARTM e o procedimento descrito na subseção 3.2.3.2 para fabricar os compósitos, conforme representado na Figura 29(c). Subsequente a esta etapa, dois corpos de prova foram cortados manualmente a partir das respectivas placas fabricadas (Figura 29(d)). As dimensões dos corpos de prova CA/JFEC e CA/CNTJFEC, medidas através de um paquímetro analógico com resolução de 0,05 mm, estão apresentadas na Tabela 11.

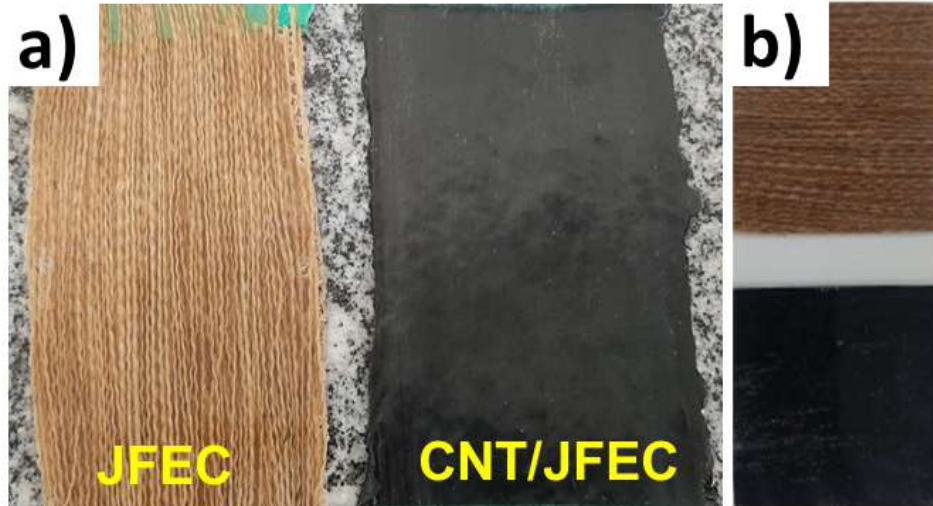
Tabela 11 – Dimensões dos corpos de prova CA/JFEC e CA/CNTJFEC para o ensaio de condutividade elétrica.

<b>Amostra</b>	<b>Comprimento (mm)</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>
CA/JFEC	62,5 ±0,5	62 ±0,2	2 ±0,0
CA/CNTJFEC	61,8 ±0,2	58,5 ±0,5	2,5 ±0,08

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Para caracterizar a condutividade elétrica dos compósitos, foi utilizado o método do eletrômetro disponível no Laboratório de Polímeros e Compósitos (POLICOM) do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC. A técnica mencionada foi selecionada pelo fato de ser adequada para amostras resistivas com condutividade elétrica de até  $10^{-7} S.cm^{-1}$ .

Figura 29 – Processo de fabricação dos corpos de prova para o ensaio de condutividade elétrica: a) compósitos JFEC e CNTJFEC obtidos a partir do VARTM com fibras alinhadas, d) corpos de prova CA/JFEC e CA/CNTJFEC cortados a partir dos compósitos.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

O dispositivo utilizado foi o eletrômetro da marca Keithley, modelo 6517A, acoplado a um sistema de medidas da Keithley modelo 8009. A partir deste sistema, pode-se medir a resistividade elétrica volumétrica das amostras, que são convertidas em condutividade elétrica. De acordo com o estudo de Schmitz (2018), a resistividade elétrica pode ser calculada pela Equação 6,

$$\rho = \frac{K_v \cdot V}{w \cdot I}, \quad (6)$$

onde,  $\rho$  é a resistividade da amostra ( $\Omega \cdot cm$ ),  $K_v$  é a constante relacionada a geometria do eletrodo ( $cm^2$ ),  $w$  é a espessura da amostra ( $cm$ ),  $V$  é a diferença de potencial ( $V$ ) e  $I$  é a corrente elétrica ( $A$ ).

Vale lembrar que a resistividade elétrica é compreendida como a resistência que um determinado material apresenta à passagem de uma corrente elétrica. Já a condutividade elétrica é a facilidade que um material permite a passagem da corrente elétrica, a qual pode ser expressa através da Equação 7

$$\sigma = \frac{1}{\rho}, \quad (7)$$

onde  $\sigma$  é a condutividade elétrica ( $S \cdot m^{-1}$ ), e  $\rho$  é a resistividade elétrica ( $\Omega \cdot cm$ ).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

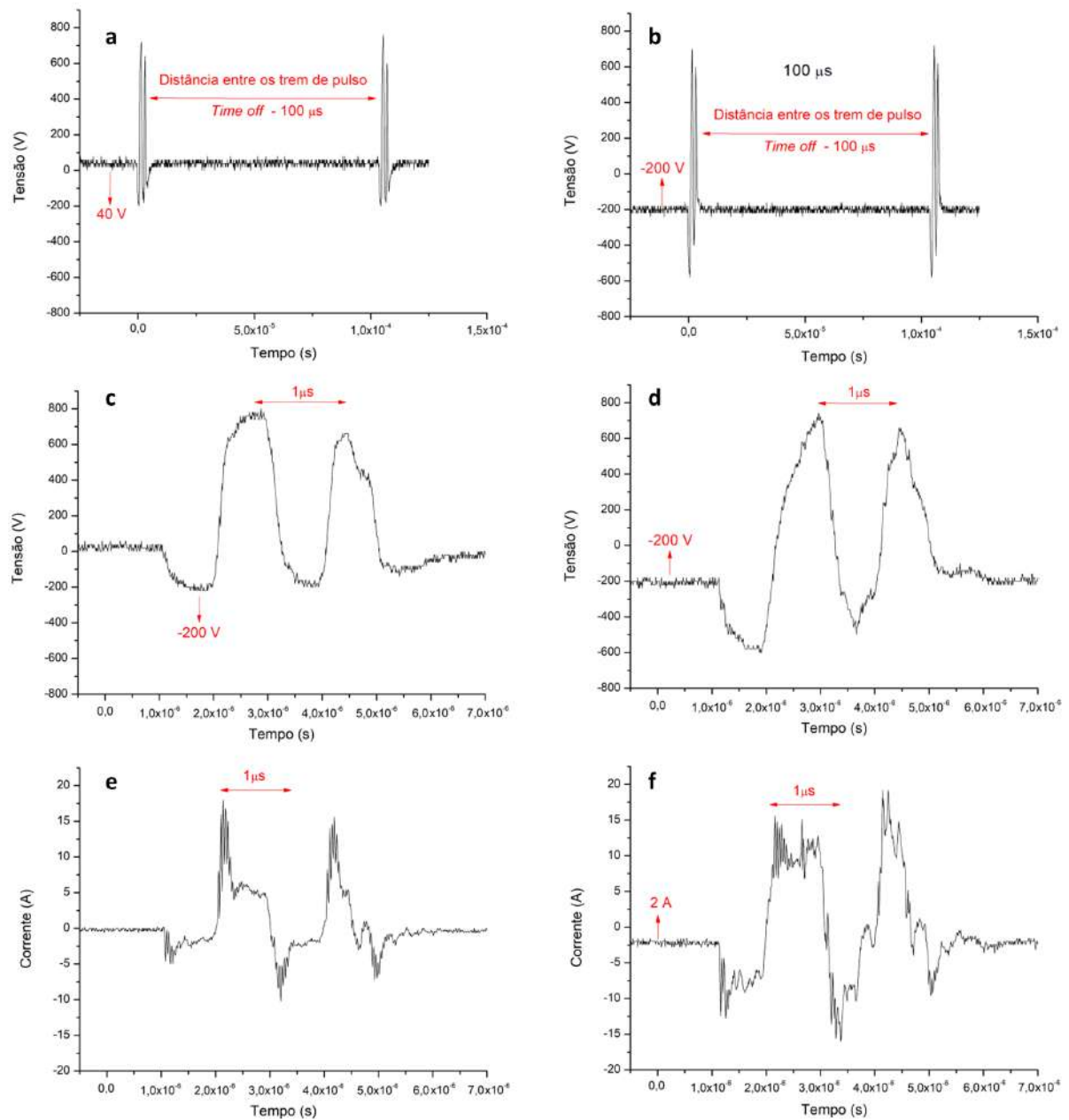
Neste capítulo, serão apresentados e discutidos todos os resultados obtidos a partir das caracterizações realizadas na fibra e no compósito.

### 4.1 PARÂMETROS DE CONFIGURAÇÃO DO HIEPD

A Figura 30 mostra a representação gráfica do sinal de tensão e corrente de pulsos positivos ( $2p^+$ ) e pulsos positivos e negativos ( $2p^+2p^-$ ) obtida a partir de dados do osciloscópio de um processo de HIEPD com suspensão composta por CNT, H<sub>2</sub>O e SDS. Conforme pode ser observado na Figura 30(A) e na Figura 30(B), cada trem de pulso, que forma um pico, é separado por uma distância de 100  $\mu$ s. O intervalo entre esses trens de pulsos é chamado de *time off*, pois são regiões em que os pulsos de descarga são baixos e constantes, evitando o sobreaquecimento do processo de HIEPD, mesmo em altas tensões. Os trens de pulsos são compostos por dois pulsos. Neste caso, a distância entre cada pico é de 1  $\mu$ s. Fig. 30(C) representa a sequência de trens de pulso com pulsos positivos. Como pode ser visto, a amplitude dos pulsos positivos com 1  $\mu$ s de duração atinge aproximadamente 800 V. Além disso, pode-se observar picos negativos na região de -200 V e que a região de *time off* está próxima a 0 V. Este tipo de comportamento é considerado uma limitação da fonte, fato que foi observado por Santos *et al.* (2021). Por outro lado, na sequência de trens de pulsos, quando foram aplicados pulsos positivos e negativos, a amplitude do pulso positivo com 1  $\mu$ s de duração atingiu aproximadamente 600 V, enquanto que o pulso negativo atingiu -600 V. De acordo com a Figura 30(D), pode-se notar que o pico de tensão durante a região *time off* apresenta valores negativos da ordem de aproximadamente -200 V. Este comportamento foi um fato inesperado, resultante de uma configuração realizada. A influência desse fenômeno será discutida durante a Seção 4.2. A Tabela 12 mostra a média dos valores de corrente do processo de HIEPD em que a solução é composta por CNT+H<sub>2</sub>O+SDS. Conforme pode ser observado, a solução CNT+H<sub>2</sub>O+SDS, quando submetida a pulsos positivos, apresentou um pico máximo de corrente de 18,4 A, enquanto que a máxima negativa foi de -10,2 A. Por outro lado, nesta mesma solução, quando foi aplicada descarga com pulsos positivos e negativos, o pico máximo de corrente foi de 19,2 A, enquanto que o pico máximo negativo foi de -15,6 A. Conforme representado na Figura 30(E), quando foram aplicados pulsos positivos, a corrente atuante durante a região *time off* foi de 0 A. Por outro lado, observa-se na Figura 30(F) que, quando foi aplicada descarga com pulsos positivos e negativos, a corrente durante a região *time off* foi de -2 A.

Este fato justifica o motivo pelo qual a corrente média, quando aplicados pulsos positivos e negativos, foi maior (-1,7 A) em relação à quando aplicados pulsos positivos (-0,1 A), conforme representado na Tabela 12. A influência deste comportamento da corrente também será discutida na Seção 4.2.

Figura 30 – Sinais de tensão e corrente observado durante o processo de HIEPD: (a) Representação gráfica geral do sinal de tensão de pulsos positivos (b) representação gráfica geral do sinal de tensão de pulsos positivos e negativos (c) representação gráfica do sinal na região de trem de pulsos de pulsos positivos (d) representação gráfica do sinal de tensão na região de trem de pulsos positivos e negativos (e) representação gráfica do sinal de corrente na região de trem de pulsos positivos (f) representação gráfica do sinal de corrente na região de trem de pulsos positivos e negativos.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Tabela 12 – Caracterização da corrente aplicada no processo de HIEPD em meios com adição de SDS.

Meio	Tipo de pulso	Corrente média (A)	Pico máximo da corrente (A)	Pico mínimo da corrente (A)
CNT+H <sub>2</sub> O+SDS	2p <sup>+</sup>	-0,1	18,4	-10,2
CNT+H <sub>2</sub> O+SDS	2p <sup>+</sup> 2p <sup>-</sup>	-1,7	19,2	-15,6

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

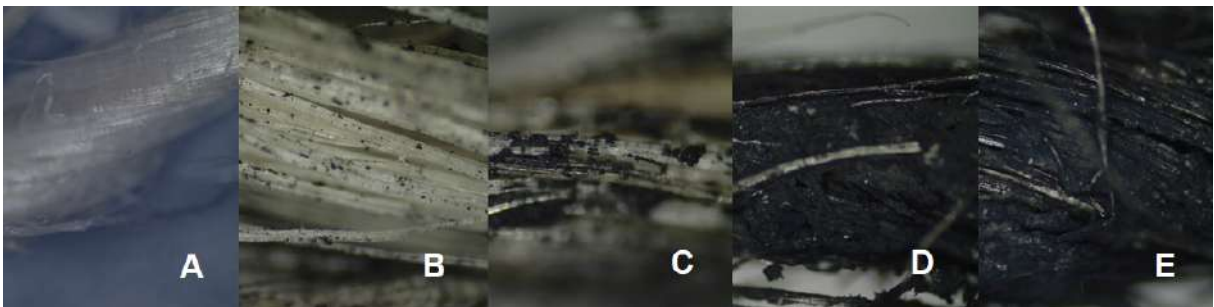
## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS JF TRATADAS E NÃO TRATADAS

Esta seção apresenta os resultados da caracterização das fibras de juta (JF) incorporadas com CNT, bem como das fibras sem tratamento. Além disso, inclui uma análise e discussão dos resultados obtidos ao longo do estudo.

### 4.2.1 Análise da morfologia da superfície das JF

As imagens obtidas a partir do FEG-SEM e OM mostram a morfologia da superfície das amostras tratadas e não tratadas. De acordo com a Figura 31, é possível verificar, claramente, a diferença da deposição de CNT sobre as superfícies das JF, principalmente, nas amostras que foram submetidas no meio com adição de SDS (Figura 31(d) e Figura 31(e)). Analisando as imagens do MEV-FEG da JF comercial, conforme Figura 32, verifica-se uma superfície irregular com a presença de materiais não celulósicos (destacado na cor vermelha) (Islam *et al.*, 2021; Majumder *et al.*, 2022).

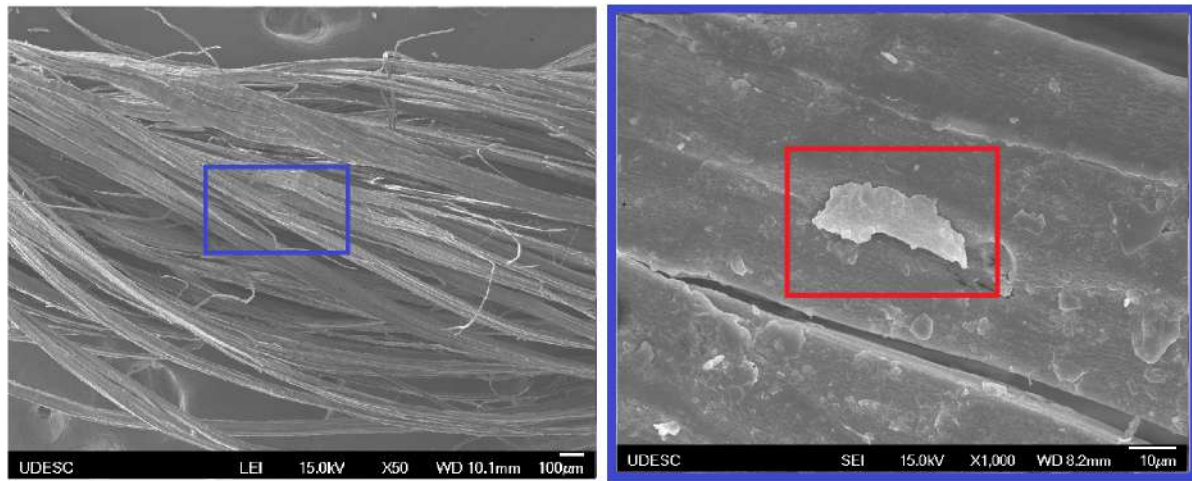
Figura 31 – Imagens obtidas da microscopia óptica de JF tratadas e não tratadas: (a) Commercial JF, (b) *JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>*, (c) *JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>*, (d) *JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>*, (e) *JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>*.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

As Figuras 33 e 34 apresentam as JF que foram submetidas ao processo de HIEPD em suspensão composta por CNT + H<sub>2</sub>O. É possível observar a formação de aglomerados de CNT (destacado na cor azul) (*clusters*) devido às forças de van der Waals entre os CNT. Além disso, em ambas as imagens, verifica-se que os aglomerados ocorrem na região em que há presença de

Figura 32 – Imagens obtidas do FEG-SEM da amostra JF comercial.

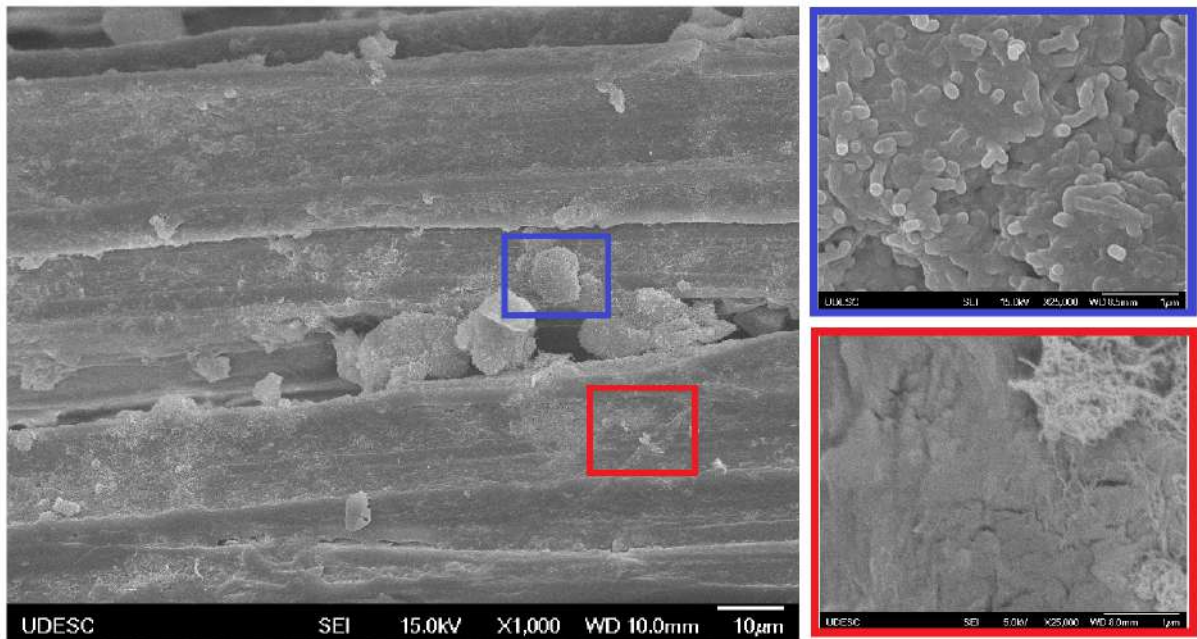


Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

materiais não celulósicos, como cera ou resíduos provenientes durante o processo de fabricação do fio de juta (Mallakpour; Soltanian, 2016; Alam; Wan; McNally, 2017). Ainda, analisando outras regiões das amostras, nota-se uma deposição não homogênea ao longo da superfície das JF (destacado na cor vermelha). Este fato pode ser explicado pela formação de aglomerados na suspensão, o que resultou na sedimentação dos CNT durante o processo de HIEPD. Vale ressaltar que o processo de HIEPD realizado com pulsos positivos e negativos, os quais apresentaram uma deposição efetiva de acordo com os resultados do TG, não é suficiente para promover uma deposição homogênea. Este fato pode ser confirmado nas imagens de OM conforme as Figuras 31(b) e 31(c), onde verifica-se uma deposição não homogênea de CNT sobre essas amostras.

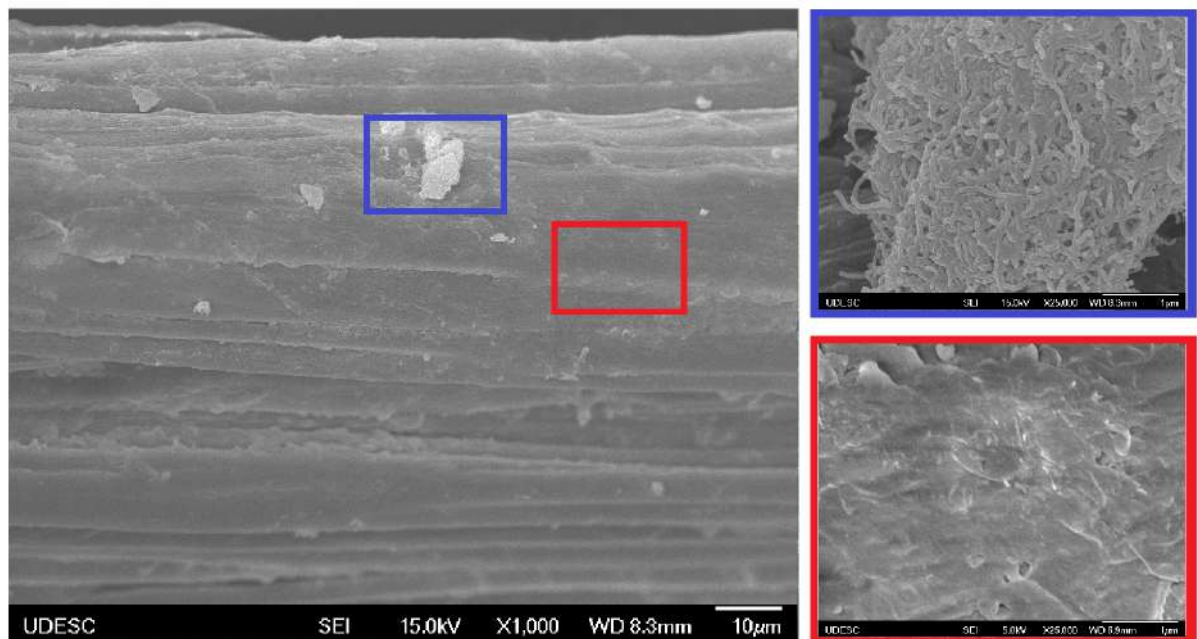
As duas últimas amostras,  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$  e  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$ , as quais foram submetidas em soluções em que foi adicionado SDS, apresentaram uma deposição de CNT uniforme ao longo da superfície da JF. Conforme pode ser visto nas Figuras 35 e 36, obteve-se uma deposição de CNT uniforme sobre a superfície das JF. A região destacada na cor vermelha representa um ponto que, durante a análise de microscopia, foi selecionado aleatoriamente, com a finalidade de verificar a dispersão homogênea ao longo das amostras. Em comparação com a JF comercial, (Figura 31(a)), a deposição de CNT nessas amostras apresenta um aumento considerável e está depositada homogêneamente (Figuras 31(d) e 31(E)). Essa deposição uniforme de CNT sobre a JF pode ser atribuída à dispersão de CNT na suspensão (Hu *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2013). Conforme descrito na Etapa 7 da Seção 3.2.1, após o processo de HIEPD, todas as amostras foram submetidas ao processo de lavagem promovida pelo banho de ultrassom, durante 10 min. As amostras  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$  e  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$ , mesmo após o processo de lavagem, apresentaram uma adesão entre o CNT e a superfície da JF, o que pode ser ratificado através das imagens das Figuras 35 e 36. Além disso, nestas duas últimas amostras, observa-se uma camada interconectada de CNT sobre a superfície da JF, a qual pode aumentar a resistência

Figura 33 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H<sub>2</sub>O sob descarga com pulsos positivos (*JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>*).



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

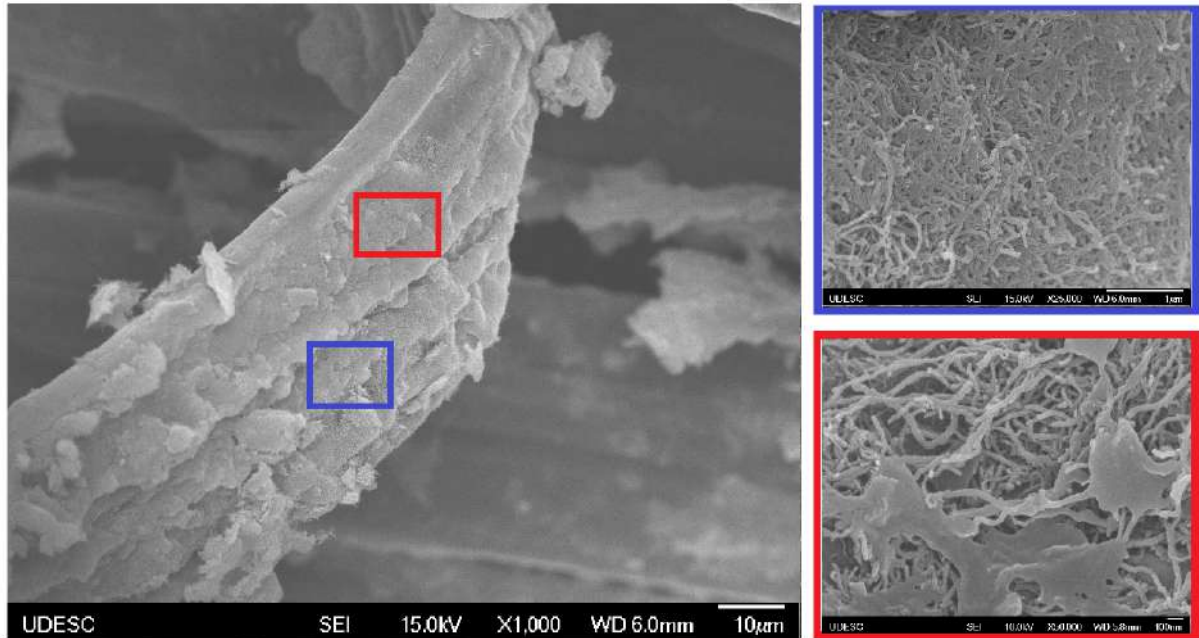
Figura 34 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H<sub>2</sub>O sob descarga com pulsos positivos e negativos (*JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>*).



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

interfacial (Tzounis *et al.*, 2014; Deng *et al.*, 2015b).

Figura 35 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H<sub>2</sub>O + SDS sob descarga com pulsos positivos (*JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>*).

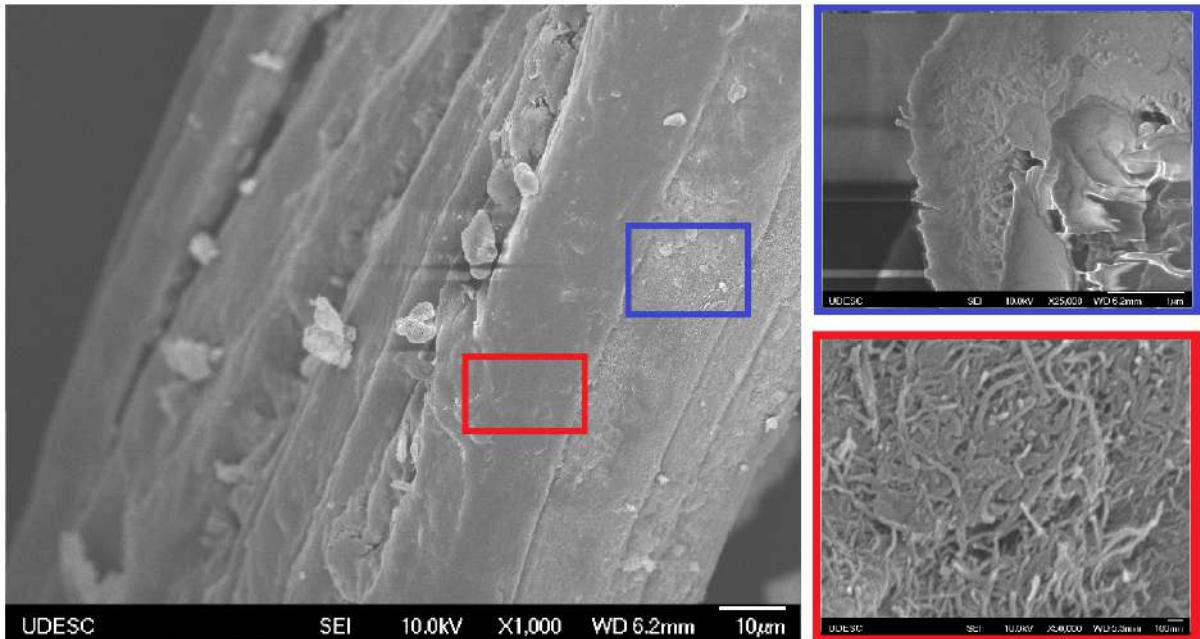


Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

#### 4.2.2 Análise de estabilidade térmica e quantificação de deposição de CNT

A partir das análises de TG pode-se extrair duas informações. A primeira é a caracterização da estabilidade térmica das JFs, a qual indica a região de temperatura em que ocorrerá maior perda de massa. A segunda é quantificar o percentual de deposição de CNT sobre a superfície das amostras de JF. De acordo com a Figura 37, pode-se observar uma pequena perda de massa, da ordem de 10%, na faixa de 95 °C, a qual está associada à evaporação de substâncias voláteis e umidade presente nas fibras. Conforme pode ser visto, a amostra JF comercial apresenta a maior perda de massa, nessa região. Desta forma, as JFs tratadas apresentaram menor percentual de umidade. Além disso, na faixa de temperatura de 290 °C e 350 °C, nota-se uma perda de massa, a qual pode ser atribuída à degradação térmica da hemicelulose e celulose, respectivamente. Por fim, o último componente, a lignina, se decompõe a partir de 447 °C, conforme reportado por Chandekar, Chaudhari e Waigaonkar (2020). Por outro lado, Alvarez, Rodriguez e Vázquez (2006) mencionam que a degradação térmica da lignina apresenta um pico amplo, indicando que a lignina se degrada em todas as faixas de temperatura (Yang *et al.*, 2007; Alves *et al.*, 2011; Chandekar; Chaudhari; Waigaonkar, 2020). De acordo com os resultados, em relação à amostra JF comercial, as amostras tratadas apresentaram um aumento na estabilidade térmica, da ordem de 5 °C, na melhor condição (*JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>*). Além disso, de acordo com

Figura 36 – Imagens obtidas do FEG-SEM da JF tratada com processo HIEPD em solução composta por CNT + H<sub>2</sub>O + SDS sob descarga com pulsos positivos e negativos (*JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>*).



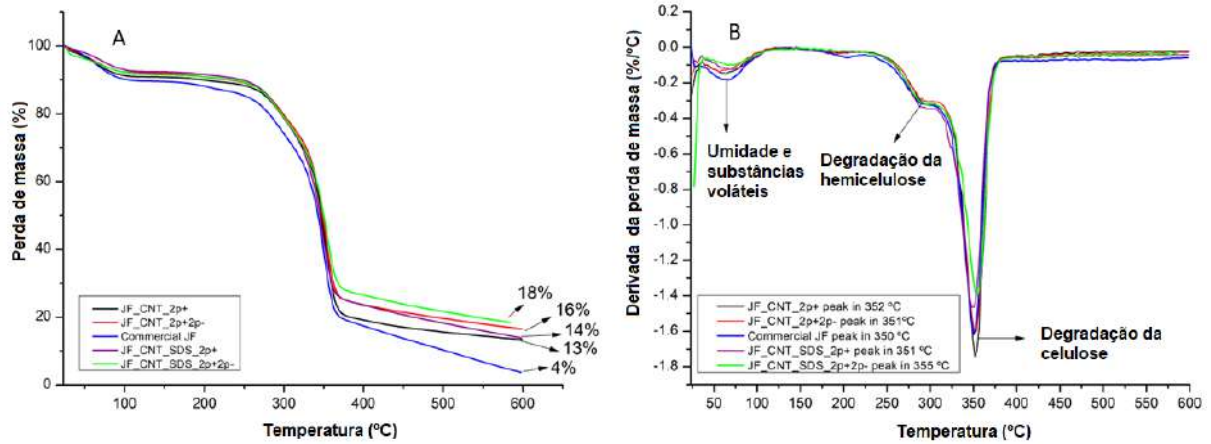
Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

a análise termogravimétrica, nota-se que as amostras que foram tratadas sob pulsos positivos e negativos apresentaram uma deposição efetiva, a qual pode ser confirmada pelo percentual de resíduo apresentado nas curvas de TG, sendo 18% na amostra *JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>* e 16% na amostra *JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup>*. Em relação ao processo de deposição sob pulsos positivos, o percentual de resíduo foi de 14% para *JF\_CNT\_SDS\_2p<sup>+</sup>* e 13% para *JF\_CNT\_2p<sup>+</sup>*. A amostra JF comercial, a qual não teve CNT depositado em sua superfície, apresentou um resíduo da ordem de 4%. Desta forma, verifica-se que a amostra que apresentou maior quantidade de CNT depositado em sua superfície é a JF submetida ao processo de HIEPD com pulsos positivos e negativos combinado com a adição de SDS em sua suspensão de CNT.

#### 4.2.3 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A análise de FTIR foi realizada adquirindo dados na faixa de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>. De acordo com a caracterização do FTIR, conforme representado na Figura 38, diversos grupos funcionais que foram reportados na literatura foram identificados nas JF tratadas e não tratadas. Conforme reportado por Seki (2009), Goriparthi, Suman e Rao (2012), a absorção das bandas encontradas na faixa de 1032 cm<sup>-1</sup> e 1160 - 1240 cm<sup>-1</sup>, pode ser atribuída ao álcool cíclico e ao estiramento da ligação C-O do grupo éster carboxílico (lignina), respectivamente. Já a banda detectada na faixa de 1457 cm<sup>-1</sup> está associada à flexão simétrica do CH<sub>2</sub>, reportado por Goriparthi, Suman e Rao (2012), Basak, Choudhury e Pandey (2018). Na região de 1640 cm<sup>-1</sup> há um sinal de

Figura 37 – Análise de termogravimetria (TG) das amostras tratadas e não tratadas: (a) perda de massa (b) derivada da perda de massa.



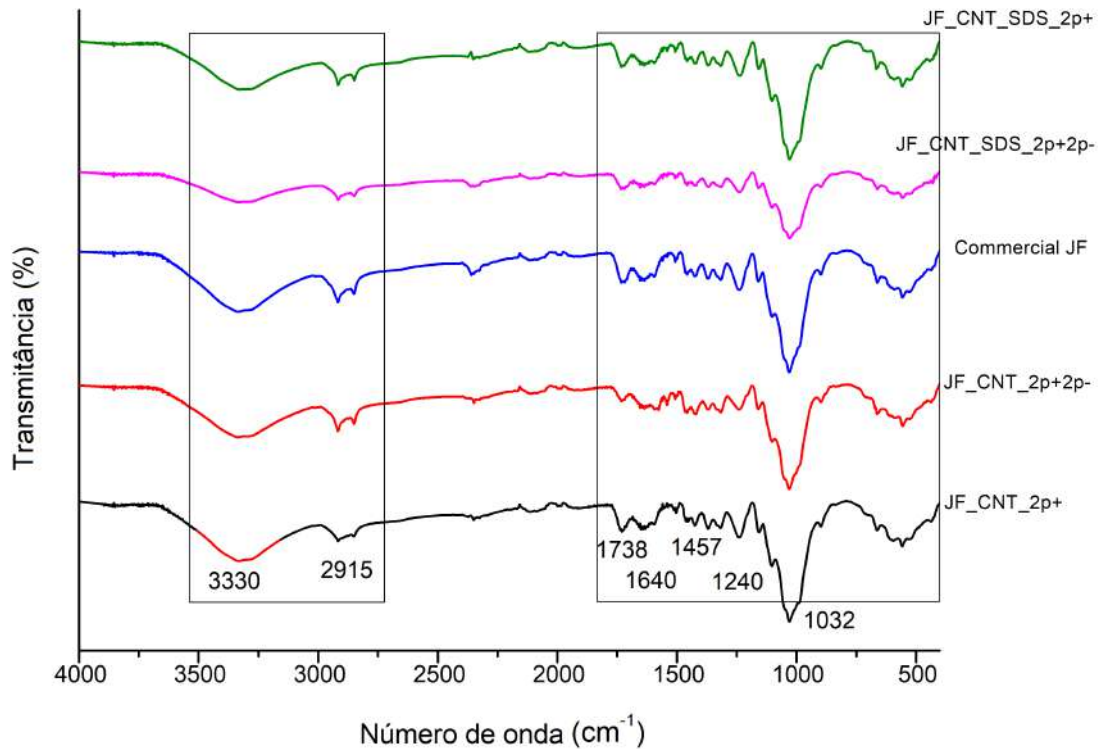
Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

vibração da molécula de água, encontrada por Alves *et al.* (2011). A banda de absorção detectada em  $1738\text{ cm}^{-1}$  pode ser atribuída à vibração dos componentes éster da hemicelulose, os quais foram reportados por Goriparthi, Suman e Rao (2012), Seki (2009). A Figura 38 apresenta duas bandas em  $2915\text{ cm}^{-1}$  e  $3330\text{ cm}^{-1}$ . A primeira está associada ao estiramento dos grupos metil e metileno, os quais estão presentes nas estruturas da celulose e hemicelulose (Goriparthi; Suman; Rao, 2012; Basak; Choudhury; Pandey, 2018; Seki, 2009). Já a segunda é uma banda muito comum em todos os espectros, visto que é uma vibração característica de estiramento da ligação O-H (Seki, 2009; Alves *et al.*, 2011; Basak; Choudhury; Pandey, 2018; Goriparthi; Suman; Rao, 2012). De acordo com os resultados, não é possível identificar qualquer alteração no comportamento das bandas referentes à celulose. Este fato é um indício de que o processo de HIEPD não está promovendo alteração na sua estrutura, isto é, não está degradando a estrutura da JF (Santos *et al.*, 2021), corroborando com o resultado obtido de todas as amostras submetidas ao TG, visto que nenhuma alteração abrupta de degradação térmica foi encontrada entre as amostras tratadas e não tratadas.

#### 4.2.4 Análise da composição química da superfície da JF

A contribuição relativa das ligações referentes ao carbono presentes na superfície das amostras tratadas e não tratadas foi obtida a partir do ajuste de picos a partir do espectro de alta resolução do C 1s. Para todas as amostras, foram consideradas 6 componentes, sendo a ligação C-C o maior pico, o qual está associado à estrutura carbono grafítico (hibridização  $sp^2$ ), onde são esperadas energias de ligação dessa região de carbono amorfa na faixa de 284,80 eV (Estrade-Szwarczopf, 2004). Já o pico encontrado nas amostras  $JF\_CNT\_2p^+$  e  $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ , o qual está relacionado aos sítios defeituosos da estrutura do CNT ( $sp^3$ ), encontra-se na faixa de 285,0 a 285,50 eV (C-H). Os grupos funcionais que estão ligados ao oxigênio, como o

Figura 38 – Espectro do FTIR: intervalo de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$  para JF tratadas e não tratadas.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

grupo C-O (286,7 eV), O-C-O (287,7 eV) e O-C=O (288,3 eV). Finalmente, as transições  $\pi-\pi^*$  foram detectadas em 291,50 eV (Li *et al.*, 2013; Sarker *et al.*, 2018; Santos *et al.*, 2021; Steffen *et al.*, 2022; Moraitis *et al.*, 2011). Para realizar o ajuste desses picos, foram adotados os seguintes deslocamentos (*shifts*) em relação ao pico C-C em 284,80 eV. Estes deslocamentos relativos ao pico C-C foram impostos por meio das seguintes restrições:  $+(0,40 \pm 0,3)$  eV para C-H,  $+(1,5 \pm 0,2)$  eV para C-O,  $+(3,0 \pm 0,2)$  eV para O-C-O,  $+(4 \pm 0,2)$  para O-C=O, e  $+(6,2 \pm 0,2)$  para as transições  $\pi-\pi^*$ . Ainda, a largura de todos os picos foi restringida para ser igual ao do pico C-C, o qual foi configurado entre o intervalo de 0,5 a 1,4 eV (Santos *et al.*, 2021). Os picos dos componentes apresentaram as seguintes posições: C-H ( $285,35 \pm 0,1$  eV), C-O ( $286,3 \pm 0,4$  eV), O-C-O ( $287,6 \pm 0,3$  eV), O-C=O ( $288,4 \pm 0,3$  eV) e para as transições  $\pi-\pi^*$  ( $290,55 \pm 0,2$  eV).

A Tabela 13 apresenta as contribuições relativas que foram obtidas a partir do ajuste de picos realizados nos espectros de alta resolução do C 1s de todas as amostras, os quais estão representados na Figuras 55, 56, 57, 58 e 59 (Apêndice B). Conforme pode ser visto, as amostras  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$  e  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$  apresentaram um aumento da contribuição relativa das transições  $\pi-\pi^*$  em relação às amostras JF Comercial,  $JF\_CNT\_2p^+$  e  $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ . Este fato pode ser explicado devido à boa dispersão dos CNT nas soluções,

resultante da introdução do surfactante aniônico SDS. Conseqüentemente, por este motivo, foi possível obter uma deposição homogênea de CNT sobre as JF (Li *et al.*, 2013; Hu *et al.*, 2021). De acordo com os resultados, verifica-se também um aumento da contribuição relativa dos grupos funcionais oxigenados quando comparado com a JF Comercial. De acordo com os estudos de Yuan *et al.* (2018b), Alam, Wan e McNally (2017) e Islam *et al.* (2021), a presença de grupos funcionais que contêm oxigênio na superfície das fibras pode gerar fortes interações via ligações de hidrogênio com os grupos de oxigênio na matriz epóxi, principalmente durante o processo de cura. Adicionalmente, os grupos carboxílicos (O-C=O) podem induzir reações químicas, promovendo uma melhora na adesão interfacial. Sendo assim, apesar da deposição homogênea e uniforme de CNT ter sido alcançada sobre as JF, algumas alterações nos parâmetros do processo de HIEPD, como o *time off* ou tensão, podem ser realizadas para que seja possível aumentar o grau de funcionalização (Moraitis *et al.*, 2011), potencializando o aumento de reações químico-físicas na interface do material compósito reforçado com fibra natural e, conseqüentemente, melhorando as suas propriedades macro-mecânicas.

Tabela 13 – Contribuições relativas das ligações referente ao C extraído dos espectros de alta resolução do C 1s de todas as amostras.

Amostra	C-C*	C-H*	C-O*	O-C-O*	O-C=O*	$\pi$ - $\pi$ **
JF Comercial	79,7	-	14	3,3	2,8	-
<i>JF_CNT_2p<sup>+</sup></i>	52,5	6,9	26,7	3	8,2	2,7
<i>JF_CNT_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup></i>	57,3	15,3	16,9	5,8	3,9	0,7
<i>JF_CNT_SDS_2p<sup>+</sup></i>	74,9	-	14,54	4,7	2	3,9
<i>JF_CNT_SDS_2p<sup>+</sup>2p<sup>-</sup></i>	72,6	-	13,9	4,3	2,9	6,2

\* Os componentes estão representados em percentual atômico.

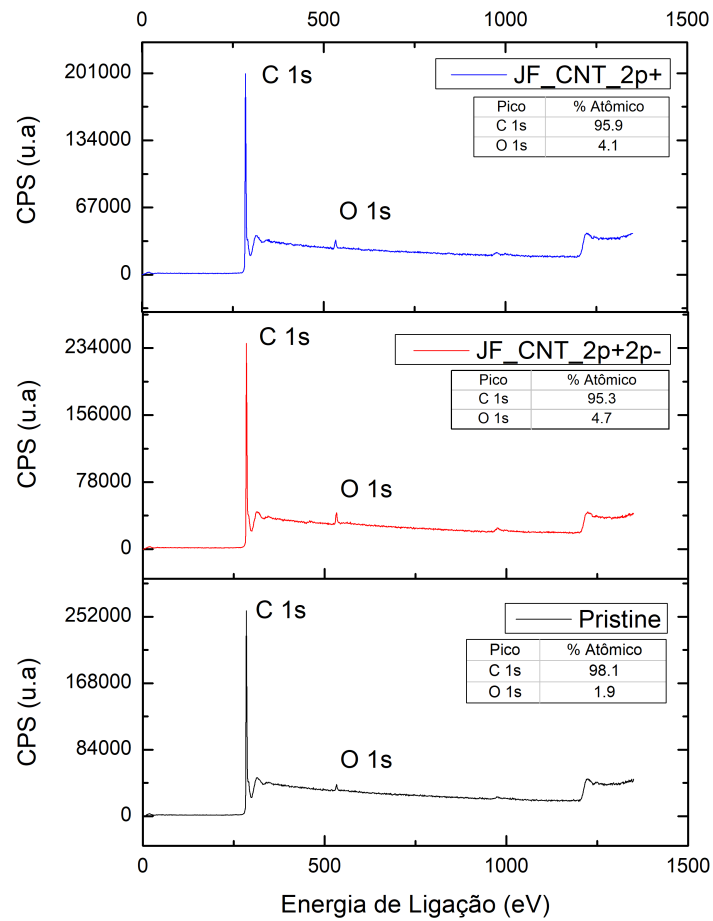
Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Com a finalidade de verificar se os CNT foram oxidados após os pulsos de descargas elétricas, as amostras de CNT foram caracterizadas através do XPS, onde foi possível mensurar a composição química da superfície delas. A Figura 39 apresenta os espectros exploratórios das três amostras, das quais foram extraídas as respectivas composições químicas. De acordo com a Tabela 14, é possível observar um aumento de percentual atômico de oxigênio em amostras que foram submetidas ao processo de HIEPD (amostras *CNT\_2p<sup>+</sup>* e *CNT\_2p<sup>+</sup>\_2p<sup>-</sup>*), em relação à amostra Pristine. Desta forma, com base nos resultados, observa-se um aumento de oxigênio na superfície dos CNT após os pulsos de descarga elétrica, indicando uma oxidação.

#### 4.2.5 Ângulo de contato (CAM)

A medida do ângulo de contato é uma maneira de caracterizar a superfície mais externa dos materiais, cerca de 0,3 nm. Desta forma, é possível verificar e classificar quando determinado

Figura 39 – Espectro exploratório das amostras de CNT.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Tabela 14 – Composição química da superfície das amostras de CNT determinado pelo XPS.

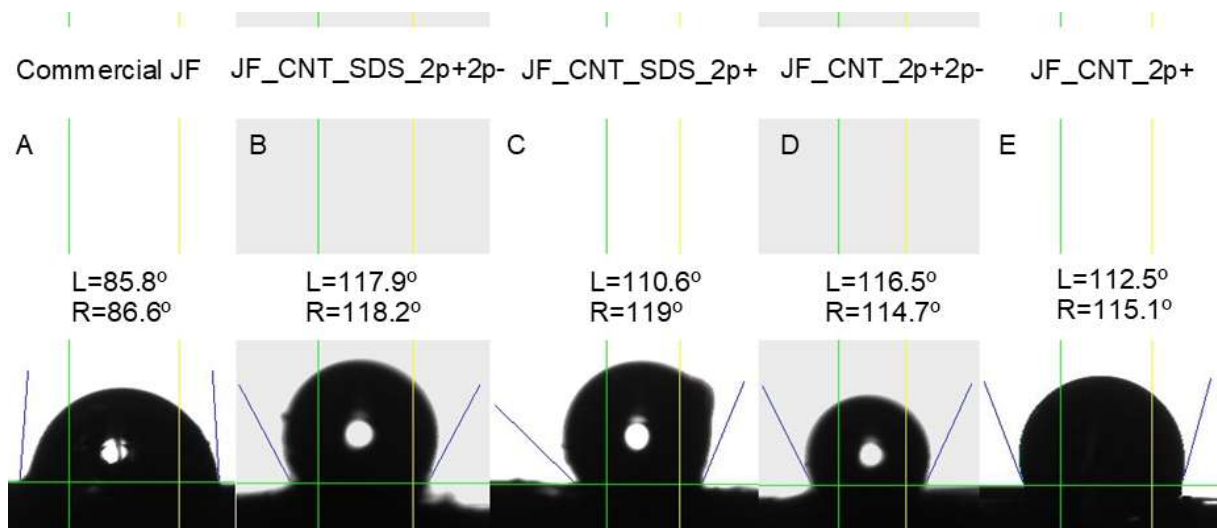
Amostra	C 1s (% Atômico)	O 1s (% Atômico)
Pristine	98,1	1,9
$JF\_CNT\_2p^+$	95,9	4,1
$JF\_CNT\_2p^+2p^-$	95,3	4,7

Os componentes estão representados em percentual atômico.

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

material apresenta um comportamento hidrofílico ou hidrofóbico (Tzounis *et al.*, 2014; Sever *et al.*, 2012). Conforme pode ser visto, na Figura 40, todas as amostras, devido à irregularidade da superfície, não é possível assegurar a perpendicularidade da gota em relação à superfície da JF. Por esta razão, todos os ângulos de contato que foram obtidos através deste teste devem ser considerados ângulos aparentes. Conforme representado na Figura 40(a), a molhabilidade da gota de água deionizada sobre a JF comercial indicou um comportamento hidrofílico da amostra, conforme esperado (lado esquerdo da gota (L)  $85,8^\circ$  e lado direito (R) da gota  $86,6^\circ$ ). Este tipo de comportamento não é desejado, uma vez que implica na adesão e compatibilidade com matrizes não polares, como é o caso do epóxi. Em comparação com a amostra JF comercial, todas as amostras tratadas apresentaram um aumento no ângulo de contato, conforme pode ser visto na Figura 40. Desta forma, a deposição de CNT tornou a superfície das JF hidrofóbicas. Vale ressaltar que a rugosidade não foi mensurada neste estudo. No entanto, de acordo com Tzounis *et al.* (2014), uma deposição efetiva de CNT sobre a superfície da JF promove uma formação de rugosidade em nanoescala, a qual é responsável pelo caráter hidrofóbico da JF com CNT depositado. Ainda, uma boa deposição de CNT aumenta a área superficial e rugosidade, fazendo com que ocorra um ancoramento mecânico. Estes mecanismos físico-químicos resultam em um aumento das propriedades do compósito final (Tzounis *et al.*, 2014; Deng *et al.*, 2015b).

Figura 40 – Imagem dos perfis de gota:(a) JF comercial (b)  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$  (c)  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$  (d)  $JF\_CNT\_2p^+2p^-$  (e)  $JF\_CNT\_2p^+$  representando o ângulo de contato obtido pelo goniômetro.



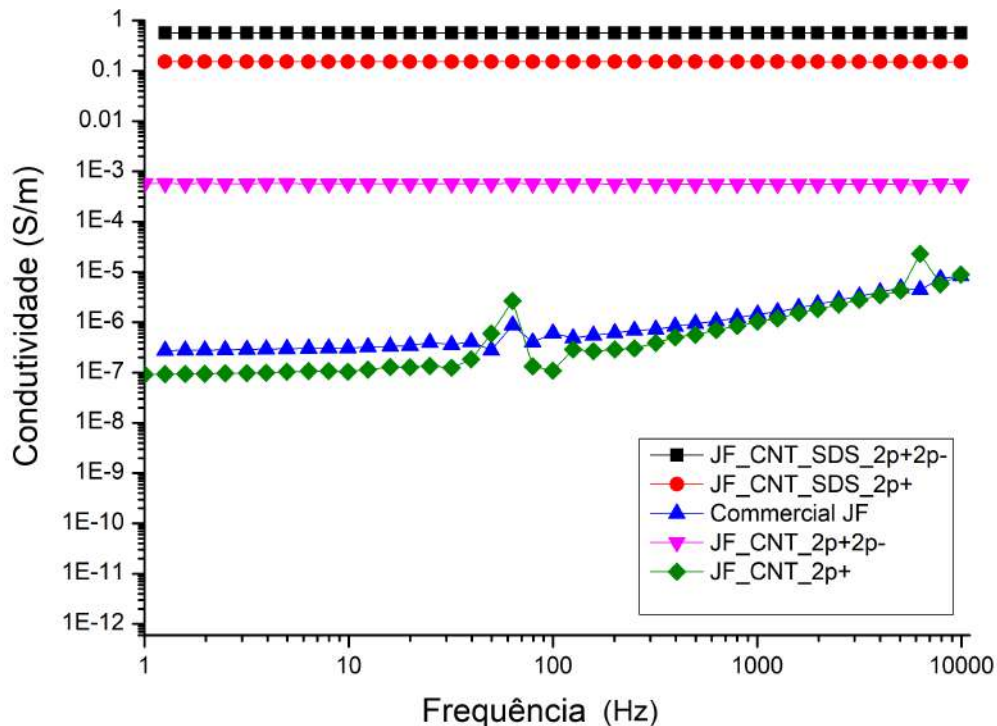
Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

#### 4.2.6 Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)

A Figura 41 apresenta os resultados de condutividade elétrica de todas as amostras na forma log-log. Conforme pode ser observado, as amostras que apresentam efetiva e homogênea dispersão de CNT ao longo da superfície da JF, como as amostras  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$  e

$JF\_CNT\_SDS\_2p^+$ , apresentaram os maiores valores de condutividade elétrica de 0,57 S/m e 0,15 S/m, respectivamente. De acordo com esses resultados, claramente pode ser verificado que a adição do surfactante SDS na suspensão resultou em um aumento da presença de CNT sobre a superfície da JF, a qual está dispersa de forma homogênea, formando uma rede de CNT que a tornou mais condutora. Adicionalmente, é importante lembrar que os pulsos positivos e negativos,  $2p^+2p^-$ , apresentam uma contribuição fundamental para uma boa deposição de CNT, os quais são confirmados nos resultados de TG e MEV-FEG. Outro fator importante que pode ser destacado para esta performance é o fato de as amostras tratadas com surfactante SDS manterem suas propriedades elétricas intactas, pelo fato de não sofrerem degradação ao longo do processo de HIEPD (Alam; Wan; McNally, 2017; Kim *et al.*, 2019). Por outro lado, amostras sem nenhuma deposição e com uma deposição fraca de CNT, como é o caso das amostras JF comercial e  $JF\_CNT\_2p^+$ , respectivamente, apresentaram um comportamento de material isolante, indicado pelo aumento da condutividade ao passo que a frequência aumenta. Este tipo de comportamento é típico de materiais di-elétricos (Martin *et al.*, 2004).

Figura 41 – Condutividade elétrica das JF tratadas e não tratadas em função da frequência.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Para uma melhor compreensão dos efeitos do meio e influência dos tipos de pulsos aplicados no processo de HIEPD, foi sugerida uma hipótese para os mecanismos químico-físicos envolvidos. De acordo com (Dukhin; Dukhin, 2005), se a frequência de descarga do

pulso aplicado é suficientemente alta durante o processo, isto é, quando são aplicadas correntes alternadas simétricas de alta frequência (AC), os efeitos eletroquímicos não são considerados, pois ocorrem lentamente. Sendo assim, gases  $O_2$  e  $H_2$  não são formados no ânodo e cátodo, respectivamente. Desta forma, assumiu-se que ocorrerá a dissociação da molécula da água, a qual pode ser descrita pela seguinte reação  $2H_2O \rightleftharpoons OH^- + H_3O^+$ , onde duas moléculas de água formam um par de hidrônio e íon de hidróxido (Saitta; Saija; Giaquinta, 2012; Chen *et al.*, 2013). Adicionalmente, as análises de XPS realizadas nas amostras de CNT, que foram submetidas no processo de HIEPD, porém sem a adição de SDS na solução, mostraram um aumento de grupos de oxigênio, indicando uma oxidação. Este fato era esperado, visto que os CNT apresentam extremidades altamente reativas, as quais são facilmente oxidadas (Zarbin; Oliveira, 2013). Considerando que os CNT apresentam as extremidades oxidadas, quando esta nanopartícula que está próxima ao eletrodo é induzida e é acelerada pelo campo elétrico, ocorre o fenômeno chamado colisão partícula-eletrodo. Neste caso, o CNT isolante é carregado através da transferência da colisão.

No entanto, quando o SDS é adicionado no meio, a molécula de SDS é dissociada em duas partes, sendo uma parte carregada positivamente, que é o íon de sódio ( $Na^+$ ), e outra parte carregada negativamente, que é a cauda do dodecil sulfato. Esta cauda do dodecil sulfato carregada negativamente é hidrofóbica, possibilitando a formação de estruturas cilíndricas ou de absorção randômica (estrutura micelar) ao redor do CNT através de interações hidrofóbicas (Sa; Kornev, 2011; Kim *et al.*, 2019). Desta forma, assume-se que a maior parte dos CNT está presente na solução na forma micelar (*wrapping*) e carregada negativamente (Khodaei; Pirbazari; Talebizadeh, 2017). A Tabela 15 apresenta os resultados das medições de pH e condutividade das soluções. Conforme pode ser visto, as amostras  $H_2O + CNT + SDS$  e  $H_2O + CNT + SDS + 2p^+ 2p^-$  apresentaram um aumento na condutividade em comparação à amostra  $H_2O + CNT$ . Este comportamento pode ser explicado devido à dissociação do íon  $Na^+$  da molécula SDS.

Além disso, os resultados mostram uma redução do pH dos meios, que pode ser atribuída pelo aumento de  $H_3O^+$  formado pela dissociação da molécula da água (Boccaccini *et al.*, 2010; Wiberg; Arenz, 2015). Conforme representado pela Figura 42(a), quando são aplicados pulsos positivos, todas as partículas carregadas negativamente, como os CNT que são enrolados pelos íons dodecil sulfato e os  $OH^-$ , sofrerão o efeito do campo elétrico ( $\vec{E}$ ) gerado entre os eletrodos. Neste caso, as partículas negativas responderão à polaridade positiva gerada pela ABiPPS (seta verde na Figura 42(a)) e serão atraídas em direção à grade, interagindo com a superfície da JF. Por outro lado, partículas carregadas positivamente, como  $Na^+$  e o  $H_3O^+$ , serão aceleradas na direção do contra eletrodo. Este movimento ocorrerá ciclicamente, respeitando a sequência de trem de pulsos com 800 V de amplitude. Durante a região *time off*, o que corresponde a 100  $\mu s$ , aproximadamente em 0 V, as partículas não são aceleradas em qualquer direção. A Figura 42(b), representa a hipótese do processo de EPD quando é aplicada uma combinação de pulsos positivos e negativos. Neste caso, quando ocorrer a polarização negativa (seta vermelha) gerada pela ABiPPS, as partículas carregadas negativamente (a molécula de CNT *wrapped*

pela cauda do SDS (CNT/SDS) e  $\text{OH}^-$ ) serão repelidas da grade, enquanto que as partículas carregadas positivamente ( $\text{Na}^+$  e  $\text{H}_3\text{O}^+$ ) serão atraídas na direção da grade, que está fixada a JF. Este comportamento é esperado até que os pulsos atinjam o pico máximo de tensão negativa, aproximadamente em -600 V. Quando a polarização inverte para pulsos positivos, todas as partículas irão apresentar o comportamento mencionado, até a tensão atingir o pico máximo de tensão positiva (600 V). Desta forma, durante todo o processo, as partículas presentes no meio serão arrastadas e empurradas. Este movimento vibracional promove um movimento alternado das partículas presentes no meio, contribuindo para um aumento da energia cinética do sistema e possivelmente, aumento da probabilidade de ocorrer ligações químicas. A molécula CNT/SDS, durante este processo pode interagir com os radicais OH, os quais apresentam elementos de oxigênio. Desta forma, a probabilidade de ocorrerem ligações de hidrogênio com as JF é elevada, porque, como já visto, a celulose apresenta diversos grupos hidroxilas, os quais podem interagir com os radicais OH conectados nas extremidades do CNT, formando ligações de hidrogênio, conforme representado na Figura 43 (Santos *et al.*, 2021). Uma hipótese similar é reportada por Kim *et al.* (2019), onde foi mencionado que os grupos hidrofílicos do SDS podem interagir com os grupos hidroxílicos das fibras naturais, embasando a hipótese sugerida do presente trabalho.

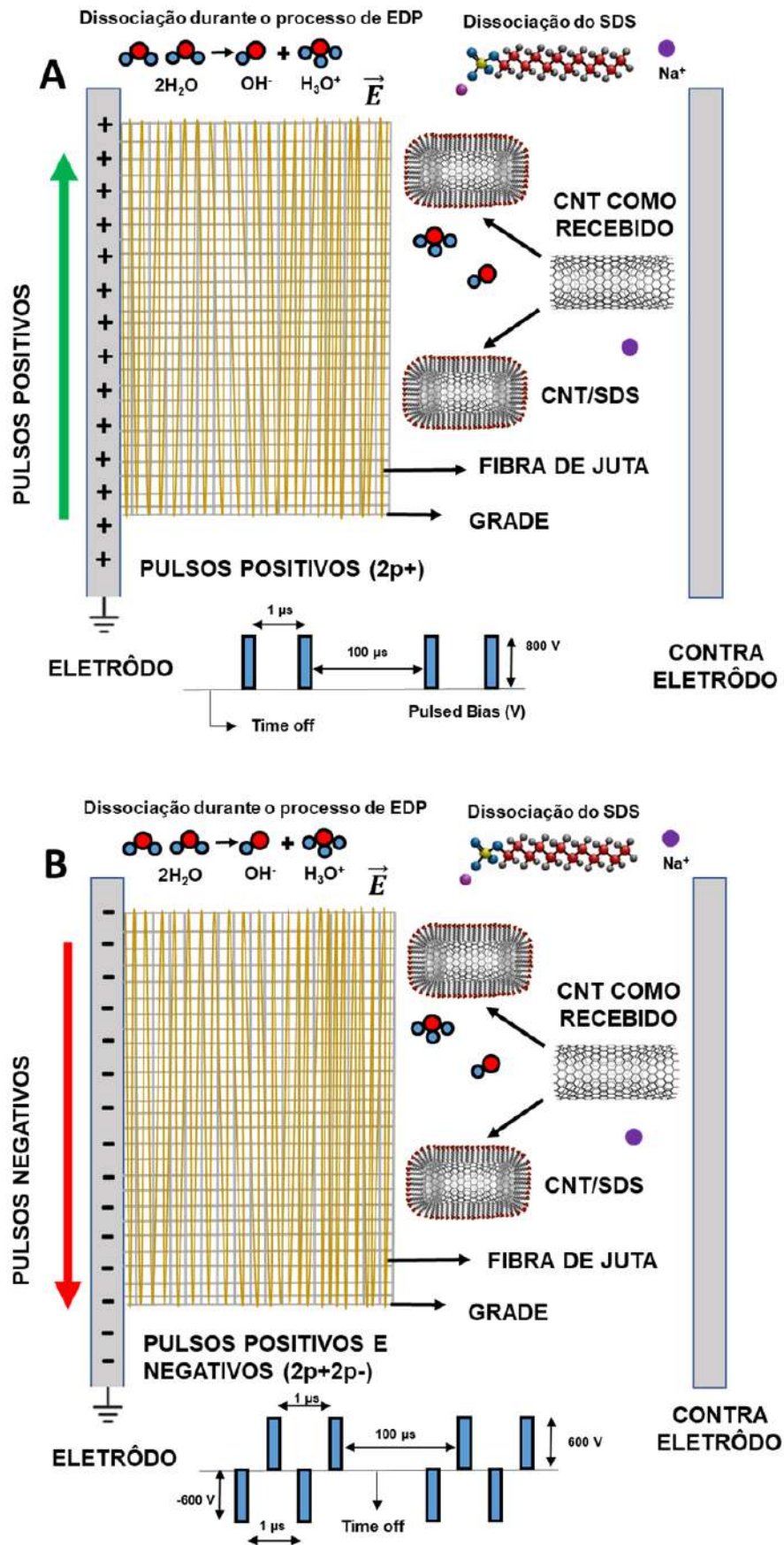
A Tabela 6 apresenta o tempo de duração do processo de HIEPD em que o meio era composto por CNT+H<sub>2</sub>O+SDS sob pulsos positivos e negativos. Nota-se que o tempo de processo de HIEPD foi de, aproximadamente, 10 min, menor quando comparado aos demais processos. Esta redução no tempo de HIEPD pode ser explicada pelo aumento de temperatura que foi observado no HIEPD desta amostra, o qual atingiu temperaturas próximas a 95 °C. Por esta razão, foi necessário desligar a fonte ABiPPS. Uma das razões que estão associadas a este aumento de temperatura é o aumento da energia cinética promovido pela vibração das moléculas promovida pelos pulsos alternados. Além disso, conforme comentado na Seção 4.1, na Figura 30(f), onde foi observada uma corrente de -2 A, durante a região *time off*, as moléculas e partículas carregadas positivamente estavam sendo atraídas na direção da grade, enquanto que as partículas carregadas negativamente estavam sendo repelidas, na direção do contra-eletrodo. Por esta razão, houve o aumento excessivo da temperatura, pois durante o *time off*, a corrente deveria estar aproximadamente 0 A, onde as partículas presentes não estariam sofrendo o efeito do campo elétrico durante esse tempo. Este comportamento pode ser contornado através de um comando na fonte, onde deve-se adotar o nível 5, quando aplicadas tensões alternadas simétricas.

Tabela 15 – Resultado das medidas de pH e condutividade elétrica das soluções.

Amostra	Tipo de pulso	pH	Condutividade ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
$\text{H}_2\text{O} + \text{CNT}$	-	6,7	268
$\text{H}_2\text{O} + \text{CNT} + \text{SDS}$	-	7,1	370
$\text{H}_2\text{O} + \text{CNT} + \text{SDS} + 2p^+ 2p^-$	$2p^+ 2p^-$	5,4	366

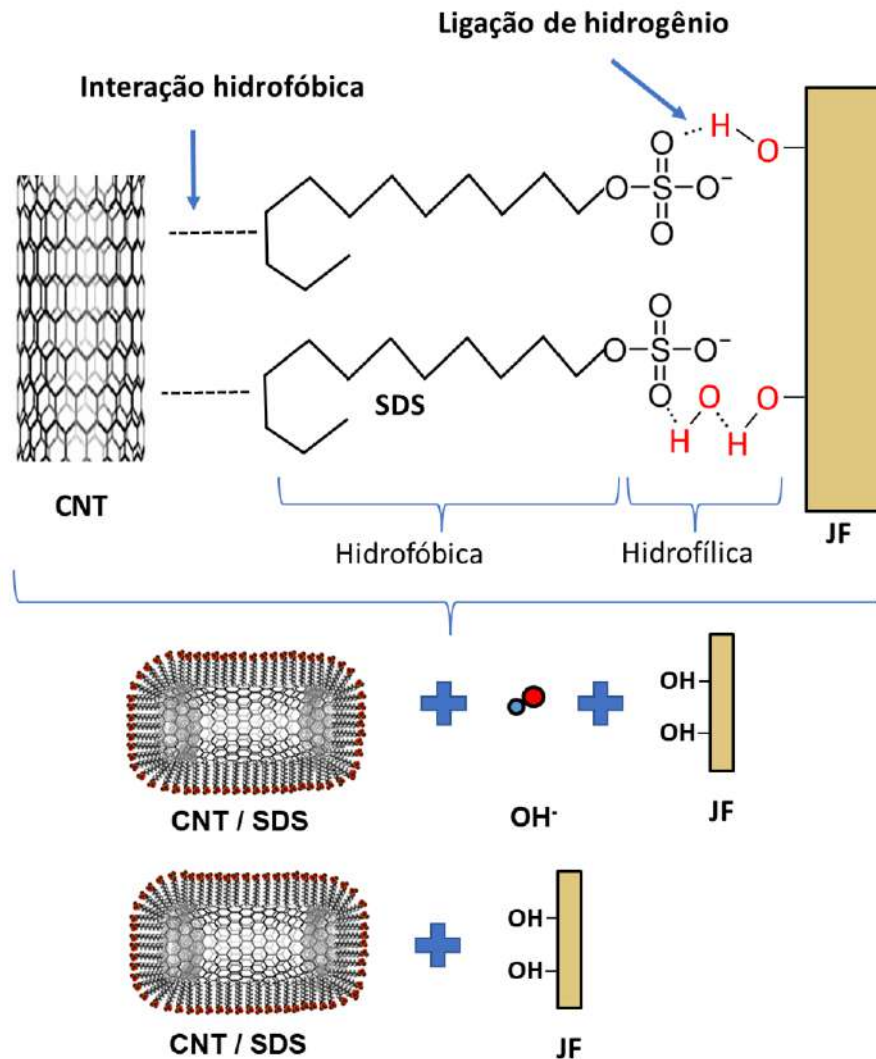
Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Figura 42 – Hipótese sugerida ao mecanismo de deposição de CNT sobre a superfície das JF através do processo de HIEPD com pulsos positivos e positivos e negativos.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Figura 43 – Representação da hipótese de interação entre a molécula CNT/SDS e JF.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

### 4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS JFEC E CNTJFEC

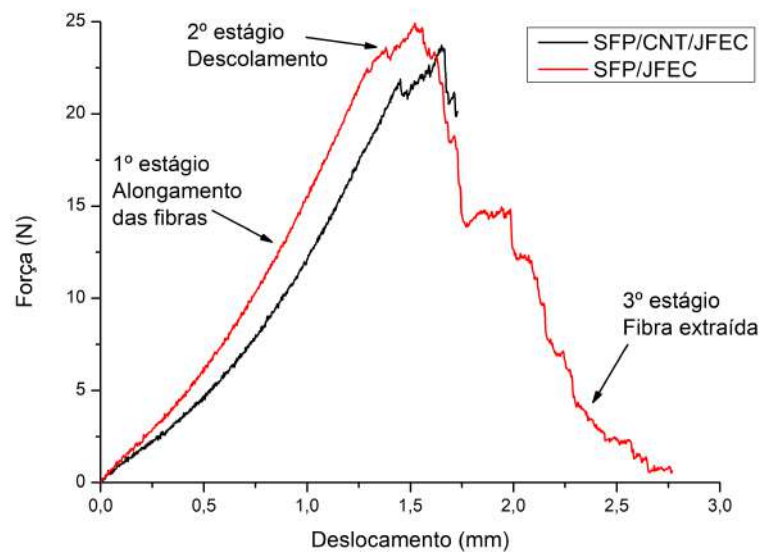
Esta seção apresenta os resultados da caracterização do compósito reforçado com fibra de juta incorporadas com CNT (CNTJFEC), bem como do compósito reforçado com fibras sem tratamento (JFEC). Além disso, inclui uma análise e discussão dos resultados obtidos ao longo do estudo.

#### 4.3.1 Resistência ao cisalhamento interfacial aparente (IFSS)

A Figura 44 ilustra as curvas de carga-deslocamento de todas as amostras do teste de extração. Nessas curvas, é possível observar três estágios. O primeiro estágio tende a ser linear. No entanto, diferentemente do ensaio de *pull-out* de fibras sintéticas, as fibras naturais (NF)

apresentam um comportamento não linear único, que pode ser atribuído ao alinhamento das fibras elementares dentro dos fios, aumentando de forma linear e associado ao alongamento do comprimento livre da fibra (Li *et al.*, 2015). O segundo estágio é o descolamento, onde a força de extração atinge o valor máximo e diminui repentinamente. Finalmente, o terceiro estágio representa o momento em que a fibra está completamente descolada e separada da matriz (Liu *et al.*, 2015; Leon; Tank; Sweat, 2022).

Figura 44 – Curvas de força-deslocamento das amostras de extração: amostras SFP/JFEC (Compósito de Fibra de Juta com Epóxi) e amostras SFP/CNT/JFEC (Compósito de Fibra de Juta incorporada com CNT com Epóxi).



Conforme mencionado anteriormente, para obter um ensaio de SFP bem-sucedido, o comprimento crítico embutido  $L_c$  foi estimado de acordo com a Eq. 2. Assumindo uma resistência à tração da fibra  $\sigma_f = 60,8$  (valor baseado na resistência à tração reportada por (Valcanaia, 2023)), o diâmetro da fibra  $D_f = 1,02$  mm,  $\tau_{IFSS} = 3,2$  MPa (valor considerado a partir de ensaios preliminares), o valor encontrado para  $L_c$  foi de 4,8. Sendo assim, a condição estabelecida pela Equação 2 foi satisfeita, indicando que 3 mm é o comprimento embutido ideal e que foi adotado em todas as amostras de SFP, com a finalidade de evitar a ruptura da fibra durante o ensaio.

A Tabela 16 resume os resultados de todas as amostras de SFP, incluindo força, deslocamento e IFSS aparente. De acordo com os resultados, não se observou uma melhoria significativa no IFSS aparente ( $3,22 \pm 0,5$  e  $3,29 \pm 0,5$ ), sendo que apenas os valores do diâmetro mostraram variação. Esse aumento no diâmetro da fibra, cerca de 10%, pode ser atribuído ao desenrolamento da fibra de juta promovido durante o processo HIEPD, o qual ocorre durante a fixação manual das fibras na grade do eletrodo. Este fato tem um impacto negativo na diminuição dos valores de IFSS da amostra SFP/CNT/JFEC devido ao aumento da área de JF. Em contraste, esse torcimento permite uma impregnação uniforme da resina epóxi ao longo da seção transversal do JF, como mostrado na Figura 45(a). Além disso, pode-se observar a quebra das fibras, o que

pode ser atribuído ao bom intertravamento mecânico devido à nanorugosidade formada pela incorporação de CNT na superfície da fibra, promovida pelo HIEPD (Figura 45(b)). Esse fato pode ser atribuído à eficiente transferência de carga entre a fibra e a matriz (Seki, 2009; Wu *et al.*, 2020).

Em contraste, a Figura 45(c) ilustra a amostra SFP/JFEC, mostrando a presença do mecanismo local de extração, indicando uma fraca adesão interfacial entre a fibra de juta não tratada e o epóxi. De acordo com a literatura, as microfibrilas externas da fibra são melhor impregnadas do que as microfibrilas internas, as quais escorregam e são removidas do comprimento embutido (Slama; Gallias; Fiorio, 2021). A Figura 45(d) representa uma microfibrila sem revestimento de CNT extraída do bloco de epóxi. Como mencionado anteriormente, essa região não apresenta adesão residual de epóxi em sua superfície, sugerindo uma fraca adesão interfacial ou impregnação insuficiente das microfibrilas.

Embora a amostra SFP/CNTJFEC tenha apresentado um comportamento diferente no mecanismo de falha, o IFSS aparente não mostrou uma melhoria significativa. Esse fato pode ser justificado porque o método de IFSS é sensível à geometria das fibras (aumento do diâmetro após a deposição de CNT), à variabilidade do material e aos métodos de fabricação. Além disso, como não há um padrão para esse teste, erros humanos podem contribuir para qualquer discrepância nos resultados (Leon; Tank; Sweat, 2022).

Tabela 16 – Resultados do ensaio de *pull-out* de todas as amostras de SFP, incluindo força, deslocamento e IFSS aparente.

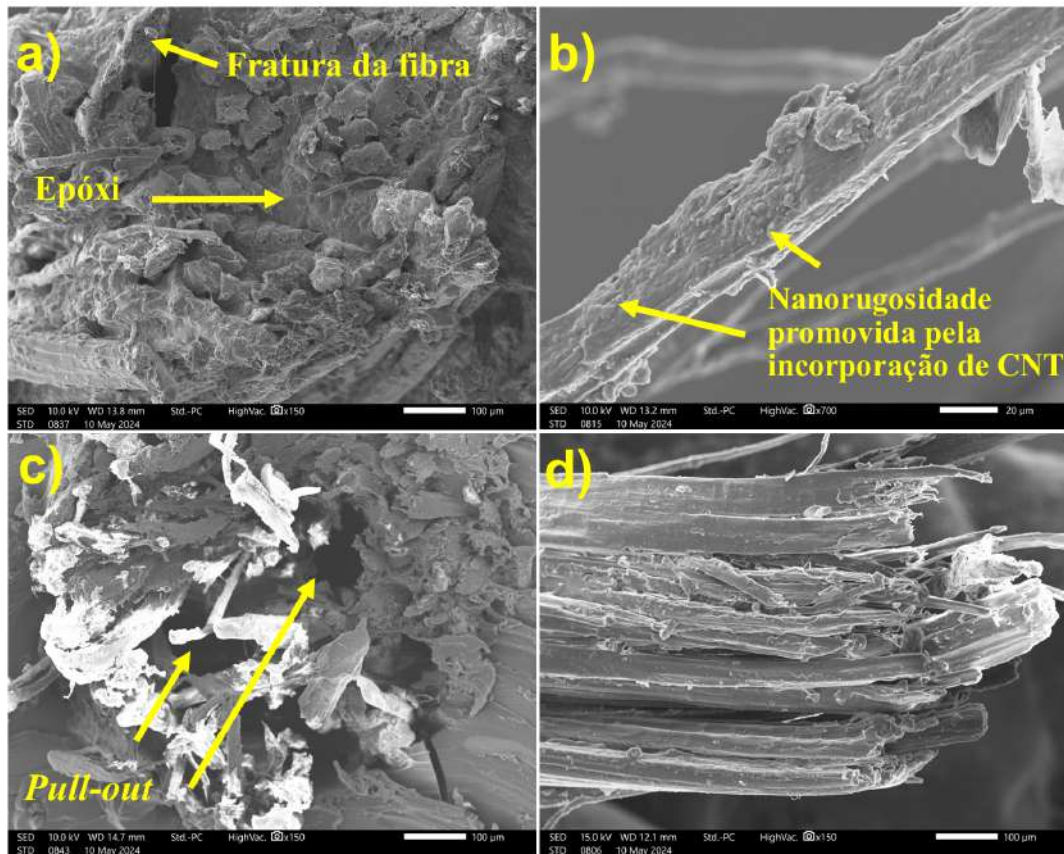
Amostra	Força (N)	Deslocamento (mm)	Diâmetro da JF (mm)	IFSS aparente (MPa)
SFP/JFEC	30,46 ±5,08	2,76 ±0,38	1,02 ±0,17	3,22 ±0,5
SFP/CNT/JFEC	36,66 ±5,59	3,34 ±0,97	1,19 ±0,12	3,29 ±0,5

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

#### 4.3.2 Resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS)

O ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos foi realizado para avaliar a adesão interfacial do compósito em escala macroscópica (Chen; Wang; Zhao, 2018). A Tabela 17 resume as informações relacionadas ao teste, como as dimensões médias da amostra e os valores aparentes de ILSS calculados a partir dos dados extraídos da máquina de teste universal. Nenhuma melhoria significativa foi encontrada com base no ILSS aparente calculado para as amostras SBS/JFEC e SBS/CNTJFEC (compósito reforçado com JF alinhadas manualmente). Em contraste, uma melhoria das propriedades interfaciais foi observada nas amostras SBSW/JFEC e SBSW/CNT/JFEC (compósito reforçado com JF em forma de tecido). A amostra incorporada com CNT (SBSW/CNT/JFEC) apresentou um aumento de 10% no ILSS aparente em comparação com a SBSW/JFEC.

Figura 45 – Imagens de microscopia: (a) boa impregnação de epóxi é observada em todas as partes da seção transversal da amostra SFP/CNT/JFEC (b) nanorugosidade formada pela incorporação de CNT na superfície da fibra promovida pelo HIEPD na amostra SFP/CNTJFEC (c) fraca adesão interfacial ou impregnação insuficiente das fibras da amostra SFP/JFEC (d) nenhuma adesão residual de epóxi na superfície da amostra SFP/JFEC é encontrada.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Observando as imagens de microscopia das amostras SBS/JFEC (Figura 46(a)) e SBS/CNT/JFEC (Figura 46(b)), é possível verificar claramente diferentes mecanismos de falha, como por exemplo *pull-out* e fratura da fibra, respectivamente. O primeiro mecanismo indica fraca adesão entre as fases fibra/matriz, enquanto o segundo indica boa adesão, que também é observado nas Figuras 46(c) e 46(d). De acordo com essas imagens, nota-se a presença de um mecanismo de adesão que é o ancoramento mecânico do epóxi sobre a JF incorporada com CNT, sugerindo que a modificação da superfície promoveu maior adesão da matriz sobre a fibra, devido à formação de uma camada interconectada e rugosa, o que aumenta a área de contato e a molhabilidade entre o epóxi e a JF (Tzounis *et al.*, 2014; Deng *et al.*, 2015b; KF *et al.*, 2018). Finalmente, na Figura 46(e), a imagem de microscopia confirma que o compósito SBSW/JFEC (sem incorporação de CNT no tecido de juta), novamente, apresentou o mecanismo de *pull-out* indicando baixa adesão entre a matriz e a fibra. Enquanto na Figura 46(f), referente ao compósito SBSW/CNTJFEC (com incorporação de CNT no tecido de juta), nota-se uma ruptura de fibra, o

que indica uma boa adesão interfacial.

A Tabela 17 apresenta as principais informações pertinentes ao ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos, como força máxima aplicada, deslocamento máximo, largura, espessura e ILSS calculado. Nota-se que, embora os SBS/JFEC e SBS/CNT/JFEC tenham evidenciado mecanismos de falha diferentes, este fato não se traduziu em uma melhoria na resistência interlaminar. Uma possível explicação para isso é a presença de vazios nesses compósitos, conforme pode ser visto nas Figuras 46(a) e 46(b). Sendo assim, faz-se necessário propor melhorias no processo de fabricação VARTM, incluindo a redução da espessura, o que diminui a probabilidade de formação de bolhas. Essa suposição é confirmada quando as imagens de microscopia das amostras SBSW/JFEC (Figura 46(e)) e SBSW/CNTJFEC (Figura 46(f)) são analisadas. Com base nessas micrografias, nota-se uma redução na presença e no tamanho dos vazios. Neste caso, a incorporação de CNTs na superfície das JFs resultou na melhoria da resistência interlaminar promovida pelo ancoramento mecânico da resina epóxi sobre a JF, conforme observado na Tabela 17. Por outro lado, como resultado da presença de *pull-out* das fibras nas amostras SBS/JFEC e SBSW/JFEC (Figuras 46(a) e (e)), tal fato resultou em menores valores de ILSS, visto que uma fraca adesão entre a matriz e a fibra resulta em baixa transferência de tensões da matriz sobre a fibra. Isso significa que a JF pode ser facilmente extraída quando uma tensão é aplicada. Este mesmo mecanismo de falha é relatado por (Seki, 2009), que avaliou a influência da modificação química da superfície nas propriedades interfaciais do compósito de fibra de juta com epóxi (JE) utilizando o teste SBS.

Tabela 17 – Informações do ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos de todas as amostras, incluindo o ILSS calculado.

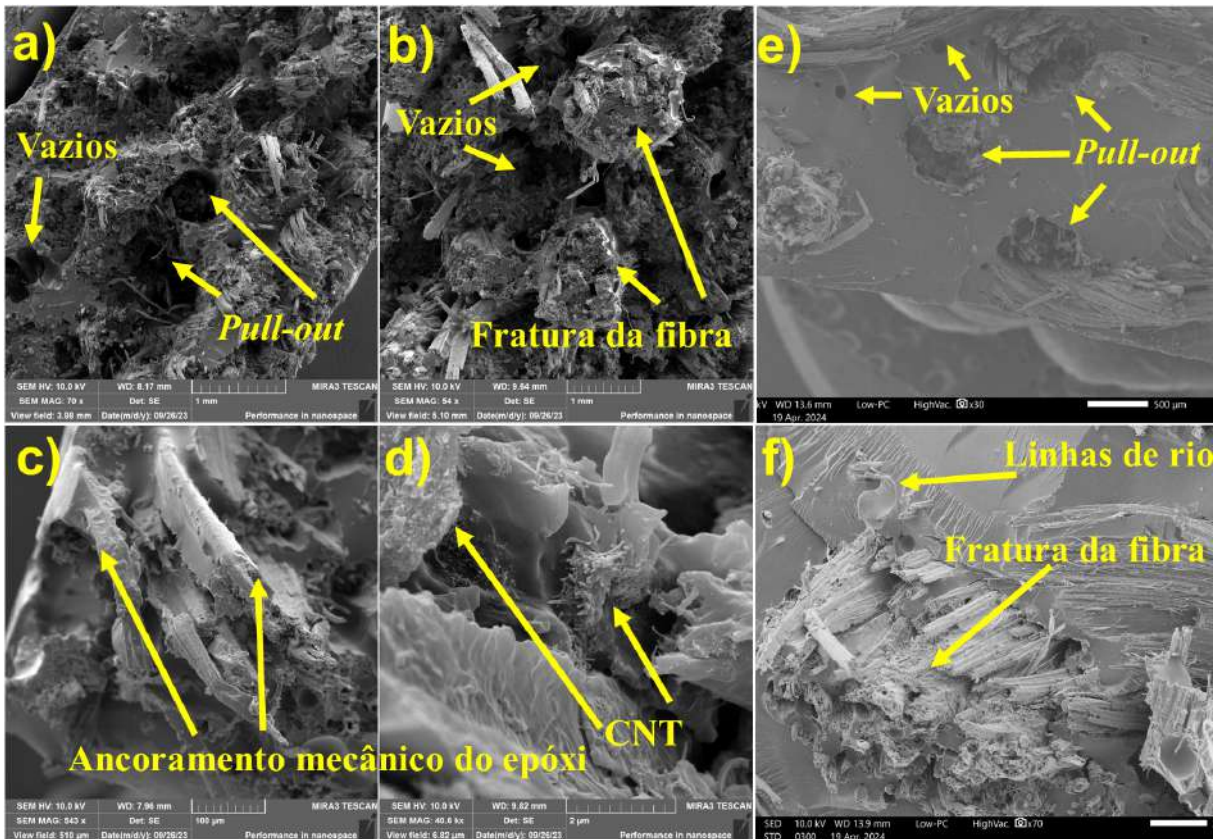
Amostra	Força (N)	Deslocamento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)	ILSS (MPa)
SBS/JF	1170,00±0,25	3,51±0,11	17,69±0,18	5,0±0,01	9,92 ±0,71
SBS/JF/CNT	1060,00 ±0,17	2,04 ±0,17	17,97 ±0,12	4,88 ±0,04	9,11 ±1,57
SBSW/JF	298,00 ± 36,82	1,28 ±0,01	12,17 ±0,05	3,45 ±0,26	5,31±0,29
SBSW/JF/CNT	380,53 ±40,42	1,32 ±0,15	12,87 ±0,71	3,82 ±0,13	5,80 ±0,22

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

### 4.3.3 Resistência à tração transversal (TT)

A resistência à tração transversal é obtida através da carga transferida para a seção transversal no meio da amostra até sua ruptura. A tensão encontrada é assumida como a distribuição uniforme de tensão no plano médio (Rosso; Varadi, 2006). A Tabela 18 resume algumas propriedades físicas das amostras TT/JFEC e TT/CNT/JFEC, incluindo as dimensões e área de todas as amostras. A tensão à tração transversal é calculada considerando a força máxima registrada durante o ensaio. De acordo com a Figura 47(a), as curvas de tensão à tração vs. deslocamento

Figura 46 – Imagens de microscopia das amostras de fratura do ensaio SBS: (a) SBS/JFEC mostrando o mecanismo de falha por *pull-out* de fibra e uma porção de vazios (b) SBS/CNT/JFEC indicando o mecanismo de quebra de fibra e quantidade de vazios (c) SBS/CNT/JFEC evidenciando o ancoramento mecânico da resina na superfície da fibra (d) SBS/CNT/JFEC boa adesão interfacial entre CNT e epóxi (e) SBSW/JFEC (tipo de reforço: tecido de fibra não tratado) mostrando o mecanismo de falha por *pull-out* de fibra e vazios (f) SBSW/CNT/JFEC (tipo de reforço: tecido de fibra tratado) evidenciando quebra de fibra.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

das amostras TT/JFEC e TT/CNT/JFEC apresentaram comportamento frágil, conforme esperado. Além disso, a Figura 47(b) representa a resistência das amostras TT/JFEC e TT/CNT/JFEC, onde os compósitos reforçados com CNT depositados na superfície da fibra exibiram os maiores valores de resistência.

Para entender os resultados acima, as imagens de microscopia mostram a superfície de fratura das amostras TT/JFEC e TT/CNT/JFEC (Figura 48). Ambas as amostras evidenciam linhas de rio, que são características do epóxi frágil (Jiang *et al.*, 2008). Além disso, essas linhas de rio também indicam a direção de propagação da trinca, que ocorre da matriz para a JF (Greenhalgh; Hiley, 2008; Jollivet; Greenhalgh, 2015). Adicionalmente, é observada uma modificação no comportamento de falha entre essas amostras promovida pela incorporação do CNT na superfície da JF. A Figura 48(a) exibe o descolamento da fibra e impressões da fibra, indicando

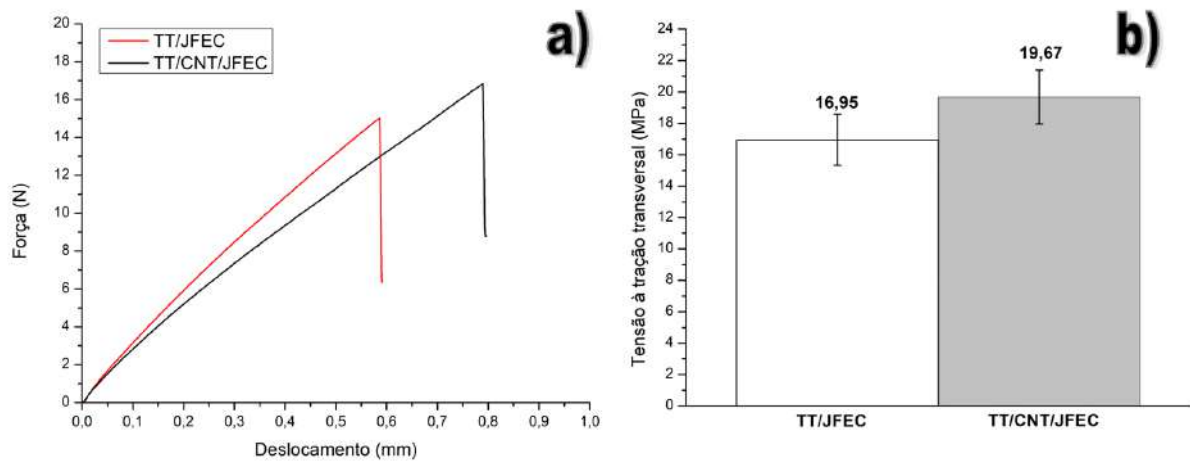
uma adesão deficiente entre a fibra e a matriz (Jiang *et al.*, 2008). Por essa razão, a amostra TT/JFEC apresentou tensão à tração transversal 17% menor do que a amostra TT/CNT/JFEC. Por outro lado, o aumento na tensão transversal pode ser atribuído ao ancoramento mecânico do epóxi na superfície da fibra, promovido pela alteração da rugosidade em nanoescala a partir da incorporação de CNT, o que resultou em uma boa transferência de tensão entre a fibra e a matriz (Shanmugam; Thiruchitrambalam, 2013). Essa evidência pode ser observada na Figura 48(b), onde alguns resíduos de epóxi permanecem na fibra e a fibra está conectada em ambos os lados das peças quebradas da amostra TT/CNT/JFEC (Li *et al.*, 2019).

Tabela 18 – Propriedades físicas e mecânicas de amostras de ensaio à tração transversal.

Amostra	Força (N)	Largura (b)	Espessura (t)	Área (mm)	Tensão TT (MPa)
TT/JFEC	650±0,04	9,83±0,33	3,92±0,14	38,52±2,14	16,95±1,62
TT/CNT/JFEC	689,37±63,96	9,80±0,1	3,58±0,29	35,10±2,55	19,67±1,72

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Figura 47 – Resistência à tração transversal:(a) Curvas de Força vs. deslocamento dos compósitos TT/JFEC and TT/CNT/JFEC (b) Valores médios da tensão à tração transversal dos compósitos TT/JFEC and TT/CNT/JFEC.

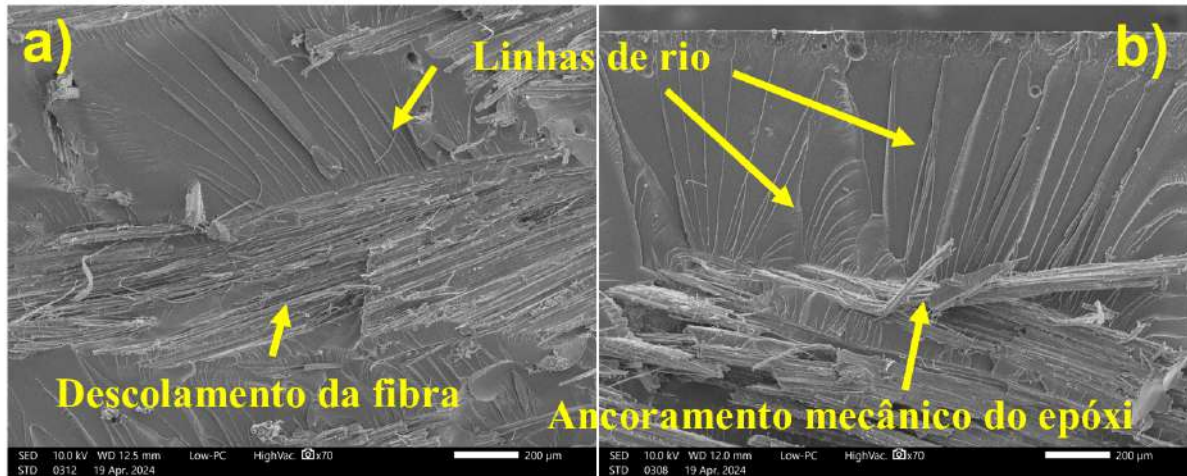


Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

#### 4.3.4 Propriedades dinâmico-mecânicas do compósito

A DMA foi realizada para investigar o módulo de armazenamento ( $E'$ ) e o fator de perda (*damping*), também conhecido como tangente delta ( $\tan\delta$ ). As curvas de  $E'$  apresentam três estágios: uma região de alto módulo, uma zona de transição, onde  $E'$  diminui repentinamente, e uma região elastomérica, onde  $E'$  atinge um platô (Silva *et al.*, 2016). A Figura 49(a) mostra

Figura 48 – Imagens de microscopia da região do feixe de fibras: (a) amostra TT/JFEC exibindo falha no mecanismo de descolamento das fibras (b) amostra TT/CNT/JFEC revelando ancoragem mecânica da epóxi na superfície da fibra.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

a variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para os dois compósitos (JFEC e CNT/JFEC) e a epóxi pura. Na região vítrea, a amostra CNT/JFEC mostra um aumento notável do  $E'$  em comparação com JFEC. A razão para essa melhoria pode ser atribuída ao aprimoramento interfacial entre fibra e matriz devido ao ancoramento mecânico da epóxi na superfície da fibra JF incorporada com CNT. Como resultado disso, ocorre uma transferência eficiente de tensões da resina epóxi para a JF e um aumento em  $E'$  (KF *et al.*, 2018; Das; Chaudhary, 2020; Shanmugam; Thiruchitrambalam, 2013). De acordo com o estudo de (Wu *et al.*, 2020), que avaliou o efeito de CNT por EPD nas propriedades dinâmico-mecânicas de compósitos reforçados com fibras de carbono e policarbonato, foi relatada uma melhoria significativa em  $E'$  atribuída ao efeito da rigidez do CNT devido às suas excelentes propriedades mecânicas. Esse raciocínio pode ser considerado neste estudo. Além disso, ao observar a curva do módulo de armazenamento (Figura 49(a)), durante o estágio de transição, pode-se observar uma diminuição em  $E'$  com o aumento da temperatura, atribuída à mobilidade molecular das cadeias poliméricas (Jr *et al.*, 2010). Já na região borrachosa,  $E'$  de ambos os compósitos mostrou um aumento (JFEC=126 MPa e CNT/JFEC=227 MPa), relacionado à rigidez das fibras de juta empregadas em comparação com a epóxi pura (10 MPa). Esse aumento de 80% em  $E'$  na região borrachosa confirma a eficácia da transferência de tensões da resina epóxi para a JF devido à deposição de CNT (Kumar *et al.*, 2020).

A tangente delta, também conhecida como fator de amortecimento, é a razão entre o módulo de perda e o módulo de armazenamento ( $\tan\delta = E''/E'$ ). A partir deste parâmetro adimensional, é possível avaliar o comportamento mecânico de amortecimento de um material. Valores altos de  $\tan\delta$  indicam a capacidade do material de ter uma grande deformação não elástica sob carga. Em outras palavras, o material dissipa mais energia, convertendo energia mecânica em

calor. Portanto, esse tipo de material é considerado um bom material de amortecimento (Costa *et al.*, 2021; Kumar *et al.*, 2020). Esse comportamento pode ser observado na epóxi pura, como mostrado na Figura 49(b), o que também é relatado por (Kumar *et al.*, 2020). Por outro lado, valores mais baixos de  $\tan\delta$  indicam maior elasticidade, o que significa que o material tende a absorver mais energia e armazená-la, em vez de dissipá-la como calor (Costa *et al.*, 2021). Em termos mais simples, o material compósito pode suportar cargas mais altas sob estresse térmico e mecânico, mantendo sua integridade estrutural (Kumar *et al.*, 2020). Observando a magnitude dos picos de  $\tan\delta$ , na Figura 49(b), é possível verificar que CNT/JFEC e JFEC são bons materiais de absorção de energia, tornando-se mais rígidos em comparação com a epóxi pura (Kumar *et al.*, 2020). Nenhuma diferença significativa é observada entre os dois compósitos, indicando que a característica de absorção de energia é atribuída ao reforço de JF no compósito (Rajendran; PK; Venkateshwaran, 2022).

Além disso, embora a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) possa ser determinada a partir do gráfico do módulo de armazenamento versus temperatura, ela também é obtida utilizando a curva de  $\tan\delta$ , onde o pico de  $\tan\delta$  é aceito como o valor de  $T_g$  (Cho *et al.*, 2019; Rathore *et al.*, 2016). De acordo com a Fig. 49(b), o  $T_g$  da epóxi pura, JFEC e CNT/JFEC são 95°C, 87°C e 89°C, respectivamente. Assim, a incorporação de CNT na superfície da JF não melhora a razão entre o módulo de perda e o módulo de armazenamento, embora ambos apresentem aumentos em seus respectivos valores. Esse tipo de comportamento também é mencionado por (Adak *et al.*, 2018). Uma discussão para entender esse resultado é apresentada na seção 4.3.5.

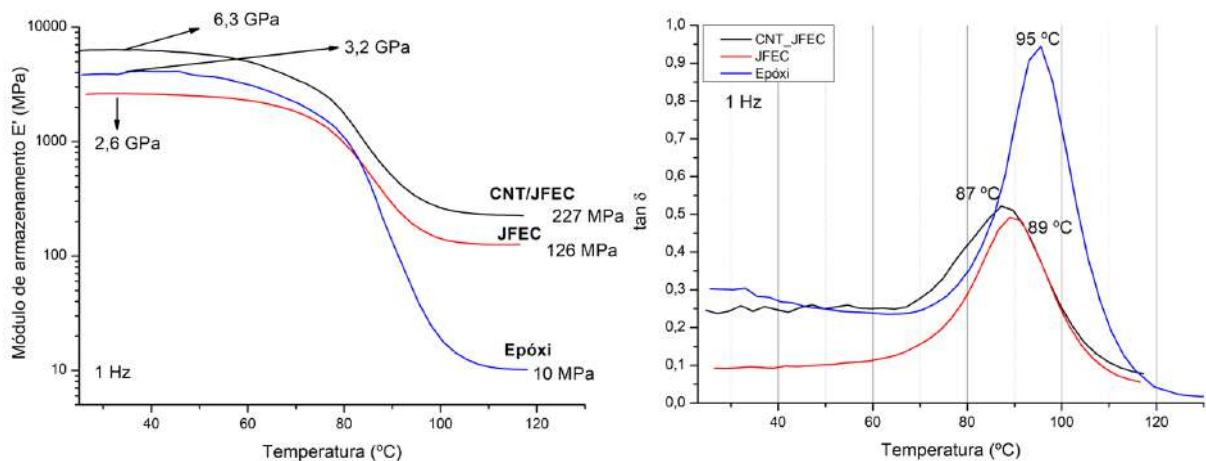


Figura 49 – Resultados do DMA para as amostras JFEC, CNT/JFEC e epóxi:(a) Módulo de armazenamento (b)  $\tan\delta$  em função da temperatura.

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

#### 4.3.5 Mecanismo de falha interfacial

Ao examinar os resultados obtidos ao longo da caracterização das JFs, a fixação de CNT na superfície da JF pode ocorrer por meio de ligações de hidrogênio (Seção 4.2 Figura 43), aprimorando propriedades superficiais da fibra, incluindo hidrofobicidade (resultados mencionados

na Subseção 4.2.1 e 4.2.5). Dessa forma, a modificação do comportamento da superfície da JF de hidrofílica para hidrofóbica pode favorecer maior molhabilidade com a matriz polimérica hidrofóbica, possibilitando uma melhora na adesão interfacial do CNTJFEC (KF *et al.*, 2018; Wu *et al.*, 2020; KF; Che; Xian, 2019).

Além disso, apesar do aumento dos grupos funcionais oxigenados na superfície da JF recoberta com CNT proporcionado pelo HIEPD, o qual foi medido por análise de XPS, como mencionado por (Iwasaki *et al.*, 2023), não se observa uma forte adesão à ligação química. Esse fato pode ser confirmado pelos resultados de DMA, nos quais não se verifica um aumento no  $T_g$  do CNTJFEC em relação ao JFEC. Assim, o aprimoramento da adesão interfacial e a modificação do mecanismo de falha do CNTJFEC observados neste estudo podem ser atribuídos à deposição de CNT, que pode ter alterado a rugosidade em escala nanométrica sobre a superfície da JF. Essa rugosidade em escala nanométrica pode atuar como um agente que promove o intertravamento mecânico, possibilitando a ancoragem mecânica da resina epóxi na fibra. A deposição homogênea de CNT na superfície da JF também aumenta a área de superfície e proporciona melhor adesão entre a fibra e a matriz. Como resultado disso, as propriedades mecânicas do compósito são aprimoradas devido à eficiência na transferência de carga (Tzounis *et al.*, 2014; Seki, 2009; Deng *et al.*, 2015b; KF *et al.*, 2018; Leon; Tank; Sweat, 2022; KF; Che; Xian, 2019).

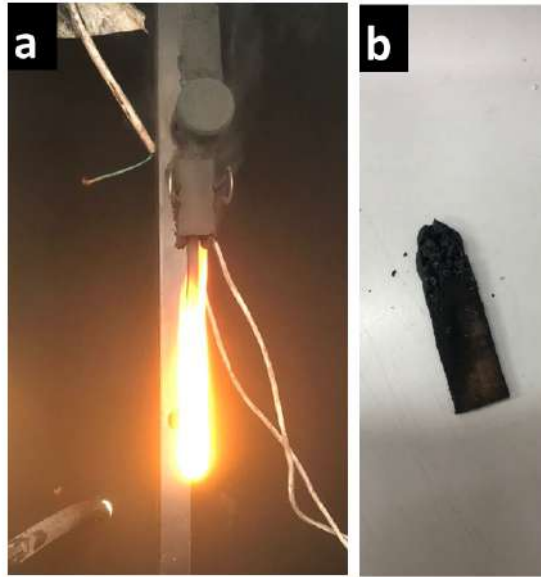
#### 4.3.6 Ensaio de flamabilidade do compósito

##### 4.3.6.1 Ensaio de flamabilidade vertical do compósito

Para o ensaio de flamabilidade vertical foram considerados 5 corpos de prova para cada tipo de material: JFEC e CNTJFEC. A partir deste ensaio, foram registrados os tempos  $t_1$ ,  $t_2$  e  $t_3$  e a análise do indicador de algodão. Tais resultados estão disponíveis na Tabela 19. Observando os dados obtidos, tanto o JFEC quanto o CNTJFEC não são classificados como V-0, V-1 e V-2, visto que os critérios de avaliação, conforme apresentado na Tabela 9, não foram satisfeitos, como por exemplo: o tempo de queima de cada amostra individual após a retirada da chama foi superior a 30 s e as amostras foram queimadas ao longo de todo o comprimento até a região de fixação, conforme representado na Figura 50.

De acordo com os resultados, o material não pode ser considerado autoextinguível, já que a chama não é interrompida automaticamente após a remoção da fonte de ignição. No entanto, nota-se que o tempo medido até a completa combustão é maior no CNTJFEC ( $169,60 \pm 46,76$ ) em comparação ao JFEC ( $123,4 \pm 27,16$ ), indicando que a introdução de CNT sobre a superfície do compósito atua como retardante de chama, visto que está contribuindo para o atraso da propagação da chama. Apesar dos compósitos analisados não serem classificados como V-0, V-1 e V-2, nenhum deles apresentou gotejamento no indicador de algodão. Desta forma, em situações de incêndio, este fato favorece maior controle da região afetada, visto que, em muitas situações, o gotejamento é responsável pela extensão do fogo (Bhattacharyya; Subasinghe; Kim, 2015; Shi *et al.*, 2022).

Figura 50 – Ensaio de flamabilidade vertical: a) Corpo de prova em chamas fixado no suporte b) Corpo de prova consumido pela chama até a região da fixação.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Os resultados obtidos foram similares ao reportado por Silva *et al.* (2022), que avaliaram a influência da introdução de trihidróxido de alumina (ATH) em compósitos reforçados com fibras de algodão e matriz de poliuretano (PU) nas propriedades de flamabilidade e mecânicas. Apesar dos compósitos com adição de ATH no PU apresentarem ação retardante, não foram classificados como V-0, V-1 e V-2, visto que os tempos pós-chama foram de  $142,93 \pm 7,94$  s para os compósitos sem qualquer adição de nanopartículas no PU e  $180,07 \pm 11,38$  s e compósitos com adição de ATH no PU. Adicionalmente, todas as amostras apresentaram gotejamento no indicador de algodão, confirmando a não conformidade com a norma ASTM 3801.

#### 4.3.6.2 Ensaio de flamabilidade horizontal do compósito

No ensaio de flamabilidade horizontal, 10 corpos de prova foram considerados para cada tipo de compósito. Neste ensaio, a taxa de queima é um critério utilizado pra classificar o material que está sendo analisado como HB, a qual é comumente medida em  $mm/min$ . Vale lembrar que essa taxa de queima é resultante do tempo registrado após a chama alcançar a marca de 25 mm ou até a chama se extinguir. Os resultados obtidos a partir deste ensaio, incluindo comprimento queimado, tempo e taxa de queima para os compósitos JFEC e CNTJFEC, estão disponíveis na Tabela 20.

De acordo com os resultados, a taxa de queima encontrada do CNTJFEC foi menor que a do JFEC, indicando que a presença do CNT na superfície da JF altera o comportamento de propagação de chama no compósito de matriz epóxi. Tal redução da taxa de queima foi aproximadamente de 48% (JFEC:  $16,39 \pm 1,23$   $mm/min$  e CNTJFEC:  $11,09 \pm 0,87$   $mm/min$ ).

Tabela 19 – Resultados do ensaio de flamabilidade vertical do compósito JFEC e CNTJFEC.

Amostra	JFEC				
	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	Queima até a região fixada	Algodão pegou fogo?
1	150,00	-	-	Sim	Não
2	106,00	-	-	Sim	Não
3	156,00	-	-	Sim	Não
4	104,00	-	-	Sim	Não
5	101,00	-	-	Sim	Não
<b>Soma</b>	<b>617,00</b>	-	-	-	-
<b>Média</b>	<b>123,40</b>	-	-	-	-
<b>Desvio padrão</b>	<b>27,16</b>	-	-	-	-
Amostra	CNTJFEC				
	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	Queima até a região fixada	Algodão pegou fogo?
1	180,00	-	-	Sim	Não
2	124,00	-	-	Sim	Não
3	118,00	-	-	Sim	Não
4	221,00	-	-	Sim	Não
5	205,00	-	-	Sim	Não
<b>Soma</b>	<b>848,00</b>	-	-	-	-
<b>Média</b>	<b>169,60</b>	-	-	-	-
<b>Desvio padrão</b>	<b>46,76</b>	-	-	-	-

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

No entanto, da mesma forma que no ensaio de flamabilidade vertical, o CNT demonstrou ser eficaz apenas na redução da propagação da chama, mas teve baixa eficiência em extinguir o fogo.

Baseado nos critérios de classificação preconizados pela norma ASTM D635, pode-se observar que a taxa de queima de ambos os compósitos (JFEC e CNTJFEC) é inferior a 40 mm/min (conforme apresentado na Tabela 10). Sendo assim, esses compósitos podem ser classificados como HB (*Horizontal Burning*), indicando que o material possui um comportamento relativamente seguro quando exposto a fontes de ignição em posição horizontal. Essa classificação é geralmente usada para plásticos que não precisam de alta retardância à chama em aplicações de baixo risco de incêndio (Muralidharan *et al.*, 2024).

De modo geral, avaliando os resultados do ensaio de flamabilidade vertical e horizontal, nota-se que a introdução de CNTs pode reduzir a taxa de queima dos materiais, as quais podem estar associadas à formação de uma camada carbonizada (*char*) na superfície das fibras, que atua como uma barreira térmica. A formação dessa camada protetora reduz o contato entre os gases voláteis inflamáveis e oxigênio, desacelerando o processo de queima das fibras. Este mecanismo pode explicar o efeito observado na redução de propagação do fogo no CNTJFEC (Kashiwagi *et al.*, 2005a; Cipiriano *et al.*, 2007; Łukawski *et al.*, 2020).

Tabela 20 – Resultados do ensaio de flamabilidade horizontal dos compósitos JFEC e CNTJFEC.

Amostra	CNTJFEC			JFEC		
	Tempo (min)	Comprimento queimado (mm)	Taxa de queima (mm/min)	Tempo (min)	Comprimento queimado (mm)	Taxa de queima (mm/min)
1	7,33	74,63	10,18	5,01	75,00	14,97
2	6,62	74,00	11,18	4,40	75,00	17,05
3	6,29	75,00	11,92	4,37	75,00	17,16
<b>Média</b>	<b>6,75</b>	<b>74,54</b>	<b>11,09</b>	<b>4,59</b>	<b>75,00</b>	<b>16,39</b>
<b>Desvio Padrão</b>	<b>0,53</b>	<b>0,51</b>	<b>0,87</b>	<b>0,36</b>	<b>0,00</b>	<b>1,23</b>

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

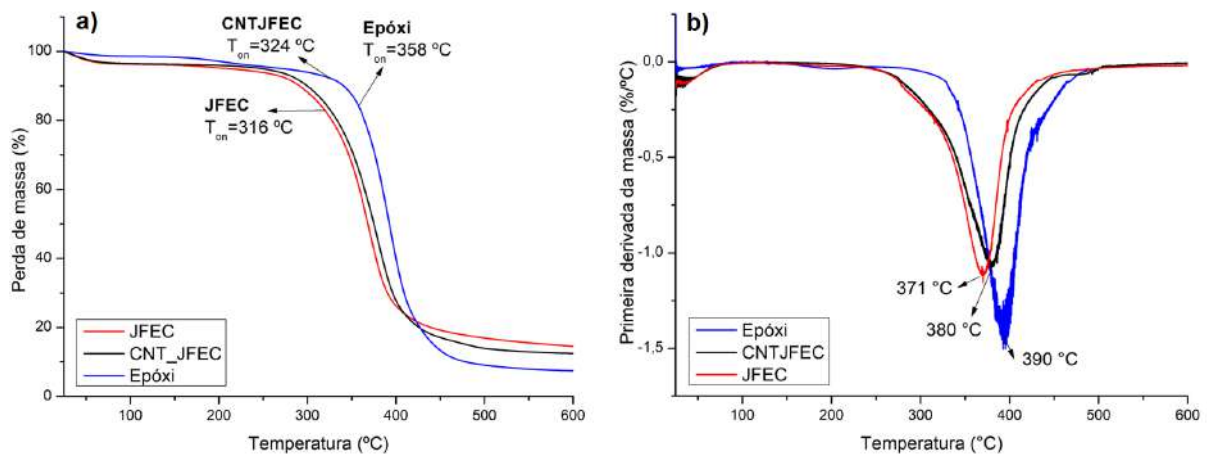
Considerando a resolução (Conselho Nacional de Trânsito - CONTRAN) N° 498, de julho de 2014, os materiais empregados nos revestimentos internos de veículos exigidos no Brasil podem apresentar taxas de queima de no máximo  $100 \text{ mm/min}$  (CONSELHO NACIONAL DE TRÂNSITO, 2014). Comparando os resultados obtidos pelo JFEC e CNTJFEC, ambos os compósitos estariam atendendo aos requisitos desta resolução. No entanto, no caso de aplicação em aeronaves, que estão constantemente suscetíveis a fatalidades como incêndios pós-acidentes, os materiais devem estar de acordo com as exigências da *Federal Aviation Regulations - FAR 25.853* (Regulamentos Federais de Aviação), incluindo o ensaio de queima vertical (Shi *et al.*, 2022). Para isso, a adição de retardantes de chama com proporções adequadas na matriz poderia ser uma alternativa para obter materiais autoextinguíveis.

#### 4.3.7 Estabilidade térmica do compósito

De acordo com os resultados do TG, conforme apresentado na Figura 51(a), nota-se que as amostras apresentam perda de massa abaixo de  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , que pode estar associada à presença de umidade. Devido à natureza hidrofílica das fibras naturais, a degradação é mais acentuada nos compósitos JFEC e CNTJFEC (Azwa; Yousif, 2013; Methacanon *et al.*, 2010; Kumar; Ganguly; Purohit, 2023). A partir das temperaturas  $T_{onset}$  (temperatura na qual o material passa a sofrer degradação térmica de forma perceptível) destacadas no gráfico da Figura 51(a), pode-se verificar que o epóxi inicia a degradação a partir de  $358 \text{ }^\circ\text{C}$ . Este valor é comparável com valores reportados na literatura, que relatam que a degradação térmica do epóxi ocorre de  $300$  a  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  (Bannov *et al.*, 2020; Cavalcanti *et al.*, 2021). Já para os compósitos JFEC e CNTJFEC, a partir da temperatura de  $316 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $324 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente, ocorre a degradação térmica dos principais constituintes lignocelulósicos, como a hemicelulose, celulose e lignina, conforme discutido ao longo da subseção 4.2.2.

Na análise de DTG, apresentado na Figura 51(b) pode-se observar um deslocamento dos picos de degradação máxima. O epóxi puro se degrada a 375°C, enquanto o JFEC e CNTJFEC apresentam picos de degradação a 371°C e 380°C, respectivamente. Conforme pode ser observado, os resultados da DTG evidenciam o impacto positivo da adição de CNTs sobre a superfície da fibra, que promovem maior estabilidade térmica ( $\approx 9^\circ\text{C}$  maior que o JFEC), retardando o processo de degradação. Conforme já discutido, os CNTs podem agir como barreiras para a propagação do calor, retardando a degradação térmica. Este tipo de comportamento corrobora com o resultado e mecanismo apresentados no ensaio de flamabilidade (subseção 4.3.6.1).

Figura 51 – Curvas de TG e DTG do JFEC, CNTJFEC e epóxi: a) Perda de massa vs. temperatura, b) derivada termogravimétrica vs. temperatura.



#### 4.3.8 Ensaio de condutividade elétrica do compósito

A partir desta análise, pode-se notar que a introdução de CNT sobre a superfície da JF resulta no aumento da condutividade elétrica do compósito CNTJFEC em relação ao JFEC. De acordo com os resultados exibidos na Figura 52, nota-se um aumento do valor da condutividade elétrica em 6 ordens de grandeza. Este aumento na condutividade elétrica pode ser explicado pela formação de caminhos condutores resultantes da rede interconectada de CNT promovida pela HIEPD, conforme comentado no resultado obtido na análise de condutividade da JF (Subseção 4.2.6).

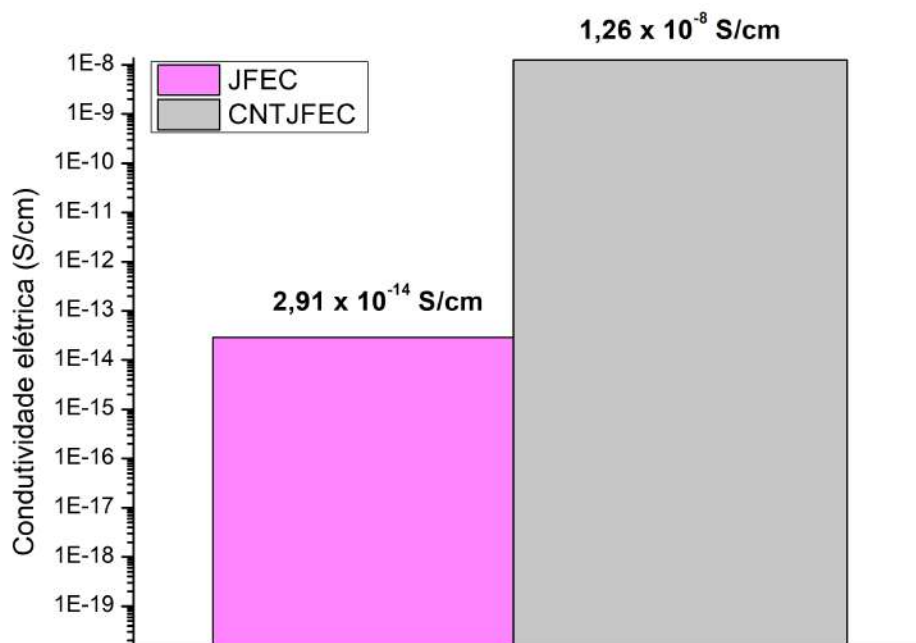
Ao comparar os resultados do presente estudo com alguns resultados reportados na literatura, pode-se verificar um comportamento semelhante (Tabela 21). No estudo de Wu *et al.* (2020), eles avaliaram o efeito da deposição de CNT sobre a superfície da fibra de carbono em compósitos de matriz policarbonato (CF-PC) na condutividade elétrica. Ao aplicar o CNT na superfície da fibra de carbono usando o HIEPD, a condutividade elétrica aumentou de  $1,45 \times 10^{-5}$  para  $1,61 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$  (compósito reforçado com fibra de carbono incorporada com CNT e matriz de policarbonato - (CF-CNT-PC)), o que representa um aumento de 11%.

Adicionalmente, neste estudo, eles investigaram a influência da pré-impregnação do tecido usando uma solução polimérica. Este pré-tratamento resultou em uma melhoria expressiva na condutividade elétrica do compósito reforçado com fibras pré-tratadas e incorporadas com CNT de matriz de policarbonato (P-CF-CNT-PC), que apresentou um valor de  $2,23 \times 10^{-5} S/cm$ .

Já no estudo de Kim *et al.* (2019), foi introduzido CNT sobre a superfície das fibras com a finalidade de melhorar as propriedades de compósitos reforçados com fibra de basalto e matriz epóxi (BF-EC), através da técnica *dip-dry*. Para verificar a influência do teor de CNT nas propriedades elétricas dos compósitos, diferentes ciclos de imersão e secagem foram realizados (0, 1, 2, 3, 5 e 10). Conforme pode ser visto na Tabela 21, o compósito reforçado com fibra de basalto revestida de CNT e matriz epóxi (CNT-BF-EC) com 10 ciclos e teor de 2,65% em peso de CNT apresentou um valor de  $1,44 \times 10^{-1} S/cm$ , enquanto o BF-EC exibiu um valor de  $3,25 \times 10^{-9} S/cm$ .

De acordo com os resultados exibidos na Tabela 21, pode-se concluir que, quando o CNT é introduzido sobre a superfície de fibras com caráter isolante, como é o caso da JF e BF, há uma melhoria significativa na condutividade elétrica dos seus respectivos compósitos. Isso se deve à presença dos CNTs, que formam redes condutoras interconectadas, que permitem que as cargas elétricas fluam de maneira eficiente ao longo das fibras incorporadas com CNT no compósito (Doshi *et al.*, 2015; Kim *et al.*, 2019; Wu *et al.*, 2020; Gao; Mäder, 2015).

Figura 52 – Resultado do ensaio de condutividade elétrica dos compósitos JFEC e CNTJFEC.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Tabela 21 – Resultados de ensaios de condutividade elétrica de compósitos com fibras incorporadas com CNT reportados na literatura.

Compósito	Condutividade elétrica (S.cm <sup>-1</sup> )	Referência
JFEC	$2,91 \times 10^{-14}$	Presente estudo
CNTJFEC	$1,26 \times 10^{-8}$	Presente estudo
Fibra de carbono + policarbonato	$1,45 \times 10^{-5}$	Wu <i>et al.</i> (2020)
Fibra de carbono/policarbonato/CNT	$1,61 \times 10^{-5}$	Wu <i>et al.</i> (2020)
Fibra de carbono tratada/policarbonato/CNT	$2,23 \times 10^{-5}$	Wu <i>et al.</i> (2020)
Fibra de basalto/epóxi	$3,25 \times 10^{-9}$	Kim <i>et al.</i> (2019)
Fibra de basalto/epóxi/CNT	$1,44 \times 10^{-1}$	Kim <i>et al.</i> (2019)

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

#### 4.3.9 Ensaio de absorção de água

A Tabela 22 apresenta os resultados do ensaio de absorção de água realizado baseado na norma ASTM D570 (ASTM International, 2018). Nota-se que, ao considerar o critério de saturação através de medições consecutivas, a diferença entre as últimas três medições para ambos os compósitos é maior que 5 mg, indicando que a saturação completa não foi atingida. Já ao adotar o critério de 1%, para ambos os compósitos, a saturação também não foi atingida, pois as diferenças de massa consecutivas entre as últimas medições ainda são maiores que os valores calculados pelo critério de 1% (WA/JFEC=0,01 × 0,0397=0,0003973 g e WA/CNTJFEC=0,01 × 0,0418=0,000418 g), conforme apresentado no gráfico da Figura 53(a). Desta forma, seriam necessários mais alguns ciclos de aferições a cada duas semanas. Por esta razão, baseado em algumas considerações baseadas na literatura (as quais serão elencadas no próximo parágrafo) somadas à restrição de tempo, optou-se por interromper os ensaios de absorção de água, visto que algumas conclusões já poderiam ser extraídas a partir dos resultados coletados.

O fato de as fibras vegetais apresentarem caráter hidrofílico, devido à alta disponibilidade de grupos hidroxila na estrutura da celulose presente nas JFs, explica a razão pela qual os compósitos WA/JFEC e WA/CNTJFEC apresentaram alta absorção de água, conforme apresentado no gráfico da Figura 53(b) (Alamri; Low, 2012; Maslinda *et al.*, 2017). Esses percentuais são comparáveis aos valores do Nylon 6, que apresentam percentual de absorção de água próximo de 9%, que é considerado um material altamente higroscópico devido à presença de ligações de hidrogênio (Miri *et al.*, 2009). Por esta razão, a própria norma ASTM D570 estabelece que, para corpos de prova de Nylon 6, com espessura de 3,2 mm, o tempo necessário para atingir 95% de saturação é de aproximadamente 1000 h (ASTM International, 2018). Sendo assim, considerando a similaridade de percentual de absorção de água mencionada acima, assumiu-se que 864 h seriam suficientes para analisar o comportamento dos compósitos mediante imersão de longa duração. Uma razão que reforça a viabilidade desta extrapolação é o fato de que todas as amostras reportadas na literatura (Maslinda *et al.*, 2017; Kazi *et al.*, 2022; Saha; Bal, 2017;

Anbukarasi; Kalaiselvam, 2015) apresentam um comportamento de absorção de água inicial que tende a se manter ao longo do tempo, inclusive na fase final do ensaio (Figura 53). Isso evidencia que o padrão observado nas etapas iniciais é representativo do comportamento global do material, proporcionando maior embasamento nos dados obtidos até o momento.

A proposta de adicionar CNT sobre a superfície da JF visava reduzir o percentual de absorção de água neste ensaio, porém não foi possível obtê-lo. O mecanismo esperado era que a cobertura homogênea de CNTs poderia formar uma camada que reduzisse os poros expostos da fibra, diminuindo a capilaridade da água no compósito. De acordo com o que foi reportado nos ensaios de microscopia das fibras tratadas (subseção 4.2.1), observa-se uma deposição homogênea dos CNTs sobre a superfície das JFs. No entanto, pelo fato de não ter sido possível mensurar a rugosidade da deposição de CNT, não há informações relativas ao controle da espessura. Dessa forma, pode-se considerar a hipótese de que está ocorrendo a formação de uma rede interconectada de CNT, porém com espessuras de camadas diferentes. Este fato pode implicar em adesões heterogêneas (regiões com alta adesão e baixa adesão), formando microespaços entre a fibra e a matriz (Gao; Mäder, 2015). São nessas regiões que podem ocorrer maior absorção de água, seja por capilaridade ou difusão (Azwa; Yousif, 2013; Methacanon *et al.*, 2010).

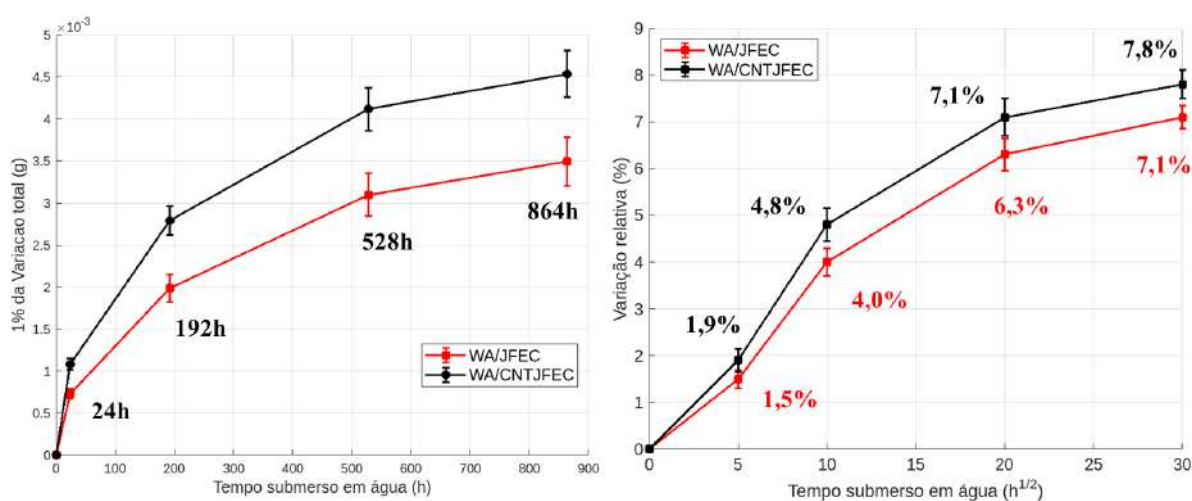
Outra hipótese que pode ser destacada é o fato de que a espessura inicial do WA/CNTJFEC é aproximadamente 0,7 mm maior que a do WA/JFEC, o que influencia na taxa de difusão (Maslinda *et al.*, 2017). Este fato, por ora, é uma limitação do processo VARTM com fibras incorporadas com CNT, visto que, de modo geral, os CNTJFEC tendem a apresentar maior espessura, sendo um dos pontos a serem aperfeiçoados. Apesar disso, ao analisar a Tabela 23, que apresenta o registro dos valores médios das dimensões iniciais e finais dos compósitos WA/JFEC e WA/CNTJFEC, nota-se um aumento de todas as dimensões, sendo a espessura a que apresentou maior aumento, em ambos os compósitos WA/JFEC e WA/CNTJFEC, 2,03% e 3,78%, respectivamente. Este aumento pode ser explicado pelas duas hipóteses discutidas. De modo geral, pode-se concluir que a adição de CNT não promoveu alguma melhoria nas propriedades de absorção de água dos compósitos.

Tabela 22 – Ensaio de absorção de água: registro das massas e variações ao longo do tempo dos compósitos WA/JFEC e WA/CNTJFEC.

Horas	Massa JFEC (g)	Variação (g)	Massa CNTJFEC (g)	Variação (g)
0	4,9344 ± 0,3818	-	5,8289 ± 0,3508	-
24	5,0077 ± 0,3873	0,0733	5,9373 ± 0,3520	0,1084
192	5,1334 ± 0,4016	0,1257	6,1083 ± 0,3559	0,1709
528	5,1334 ± 0,4057	0,1110	6,2409 ± 0,3605	0,1326
864	5,2842 ± 0,4067	0,0397	6,2827 ± 0,3538	0,0418

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Figura 53 – Variação percentual de absorção de água dos corpos de prova ao longo do experimento.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Tabela 23 – Valores médios das características dimensionais como comprimento, largura e espessura dos corpos de prova WA/JFEC e WA/CNTJFEC antes e depois do ensaio de absorção de água.

<b>Característica dimensional</b>	<b>JFEC</b>	<b>(%)</b>	<b>Característica dimensional</b>	<b>CNTJFEC</b>	<b>(%)</b>
Largura inicial (mm)	31,58 ±0,99	<b>1,58</b>	Largura inicial (mm)	31,67 ±0,49	<b>0,89</b>
Largura final (mm)	32,08 ±1,03		Largura final (mm)	31,95 ±0,56	
Comprimento inicial (mm)	44,48 ±1,68	<b>0,49</b>	Comprimento inicial (mm)	44,17 ±0,67	<b>0,42</b>
Comprimento final (mm)	44,70 ±1,77		Comprimento final (mm)	44,35 ±0,65	
Espessura inicial (mm)	3,28 ±0,28	<b>2,03</b>	Espessura inicial (mm)	3,97 ±0,31	<b>3,78</b>
Espessura final (mm)	3,35 ±0,30		Espessura final (mm)	4,12 ±0,30	

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

## 5 CONCLUSÃO

A deposição de nanotubos de carbono (CNT) sobre a superfície fibra de juta (JF) a partir do processo de eletroforese modificada com impulsos de alta tensão (HIEPD) foi obtida com sucesso. A influência do tipo de pulso e tipo de suspensão utilizado no processo de EDP foi avaliada. De acordo com os resultados, é necessário garantir uma suspensão com CNT estável e dispersa, a qual foi obtida a partir da introdução do Dodecil Sulfato de Sódio (SDS). Através de uma solução estável, obtém-se uma deposição homogênea e eficiente sobre a JF. Quando o tipo de suspensão ideal é combinado com os pulsos intermitentes de alta tensão positivos e negativos, é possível depositar maior quantidade e de forma mais homogênea.

Esta quantificação de CNT depositados sobre a superfície da JF foi realizada através da análise de termogravimetria (TG), onde o resíduo encontrado em cada amostra corresponde ao percentual de CNT depositado. Por outro lado, uma deposição uniforme foi corroborada por meio das análises de microscopia e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS). Devido à rede interconectada de CNT obtida sobre a fibra, de acordo com o EIS, foi possível transformar a superfície da fibra natural em condutora. Além disso, pode-se alterar o comportamento hidrofílico das fibras, o qual foi confirmado pelo ensaio de ângulo de contato. Já as análises de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) evidenciaram a ausência de degradação da celulose tanto nas amostras tratadas quanto nas não tratadas. De acordo com o resultado de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS), um aumento de oxigênio é observado nas amostras tratadas em relação às não tratadas, o que pode promover interações via ligações de hidrogênio com os grupos de oxigênio do epóxi, aprimorando as propriedades interfaciais do compósito. No entanto, a partir das caracterizações mecânicas do compósito JFEC, juntamente com a análise de fractografia, pode-se perceber que o mecanismo responsável por promover diferenças significativas foi a alteração da rugosidade em escala nanométrica, promovida pela modificação superficial a partir da deposição de CNT. Essa modificação melhora a transferência de carga entre a matriz epóxi e as fibras, devido à ancoragem mecânica, resultando em propriedades interfaciais e mecânicas superiores.

De acordo com os resultados do SFP, pode-se concluir que esta técnica não demonstrou um aumento significativo no IFSS devido a limitações como variabilidade do material, geometria da fibra e sensibilidade a erros humanos. No entanto, foi possível observar melhorias no mecanismo de falha quando CNTs foram introduzidos, sugerindo um comportamento mais eficiente de transferência de carga. Por outro lado, o ensaio de cisalhamento interlaminar de 3 pontos mostrou uma melhoria no processo de fabricação, com uma redução no teor de vazios observada nas imagens de microscopia. Além disso, os compósitos CNTJFEC apresentaram um aumento de 10% no ILSS aparente em comparação com os compósitos JFEC, destacando a influência positiva dos CNTs na resistência interlaminar. Tal melhoria pode ser atribuída à presença do mecanismo de adesão chamado ancoramento mecânico, indicando que a adesão entre a matriz e a fibra pode ter ocorrido pela alteração da rugosidade em nanoescala que possibilita maior

molhabilidade da resina sobre a JF. Já nos ensaios de tração transversal (TT), os compósitos CNTJFEC exibiram uma tensão de tração 17% maior que os compósitos JFEC, indicando uma adesão mais eficaz sob cargas transversais, também devido à ancoragem mecânica promovida pelos CNTs. Por fim, os resultados do DMA indicaram um aumento notável no módulo de armazenamento nas regiões vítrea e borrachosa para os compósitos CNTJFEC em comparação aos JFEC, sugerindo uma adesão eficaz entre as fibras modificadas e a matriz epóxi.

Em relação às propriedades elétricas do compósito, os resultados demonstraram um aumento expressivo da condutividade elétrica no compósito CNTJFEC em relação ao JFEC, com um aumento de até 6 ordens de grandeza. Esse comportamento foi atribuído à formação de redes condutoras interconectadas promovidas pela HIEPD, que facilitou a condução de cargas elétricas ao longo das fibras incorporadas com CNT.

Já os resultados obtidos nos ensaios de flamabilidade vertical e horizontal evidenciam que a introdução de CNT na superfície das JFs em compósitos de matriz epóxi promove alterações significativas no comportamento frente à propagação de chama. Embora o material não possa ser considerado autoextinguível, a presença de CNT contribuiu para a redução da taxa de queima em aproximadamente 48%, indicando a formação de uma camada carbonizada (*char*) na superfície das fibras, que atua como barreira térmica. Essa camada protetora reduz o contato entre gases voláteis inflamáveis e o oxigênio, retardando a propagação do fogo. De forma complementar, os resultados da análise de termogravimetria corroboram os mecanismos discutidos nos ensaios de flamabilidade, reforçando a eficácia dos CNTs na melhoria das propriedades térmicas do CNTJFEC em aproximadamente 9°C em relação ao JFEC.

Embora tenha ocorrido uma mudança na superfície das fibras, a partir da adição de CNT, a absorção de água não foi significativamente reduzida. Acredita-se que a variação na espessura da rede de CNTs tenha causado adesões heterogêneas, formando microespaços na interface fibra-matriz, favorecendo a absorção por capilaridade ou difusão. O controle da espessura dos CNTs permanece um desafio para o HIEPD.

De modo geral, pode-se concluir que a estratégia de depositar CNT na superfície de JFs por meio do HIEPD é uma estratégia eficaz para melhorar as propriedades mecânicas, elétricas, térmicas e de flamabilidade do JFEC. Sendo assim, este compósito multifuncional apresenta potencialidade para tornar-se um material competitivo, visto que apresenta um processo de modificação *ecofriendly* e matéria-prima renovável.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir deste trabalho, sugere-se a continuação da pesquisa pelas seguintes propostas:

- Avaliar a influência de diferentes concentrações de CNT na suspensão aquosa e diferentes distâncias entre os eletrodos na deposição sobre a superfície de fibras naturais.
- Controlar a espessura da nanopartícula depositada sobre fibras isolantes e de superfície complexa.
- Desenvolver um projeto a fim de possibilitar um *scale up* do HIEPD, permitindo maior produtividade, visto que o tratamento será realizado diretamente no tecido.
- Promover melhorias no processo de fabricação VARTM, incluindo o controle da espessura do compósito.

## REFERÊNCIAS

- ADAK, Nitai Chandra *et al.* Effects of hydrazine reduced graphene oxide on the inter-laminar fracture toughness of woven carbon fiber/epoxy composite. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 149, p. 22–30, 2018. Citado na página 91.
- AGEORGES, C; FRIEDRICH, K; YE, L. Experiments to relate carbon-fibre surface treatments to composite mechanical properties. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 59, n. 14, p. 2101–2113, 1999. Citado na página 31.
- ALAM, Ashraful; WAN, Chaoying; MCNALLY, Tony. Surface amination of carbon nanoparticles for modification of epoxy resins: plasma-treatment vs. wet-chemistry approach. *European Polymer Journal*, Elsevier, v. 87, p. 422–448, 2017. Citado 7 vezes nas páginas 17, 34, 35, 38, 70, 76 e 79.
- ALAM, MM; MANIRUZZAMAN, M; MORSHED, MM. Application and advances in microprocessing of natural fiber (jute)–based composites. Elsevier, 2014. Citado na página 25.
- ALAMRI, Hatem; LOW, It Meng. Mechanical properties and water absorption behaviour of recycled cellulose fibre reinforced epoxy composites. *Polymer testing*, Elsevier, v. 31, n. 5, p. 620–628, 2012. Citado na página 98.
- ALVAREZ, V; RODRIGUEZ, E; VÁZQUEZ, Analía. Thermal degradation and decomposition of jute/vinylester composites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Springer, v. 85, n. 2, p. 383–389, 2006. Citado na página 72.
- ALVES, Cristiano *et al.* Sustainable design of automotive components through jute fiber composites: an integrated approach. In: *New Trends and Developments in Automotive Industry*. [S.l.]: IntechOpen, 2011. Citado 4 vezes nas páginas 26, 27, 72 e 74.
- AMMAM, Malika. Electrophoretic deposition under modulated electric fields: a review. *RSC advances*, Royal Society of Chemistry, v. 2, n. 20, p. 7633–7646, 2012. Citado 3 vezes nas páginas 18, 37 e 38.
- ANBUKARASI, K; KALAISELVAM, S. Study of effect of fibre volume and dimension on mechanical, thermal, and water absorption behaviour of luffa reinforced epoxy composites. *Materials & Design (1980-2015)*, Elsevier, v. 66, p. 321–330, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 98 e 99.
- ASTM International. *Standard Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates*. 2013. West Conshohocken: ASTM International. Available at: <<https://www.astm.org/standards/d3801.html>>. Citado 2 vezes nas páginas 31 e 58.
- ASTM International. *ASTM D570: Standard Test Method for Water Absorption of Plastics*. 2018. West Conshohocken: ASTM International. Available at: <<https://www.astm.org/standards/d570.html>>. Citado 3 vezes nas páginas 59, 61 e 98.
- ASTM International. *ASTM D3801: Standard Test Method for Measuring the Comparative Burning Characteristics of Solid Plastics in a Vertical Position*. 2022. West Conshohocken: ASTM International. Available at: <<https://www.astm.org/standards/d3801.html>>. Citado 3 vezes nas páginas 61, 62 e 63.

ASTM International. *ASTM D635: Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position*. 2022. West Conshohocken: ASTM International. Available at: <<https://www.astm.org/standards/d635.html>>. Citado 3 vezes nas páginas 61, 64 e 65.

AZWA, ZN; YOUSIF, BF. Characteristics of kenaf fibre/epoxy composites subjected to thermal degradation. *Polymer degradation and stability*, Elsevier, v. 98, n. 12, p. 2752–2759, 2013. Citado 2 vezes nas páginas 95 e 99.

AZWA, ZN *et al.* A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, Elsevier, v. 47, p. 424–442, 2013. Citado 2 vezes nas páginas 25 e 26.

BABU, Karthik *et al.* A review on the flammability properties of carbon-based polymeric composites: State-of-the-art and future trends. *Polymers*, MDPI, v. 12, n. 7, p. 1518, 2020. Citado na página 35.

BAJPAI, Pramendra Kumar; SINGH, Inderdeep; MADAAN, Jitendra. Development and characterization of pla-based green composites: A review. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 27, n. 1, p. 52–81, 2014. Citado na página 23.

BALTOPOULOS, Athanasios; KOSTOPOULOS, Vassilis. Chapter 14 - multifunctional carbon nanotube-based nano-composites for aerospace applications. In: FRIEDRICH, Klaus; BREUER, Ulf (Ed.). *Multifunctionality of Polymer Composites*. Oxford: William Andrew Publishing, 2015. p. 448–490. ISBN 978-0-323-26434-1. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780323264341000143>>. Citado na página 38.

BANIK, Nabanita; DEY, Vidut; SASTRY, GRK. An overview of lignin & hemicellulose effect upon biodegradable bamboo fiber composites due to moisture. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 4, n. 2, p. 3222–3232, 2017. Citado na página 28.

BANNOV, Alexander G *et al.* Thermal behavior and flammability of epoxy composites based on multi-walled carbon nanotubes and expanded graphite: A comparative study. *Applied Sciences*, MDPI, v. 10, n. 19, p. 6928, 2020. Citado 2 vezes nas páginas 35 e 95.

Barracuda Advanced Composites. *Barracuda Advanced Composites*. 2025. Acesso em: 2 jan. 2025. Disponível em: <<https://www.barracudacomposites.com.br/>>. Citado 2 vezes nas páginas 53 e 131.

BASAK, Reshmi; CHOUDHURY, PL; PANDEY, KM. Effect of temperature variation on surface treatment of short jute fiber-reinforced epoxy composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 5, n. 1, p. 1271–1277, 2018. Citado 2 vezes nas páginas 73 e 74.

BATTISTI, Andrea *et al.* Single fiber push-out characterization of interfacial properties of hierarchical cnt-carbon fiber composites prepared by electrophoretic deposition. *Composites science and technology*, Elsevier, v. 95, p. 121–127, 2014. Citado 4 vezes nas páginas 37, 39, 40 e 41.

BEKYAROVA, Elena *et al.* Multiscale carbon nanotube- carbon fiber reinforcement for advanced epoxy composites. *Langmuir*, ACS Publications, v. 23, n. 7, p. 3970–3974, 2007. Citado 5 vezes nas páginas 17, 36, 37, 40 e 41.

BESRA, Laxmidhar; LIU, Meilin. A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (epd). *Progress in materials science*, Elsevier, v. 52, n. 1, p. 1–61, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 36 e 37.

BHATTACHARYYA, Debes; SUBASINGHE, Aruna; KIM, Nam Kyeun. Natural fibers: Their composites and flammability characterizations. *Multifunctionality of Polymer Composites*, Elsevier Oxford, UK, v. 1, n. 1, p. 102–143, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 61 e 92.

BIEST, Omer O Van der; VANDEPERRE, Luc J. Electrophoretic deposition of materials. *Annual Review of Materials Science*, Annual Reviews 4139 El Camino Way, PO Box 10139, Palo Alto, CA 94303-0139, USA, v. 29, n. 1, p. 327–352, 1999. Citado 2 vezes nas páginas 36 e 37.

BINNER, JJGP. *Advanced ceramic processing and technology*. [S.l.]: Noyes Publications Park Ridge, 1990. v. 1. Citado na página 36.

BISANDA, ETN; ANSELL, Martin P. Properties of sisal-cnsl composites. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 27, n. 6, p. 1690–1700, 1992. Citado na página 24.

BISWAS, Subhankar *et al.* Physical and mechanical properties of jute, bamboo and coir natural fiber. *Fibers and Polymers*, Springer, v. 14, n. 10, p. 1762–1767, 2013. Citado na página 24.

BLEDZKI, AK; GASSAN, Jochen. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in polymer science*, Elsevier, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999. Citado na página 26.

BOCCACCINI, AR *et al.* Electrophoretic deposition of biomaterials. *Journal of the Royal Society Interface*, The Royal Society, v. 7, n. suppl\_5, p. S581–S613, 2010. Citado 2 vezes nas páginas 36 e 80.

BOCCACCINI, Aldo R *et al.* Electrophoretic deposition of carbon nanotubes. *Carbon*, Elsevier, v. 44, n. 15, p. 3149–3160, 2006. Citado 3 vezes nas páginas 17, 18 e 36.

BOCCACCINI, Aldo R; ZHITOMIRSKY, Igor. Application of electrophoretic and electrolytic deposition techniques in ceramics processing. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, Elsevier, v. 6, n. 3, p. 251–260, 2002. Citado 2 vezes nas páginas 36 e 37.

BÖHMER, Marcel. In situ observation of 2-dimensional clustering during electrophoretic deposition. *Langmuir*, ACS Publications, v. 12, n. 24, p. 5747–5750, 1996. Citado na página 37.

CAIN, Marcus L. *Epoxy resins: synthesis, applications and recent developments*. [S.l.]: Novinka, 2016. Citado na página 22.

CALLISTER, William. *Ciência E Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. [S.l.]: Grupo Gen-LTC, 2000. Citado na página 21.

CAMPBELL, Flake C. *Manufacturing technology for aerospace structural materials*. [S.l.]: Elsevier, 2011. Citado na página 22.

CAMPILHO, Raul DSG. *Natural fiber composites*. [S.l.]: CRC Press, 2015. Citado na página 25.

CASTANHAL, Companhia Têxtil. 2021. Comunicação privada, envio de fotos. Citado 2 vezes nas páginas 27 e 28.

CAVALCANTI, Daniel KK *et al.* Comparative analysis of the mechanical and thermal properties of polyester and epoxy natural fibre-reinforced hybrid composites. *Journal of Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 55, n. 12, p. 1683–1692, 2021. Citado na página 95.

CAZORLA-AMORÓS, Diego. *Grand challenges in carbon-based materials research*. [S.l.]: Frontiers Media SA, 2014. 6 p. Citado na página 34.

CHANDEKAR, Harichandra; CHAUDHARI, Vikas; WAIGAONKAR, Sachin. A review of jute fiber reinforced polymer composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 26, p. 2079–2082, 2020. Citado na página 72.

CHANDRAMOHAN, D; MARIMUTHU, K *et al.* A review on natural fibers. *International Journal of Research and Reviews in Applied Sciences*, Academic Research Publishing Agency, Suite 2 Islamabad Pakistan, v. 8, n. 2, p. 194–206, 2011. Citado na página 21.

CHÁVEZ-VALDEZ, Alejandra; BOCCACCINI, Aldo R. Innovations in electrophoretic deposition: Alternating current and pulsed direct current methods. *Electrochimica Acta*, Elsevier, v. 65, p. 70–89, 2012. Citado na página 18.

CHÁVEZ-VALDEZ, A; HERRMANN, M; BOCCACCINI, AR. Alternating current electrophoretic deposition (epd) of tio<sub>2</sub> nanoparticles in aqueous suspensions. *Journal of colloid and interface science*, Elsevier, v. 375, n. 1, p. 102–105, 2012. Citado na página 18.

CHEN, Chen *et al.* Solvation structures of protons and hydroxide ions in water. *The Journal of Chemical Physics*, American Institute of Physics, v. 138, n. 15, p. 154506, 2013. Citado na página 80.

CHEN, Junlin; WANG, Kai; ZHAO, Yan. Enhanced interfacial interactions of carbon fiber reinforced peek composites by regulating pei and graphene oxide complex sizing at the interface. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 154, p. 175–186, 2018. Citado na página 85.

CHINTA, Venkata Sushma; REDDY, P Ravinder; PRASAD, Koorapati Eshwar. The effect of stacking sequence on the tensile properties of jute fibre reinforced hybrid composite material for axial flow fan blades: An experimental and finite element investigation. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, 2022. Citado na página 23.

CHO, Beom-Gon *et al.* The effects of plasma surface treatment on the mechanical properties of polycarbonate/carbon nanotube/carbon fiber composites. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 160, p. 436–445, 2019. Citado na página 91.

CIPIRIANO, Bani H *et al.* Effects of aspect ratio of mwnt on the flammability properties of polymer nanocomposites. *Polymer*, Elsevier, v. 48, n. 20, p. 6086–6096, 2007. Citado na página 94.

CONSELHO NACIONAL DE TRÂNSITO. *Resolução CONTRAN nº 498, de 29 de julho de 2014*. 2014. Disponível em: <<https://www.gov.br/transportes/pt-br/assuntos/transito/conteudo-contran/resolucao-contran-no-498-de-29-de-julho-de-2014>>. Citado na página 95.

COSTA, Ulisses Oliveira *et al.* Dynamic mechanical behavior of graphene oxide functionalized curaua fiber-reinforced epoxy composites: A brief report. *Polymers*, MDPI, v. 13, n. 11, p. 1897, 2021. Citado na página 91.

- CREVILLEN, Agustín G; ESCARPA, Alberto; GARCÍA, Carlos D. Carbon-based nanomaterials in analytical chemistry. Royal Society of Chemistry, 2018. Citado na página 34.
- DAS, Partha Pratim; CHAUDHARY, Vijay. Tribological and dynamic mechanical analysis of bio-composites: a review. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 25, p. 729–734, 2020. Citado 2 vezes nas páginas 32 e 90.
- DEFOIRDT, Nele *et al.* Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, Elsevier, v. 41, n. 5, p. 588–595, 2010. Citado na página 24.
- DENG, Chao *et al.* Effects of electrophoretically deposited graphene oxide coatings on interfacial properties of carbon fiber composite. *Journal of materials science*, Springer, v. 50, p. 5886–5892, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 39 e 40.
- DENG, Chao *et al.* Influence of graphene oxide coatings on carbon fiber by ultrasonically assisted electrophoretic deposition on its composite interfacial property. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 272, p. 176–181, 2015. Citado 8 vezes nas páginas 18, 39, 40, 41, 72, 78, 86 e 92.
- DOMINGUINI, Lucas *et al.* Comportamento térmico de compósitos ps-hdl (mg-al) modificados com dbs e sds. *Polímeros*, SciELO Brasil, v. 25, p. 25–30, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 35 e 36.
- DOSHI, Sagar M *et al.* Self-sensing carbon nanotube composites: processing and characterization. *Multifunctionality of polymer composites*. Amsterdam: William Andrew, p. 752–784, 2015. Citado 3 vezes nas páginas 38, 39 e 97.
- DRESCHER, P *et al.* Strengthening fibre/matrix interphase by fibre surface modification and nanoparticle incorporation into the matrix. *Composites science and technology*, Elsevier, v. 74, p. 60–66, 2013. Citado na página 31.
- DUKHIN, Andrei S; DUKHIN, Stanislav S. Aperiodic capillary electrophoresis method using an alternating current electric field for separation of macromolecules. *Electrophoresis*, Wiley Online Library, v. 26, n. 11, p. 2149–2153, 2005. Citado na página 79.
- ESTRADE-SZWARCKOPF, Henriette. Xps photoemission in carbonaceous materials: A “defect” peak beside the graphitic asymmetric peak. *Carbon*, Elsevier, v. 42, n. 8-9, p. 1713–1721, 2004. Citado na página 74.
- EVERETT, DH *et al.* Colloidal science (a special report). London: The Chemical Society Burlington House, p. 49, 1973. Citado na página 18.
- FARUK, Omar *et al.* Progress report on natural fiber reinforced composites. *Macromolecular Materials and Engineering*, Wiley Online Library, v. 299, n. 1, p. 9–26, 2014. Citado na página 23.
- FAZITA, MR Nurul *et al.* Green composites made of bamboo fabric and poly (lactic) acid for packaging applications—a review. *Materials*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 9, n. 6, p. 435, 2016. Citado na página 26.
- FERRARI, Begoña; MORENO, Rodrigo. Epd kinetics: a review. *Journal of the European Ceramic Society*, Elsevier, v. 30, n. 5, p. 1069–1078, 2010. Citado 4 vezes nas páginas 17, 34, 37 e 38.

FÖRSTER, Theresa *et al.* Cvd-grown cnts on basalt fiber surfaces for multifunctional composite interphases. *Fibers*, MDPI, v. 4, n. 4, p. 28, 2016. Citado na página 17.

GAO, SL; MÄDER, E. Multifunctional interphases in polymer composites. *Multifunctionality of polymer composites: challenges and new solutions*. William Andrew Applied Science Publishers, Oxford, p. 338–362, 2015. Citado 3 vezes nas páginas 39, 97 e 99.

GARCIA, Enrique J *et al.* Fabrication and multifunctional properties of a hybrid laminate with aligned carbon nanotubes grown in situ. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 68, n. 9, p. 2034–2041, 2008. Citado na página 39.

GHORABI, Shima *et al.* Effects of three surfactant types of anionic, cationic and non-ionic on tensile properties and fracture surface morphology of epoxy/mwcnt nanocomposites. *Iranian Polymer Journal*, Springer, v. 21, n. 2, p. 121–130, 2012. Citado na página 18.

GORIPARTHI, Bhanu K; SUMAN, KNS; RAO, Nalluri Mohan. Effect of fiber surface treatments on mechanical and abrasive wear performance of polylactide/jute composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 43, n. 10, p. 1800–1808, 2012. Citado 2 vezes nas páginas 73 e 74.

GREENHALGH, Emile. *Failure analysis and fractography of polymer composites*. [S.l.]: Elsevier, 2009. Citado 2 vezes nas páginas 32 e 33.

GREENHALGH, ES; HILEY, MJ. Fractography of polymer composites: current status and future issues. In: *13th European conference on composite materials*. [S.l.: s.n.], 2008. Citado 2 vezes nas páginas 33 e 88.

GUPTA, SUBHASH KUMAR. *A study on mechanical behavior of bamboo fiber based polymer composites*. Tese (Doutorado), 2014. Citado na página 24.

HARGITAI, Hajnalka; RÁCZ, Ilona; ANANDJIWALA, Rajesh D. Development of hemp fiber reinforced polypropylene composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 21, n. 2, p. 165–174, 2008. Citado na página 24.

HE, Xiaodong *et al.* Preparation of a carbon nanotube/carbon fiber multi-scale reinforcement by grafting multi-walled carbon nanotubes onto the fibers. *Carbon*, Elsevier, v. 45, n. 13, p. 2559–2563, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 17 e 36.

HEBEL, Dirk E *et al.* Process-controlled optimization of the tensile strength of bamboo fiber composites for structural applications. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 67, p. 125–131, 2014. Citado na página 23.

HERRERA-FRANCO, PJ; DRZAL, LT. Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites. *Composites*, Elsevier, v. 23, n. 1, p. 2–27, 1992. Citado na página 16.

HOLBERY, James; HOUSTON, Dan. Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications. *Jom*, Springer, v. 58, n. 11, p. 80–86, 2006. Citado 2 vezes nas páginas 24 e 52.

HU, Yubing *et al.* Effects of the electrophoretic deposition of cnts on the mechanical properties of ti/cfrp composite laminates. *ACS omega*, ACS Publications, 2021. Citado 3 vezes nas páginas 18, 70 e 76.

HUANG, Silu *et al.* Characterization of interfacial properties between fibre and polymer matrix in composite materials—a critical review. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 13, p. 1441–1484, 2021. Citado na página 16.

ISLAM, Mohammad Hamidul *et al.* The effect of surface treatments and graphene-based modifications on mechanical properties of natural jute fibre reinforced composites: a review. *Iscience*, Elsevier, p. 103597, 2021. Citado 4 vezes nas páginas 16, 27, 69 e 76.

IWASAKI, KMK *et al.* Carbon nanotube deposition through intermittent high voltage pulsed electrophoresis on jute fibre. *Applied Surface Science*, Elsevier, v. 611, p. 155548, 2023. Citado na página 92.

IWASAKI, Kelvin MK; REIS, Pedro A; MEDEIROS, Ricardo De. Characterization of long bamboo guadua angustifolia fibre composite extracted via rotary–peeling method. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, Springer, v. 44, n. 4, p. 1–16, 2022. Citado na página 23.

JAIN, Seema; KUMAR, Rakesh; JINDAL, UC. Mechanical behaviour of bamboo and bamboo composite. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 27, n. 17, p. 4598–4604, 1992. Citado na página 24.

JIANG, Zhenyu *et al.* Improved bonding between pan-based carbon fibers and fullerene-modified epoxy matrix. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 39, n. 11, p. 1762–1767, 2008. Citado 3 vezes nas páginas 57, 88 e 89.

JOLLIVET, Thomas; GREENHALGH, Emile. Fractography, a powerful tool for identifying and understanding fatigue in composite materials. *Procedia Engineering*, Elsevier, v. 133, p. 171–178, 2015. Citado na página 88.

JONES, Robert M. *Mechanics of composite materials*. [S.l.]: CRC press, 1999. Citado na página 21.

JR, Heitor Luiz Ornaghi *et al.* Mechanical and dynamic mechanical analysis of hybrid composites molded by resin transfer molding. *Journal of applied polymer science*, Wiley Online Library, v. 118, n. 2, p. 887–896, 2010. Citado na página 90.

KAMAE, Toshiya; DRZAL, Lawrence T. Carbon fiber/epoxy composite property enhancement through incorporation of carbon nanotubes at the fiber–matrix interphase—part i: The development of carbon nanotube coated carbon fibers and the evaluation of their adhesion. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 43, n. 9, p. 1569–1577, 2012. Citado na página 17.

KARIMI, Mahdi *et al.* Carbon nanotubes part i: preparation of a novel and versatile drug-delivery vehicle. *Expert opinion on drug delivery*, Taylor & Francis, v. 12, n. 7, p. 1071–1087, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 34 e 36.

KASHIWAGI, Takashi *et al.* Nanoparticle networks reduce the flammability of polymer nanocomposites. *Nature materials*, Nature Publishing Group UK London, v. 4, n. 12, p. 928–933, 2005. Citado na página 94.

KASHIWAGI, Takashi *et al.* Flammability properties of polymer nanocomposites with single-walled carbon nanotubes: effects of nanotube dispersion and concentration. *Polymer*, Elsevier, v. 46, n. 2, p. 471–481, 2005. Citado na página 35.

KAW, Autar K. *Mechanics of composite materials*. [S.l.]: CRC press, 2005. Citado na página 21.

KAZI, Atik Mubarak *et al.* Water absorption and thickness swelling behaviour of woven roselle fibre epoxy composites. *International Journal of Vehicle Structures & Systems*, MechAero Foundation for Technical Research & Education Excellence, v. 14, n. 1, p. 37–40, 2022. Citado 2 vezes nas páginas 98 e 99.

KF, Anna Dilfi *et al.* Effect of surface modification of jute fiber on the mechanical properties and durability of jute fiber-reinforced epoxy composites. *Polymer Composites*, Wiley Online Library, v. 39, n. S4, p. E2519–E2528, 2018. Citado 3 vezes nas páginas 86, 90 e 92.

KF, Anna Dilfi; CHE, Zijin; XIAN, Guijun. Grafting ramie fiber with carbon nanotube and its effect on the mechanical and interfacial properties of ramie/epoxy composites. *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, v. 16, n. 3, p. 388–403, 2019. Citado na página 92.

KHODAEI, M; PIRBAZARI, A Ebrahimian; TALEBIZADEH, A. Fabrication and characterization of cellulose/cnt nanocomposite papers. *CELLULOSE CHEMISTRY AND TECHNOLOGY*, EDITURA ACAD ROMANE CALEA 13 SEPTEMBRIE NR 13, SECTOR 5, BUCURESTI 050711 . . . , v. 51, n. 7-8, p. 703–709, 2017. Citado 2 vezes nas páginas 35 e 80.

KIM, Jang-Kyo; MAI, Yiu-Wing. High strength, high fracture toughness fibre composites with interface control—a review. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 41, n. 4, p. 333–378, 1991. Citado na página 16.

KIM, Jang-Kyo; MAI, Yiu-Wing. *Engineered interfaces in fiber reinforced composites*. [S.l.]: Elsevier, 1998. Citado na página 29.

KIM, Myounguk *et al.* Structures, electrical and mechanical properties of epoxy composites reinforced with mwcnt-coated basalt fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 123, p. 123–131, 2019. Citado 8 vezes nas páginas 17, 18, 35, 79, 80, 81, 97 e 98.

KUENTZER, Nina *et al.* Correlation of void distribution to vartm manufacturing techniques. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, Elsevier, v. 38, n. 3, p. 802–813, 2007. Citado na página 52.

KUMAR, P Sai Shravan; ALLAMRAJU, K Viswanath. A review of natural fiber composites [jute, sisal, kenaf]. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 18, p. 2556–2562, 2019. Citado na página 27.

KUMAR, Roopesh; GANGULY, Abhijeet; PUROHIT, Rajesh. Thermogravimetric analysis of natural fiber reinforced hybrid composites—a review. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, 2023. Citado na página 95.

KUMAR, SM Vinu *et al.* Mechanical, dma and sound acoustic behaviour of flax woven fabric reinforced epoxy composites. *Materials Research Express*, IOP Publishing, v. 7, n. 8, p. 085302, 2020. Citado 5 vezes nas páginas 31, 32, 58, 90 e 91.

LARRANAGA, M *et al.* Towards microphase separation in epoxy systems containing peo/ppo/peo block copolymers by controlling cure conditions and molar ratios between blocks. part 2. structural characterization. *Colloid and Polymer Science*, Springer, v. 284, p. 1419–1430, 2006. Citado na página 53.

LEE, Jea Uk *et al.* Electrophoretic deposition of aramid nanofibers on carbon fibers for highly enhanced interfacial adhesion at low content. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 84, p. 482–489, 2016. Citado 2 vezes nas páginas 30 e 33.

LEON, Ana De; TANK, Mehul; SWEAT, Rebekah. A scalable fiber bundle pullout manufacturing method for data-driven interfacial shear strength measurements of micro and nanomaterials. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 222, p. 109375, 2022. Citado 4 vezes nas páginas 55, 84, 85 e 92.

LI, Jingwen *et al.* Multiscale carbon nanotube-woven glass fiber reinforced cyanate ester/epoxy composites for enhanced mechanical and thermal properties. *Composites science and technology*, Elsevier, v. 104, p. 81–88, 2014. Citado 3 vezes nas páginas 39, 40 e 41.

LI, Min *et al.* Interfacial improvement of carbon fiber/epoxy composites using a simple process for depositing commercially functionalized carbon nanotubes on the fibers. *Carbon*, Elsevier, v. 52, p. 109–121, 2013. Citado 5 vezes nas páginas 16, 17, 70, 75 e 76.

LI, Wen *et al.* A general strength model for fiber bundle composites under transverse tension or interlaminar shear. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 121, p. 45–55, 2019. Citado 9 vezes nas páginas 30, 31, 32, 39, 40, 41, 56, 57 e 89.

LI, Yan *et al.* Improved mechanical properties of carbon nanotubes-coated flax fiber reinforced composites. *Journal of materials science*, Springer, v. 50, p. 1117–1128, 2015. Citado 3 vezes nas páginas 30, 31 e 84.

LILLI, Matteo *et al.* Tailoring the interfacial strength of basalt fibres/epoxy composite with zno-nanorods. *Composite Interfaces*, Taylor & Francis, v. 28, n. 8, p. 771–793, 2021. Citado 2 vezes nas páginas 16 e 23.

LIU, Wangyu *et al.* The influence of moisture content on the interfacial properties of natural palm fiber–matrix composite. *Wood science and technology*, Springer, v. 49, p. 371–387, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 55 e 84.

LOTTO, Orides Danilo. *Desenvolvimento de uma câmara para ensaio de inflamabilidade vertical e horizontal e ensaios na poliuretano*. [S.l.], 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação). Citado na página 61.

ŁUKAWSKI, Damian *et al.* Flame retardant effect of lignin/carbon nanotubes/potassium carbonate composite coatings on cotton roving. *Cellulose*, Springer, v. 27, p. 7271–7281, 2020. Citado na página 94.

LUNA, P; LIZARAZO-MARRIAGA, J; MARIÑO, A. Guadua angustifolia bamboo fibers as reinforcement of polymeric matrices: An exploratory study. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 116, p. 93–97, 2016. Citado 2 vezes nas páginas 16 e 30.

MAHMOOD, Haroon *et al.* Enhancement of interfacial adhesion in glass fiber/epoxy composites by electrophoretic deposition of graphene oxide on glass fibers. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 126, p. 149–157, 2016. Citado 3 vezes nas páginas 39, 40 e 41.

MAJUMDER, Arnas *et al.* Physical and mechanical characteristics of raw jute fibers, threads and diatoms. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 326, p. 126903, 2022. Citado na página 69.

MALLAKPOUR, Shadpour; SOLTANIAN, Samaneh. Surface functionalization of carbon nanotubes: fabrication and applications. *RSC advances*, Royal Society of Chemistry, v. 6, n. 111, p. 109916–109935, 2016. Citado 3 vezes nas páginas 17, 35 e 70.

MALLICK, Pankar K. *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. [S.l.]: CRC press, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 21 e 22.

MARTIN, CA *et al.* Formation of percolating networks in multi-wall carbon-nanotube–epoxy composites. *Composites science and technology*, Elsevier, v. 64, n. 15, p. 2309–2316, 2004. Citado 2 vezes nas páginas 50 e 79.

MASLINDA, AB *et al.* Effect of water absorption on the mechanical properties of hybrid interwoven cellulosic-cellulosic fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures*, Elsevier, v. 167, p. 227–237, 2017. Citado 2 vezes nas páginas 98 e 99.

MEI, Lei *et al.* Multiscale carbon nanotube-carbon fiber reinforcement for advanced epoxy composites with high interfacial strength. *Polymers and Polymer Composites*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 19, n. 2-3, p. 107–112, 2011. Citado 2 vezes nas páginas 17 e 36.

MENDONÇA, Paulo de Tarso Rocha De. *Materiais compostos e estruturas-sanduíche: projeto e análise*. [S.l.]: Manole, 2005. Citado 3 vezes nas páginas 21, 22 e 24.

METHACANON, P *et al.* Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. *Carbohydrate Polymers*, Elsevier, v. 82, n. 4, p. 1090–1096, 2010. Citado 2 vezes nas páginas 95 e 99.

MILLER, WS *et al.* Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 280, n. 1, p. 37–49, 2000. Citado na página 23.

MIRI, V *et al.* Effect of water absorption on the plastic deformation behavior of nylon 6. *European Polymer Journal*, Elsevier, v. 45, n. 3, p. 757–762, 2009. Citado na página 98.

MITTAL, Garima; RHEE, Kyong Y. Chemical vapor deposition-based grafting of cnts onto basalt fabric and their reinforcement in epoxy-based composites. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 165, p. 84–94, 2018. Citado 2 vezes nas páginas 17 e 37.

MITTAL, Garima; RHEE, Kyong Y. Electrophoretic deposition of graphene on basalt fiber for composite applications. *Nanotechnology Reviews*, De Gruyter, v. 10, n. 1, p. 158–165, 2021. Citado 6 vezes nas páginas 17, 18, 36, 39, 40 e 41.

MOHANTY, S *et al.* Effect of mapp as a coupling agent on the performance of jute–pp composites. *Journal of reinforced plastics and composites*, SAGE Publications, v. 23, n. 6, p. 625–637, 2004. Citado na página 23.

MORAITIS, Giorgos *et al.* Electrochemical oxidation of multi-wall carbon nanotubes. *Carbon*, Elsevier, v. 49, n. 8, p. 2702–2708, 2011. Citado 3 vezes nas páginas 35, 75 e 76.

MURALIDHARAN, Nivedhitha Durgam *et al.* Flame retardant characteristics of natural fibre reinforced polymer composites: A thematic review. *Polymer Composites*, Wiley Online Library, v. 45, n. 14, p. 12530–12558, 2024. Citado 2 vezes nas páginas 61 e 94.

NAQVI, SR *et al.* A critical review on recycling of end-of-life carbon fibre/glass fibre reinforced composites waste using pyrolysis towards a circular economy. *Resources, conservation and recycling*, Elsevier, v. 136, p. 118–129, 2018. Citado na página 23.

NEIRINCK, Bram *et al.* Aqueous electrophoretic deposition in asymmetric ac electric fields (ac-epd). *Electrochemistry Communications*, Elsevier, v. 11, n. 1, p. 57–60, 2009. Citado na página 18.

OKUBO, K; FUJII, T. Eco-composites using natural fibres and their mechanical properties. *WIT Transactions on The Built Environment*, WIT Press, v. 59, 2002. Citado na página 24.

OKUBO, Kazuya; FUJII, Toru; YAMAMOTO, Yuzo. Development of bamboo-based polymer composites and their mechanical properties. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, Elsevier, v. 35, n. 3, p. 377–383, 2004. Citado na página 24.

OSORIO, L *et al.* The relation between bamboo fibre microstructure and mechanical properties. In: *14TH European Conference on Composite Materials. Paper ID.* [S.l.: s.n.], 2010. Citado 2 vezes nas páginas 23 e 25.

OSORIO, Lina *et al.* Morphological aspects and mechanical properties of single bamboo fibers and flexural characterization of bamboo/epoxy composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 30, n. 5, p. 396–408, 2011. Citado na página 23.

PARDINI, Luiz C; NETO, Flávio Levy. Compósitos estruturais: ciência e tecnologia. *Edição. Ed. Edgard Blucher. São Paulo*, 2006. Citado 2 vezes nas páginas 21 e 22.

PARLIAMENT, European. Directive 2000/53/ec of the european parliament and of the council of 18 september 2000 on end-of life vehicles. *Official Journal of the European Union*, 2000. Citado na página 23.

PATTERSON, Brendan A; SODANO, Henry A. Enhanced interfacial strength and uv shielding of aramid fiber composites through zno nanoparticle sizing. *ACS Applied Materials & Interfaces*, ACS Publications, v. 8, n. 49, p. 33963–33971, 2016. Citado na página 55.

PICKERING, Kim L; EFENDY, MG Aruan; LE, Tan Minh. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 83, p. 98–112, 2016. Citado na página 16.

QIAN, Hui *et al.* Carbon nanotube grafted carbon fibres: a study of wetting and fibre fragmentation. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, Elsevier, v. 41, n. 9, p. 1107–1114, 2010. Citado 2 vezes nas páginas 17 e 36.

RAJAN, Krishna Prasad *et al.* Extraction of bamboo microfibrils and development of biocomposites based on polyhydroxybutyrate and bamboo microfibrils. *Journal of composite materials*, Sage Publications Sage UK: London, England, v. 45, n. 12, p. 1325–1329, 2011. Citado na página 23.

RAJENDRAN, Balaji; PK, Dinesh Kumar; VENKATESHWARAN, N. Adaptation of multi walled carbon nanotubes on viscoelastic and damping behavior of flax fiber composite. *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, v. 19, n. 16, p. 13258–13272, 2022. Citado na página 91.

RAMESH, M; SUDHARSAN, P. Experimental investigation of mechanical and morphological properties of flax-glass fiber reinforced hybrid composite using finite element analysis. *Silicon*, Springer, v. 10, n. 3, p. 747–757, 2018. Citado na página 24.

RANA, Soheli; FANGUEIRO, Raul. *Fibrous and textile materials for composite applications*. [S.l.]: Springer, 2016. Citado 2 vezes nas páginas 22 e 24.

RAO, K Murali Mohan; RAO, K Mohana. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Composite structures*, Elsevier, v. 77, n. 3, p. 288–295, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 16 e 24.

RASTOGI, Richa *et al.* Comparative study of carbon nanotube dispersion using surfactants. *Journal of colloid and interface science*, Elsevier, v. 328, n. 2, p. 421–428, 2008. Citado 4 vezes nas páginas 17, 35, 36 e 45.

RATHORE, Dinesh Kumar *et al.* Mechanical performance of cnt-filled glass fiber/epoxy composite in in-situ elevated temperature environments emphasizing the role of cnt content. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 84, p. 364–376, 2016. Citado 3 vezes nas páginas 30, 33 e 91.

REHMAN, Muhammad Atiq Ur *et al.* Electrophoretic deposition of carbon nanotubes: recent progress and remaining challenges. *International Materials Reviews*, Taylor & Francis, v. 66, n. 8, p. 533–562, 2021. Citado 3 vezes nas páginas 17, 18 e 36.

ROE, PJ; ANSELL, Martin P. Jute-reinforced polyester composites. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 20, n. 11, p. 4015–4020, 1985. Citado na página 24.

ROSSO, Patrick; VARADI, Karoly. Fe macro/micro analysis of thermal residual stresses and failure behaviour under transverse tensile load of ve/cf–fibre bundle composites. *Composites science and technology*, Elsevier, v. 66, n. 16, p. 3241–3253, 2006. Citado na página 87.

ROWELL, RM; YOUNG, RA; ROWELL, JK. *Paper and composites from agro-based resources*. 1997. [S.l.]: Lewis Publishers, CRC Press. Citado na página 16.

ROWELL, Roger M *et al.* Utilization of natural fibers in plastic composites: problems and opportunities. *Lignocellulosic-plastics composites*, Citeseer, v. 13, p. 23–51, 1997. Citado na página 23.

ROWELL, Roger M; STOUT, Harry P. Jute and kenaf. *Handbook of fiber chemistry*. Boca Raton: CRC/Taylor & Francis, c2007. *International fiber science and technology series; 16: Pages 409-456*, 2007. Citado na página 27.

SA, Vijaya; KORNEV, Konstantin G. Analysis of stability of nanotube dispersions using surface tension isotherms. *Langmuir*, ACS Publications, v. 27, n. 22, p. 13451–13460, 2011. Citado na página 80.

SABA, Naheed *et al.* A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 106, p. 149–159, 2016. Citado 2 vezes nas páginas 31 e 58.

SAGER, RJ *et al.* Effect of carbon nanotubes on the interfacial shear strength of t650 carbon fiber in an epoxy matrix. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 69, n. 7-8, p. 898–904, 2009. Citado 2 vezes nas páginas 17 e 36.

SAHA, Sunirmal; BAL, Smrutisikha. Degradation in mechanical and thermal properties of partially aligned cnt/epoxy composites due to seawater absorption. In: IOP PUBLISHING. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. [S.l.], 2017. v. 178, n. 1, p. 012027. Citado 2 vezes nas páginas 98 e 99.

SAHEB, D Nabi; JOG, Jyoti P. Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in Polymer Technology: Journal of the Polymer Processing Institute*, Wiley Online Library, v. 18, n. 4, p. 351–363, 1999. Citado na página 26.

SAITEJA, J; JAYAKUMAR, V; BHARATHIRAJA, G. Evaluation of mechanical properties of jute fiber/carbon nano tube filler reinforced hybrid polymer composite. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 22, p. 756–758, 2020. Citado na página 38.

SAITTA, A Marco; SAIJA, Franz; GIAQUINTA, Paolo V. Ab initio molecular dynamics study of dissociation of water under an electric field. *Physical review letters*, APS, v. 108, n. 20, p. 207801, 2012. Citado na página 80.

SÁNCHEZ, Martha L; CAPOTE, G; CARRILLO, J. Composites reinforced with guadua fibers: Physical and mechanical properties. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 228, p. 116749, 2019. Citado na página 29.

SANO, O *et al.* Study on the interfacial shear strength of bamboo fiber reinforced plastics. *WIT Transactions on The Built Environment*, WIT Press, v. 59, 2002. Citado na página 24.

SANTOS, VF dos *et al.* Tio<sub>2</sub> nanoparticle deposition on cotton fabric through pulsed electrical current in water/tio<sub>2</sub> solution. *Journal of Applied Physics*, AIP Publishing LLC, v. 129, n. 12, p. 123302, 2021. Citado 7 vezes nas páginas 40, 41, 45, 67, 74, 75 e 81.

SARKAR, Partho; NICHOLSON, Patrick S. Electrophoretic deposition (epd): mechanisms, kinetics, and application to ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 79, n. 8, p. 1987–2002, 1996. Citado na página 36.

SARKER, Forkan *et al.* High-performance graphene-based natural fiber composites. *ACS applied materials & interfaces*, ACS Publications, v. 10, n. 40, p. 34502–34512, 2018. Citado na página 75.

SCHMITZ, Débora Pereira. *Compósitos de poli(acrilonitrila-co-butadienoco-estireno) com nanotubos de carbono e/ou negro de fumo para blindagem eletromagnética*. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de Santa Catarina, 2018. Citado na página 66.

SCHOLTZ, Juliano Sadi; FONTANA, Luis César; MEZARROBA, Marcello. Asymmetric bipolar plasma power supply to increase the secondary electrons emission in capacitive coupling plasmas. *IEEE Transactions on Plasma Science*, IEEE, v. 46, n. 8, p. 2999–3007, 2018. Citado na página 45.

SCHUSTER, Marcia Bär *et al.* Tenacidade a fratura de nanocompósitos ntc/epóxi. In: *Congresso Brasileiro de Polímeros (13.: 2015: Natal, RN)*. *Anais.[São Carlos, SP: ABPol, 2015]*. [S.l.: s.n.], 2015. Citado na página 45.

SEKI, Yoldaş. Innovative multifunctional siloxane treatment of jute fiber surface and its effect on the mechanical properties of jute/thermoset composites. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 508, n. 1-2, p. 247–252, 2009. Citado 7 vezes nas páginas 16, 57, 73, 74, 85, 87 e 92.

SEVER, Kutlay *et al.* Surface treatments of jute fabric: The influence of surface characteristics on jute fabrics and mechanical properties of jute/polyester composites. *Industrial Crops and Products*, Elsevier, v. 35, n. 1, p. 22–30, 2012. Citado 2 vezes nas páginas 27 e 78.

SHAHINUR, Sweety *et al.* Effect of rot-, fire-, and water-retardant treatments on jute fiber and their associated thermoplastic composites: A study by ftir. *Polymers*, MDPI, v. 13, n. 15, p. 2571, 2021. Citado 3 vezes nas páginas 16, 26 e 27.

SHANMUGAM, D; THIRUCHITRAMBALAM, M. Static and dynamic mechanical properties of alkali treated unidirectional continuous palmyra palm leaf stalk fiber/jute fiber reinforced hybrid polyester composites. *Materials & Design*, Elsevier, v. 50, p. 533–542, 2013. Citado 3 vezes nas páginas 32, 89 e 90.

SHI, Xiao-Hui *et al.* Epoxy resin composites reinforced and fire-retarded by surficially-treated carbon fibers via a tunable and facile process. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 187, p. 107945, 2020. Citado na página 38.

SHI, Xiao-Hui *et al.* Flame-retardant strategy and mechanism of fiber reinforced polymeric composite: a review. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 233, p. 109663, 2022. Citado 2 vezes nas páginas 92 e 95.

SILVA, Amanda AX da *et al.* Flammability and mechanical behavior of cotton fiber polymeric composite laminate with polyurethane and alumina trihydrate. *Journal of Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 56, n. 4, p. 645–662, 2022. Citado na página 93.

SILVA, Bruna Louise. *Efeitos da adição de copolímeros triblocos e nanopartículas de carbon nas propriedades de uma resina epóxi*. Tese (Doutorado) — Universidade di Estado de Santa Catarina, 2018. Citado na página 53.

SILVA, Laís Vasconcelos Da *et al.* Short beam strength of curaua, sisal, glass and hybrid composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 32, n. 3, p. 197–206, 2013. Citado 4 vezes nas páginas 30, 31, 33 e 58.

SILVA, Laís Vasconcelos da *et al.* Glass fiber/carbon nanotubes/epoxy three-component composites as radar absorbing materials. *Polymer composites*, Wiley Online Library, v. 37, n. 8, p. 2277–2284, 2016. Citado na página 89.

SINGH, Harpreet *et al.* A brief review of jute fibre and its composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 5, n. 14, p. 28427–28437, 2018. Citado na página 16.

SLAMA, Anne-Claire; GALLIAS, Jean-Louis; FIORIO, Bruno. Study of the pull-out test of multifilament yarns embedded in cementitious matrix. *Journal of Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 55, n. 2, p. 169–185, 2021. Citado 2 vezes nas páginas 55 e 85.

SRIDHAR, MK *et al.* Evaluation of jute as a reinforcement in composites. NISCAIR-CSIR, India, 1982. Citado na página 24.

STEFFEN, Teresa Tromm *et al.* Amine functionalization of carbon nanotubes with solid urea using different plasma treatments. *Applied Surface Science*, Elsevier, p. 152493, 2022. Citado na página 75.

STOJCEVSKI, Filip; HILDITCH, Timothy B; HENDERSON, Luke C. A comparison of interfacial testing methods and sensitivities to carbon fiber surface treatment conditions. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 118, p. 293–301, 2019. Citado na página 57.

SUN, Tong *et al.* Multi-scale structure construction of carbon fiber surface by electrophoretic deposition and electropolymerization to enhance the interfacial strength of epoxy resin composites. *Applied Surface Science*, Elsevier, v. 499, p. 143929, 2020. Citado 8 vezes nas páginas 18, 22, 28, 34, 35, 36, 40 e 41.

TALREJA, Ramesh; VARNA, Janis. *Modeling Damage, Fatigue and Failure of Composite Materials*. [S.l.]: Elsevier, 2015. Citado na página 22.

THOMASON, James L; RUDEIROS-FERNÁNDEZ, Jose L. Characterization of interfacial strength in natural fibre–polyolefin composites at different temperatures. *Composite Interfaces*, Taylor & Francis, v. 29, n. 2, p. 175–196, 2022. Citado na página 55.

TZOUNIS, Lazaros *et al.* High performance natural rubber composites with a hierarchical reinforcement structure of carbon nanotube modified natural fibers. *Materials & Design*, Elsevier, v. 58, p. 1–11, 2014. Citado 5 vezes nas páginas 39, 72, 78, 86 e 92.

UGBOLUE, SCO. Structure/property relationships in textile fibres. *Textile progress*, Taylor & Francis, v. 20, n. 4, p. 1–43, 1990. Citado na página 24.

VALCANAIA, Amanda. *Avaliação do efeito da deposição de nanotubos de carbono através do processo de deposição eletroforética nas propriedades mecânicas, térmicas, elétricas e antimicrobianas em fibras de juta*. [S.l.], 2023. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação). Citado na página 84.

VENKATEGOWDA, T; MANJUNATHA, LH; ANILKUMAR, PR. Dynamic mechanical behavior of natural fibers reinforced polymer matrix composites—a review. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 54, p. 395–401, 2022. Citado na página 32.

VILARINHO, Paula M *et al.* Electrophoretic deposition on nonconducting substrates: A demonstration of the application to microwave devices. *Langmuir*, ACS Publications, v. 31, n. 7, p. 2127–2135, 2015. Citado 2 vezes nas páginas 36 e 40.

WAMBUA, Paul; IVENS, Jan; VERPOEST, Ignaas. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Composites science and technology*, Elsevier, v. 63, n. 9, p. 1259–1264, 2003. Citado na página 24.

WANG, Hao *et al.* Pull-out method for direct measuring the interfacial shear strength between short plant fibers and thermoplastic polymer composites (tpc). *Holzforschung*, De Gruyter, v. 68, n. 1, p. 17–21, 2014. Citado na página 30.

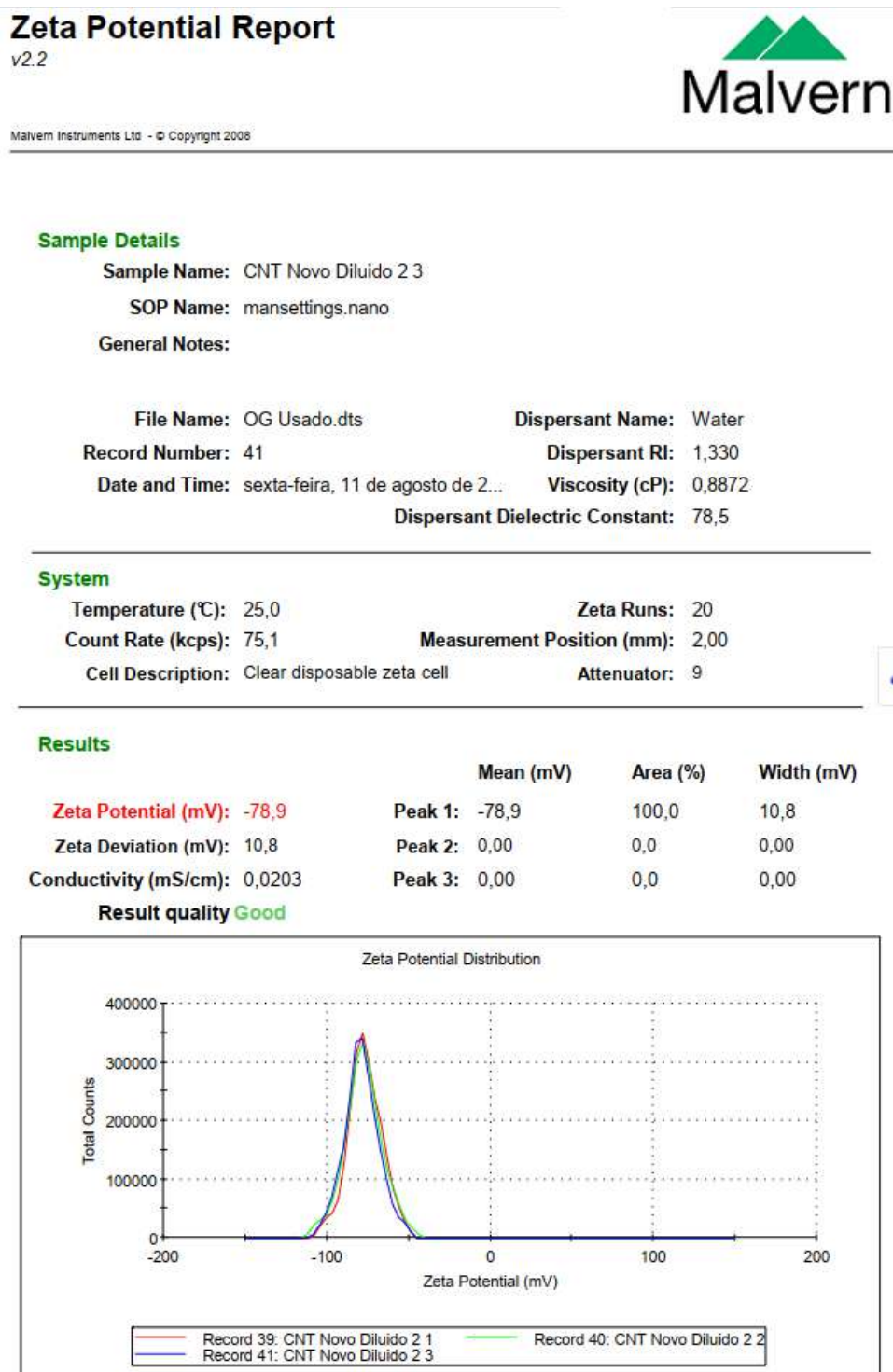
WIBERG, Gustav Karl Henrik; ARENZ, Matthias. On the influence of hydronium and hydroxide ion diffusion on the hydrogen and oxygen evolution reactions in aqueous media. *Electrochimica Acta*, Elsevier, v. 158, p. 13–17, 2015. Citado na página 80.

WU, Yadong *et al.* Effect of electrophoretic deposition followed by solution pre-impregnated surface modified carbon fiber-carbon nanotubes on the mechanical properties of carbon fiber reinforced polycarbonate composites. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 195, p. 108093, 2020. Citado 10 vezes nas páginas 18, 39, 40, 41, 85, 90, 92, 96, 97 e 98.

- YANG, Haiping *et al.* Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*, Elsevier, v. 86, n. 12-13, p. 1781–1788, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 26 e 72.
- YANG, Q-S; LIU, X. Mechanical behavior of extra-strong cnt fibers and their composites. In: *Toughening mechanisms in composite materials*. [S.l.]: Elsevier, 2015. p. 339–372. Citado na página 55.
- YAO, Huichao *et al.* Effect of polymer-grafted carbon nanofibers and nanotubes on the interlaminar shear strength and flexural strength of carbon fiber/epoxy multiscale composites. *Composite Structures*, Elsevier, v. 195, p. 288–296, 2018. Citado na página 35.
- YAO, Xuming *et al.* Comparison of carbon nanotubes and graphene oxide coated carbon fiber for improving the interfacial properties of carbon fiber/epoxy composites. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 132, p. 170–177, 2018. Citado 2 vezes nas páginas 38 e 57.
- YUAN, Xiaomin *et al.* Influence of different surface treatments on the interfacial adhesion of graphene oxide/carbon fiber/epoxy composites. *Applied Surface Science*, Elsevier, v. 458, p. 996–1005, 2018. Citado 3 vezes nas páginas 18, 40 e 41.
- YUAN, Xiaomin *et al.* Influence of different surface treatments on the interfacial adhesion of graphene oxide/carbon fiber/epoxy composites. *Applied surface science*, Elsevier B.V, v. 458, p. 996–1005, 2018. ISSN 0169-4332. Citado 3 vezes nas páginas 34, 35 e 76.
- ZAKIKHANI, Parnia *et al.* Extraction and preparation of bamboo fibre-reinforced composites. *Materials & Design*, Elsevier, v. 63, p. 820–828, 2014. Citado na página 23.
- ZARBIN, Aldo JG; OLIVEIRA, Marcela M. Nanoestruturas de carbono (nanotubos, grafeno): Quo vadis? *Química Nova*, SciELO Brasil, v. 36, p. 1533–1539, 2013. Citado na página 80.
- ZHANDAROV, Serge; MÄDER, Edith. Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 65, n. 1, p. 149–160, 2005. Citado 2 vezes nas páginas 30 e 33.
- ZHANG, Jie *et al.* Functional interphases with multi-walled carbon nanotubes in glass fibre/epoxy composites. *Carbon*, Elsevier, v. 48, n. 8, p. 2273–2281, 2010. Citado 3 vezes nas páginas 17, 36 e 37.
- ZHANG, Kai *et al.* Thermal and mechanical properties of bamboo fiber reinforced epoxy composites. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 10, n. 6, p. 608, 2018. Citado 2 vezes nas páginas 24 e 33.
- ZHUANG, Rong-Chuan *et al.* Multi-functional multi-walled carbon nanotube-jute fibres and composites. *Carbon*, Elsevier, v. 49, n. 8, p. 2683–2692, 2011. Citado 3 vezes nas páginas 28, 34 e 39.

## APÊNDICE A – RELATÓRIO DO PONTECIAL ZETA

Figura 54 – Relatório do potencial Zeta.

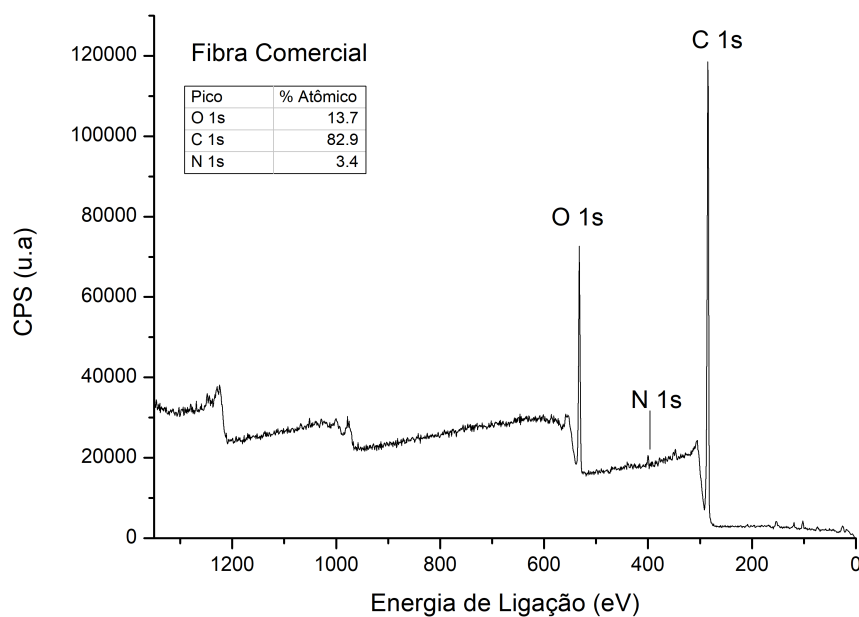


Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

## APÊNDICE B – ANÁLISE DE XPS

Figura 55 – Amostra fibra de juta comercial: (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície.

(a)



(b)

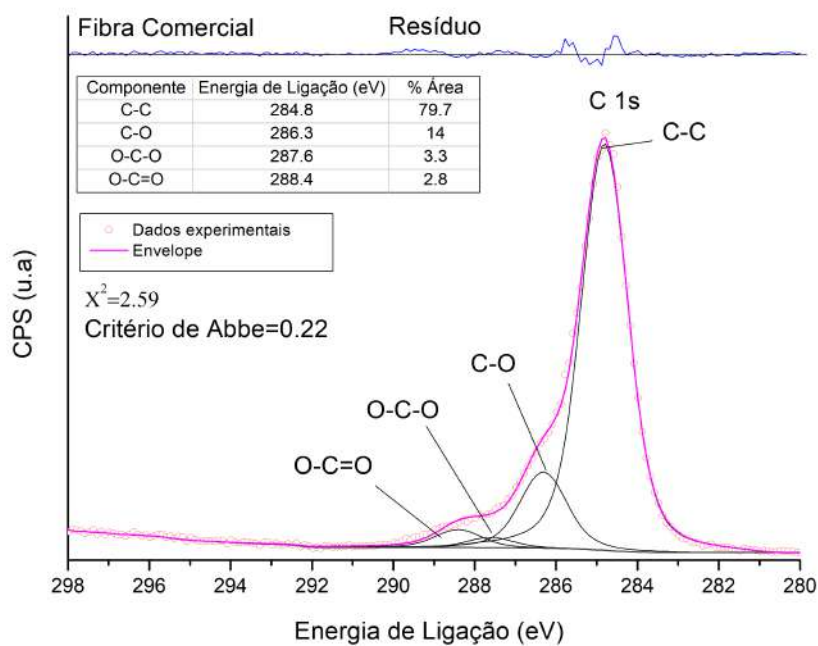
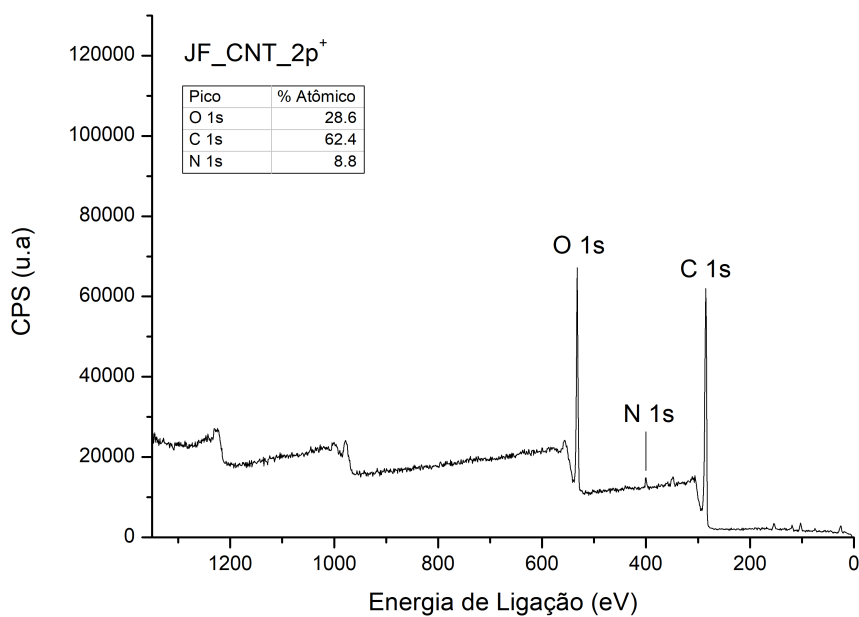


Figura 56 – Amostra  $JF\_CNT\_2p^+$ : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície.

(a)



(b)

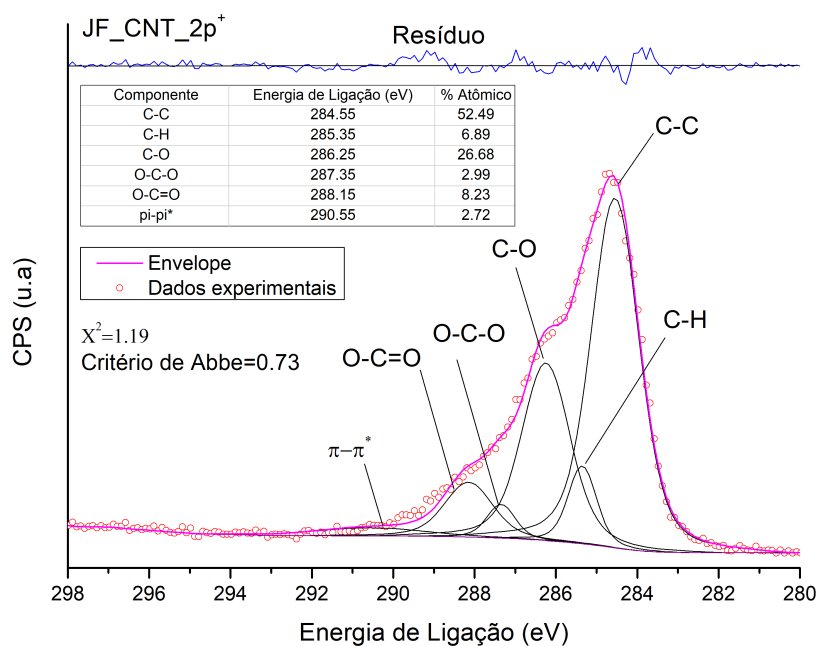
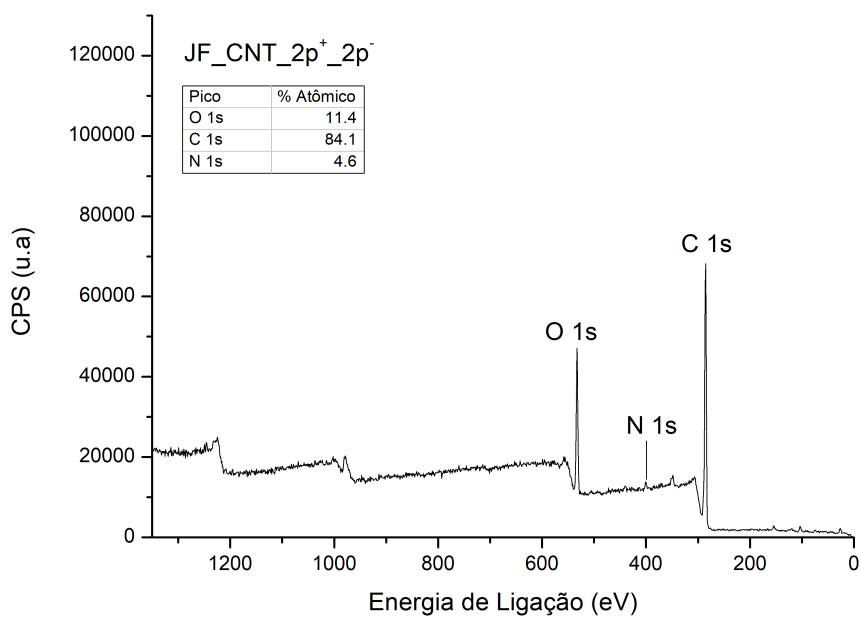


Figura 57 – Amostra  $JF\_CNT\_2p^+2p^-$ : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície.

(a)



(b)

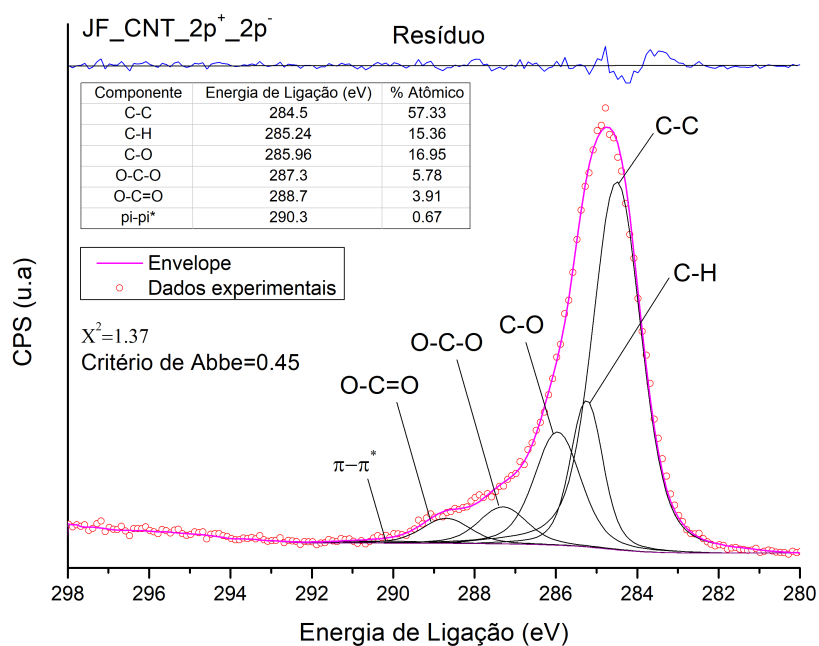
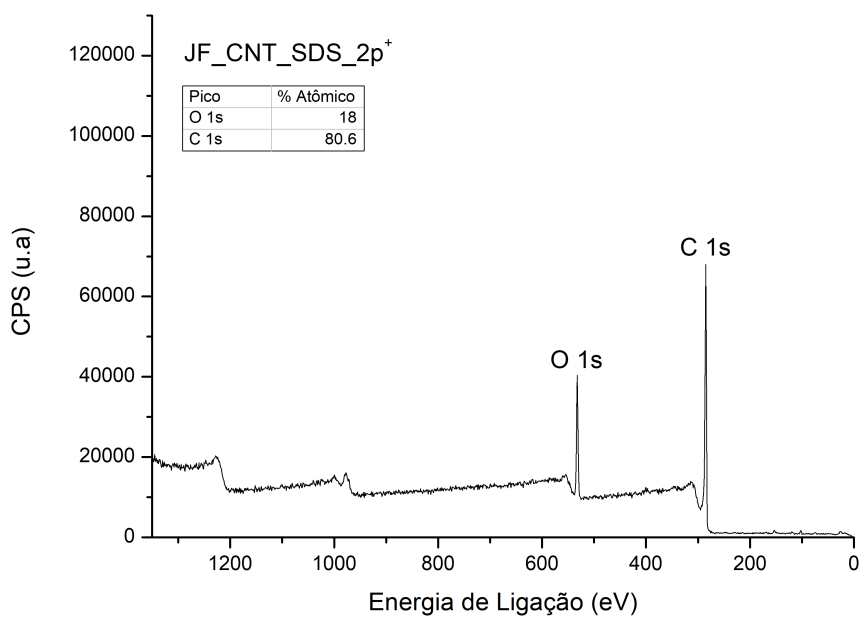


Figura 58 – Amostra  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+$ : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície.

(a)



(b)

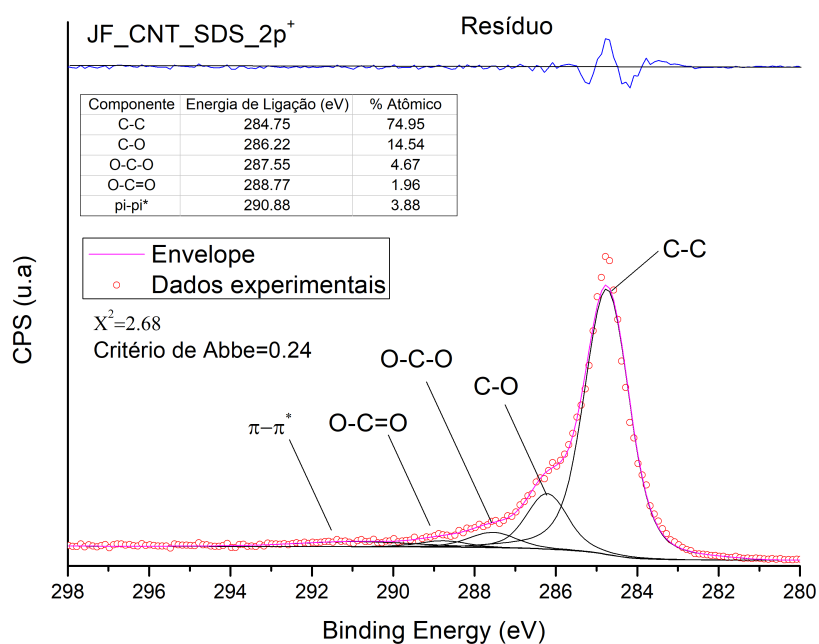
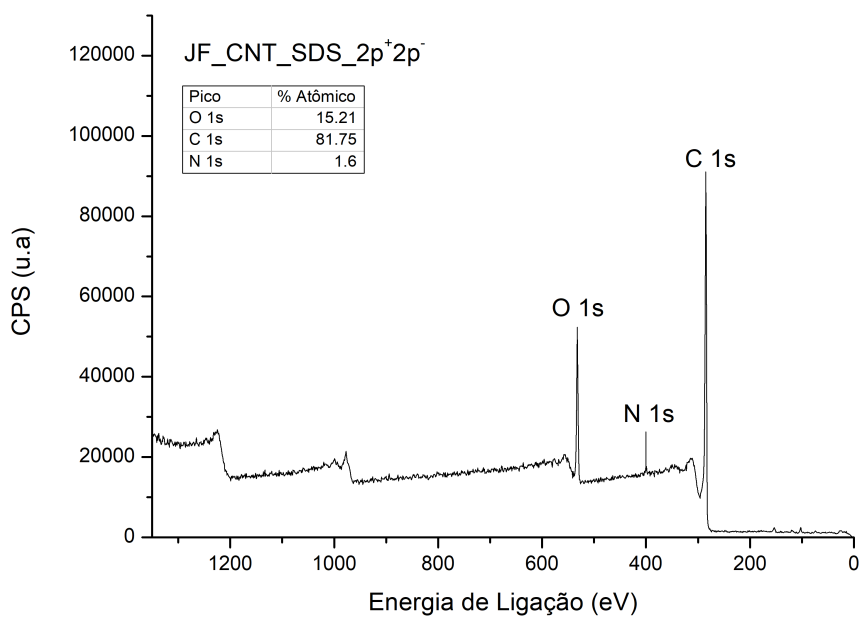
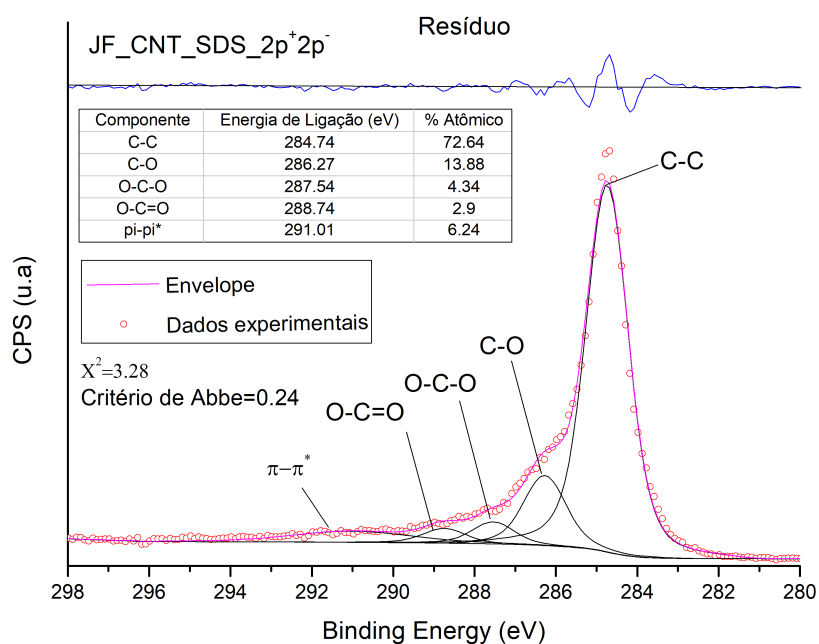


Figura 59 – Amostra  $JF\_CNT\_SDS\_2p^+2p^-$ : (a) Espectro exploratório indicando a composição química da amostra, (b) Ajuste de curvas do C 1s obtido a partir do espectro de alta resolução de XPS, indicando as componentes referente às ligações químicas presentes na superfície.

(a)



(b)



## APÊNDICE C – DIMENSÕES DOS CORPOS DE PROVA

### C.1 ENSAIO DE FLAMABILIDADE

Tabela 24 – Dimensões dos corpos de prova JFEC e CNTJFEC para o ensaio de flamabilidade vertical.

<b>Amostra</b>	<b>Comprimento (mm)</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>
JFEC01	124,10	12,00	3,15
JFEC02	124,50	12,80	3,43
JFEC03	124,75	12,42	3,05
JFEC04	124,55	12,63	3,47
JFEC05	124,90	12,67	3,03
<b>Média</b>	<b>124,56</b>	<b>12,50</b>	<b>3,23</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>0,30</b>	<b>0,31</b>	<b>0,21</b>
CNTJFEC01	128,6	15,07	3,83
CNTJFEC02	126,35	13,45	3,87
CNTJFEC03	125,3	12,53	3,80
CNTJFEC04	126,4	14,00	3,77
CNTJFEC05	126,6	13,17	3,93
<b>Média</b>	<b>126,65</b>	<b>13,64</b>	<b>3,84</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>1,20</b>	<b>0,96</b>	<b>0,06</b>

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

Tabela 25 – Dimensões dos corpos de prova JFEC e CNTJFEC para o ensaio de flamabilidade horizontal.

<b>Amostra</b>	<b>Comprimento (mm)</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>
JFEC01	125,00	12,25	3,23
JFEC02	124,40	12,73	3,40
JFEC03	124,40	12,42	3,07
JFEC04	124,75	12,32	3,40
JFEC05	124,60	12,12	3,23
JFEC06	124,10	11,68	3,33
JFEC07	124,45	12,48	3,25
JFEC08	123,00	12,30	3,32
JFEC09	124,85	13,10	3,33
JFEC10	124,70	13,28	3,35
<b>Média</b>	<b>124,43</b>	<b>12,47</b>	<b>3,29</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>0,56</b>	<b>0,47</b>	<b>0,10</b>
CNTJFEC01	125,00	13,50	4,17
CNTJFEC02	126,55	12,37	4,00
CNTJFEC03	125,30	13,90	3,88
CNTJFEC04	125,85	13,03	3,73
CNTJFEC05	128,00	12,33	3,70
CNTJFEC06	126,00	13,53	3,90
CNTJFEC07	125,40	12,97	3,58
CNTJFEC08	128,00	13,33	3,80
CNTJFEC09	126,45	12,95	3,78
CNTJFEC10	125,00	13,10	3,92
<b>Média</b>	<b>126,16</b>	<b>13,10</b>	<b>3,85</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>1,11</b>	<b>0,50</b>	<b>0,16</b>

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

## C.2 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA

Tabela 26 – Dimensões dos corpos de prova JFEC para o ensaio de absorção de água.

<b>Característica dimensional</b>	<b>CPJF01</b>	<b>CPJF02</b>	<b>CPJF03</b>	<b>Média</b>	<b>Desvio padrão</b>
<b>Largura inicial (mm)</b>	32,00	30,45	32,30	31,58	0,99
<b>Largura final (mm)</b>	32,80	30,90	32,55	32,08	1,03
<b>Comprimento inicial (mm)</b>	43,00	44,15	46,30	44,48	1,68
<b>Comprimento final (mm)</b>	43,10	44,40	46,60	44,70	1,77
<b>Espessura inicial (mm)</b>	3,60	3,20	3,05	3,28	0,28
<b>Espessura final (mm)</b>	3,70	3,20	3,15	3,35	0,30

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

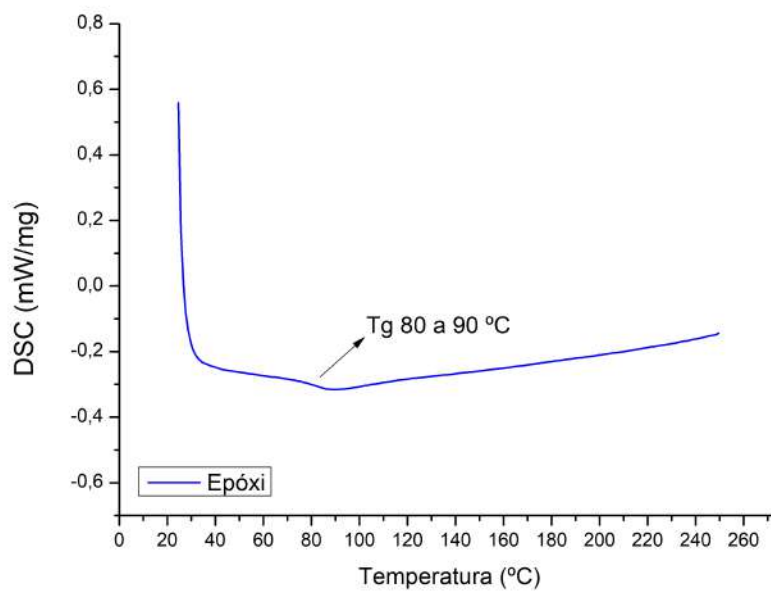
Tabela 27 – Dimensões dos corpos de prova CNTJFEC para o ensaio de absorção de água.

<b>Característica dimensional</b>	<b>CPJF01</b>	<b>CPJF02</b>	<b>CPJF03</b>	<b>Média</b>	<b>Desvio padrão</b>
<b>Largura inicial (mm)</b>	31,10	31,90	32,00	31,67	0,49
<b>Largura final (mm)</b>	31,30	32,25	32,30	31,95	0,56
<b>Comprimento inicial (mm)</b>	43,6	44,9	44,00	44,17	0,67
<b>Comprimento final (mm)</b>	43,90	45,10	44,05	44,35	0,65
<b>Espessura inicial (mm)</b>	3,70	3,90	4,30	3,97	0,31
<b>Espessura final (mm)</b>	3,80	4,15	4,40	4,12	0,30

Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

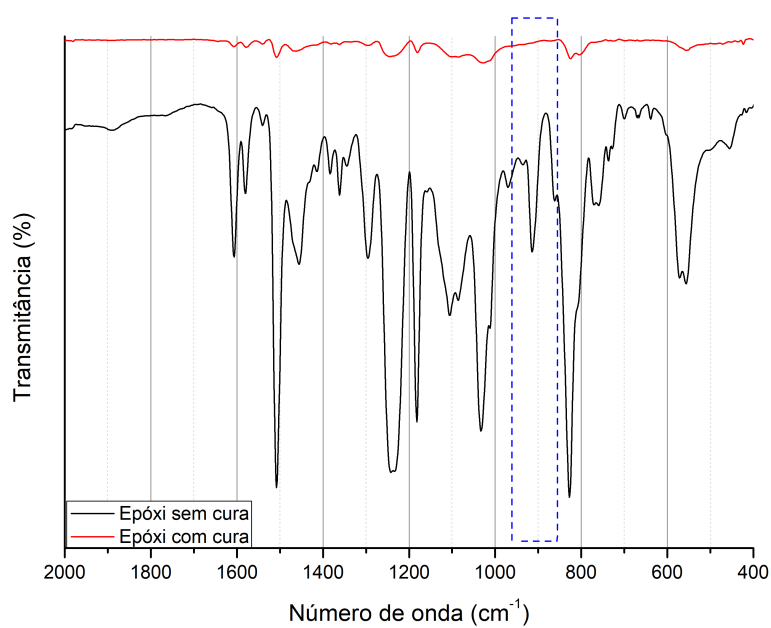
## APÊNDICE D – FTIR E DSC DA MATRIZ EPÓXI

Figura 60 – Curva DSC do epóxi com cura para a identificação da Tg.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

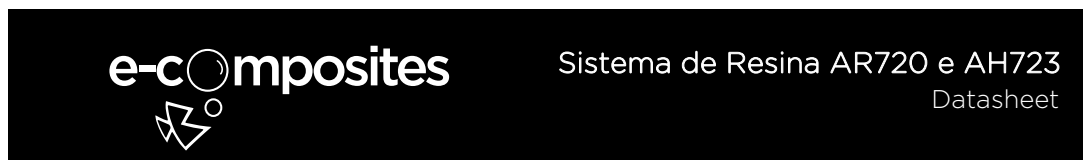
Figura 61 – Espectros de FTIR para epóxi sem cura e com cura.



Fonte: Elaborada pelo autor (2025).

## ANEXO A – SISTEMA DE RESINA AR720 E AH723

Figura 62 – Propriedades mecânicas e físicas do sistema de resina AR720 e AH723.



### Descrição

O sistema de resina epoxy AR720 com endurecedor epoxy AH723 é um sistema de cura rápida, de baixa viscosidade, para uso em laminação manual e laminação a vácuo.

### Propriedades Mecânicas

Propriedade	Unidade	Valor
Dureza Shore D	-	83
Módulo de Tração	GPa	4.1
Resistência a Tração	MPa	79.4
Resistência a Flexão	MPa	144
Módulo de Flexão	GPa	4.0
Deformação	%	7.8
Tg	°C	82
Gel Time	Minutos	55

### Propriedades de Manuseio

Propriedade	Teste	Unidade	AH723	AR720
Viscosidade 25°C	ASTM D-445	mPa.s	70	2350
Densidade 25°C	ASTM D-4052	g/cc	0.981	1.155
Proporção de Mistura em Peso			31	100
Proporção de Mistura em Volume			36.5	100

### Armazenagem e Manuseio

O sistema de resina deve ser armazenado em local seco, entre 15,5 e 37,7°C, e deve sempre ser tampado após o uso. Em caso de cristalização do produto, aquecer à temperatura de 40°C até os cristais se dissolverem e mexer bem depois que o produto estiver liquefeito. Sempre utilize ferramentas limpas e secas para misturar e aplicar os produtos. A mistura deve ser feita cuidadosamente e imediatamente antes do uso, seguindo a taxa de mistura descrita neste datasheet. A temperatura do ambiente não deve ser menor que 18°C durante a mistura.

### Manuseio Seguro

Trabalhe com o produto em áreas ventiladas utilizando luvas, óculos de proteção e vestimentas apropriadas. Evite contato com a pele e os olhos. Evite contaminação da roupa e lave-as bem após o uso. Esse produto pode causar reações alérgicas cutâneas e respiratórias. Consulte as FISPQ (Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico) dos materiais, para precauções completas.