UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE CURSO DE ENGENHARIA NAVAL

ANA LETÍCIA TAVARES

PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS LAMINADOS DE CELULOSE BACTERIANA E RESINA ÉSTER VINÍLICA

> Joinville 2020

ANA LETÍCIA TAVARES

PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS LAMINADOS DE CELULOSE BACTERIANA E RESINA ÉSTER VINÍLICA

Trabalho apresentado como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia Naval do Centro Tecnológico de Joinville da Universidade Federal de Santa Catarina.

Orientador: Dr. Claudimir A. Carminatti

Joinville 2020

Take all the courses in your curriculum. Do the research. Ask questions. Find someone doing what you are interested in! Be curious! *Katherine Johnson*

RESUMO

Materiais compósitos possuem um papel cada vez mais fundamental na construção de estruturas de alto desempenho no mercado aeronáutico, automotivo e naval, por serem capazes de entregar resistência e rigidez com baixo peso. No entanto, o entendimento sobre o ciclo de vida de compósitos ainda é limitado e há preocupações com a utilização de plásticos e fibras não recicláveis e não renováveis. Portanto, a utilização de fibras naturais para reforçar compósitos laminados de matriz polimérica se torna um objeto de estudo interessante tanto pela baixa energia necessária para sua produção quanto por suas propriedades específicas comparáveis às das tradicionais fibras de vidro. Há evidências de que tal desempenho esteja ligado ao teor de celulose na composição da fibra, o que justifica um estudo da viabilidade do uso de películas de celulose bacteriana exercendo a função de reforço estrutural em um compósito laminado de resina éster vinílica. O objetivo deste trabalho foi iniciar uma investigação sobre o uso de celulose bacteriana com reforço de materiais compósitos laminados de matriz polimérica. Foram produzidos hidrogéis de celulose bacteriana utilizando a bactéria *Komagataeibacter hansenii* ATCC[®] 23769TM gue, após purificados, foram secos em estufa. Foram produzidas placas contendo de 1 a 5 camadas de celulose bacteriana pura e, por meio do método de laminação manual, foram produzidas placas de compósito reforçadas também contendo de 1 a 5 películas de celulose bacteriana. Os resultados demonstraram que as placas de celulose bacteriana pura produzidas possuem uma densidade média de 1,00 g/cm³ e as placas de compósito apresentaram teores de reforço que variaram de 17% a 43% e densidades de 0,88 a 1,24 g/cm³. Considerando as densidades obtidas, a metodologia utilizada se mostrou viável para a fabricação de compósitos laminados de celulose bacteriana e resina éster vinílica.

Palavras-chave: Materiais compósitos. Biopolímeros. Laminados. Celulose Bacteriana. Resina éster vinílica.

ABSTRACT

Composite materials have an increasingly fundamental role in the manufacture of high performance structures in aerospace, automotive and naval industries because of its specific strength and stiffness. However, the knowledge about the life cycle of composites is still scarce and there are worries about the use of non-recyclable and non-renewable plastics and fibers. Therefore, the use of natural fibers as reinforcement is an interesting subject of study because of its low energy consumption at manufacture and specific properties comparable to the tradicional fiberglass. Evidence shows that the natural fiber's efficiency may have a connection with the content of cellulose in its composition, which makes it viable an investigation of bacterial cellulose used as a reinforcement in a laminate composite with a ester vinyl resin. The goal of this work was to begin an investigiont about the use of bacterial cellulose as a reinforcement in composites with polymer matrix. Using *Komagataeibacter hansenii* ATCC[®] 23769TM, bacterial cellulose hydrogels were produced, purified and then dried in an incubator. Plates with 1 to 5 layers of pure bacterial cellulose were produced and, using the hand lay-up method, composite plates were also produced with 1 to 5 layers of bacterial cellulose. The results show that the mean density of the plates of pure bacterial cellulose is 1,00 g/cm³ and the reinforcement content of the composite plates had a range between 17% and 43% and densities between 0,88 and 1,24 g/cm³. Considering the densities obtained, the methodology used is feasible to the manufacture of laminated composites of bacterial cellulose and ester vinyl resin.

Keywords: Composites. Biopolymers. Laminate. Bacterial Cellulose. Ester vinyl resin.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama tensão-deformação de compósitos	17
Figura 2 – Densidade de alguns materiais de engenharia	17
Figura 3 – Resistência à tração e Resistência à tração específica de materiais	
de engenharia	18
Figura 4 – Módulo de elasticidade e Módulo de elasticidade específico de	
materiais de engenharia	18
Figura 5 – Direção de orientação das fibras em uma lâmina	20
Figura 6 – Yacht produzido em plástico reforçado com fibra de vidro	22
Figura 7 – Representação da estrutura molecular da celulose	27
Figura 8 – Cultura de K. hansenii em recipiente estático	28
Figura 9 – Hidrogel de celulose bacteriana após purificação	29
Figura 10 – Película de celulose bacteriana após a secagem em estufa	29
Figura 11 – Microscopia eletrônica de varredura	30
Figura 12 – Módulo de elasticidade das resinas de laminação	31
Figura 13 – Resistência à tração das resinas de laminação	32
Figura 14 – Escalas de complexidade de um laminado	33
Figura 15 – Módulo de elasticidade em função da fração volumétrica de fibra	35
Figura 16 – Esquema de laminação manual	36
Figura 17 – Esquema de laminação por infusão à vácuo	37
Figura 18 – Modelo do experimento	39
Figura 19 – Processos	40
Figura 20 – Etapas da produção das películas de celulose bacteriana	41
Figura 21 – Frasco de cultura utilizado para a produção das películas de CB	42
Figura 22 – Purificação das películas em solução de NaOH 0,1 M	42
Figura 23 – Dimensões esperadas das películas de celulose bacteriana, em mm	43
Figura 24 – Cera desmoldante	43
Figura 25 – Secagem películas individuais	44
Figura 26 – Secagem das placas de celulose pura	44
Figura 27 – Molde da laminação manual	45
Figura 28 – Medidas tomadas	47
Figura 29 – Esquema da retirada dos corpos de prova das placas	48
Figura 30 – Medidas tomadas dos corpos de prova	49
Figura 31 – Corpos de prova	50
Figura 32 – Placas de celulose pura	51
Figura 33 – Volume das placas de celulose pura, em mm ³	52

Figura 34 – Massa das placas de celulose pura, em g	53
Figura 35 – Densidade das placas de celulose pura, em g/cm ³ \ldots \ldots \ldots \ldots	54
Figura 36 – Volume das películas de celulose, em mm ³	55
Figura 37 – Massa das películas de celulose, em mg	55
Figura 38 – Densidade das películas de celulose, em g/cm ³	55
Figura 39 – Placas de compósito reforçado com celulose bacteriana	57
Figura 40 – Placa de resina éster vinílica, $R0$	57
Figura 41 – Volume das placas de compósito, em mm ³	58
Figura 42 – Massa das placas de compósito, em g	59
Figura 43 – Densidade das placas de compósito, em g/cm ³	60
Figura 44 – Distribuição de massa nas placas de compósito, em g	61
Figura 45 – Distribuição de volume nas placas de compósito, em mm ³	61
Figura 46 – Variação da espessura das placas em função do número de películas	62
Figura 47 – Frações mássica e volumétrica em função do número de películas	
de celulose	64
Figura 48 – Comparação das frações volumétricas teóricas e medidas	65
Figura 49 – Comparação das densidades volumétricas teóricas e medidas	66

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 –	Etapas da laminação manual	37
Quadro 2 –	Etapas da laminação por infusão à vácuo	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades de fibras de reforço	25
Tabela 2 – Propriedades específicas de fibras de reforço	25
Tabela 3 – Propriedades das celuloses vegetal e bacteriana	27
Tabela 4 – Dimensões das placas de celulose pura, em mm	52
Tabela 5 – Massa, volume e densidade das placas de celulose pura	53
Tabela 6 – Dimensões das películas de celulose, em mm	54
Tabela 7 – Massa, volume e densidade das películas de celulose	56
Tabela 8 – Dimensões das placas de compósito, em mm	58
Tabela 9 – Massa, volume e densidade das placas de compósito	59
Tabela 10 – Fração mássica de resina e celulose	63
Tabela 11 – Fração volumétrica de resina e celulose	63
Tabela 12 – Comparação das frações volumétricas medidas e calculadas	65
Tabela 13 – Comparação das densidades medidas e calculadas	66
Tabela 14 – Massa das películas de celulose em mg	75
Tabela 15 – Dimensão a das películas em mm	76
Tabela 16 – Dimensão b das películas em mm	77
Tabela 17 – Dimensão c das películas em mm $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	78
Tabela 18 – Dimensão d das películas em mm \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	79
Tabela 19 – Dimensão e das películas em mm $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	80
Tabela 20 – Espessura t das películas em mm	81
Tabela 21 – Massa das placas de compósito em mg	82
Tabela 22 – Dimensão a das placas de compósito em mm	82
Tabela 23 – Dimensão b das placas de compósito em mm	82
Tabela 24 – Dimensão c das placas de compósito em mm	83
Tabela 25 – Dimensão d das placas de compósito em mm	83
Tabela 26 – Dimensão e das placas de compósito em mm	83
Tabela 27 – Espessura t das placas de compósito em mm	83
Tabela 28 – Dimensão A dos corpos de prova de materiais compósitos em mm .	84
Tabela 29 – Dimensão B dos corpos de prova de materiais compósitos em mm	85
Tabela 30 – Dimensão C dos corpos de prova de materiais compósitos em mm	86
Tabela 31 – Espessura t dos corpos de prova de materiais compósitos em mm $$.	87
Tabela 32 – Dimensão A dos corpos de prova de celulose pura em mm \ldots \ldots	88
Tabela 33 – Dimensão B dos corpos de prova de celulose pura em mm \ldots	89
Tabela 34 – Dimensão C dos corpos de prova de celulose pura em mm \ldots	90
Tabela 35 – Espessura t dos corpos de prova de celulose pura em mm \ldots \ldots	91

LISTA DE SIGLAS

- ASTM American Society for Testing and Materials
- CB Celulose Bacteriana
- DBO Demanda Bioquímica de Oxigênio
- LMCE Laboratório Central de Microscopia Eletrônica
- LPMC Laboratório de Polímeros e Materiais Compósitos
- MEV Microscopia Eletrônica de Varredura
- RTM Resin Transfer Moulding
- UFSC Universidade Federal de Santa Catarina
- VOCs Compostos orgânicos voláteis

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Área
M	Massa
M_f	Massa de fibra
M_m	Massa de matriz
M_t	Massa total do compósito
M_c	Massa de celulose
V	Volume
V_{f}	Volume de fibra
V_m	Volume de matriz
V_t	Volume total do compósito
V_c	Volume de celulose
V_v	Volume de vazios
m_f	Fração mássica de fibra
m_m	Fração mássica de matriz
m_c	Fração mássica de celulose
v_f	Fração volumétrica de fibra
v_m	Fração volumétrica de matriz
v_c	Fração volumétrica de celulose
v_{medida}	Fração volumétrica de celulose medida
$v_{teorica}$	Fração volumétrica de celulose teórica
E_i	Módulo de elasticidade na direção i
E_f	Módulo de elasticidade da fibra
E_m	Módulo de elasticidade da matriz

ho	Densidade
$ ho_{teorica}$	Densidade teórica do compósito
$ ho_{medida}$	Densidade medida do compósito
$ ho_f$	Densidade da fibra
$ ho_m$	Densidade da matriz
$ ho_c$	Densidade da celulose
$ ho_t$	Densidade do compósito
n	Número de observações de um variável
x	Variável genérica
\bar{x}	Valor médio das observações
x_i	i-ésima observação da variável x
σ^2	Variância
σ	Desvio-padrão
t	Espessura
E	Diferença percentual
R^2	Coeficiente de determinação

SUMÁRIO

1 1.1	INTRODUÇÃO
1.2	Objetivos Específicos
2	UTILIZAÇÃO DE FIBRAS NATURAIS EM MATERIAIS COMPÓSITOS 16
2.1	Aplicações de materiais compósitos na engenharia naval 21
2.2	Aspectos ambientais
2.3	Fibras Naturais
2.4	Celulose
2.5	Resinas
2.6	Micromecânica
2.7	Processos de Fabricação
3	METODOLOGIA DO EXPERIMENTO
3.1	Produção das películas de celulose bacteriana 41
3.2	Estrutura de laminação
3.3	Fabricação das placas
3.4	Caracterização das amostras
3.5	Fabricação e caracterização dos corpos de prova 48
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO 51
4.1	Densidade das placas de celulose pura
4.2	Densidade das películas de celulose
4.3	Densidade das placas de compósito
4.4	Frações mássicas e volumétricas das placas de compósito 62
4.5	Comparação das propriedades medidas com as previstas por meio
_	
5	CONCLUSOES
	REFERÊNCIAS
	APÊNDICE A
	APÊNDICE B
	APÊNDICE C

1 INTRODUÇÃO

Compósitos podem ser definidos como materiais multifásicos cujas características são uma combinação das propriedades das partes que os constituem, de maneira que o produto final possua um desempenho melhor na aplicação desejada (CALLISTER, 2008).

Os compósitos de matrizes poliméricas reforçados com fibras contínuas possuem propriedades mecânicas que podem ser projetadas para serem superiores às do aço e do alumínio, porém com uma densidade muito menor e, por esse motivo, possuem aplicações nas indústrias aeronáutica e automotiva, e até mesmo na fabricação de itens esportivos (NAGAVALLY, 2017).

A indústria naval também se beneficia das excelentes propriedades mecânicas específicas dos compósitos que, combinadas com a alta resistência à corrosão, os tornam ideais para a fabricação de cascos na indústria náutica, partes e elementos de navios de aplicação militar, e até mesmo no reparo ou manufatura de tubos para extração de petróleo (RUBINO et al., 2020).

No entanto, há muitos desafios relacionados ao uso dessa classe de materiais, a começar pela preocupação causada pelo uso de plásticos termorrígidos como matriz, já que são não recicláveis (NGUONG; LEE; SUJAN, 2013). As fibras de reforço mais comuns, como as de vidro, carbono e aramida, também são não renováveis, não recicláveis, além de consumirem níveis altos de energia durante a sua fabricação e representarem risco à saúde quando inaladas ou quando entram em contato com a pele (CHEUNG et al., 2009).

A indústria naval, que utiliza essa classe de materiais em larga escala há mais de cinquenta anos, também demonstra preocupação com relação a sua sustentabilidade, o que torna necessário um maior entendimento do ciclo de vida de estruturas fabricadas com compósitos para avaliar o impacto ambiental de seu uso (SHENOI et al., 2011).

Os desafios enfrentados pela indústria naval estão de acordo com as expectativas sociais na busca por um desenvolvimento tecnológico sustentável que alcance um equilíbrio entre o meio ambiente, a sociedade e a economia. O objetivo principal do desenvolvimento sustentável é encontrar uma maneira de satisfazer as necessidades da sociedade atual sem comprometer a capacidade das gerações futuras de fazerem o mesmo (ISO, 2015).

Portanto, por razões ecológicas e energéticas, é de extrema importância o desenvolvimento de abordagens concorrentes de engenharia para criar alternativas às partes constituintes dos materiais compósitos (SHENOI et al., 2011; BELGACEM;

GANDINI, 2008). As fibras naturais, ainda que com seu próprio conjunto de desafios a serem enfrentados, apresentam-se como uma das soluções industriais mais factíveis para manutenção da sustentabilidade de materiais compósitos (AL-OQLA; SALIT, 2017a).

Compósitos de fibras naturais são ecológicos e sustentáveis, mantendo a leveza e propriedades mecânicas próximas as das fibras sintéticas, aspectos essenciais para a aplicação desse tipo de material em projetos navais (KEYA et al., 2019; RUBINO et al., 2020). No entanto, há alguns obstáculos no uso desse tipo de fibra, que se concentram na alta absorção de umidade e na falta de consistência nas suas propriedades, que variam com a maturidade da planta, com as formas de cultivo e de colheita e com os processos de fabricação e obtenção das fibras (KEYA et al., 2019; AL-OQLA; SALIT, 2017a).

As propriedades das fibras naturais dependem também de fatores como a composição química, estrutura interna da fibra, dimensão das células e a presença de defeitos. Em geral, a resistência da fibra melhora com o aumento do teor de celulose (DUFRESNE, 2008; AL-OQLA; SALIT, 2017b).

A celulose bacteriana (CB) é um biopolímero com fórmula molecular e estrutura polimérica idêntica à celulose produzida por plantas, porém possui um grau mais elevado de cristalinidade e é quimicamente pura, sendo livre de lignina e hemicelulose (PECORARO et al., 2007). Estas características proporcionam um aumento das propriedades mecânicas, resultando em um elevado módulo de elasticidade, entre 100 e 200 GPa (LIN; DUFRESNE, 2014; UMMARTYOTIN; SAIN, 2014). Pode ser obtida de forma mais rápida do que a produzida por plantas por meio do cultivo de microrganismos, principalmente bactérias do gênero *Komagataeibacter*, em meios contendo açúcares e outros nutrientes (LIMA et al., 2017).

As evidências de que a CB pode apresentar melhores propriedades mecânicas que outras fibras naturais e a possibilidade de produção em laboratório, com as condições de cultivo controladas, tornaram interessante a produção de materiais compósitos utilizando resina éster vinílica como matriz e múltiplas camadas de CB como reforço.

Nesse contexto, este trabalho analisou a utilização de celulose bacteriana como reforço estrutural em um compósito laminado de matriz polimérica, mais especificamente, resina éster vinílica. Foram determinadas as propriedades físicas de placas de compósito e placas de celulose pura fabricadas por meio de laminação manual.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo principal deste trabalho foi iniciar uma investigação sobre o uso de celulose bacteriana como reforço de compósitos laminados de matriz poliméricas, analisando também o impacto do número de camadas de celulose nos parâmetros de fração mássica e volumétrica de reforço e densidade das placas de compósito.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir compósitos por meio da laminação manual utilizando resina éster vinílica como matriz e múltiplas camadas de celulose bacteriana (uma a cinco) como reforço;
- Produzir um grupo de controle de placas com múltiplas camadas (uma a cinco) de celulose bacteriana pura;
- Determinar as propriedades físicas massa, volume e densidade dos compósitos e das placas de CB pura produzidas;
- 4. Analisar a influência do número de camadas de CB na fração mássica e volumétrica dos compósitos produzidos;
- 5. Comparar as propriedades físicas medidas com as propriedades previstas por meio da abordagem micromecânica.

2 UTILIZAÇÃO DE FIBRAS NATURAIS EM MATERIAIS COMPÓSITOS

Materiais compósitos podem ser definidos como um sistema de dois ou mais materiais arranjados de forma que a combinação dos elementos apresente melhores propriedades do que os componentes separados seriam capazes de fornecer (AL-OQLA; SALIT, 2017a). Diferente das ligas metálicas, a combinação dos materiais em um compósito acontece em uma escala macroscópica (NAGAVALLY, 2017). As propriedades químicas, físicas e mecânicas dos componentes permanece inalterada (CAMPBELL, 2010) e as propriedades químicas, físicas e/ou mecânicas superiores dos compósitos são alcançadas devido à sinergia entre os elementos, ou seja, a colaboração entre as partes para alcançar um objetivo (DUFRESNE, 2008).

Em geral, um compósito é formado por dois elementos: o reforço e a matriz. O reforço garante resistência e rigidez ao compósito e pode ter formato de fibras contínuas, fibras curtas e até mesmo de partículas. A matriz possui propriedades inferiores, mas é responsável por suportar o reforço na forma e posição desejadas e o proteger de intempéries ambientais, podendo ser polimérica, metálica ou cerâmica (AL-OQLA; SALIT, 2017a; NAGAVALLY, 2017).

O conceito de materiais compósitos não é algo novo, estando presente até mesmo em estruturas naturais construídas por meio de processos biológicos (DUFRESNE, 2008). O osso animal pode ser considerado um exemplo, onde minerais atuam como elementos de reforço e o colágeno serve o propósito de matriz (PARK; LAKES, 2007). A madeira composta de celulose, lignina e hemicelulose também pode ser colocada nessa categoria.

Os primeiros registros de compósitos produzidos por humanos datam de 1500 A.C., quando os povos do Egito e da Mesopotâmia utilizaram uma mistura de lama e palha para a fabricação de tijolos (KEYA et al., 2019; DUFRESNE, 2008). Já o desenvolvimento de compósitos estruturais laminados de alto desempenho só foi possível com o desenvolvimento dos polimeros modernos (KEYA et al., 2019).

Carleton Ellis, um inventor e pioneiro da química orgânica que trabalhava na DuPont, registrou a primeira patente de resina poliéster insaturada em 1936 (KANDELBAUER et al., 2014; SPURR, 2000). Melhorias foram realizadas por americanos e europeus durante a II Guerra Mundial até que, em 1942, o engenheiro Ray Greene foi capaz de juntar a resina poliéster insaturada com as inovadoras fibras de vidro produzidas pela Owens Corning para construir não só a primeira grande peça estrutural de material compósito laminado, como também o primeiro barco de plástico reforçado com fibra de vidro (SPURR, 2000).

O material de baixa densidade, com elevada resistência e rigidez, e uma

grande resistência à corrosão, encontrou aplicações em diversas áreas, entre elas vale destacar as áreas aeronáutica e automotiva. A matriz polimérica é utilizada para proteger, dar forma e transferir os esforços às fibras, normalmente contínuas, produzindo compósitos de alto desempenho, que fornecem propriedades excelentes à peça final (KEYA et al., 2019; AL-OQLA; SALIT, 2017a). A Figura 1 mostra o comportamento típico de fibras e matrizes poliméricas em um ensaio de resistência à tração, além do comportamento médio esperado do compósito laminado.





Fonte: Al-Oqla e Salit (2017b), p. 78

A principal vantagem dos materiais compostos em relação aos materiais tradicionais de engenharia é a baixa densidade. A Figura 2 apresenta o comparativo da densidade de fibras e de materiais típicos de engenharia, onde Carbono IM representa uma de fibra de carbono de módulo de elasticidade intermediário e Carbono HS representa uma fibra de carbono de alta resistência.





As fibras de vidro, as mais comuns principalmente no mercado náutico, possuem densidades comparáveis a do alumínio, enquanto as fibras de alto desempenho, como as de carbono e aramida, podem ter densidades mais de cinco vezes menores que a do aço.

Isso significa que as propriedades específicas dos compósitos podem ser superiores às propriedades de outros materiais. Um exemplo é o aço que, em números absolutos, possui uma resistência à tração de 704 MPa e um módulo de elasticidade de 211 GPa, enquanto a fibra de vidro S possui resistência à tração de 520 MPa e módulo de elasticidade de 42 GPa. Dividindo o valor dessas propriedades pela densidade do material, é possível encontrar as propriedades específicas, ilustradas nas Figuras 3 e 4.





Fonte: Adaptado de Nasseh (2007)

Figura 4 – Módulo de elasticidade e Módulo de elasticidade específico de materiais de engenharia



Nas Figuras 3 e 4 é possível observar que, apesar do aço ser superior à fibra de video S em números absolutos, a fibra de vidro S apresenta melhor desempenho na resistência ao se considerar as propriedades específicas. Fibras de carbono e aramida apresentam propriedades específicas melhores nos dois quesitos avaliados.

Por meio das propriedades específicas é possível comparar a eficiência dos materiais, ou seja, o quanto eles são capazes de resistir a um esforço com uma determinada unidade de massa. As fibras apresentam propriedades mecânicas superiores às propriedades de outros materiais típicos de engenharia. Em outras palavras, é possível construir uma estrutura em material compósito capaz de resistir à mesma carga que uma estrutura metálica, só que com um peso drasticamente menor. Essa redução de peso resulta em maior capacidade de carga e economia de combustível em sistemas veiculares (RUBINO et al., 2020; NAGAVALLY, 2017).

No entanto, o projeto de uma estrutura construída em material compósito apresenta uma complexidade maior do que a construção em materiais metálicos, já que há um número muito maior de variáveis. É necessário realizar a escolha do tipo de fibra, do tipo de matriz e, se necessário, do tipo de espuma para compor o núcleo de um painel sanduíche. O teor de fibra e o teor de matriz são decisivos para definir as propriedades finais da peça e são influenciados pelo processo de manufatura, pela habilidade e experiência dos colaboradores que trabalham em sua fabricação, pelo tempo de cura, entre outros.

Outra característica adicional de projeto é que lâminas de compósitos reforçadas com fibras contínuas unidirecionais são ortotrópicas, ou seja, possuem propriedades diferentes em direções diferentes. Isso porque fibras contínuas possuem excelentes propriedades mecânicas na direção 1 (indicada na Figura 5), mas pouco contribuem nas direções 2 e 3. Isso pode também ser tomado como uma vantagem, já que é possível projetar compósitos para alcançarem propriedades ótimas apenas em uma direção específica, eliminando o peso que seria necessário para que fossem resistentes em todas as direções, como é o caso do aço (NAGAVALLY, 2017; CAMPBELL, 2010).



Figura 5 – Direção de orientação das fibras em uma lâmina

Fonte: A Autora (2020)

A grande variedade de matrizes e reforços disponíveis no mercado garante que compósitos possam ser projetados para apresentarem alta resistência ao impacto, a cargas e a ciclos repetidos de tensão, tornando gigante o potencial para seu uso em projetos (DUFRESNE, 2008). Além disso, compósitos de matrizes poliméricas são capazes de produzir peças com formatos complexos e apresentam resistência à intempéries ambientais, à ataques químicos e à corrosão, o que também diminui a necessidade de manutenção durante a vida útil do material (KEYA et al., 2019).

Apesar de terem diminuído no últimos anos, os custos de construção com materiais compósitos ainda são elevados, principalmente considerando os materiais em sua forma bruta (CAMPBELL, 2010).

Outro desafio relacionado à fabricação é a obtenção de uma adesão adequada entre os reforços e a matriz (BLEDZKI; GASSAN, 1999). Uma boa adesão entre as duas partes tem influência direta no desempenho do material em relação às propriedades mecânicas como resistência e rigidez. A separação da fibra da matriz, chamada de delaminação, pode ser evitada com o uso correto da matriz e da preparação da superfície (NASSEH, 2007). Uma adesão fraca entre os elementos do compósito pode ser causada pela incompatibilidade entre os tipos de fibra e de matriz, pela entrada de umidade devido ao processo de hidrólise durante a cura do polímero, entre outros. Também é necessário destacar a perda de propriedades mecânicas em altas temperaturas e as preocupações ambientais relacionadas ao uso desses tipos de materiais (CHEUNG et al., 2009).

A vida útil de materiais compósitos é bastante longa e há pouca compreensão de todo o ciclo do material. Muitas estruturas de compósitos já possuem uma vida útil de mais de meio século (NAGAVALLY, 2017). Porém, não entender o ciclo de vida de um produto torna-se um problema, principalmente porque tanto as matrizes como as fibras mais comuns não são renováveis, tão pouco recicláveis. Há um alto consumo de energia na fabricação e, dependendo do método utilizado, há emissão de poluentes. Muitos dos componentes utilizados representam riscos à saúde quando entram em contato com a pele ou quando são inalados (CHEUNG et al., 2009).

É necessário trabalhar em uma melhor compreensão do ciclo de vida dos componentes dos materiais compósitos, de forma a encontrar um equilíbrio entre a preservação do meio ambiente, dos interesses socais e econômicos, e da segurança dos colaboradores (ISO, 2015). É inclusive um compromisso da indústria naval estar em constante aprimoramento e desenvolvimento de novos materiais, sendo de grande relevância aspectos como o ciclo de vida, o impacto ambiental de sua fabricação, e a sua utilização (SHENOI et al., 2011).

Nesse contexto, as fibras naturais se mostram como uma opção interessante para a substituição de reforços, fornecendo boas características mecânicas e baixo custo energético para sua produção (BELGACEM; GANDINI, 2008).

Claro que como os materiais compósitos em si, o uso de fibras naturais apresenta um conjunto próprio de desafios. O restante do presente capítulo versará sobre esses desafios, mas também sobre as vantagens e características desse tipo de material, principalmente sobre como a celulose, principal elemento de sua composição, é importante para suas propriedades mecânicas (DUFRESNE, 2008).

A celulose é tradicionalmente obtida a partir de plantas (RUKA; SIMON; DEAN, 2013), mas é possível também produzi-la livre de impurezas por meio da sua biossíntese por bactérias (PECORARO et al., 2007). A celulose bacteriana é o objeto de estudo do presente trabalho, que busca investigar a viabilidade de seu uso como reforço em materiais compósitos laminados.

2.1 APLICAÇÕES DE MATERIAIS COMPÓSITOS NA ENGENHARIA NAVAL

A primeira grande peça com função estrutural produzida a partir de materiais compósitos laminados foi um barco. A mistura de fibra de vidro com resina poliéster insaturada utilizada por Ray Greene permanece sendo utilizada até hoje para a construção de barcos (SPURR, 2000).

Materiais compósitos são utilizados de forma ampla na fabricação de embarcações de recreio com comprimentos que variam entre 3 e 70 metros (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017). No caso de embarcações de até 20 metros, como é o caso da apresentada na Figura 6, os plásticos reforçados com fibra de vidro são responsáveis pela construção de 80% dos cascos. Esta categoria inclui barcos de pesca, lanchas, catamarãs e veleiros (RUBINO et al., 2020). Isso porque os materiais compósitos possuem características capazes de cumprir requisitos de projeto importantes para a indústria náutica, como a capacidade de reduzir o peso da estrutura, reduzir custos de manutenção e aumentar a resistência à corrosão (CHEN; SUN; SOARES, 2003).



Figura 6 – Yacht produzido em plástico reforçado com fibra de vidro

Fonte: Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017), p. 3825

Além disso, é possível diminuir o número de componentes necessários para construir uma peça, facilitando o processo de fabricação e diminuindo posteriores custos de manutenção. Uma única peça de compósito pode substituir um conjunto inteiro de peças de metal (NAGAVALLY, 2017).

No entanto, a introdução de materiais compósitos na indústria naval representou um importante marco tecnológico e não se limitou apenas à construção de embarcações de recreio. Desde 1973, são construídas embarcações militares de plástico reforçado com fibra de vidro nos Estados Unidos (RUBINO et al., 2020). Como ondas de rádio passam sem interferência por materiais compósitos, eles são utilizados para produzir equipamentos de radar, essenciais para a segurança da navegação (RUBINO et al., 2020).

Já na área de extração de petróleo *offshore*, há patentes para construção de tubos de materiais compósitos para perfuração e transporte de produtos líquidos ou gasosos (CHAUSSEPIED et al., 1995). Existem também técnicas para o reparo de tubos metálicos com materiais compósitos. Os materiais compósitos aparecem também em componentes de sistemas marinhos de energia renovável, que utilizam plantas instaladas no mar para recolher energia carregada por ondas, correntes, marés, salinidade e gradientes de temperatura. Um exemplo disso são as pás eólicas (RUBINO et al., 2020).

Nos últimos anos, há um crescente interesse da indústria naval em ter uma melhor compreensão do ciclo de vida dos produtos fabricados, utilizando abordagens que incluem análise das fases de extração dos materiais brutos, de processamento e fabricação, de distribuição, de uso e, por fim, da reciclagem e descarte (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017). Entender o ciclo de vida de estruturas de compósitos é necessário para melhor entender o impacto ambiental de seu uso, estimar os custos energéticos e identificar oportunidades de utilizar materiais novos mais eficientes ou trabalhar para seu desenvolvimento (SHENOI et al., 2011).

2.2 ASPECTOS AMBIENTAIS

As preocupações da indústria naval sobre uma maior compreensão do ciclo de vida de materiais compósitos se alinham com a necessidade de alcançar um equilíbrio entre a preservação do meio ambiente e a economia, de forma a satisfazer as necessidades do momento atual sem comprometer os recursos das gerações futuras (ISO, 2015).

Há alguns problemas ambientais no uso de materiais compósitos e eles podem ser divididos em três partes. O primeiro deles é o uso das resinas poliméricas, o segundo é a emissão de compostos orgânicos voláteis (VOCs) e, por último, o uso de fibras não recicláveis e que podem causar irritação quando em contato com a pele humana.

As três resinas mais utilizadas na indústria naval são a poliéster insaturada, a éster vinílica e a epóxi. Todas as três são resinas termofixas, ou seja, uma vez curadas não podem ser recicladas (KANDELBAUER et al., 2014). Isso, em um contexto de grande popularização do uso de plásticos, levanta preocupações entre ambientalistas sobre o potencial de contaminação causado pela eliminação de plásticos (NGUONG; LEE; SUJAN, 2013). Nesse sentido, há pesquisas para o desenvolvimento de resinas termoplásticas em materiais compósitos, já que é possível realizar a reciclagem delas (CHEUNG et al., 2009).

Há regulamentações cada vez mais rígidas em relação à emissão de VOCs, principalmente nos Estados Unidos e na Europa. A emissão destes compostos ocorre principalmente devido à evaporação de estireno, que é utilizado para a diluição e possui papel importante na realização da cura por ligações cruzadas das resinas poliéster insaturada e éster vinílica. A emissão de VOCs é um problema particularmente grave quando o processo de fabricação é a laminação manual, sendo a laminação por infusão à vácuo uma solução bastante utilizada (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017). Mais detalhes sobre a diferença entre esses dois processos são descritos na Seção 2.7.

As fibras sintéticas tradicionalmente utilizadas na manufatura de materiais compósitos possuem eficiência estrutural ímpar, mas possuem alto custo energético em sua fabricação e, devido à sua natureza inorgânica, não é possível realizar a reciclagem das fibras (DUFRESNE, 2008). O aprimoramento do uso de fibras naturais como reforços é um passo importante em direção à sustentabilidade ambiental por seu caráter reciclável e biodegradável e também pela possibilidade de reduzir resíduos e custos de produção, o que também pode aumentar a margem de lucro e apoiar a sustentabilidade industrial (AL-OQLA; SALIT, 2017a; NGUONG; LEE; SUJAN, 2013).

2.3 FIBRAS NATURAIS

Fibras devem possuir propriedades mecânicas sempre superiores às das matrizes, fornecendo ao compósito resistência à tração, rigidez e, em conjunto com a matriz, resistência à compressão (DUFRESNE, 2008). O tipo e o teor dos reforços determinam as propriedades finais do compósito (CAMPBELL, 2010).

O teor de fibra de um compósito é definido como a massa de fibra dividida pela massa total da peça (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017).

A razão entre o comprimento e o diâmetro da fibra, também chamada de razão de aspecto, é outro fator importante para o desempenho mecânico dos compósitos. Fibras contínuas utilizadas em aplicações de alto desempenho possuem alta razão de aspecto (CAMPBELL, 2010).

Além do apelo ambiental do uso de fibras naturais, elas se fazem essenciais na produção limpa de compósitos, pois possuem grande disponibilidade em diversas formas e baixo custo de fabricação, o que as torna fortes candidatas a substituir as fibras de vidro (AL-OQLA; SAPUAN; JAWAID, 2016; BELGACEM; GANDINI, 2008).

Há uma grande variedade de fibras naturais que podem ser cultivadas em diversos locais e condições (BELGACEM; GANDINI, 2008). Numerosos são os fatores que definem suas propriedades mecânicas, mas os principais são a composição química e física, a estrutura interna da fibra, a dimensão das células, o ângulo das fibras, a geometria da seção transversal e o grau de polimerização. Ainda podem ser citadas a maturidade, o processo de separação e os defeitos microscópicos e moleculares (DUFRESNE, 2008; BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Em geral, fibras naturais contém uma quantidade de celulose que corresponde de 50-80% de sua composição total, 5-20% de lignina, umidade até 20%, além de alguns outros componentes como hemicelulose e pectina (NGUONG; LEE; SUJAN, 2013; AL-OQLA; SALIT, 2017b; BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Há um entendimento de que o aumento no teor de celulose resulta em um aumento da resistência da fibra e, por esse motivo, essa informação aparece na Tabela 1 junto com outras propriedades de algumas fibras naturais, assim como de algumas fibras sintéticas (DUFRESNE, 2008).

É possível observar também na Tabela 1 que as propriedades das fibras naturais podem variar de forma bastante drástica, chegando ao extremo de o valor máximo informado ter uma variação de 500% em relação ao valor mínimo, como é o caso do algodão. Isso se deve a fatores externos difíceis de serem controlados, que variam desde a maturidade da fibra colhida, até danos microscópicos devidos à natureza do material ou ao processo de purificação, o tipo de solo, clima do cultivo, fonte de obtenção, técnica de separação e histórico da fibra (DUFRESNE, 2008; BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Fibra	Teor de celulose [%]	Resistência à tração [MPa]	Módulo [GPa]	Densidade [g/cm ³]
Algodão	82,7	300 - 1500	5,5 - 27,6	1,5
Rami	68,6	400 - 938	61,4 - 128,0	1,55
Sisal	65,8	468 - 700	9,4 - 22,0	1,45
Juta	64,4	393 - 800	13,0 - 26,5	1,4
Linho	64,1	345 - 1500	27,6	1,5
Vidro E	0,0	415	28	2,7
Vidro S	0,0	520	42	2,6
Aramida	0,0	610	48	1,4
Carbono HS	0,0	830	110	1,7
Carbono IM	0,0	620	130	1,8

Tabela 1 – Propriedades de fibras de reforço

Fonte: Adaptada de Dufresne (2008), Bledzki e Gassan (1999) e Nasseh (2007).

A Tabela 1 também mostra que as propriedades mecânicas das fibras naturais podem ser inferiores às das fibras sintéticas normalmente utilizadas. Suas densidades, no entanto, são comparáveis às fibras mais leves como a de aramida, ou seja, as propriedades específicas das fibras naturais são competitivas, se equiparando às das amplamente utilizadas fibras de vidro, como mostrado na Tabela 2.

Fibra	Resistência específica [MPa.cm ³ /g]	Módulo de elasticidade específico [GPa.cm ³ /g]
Algodão	200-1000	4 - 18
Rami	258-605	40 - 83
Sisal	323-483	6 - 15
Juta	281-571	9 - 19
Linho	230-1000	18
Vidro E	154	10
Vidro S	200	16
Aramida	436	34
Carbono HS	488	65
Carbono IM	344	72

Tabela 2 – Propriedades específicas de fibras de reforço

Fonte: A Autora (2020)

As propriedades específicas, aliadas ao baixo custo, abundância de disponibilidade, renovabilidade e biodegradabilidade, justificam o uso de fibras naturais em materiais compósitos, principalmente quando se caminha para um futuro onde cada vez mais é necessário se preocupar com um desenvolvimento sustentável (BELGACEM; GANDINI, 2008; SUN, 2018). Além disso, elas são não-tóxicas, o que facilita seu processamento em comparação com fibras de vidro, que podem causar risco à saúde

dos colaboradores e cuja abrasividade prejudica o equipamento de processamento (KEYA et al., 2019; NGUONG; LEE; SUJAN, 2013).

Essas são as razões pelas quais esse tipo de reforço está ganhando atenção entre acadêmicos, pesquisadores e indústria (KEYA et al., 2019). No entanto, o comportamento inconsistente devido à grande dependência que as propriedades mecânicas tem do ambiente de cultivo, maturidade da planta e técnica de colheita ainda é um desafio (KEYA et al., 2019).

A alta absorção de umidade também é uma questão importante, já que pode causar perda do desempenho mecânico (AL-OQLA; SALIT, 2017a). No entanto, há pesquisas sobre tratamentos químicos que são capazes de controlar essa questão, mas que podem alterar o comprimento da fibra e prejudicar a sua adesão à matriz polimérica (KEYA et al., 2019; NGUONG; LEE; SUJAN, 2013).

A baixa temperatura admissível se deve à possíveis alterações físicas e químicas que podem ocorrer em fibras celulósicas, compostas de uma complexa mistura de materiais orgânicos que se decompõem à uma temperatura de 240 ℃ (SUN, 2018; AL-OQLA; SALIT, 2017a).

Algumas propriedades mecânicas também deixam a desejar, como a baixa resistência ao impacto, que pode ser melhorada com a adição de borracha ou elastômeros ao compósito (SUN, 2018).

Apesar de ainda não possuírem um grande mercado pelas dificuldades citadas, as propriedades específicas das fibras naturais, aliadas ao seu apelo ambiental fazem com que seja necessário encontrar soluções para os desafios apresentados, o que torna o uso de fibras celulósicas um tópico de estudo interessante (SUN, 2018).

Esse contexto justifica a investigação da viabilidade do uso de películas de celulose bacteriana como reforço de materiais compósitos laminados. Além de ser um fator importante na melhoria das propriedades mecânicas em relação a outras fibras naturais, as condições de cultivo da celulose bacteriana podem ser totalmente controladas em laboratório.

2.4 CELULOSE

A celulose é o biopolímero mais antigo, mais abundante e mais importante da Terra (PECORARO et al., 2007; AL-OQLA; SALIT, 2017a; LIN; DUFRESNE, 2014). A maior parte da biossíntese ocorre na parede celular das plantas, mas ela também pode ser encontrada em fontes químicas, enzimáticas, bacterianas e até animais, especificamente animais marinhos tunicados (PECORARO et al., 2007). A Figura 7 ilustra sua estrutura química, que possui a celobiose como monômero.



Figura 7 – Representação da estrutura molecular da celulose

Fonte: Al-Oqla e Salit (2017a), p. 31

A celulose é um componente orgânico linear cuja fórmula molecular é $(C_6H_{10}O_5)_n$. Ela é encontrada naturalmente com mais frequência em sua forma complexa como componente fundamental da parede celular das plantas, mas misturada com hemicelulose e lignina em grandes quantidades, necessitando de processos complexos para realizar sua extração (PECORARO et al., 2007; BLEDZKI; GASSAN, 1999). Sua forma pura pode ser sintetizada em grandes quantidades pela bactéria *Komagataeibacter hansenii* ATCC[®] 23769TM, anteriormente designada *Acetobacter xylinum*.

Quimicamente, as formas puras produzidas por bactérias e as estruturas complexas de celulose produzidas por plantas são idênticas, mas há diferenças no grau de polimerização (número de vezes que o monômero se repete) e no grau de cristalinidade, como é apresentado na Tabela 3.

Propriedade	Celulose vegetal	Celulose bacteriana
Espessura da fibra	1,4 - 4,0 x 10 ⁴ nm	70 - 80 nm
Cristalinidade	56 - 65%	65 - 79%
Grau de polimerização	13 000 - 14 000	2 000 - 6 000
Módulo de elasticidade	5,5 - 12,6 GPa	15 - 30 GPa
Teor de água	60%	98.5%

Tabela 3 – Propriedades das celuloses vegetal e bacteriana

Fonte: Pecoraro et al. (2007), p. 370.

A alta cristalinidade da celulose implica em um aumento no módulo de elasticidade (UMMARTYOTIN; SAIN, 2014). Considerando que a celulose é a maior fonte de alta performance nas fibras das plantas (AL-OQLA; SALIT, 2017b) e que é possível produzir celulose bacteriana quimicamente pura, com cristalinidade maior do que a produzida por plantas, há evidências de que o desempenho de películas de celulose bacteriana como material de reforço de compósitos laminados poderia se sobressair aos desempenhos de outras fibras naturais.

A celulose bacteriana foi sintetizada pela primeira vez por Brown (1886), que

observou o crescimento de uma massa gelatinosa translúcida em meio de cultura da *Bacterium aceti*.

A *K. hansenii* é uma bactéria Gram-negativa, estritamente aeróbica, que não realiza fotossíntese e possui a capacidade de converter glicose, glicerol e outros substratos orgânicos em celulose em um período de apenas alguns dias, ou seja, muito mais rápido do que a forma complexa produzida por plantas. Esta bactéria pode ser encontrada em frutas, vegetais, vinagre e bebidas alcoólicas, apresentando baixo risco biológico e pouco risco de infecção em adultos saudáveis (PECORARO et al., 2007).

A cultura pode acontecer de duas formas. Em recipientes estáticos, como apresentado na Figura 8, onde a película formada possui a mesma forma do recipiente, ou em birreatores onde, dependendo da velocidade de agitação, podem ser obtidas desde pequenas esferas de celulose até grandes corpos tridimensionais (BRANDES et al., 2018; RECOUVREUX et al., 2011).

Figura 8 – Cultura de K. hansenii em recipiente estático



Fonte: A Autora (2020)

O tempo de cultivo depende da espessura que se deseja alcançar, mas a *K. hansenii* é capaz de converter substratos orgânicos em celulose em um período de apenas alguns dias. A formação da película acontece pela extrusão de uma cadeia de celulose por cada poro da membrana da *K. hansenii*. Cada cadeia se agrupa com outras 36 para formar uma fibra que possui o diâmetro de aproximadamente 3,5 nm. A película de celulose funciona como um abrigo para a bactéria, protegendo-a da radiação solar ultravioleta, mantendo-a em um abrigo aeróbico e úmido na interface ar-líquido, e a protegendo de predadores e possíveis contaminações (PECORARO et al., 2007).

As cadeias de celulose, formadas por unidades de glicose unidas por ligações $\beta(1-4)$ glicosídicas, interagem através de ligações de hidrogênio, assumindo uma orientação paralela entre elas (PECORARO et al., 2007). A Figura 9 mostra uma película formada em cultivo estático depois da purificação realizada com hidróxido de sódio 0,1 M e subsequentes lavagens com água destilada até pH neutro.



Figura 9 – Hidrogel de celulose bacteriana após purificação

Fonte: A Autora (2020)

A purificação é necessária para eliminar as bactéricas presentes nas películas e para remover resquícios do meio de cultivo que fazem com que a película tenha uma cor diferente da sua aparência translúcida original (BROWN, 1886).

A Figura 10 mostra uma película que passou pelo processo de secagem. É possível observar que a espessura diminui de forma drástica durante o processo, já que o teor de água na celulose bacteriana chega a 98,5%, como foi apresentado na Tabela 3.



Figura 10 – Película de celulose bacteriana após a secagem em estufa

Fonte: A Autora (2020)

A Figura 11, por sua vez, apresenta a imagem de alta resolução produzida por um microscópio eletrônico de varredura (MEV), ao analisar uma película de celulose bacteriana. A imagem foi produzida pelo Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LMCE) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e apresenta uma amostra não purificada produzida no Laboratório de Polímeros e Materiais Compósitos (LPMC), onde é possível observar as bactérias (corpos brancos) que produzem o biopolímero inseridas na estrutura do polímero.



Figura 11 – Microscopia eletrônica de varredura

Fonte: LPMC (2019)

Atualmente, a celulose bacteriana é utilizada com frequência para a fabricação de pele artificial temporária para o tratamento de feridas e queimaduras, vasos sanguíneos artificias e micro nervos. Ela também é testada para a regeneração de tecidos dentários (PECORARO et al., 2007).

O uso da celulose bacteriana no campo médico já é uma realidade, mas até o momento ela apresenta apenas potencial para outras aplicações como, por exemplo, reforço de materiais compósitos laminados de matrizes poliméricas. As características físicas e desempenho mecânico das películas de celulose tornam seu uso como material de reforço para materiais compósitos um tópico de estudo interessante. Para isso, é essencial que a película passe por um processo de secagem, já que a água na superfície da celulose age como um agente separador na interface fibra-matriz (DUFRESNE, 2008).

2.5 RESINAS

A matriz polimérica de compósitos laminados é, em geral, formada por plásticos termofixos. As mais comuns na indústria naval são as poliéster insaturado, as éster vinílicas e as epóxi, mas há progresso significativo no uso de resinas fenólicas (RUBINO et al., 2020).

A resina de poliéster insaturado, cujo princípio de funcionamento foi descoberto por Carleton Ellis, foi a primeira a ser utilizada para laminação de um barco (SPURR, 2000). Tipicamente, a longa cadeia linear de éster é diluída em estireno, um comonômero que diminui sua viscosidade, facilita sua aplicação e, após o uso de iniciador, se torna parte da rede tridimensional sólida formada (KANDELBAUER et al., 2014).

A Figura 12 mostra, que dentre as resinas discutidas nessa seção, a resina poliéster é a que possui o menor módulo de elasticidade.



Figura 12 – Módulo de elasticidade das resinas de laminação

O maior problema da resina poliéster insaturada é que os grupos éster presentes ao longo de toda a sua cadeia são suscetíveis ao ataque de substâncias químicas e à hidrólise, ou seja, à entrada de água e umidade dentro da matriz, o que pode prejudicar a interação entre a fibra e a resina, podendo causar a delaminação (KEYA et al., 2019).

A delaminação é um grande problema porque é a adesão entre a matriz e o reforço que garante que os esforços sejam transferidos do primeiro para o segundo por meio do cisalhamento na interface, o que garante as propriedades mecânicas da peça final (DUFRESNE, 2008; CAMPBELL, 2010; BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Em geral, a matriz é uma fase contínua, isotrópica e normalmente apresenta baixa resistência e rigidez quando comparada às fibras de reforço. Ela é responsável também por manter as fibras na orientação adequada e fornecer proteção contra as intempéries ambientais (CAMPBELL, 2010). Para construção de embarcações, as resinas devem apresentar boas características térmicas e mecânicas, além de possuírem fácil processamento, com cura em temperatura ambiente (RUBINO et al., 2020).

A Figura 13 apresenta os valores de resistência à tração das resinas de laminação mais comuns. As informações presentes nas Figuras 12 e 13 dizem respeito a amostras curadas em temperatura ambiente e caracterizadas sete dias após a cura (NASSEH, 2007).



Figura 13 – Resistência à tração das resinas de laminação

As resinas éster vinílicas possuem características mecânicas e custos intermediários entre as poliéster insaturadas e às resinas epóxi, como pode ser observado nas Figuras 12 e 13. Elas são formadas a partir da reação de resinas epóxi com ácidos carboxílicos insaturados (KANDELBAUER et al., 2014; LI, 1998). Também há estireno presente como solvente e diluente, com a finalidade de diminuir a viscosidade e como um extensor dos monômeros, que contém vários grupos reativos vinílicos para fornecer a habilidade de realizar as ligações cruzadas (KANDELBAUER et al., 2014).

A principal vantagem das éster vinílicas em relação às resinas poliéster insaturadas é a presença de grupos éster somente na ponta das cadeias, limitando os locais onde é possível ocorrer hidrólise e ataques químicos (RUBINO et al., 2020). Isso garante também maior capacidade de deformação, maior resistência ao impacto e maior vida útil em fadiga. Vale ressaltar também a possibilidade de catalisar a resina éster vinílica em um grande espectro de tempo de cura (TEKALUR; SHIVAKUMAR; SHUKLA, 2008).

As resinas epóxi possuem propriedades mecânicas superiores às anteriores, além de uma adesividade maior nas fibras, sobretudo nas sintéticas. Além disso, é possível ter um controle muito maior do tempo de cura, que pode variar de alguns minutos até várias horas. Todas essas vantagens refletem no custo do produto, que é mais alto e utilizado principalmente em projetos de alto desempenho (BROSTOW; GOODMAN; WAHRMUND, 2014).

A resina éster vinílica foi escolhida para a produção dos compósitos laminados reforçados com películas de celulose pois fornece uma proteção à hidrólise maior que as resinas poliéster, o que é importante quando se trabalha com um reforço hidrofílico. Além disso, possui um custo benefício melhor do que a epóxi nessa situação.

2.6 MICROMECÂNICA

O projeto de estruturas em materiais compósitos possui uma complexidade maior do que o de estruturas metálicas pelo número maior de variáveis envolvidas. Essas variáveis podem ser representadas pelo tipo e orientação de fibra, tipo de matriz, a adesão entre os elementos e a quantidade de cada um deles.

No entanto, existem ferramentas para levar em conta todas essas variáveis em diferentes escalas e realizar uma previsão do comportamento do compósito. A Figura 14 mostra o arranjo de uma lâmina, ou *ply*, que é uma única camada de material compósito, e como um conjunto de lâminas, no caso em diferentes direções, forma um laminado. Conjuntos de laminados são utilizados para construção de estruturas.



Figura 14 – Escalas de complexidade de um laminado

Fonte: Koide, França e Luersen (2013), p.492

A micromecânica é uma abordagem que utiliza as propriedades e arranjo dos constituintes de um material heterogêneo para modelar seu comportamento (ABOUDI; ARNOLD; BEDNARCYK, 2013). Para aplicação da micromecânica, Al-Qureshi (2010) define que algumas hipóteses devem ser adotadas sobre o comportamento de uma lâmina de plástico reforçado com fibra unidirecional sob carregamento axial. A primeira é que a matriz é homogênea e apresenta comportamento linear elástico, além de ser isotrópica. As fibras são contínuas e espaçadas de forma uniforme, além de possuírem uma adesão perfeita com a matriz. A lâmina inteira é elástica e não possui tensões internas e térmicas.

O fato de a matriz ser completamente homogênea implica que não há vazios na lâmina. Todas essas hipóteses não ocorrem na realidade, mas mesmo adotando-as, a micromecânica consegue previsões satisfatórias do comportamento de uma lâmina em qualquer direção e para qualquer fração volumétrica de fibra, mesmo que o compósito ainda não tenha sido fabricado (ABOUDI; ARNOLD; BEDNARCYK, 2013). Depois da análise via micromecânica, é possível utilizar as informações obtidas para realizar a análise em maior escala por meio da macromecânica ou análise de elementos finitos.

O principal objetivo da micromecânica é determinar a resistência e o módulo

de elasticidade de uma lâmina de compósito nas três direções indicadas na Figura 5. Antes disso, é necessário definir o conceito de fração volumétrica e fração mássica, além de encontrar uma maneira de calcular a densidade do compósito. As Equações 1 e 2 indicam que a massa total, M_t , e o volume total, V_t , do compósito são a soma das massas e dos volumes das fibras (M_f e V_f) e da matriz (M_m e V_m):

$$M_t = M_f + M_m \tag{1}$$

$$V_t = V_f + V_m + V_v \tag{2}$$

As parcelas das Equações 1 e 2 são expressas em unidades de massa e volume, respectivamente. A parcela V_v da Equação 2 se refere ao volume de vazios, que pode ser eliminada dada hipótese de que não há vazios na lâmina. Dividindo os dois lados da Equação 1 por M_t , é possível obter:

$$\frac{M_t}{M_t} = \frac{M_f}{M_t} + \frac{M_m}{M_t}$$
$$m_f + m_m = 1$$
(3)

A Equação 3 mostra que a soma das frações mássicas de matriz, m_m , e reforço, m_f , deve ser igual a 1. A fração mássica de reforço é também chamada de teor de fibra do laminado.

De forma análoga, a Equação 2 pode ser reescrita da seguinte forma quando ambos os lados são divididos por por V_t :

$$\frac{V_t}{V_t} = \frac{V_f}{V_t} + \frac{V_m}{V_t}$$

$$v_f + v_m = 1$$
(4)

Onde v_f e v_m representam as frações volumétricas de fibra e matriz, respectivamente.

A densidade, ou massa específica, é definida pela massa do material por unidade de volume, como indicado na Equação 5. Por fazer parte da definição das propriedades específicas, é definitivamente uma das características mais importantes de um compósito (SABA; JAWAID; SULTAN, 2019).

$$\rho = \frac{M}{V} \tag{5}$$

É possível calcular a densidade de um compósito com base nas propriedades de seus componentes e na fração volumétrica deles, como demonstrado na Equação 6.

$$\rho_t = \frac{M_t}{V_t} = \frac{\rho_f . V_f + \rho_m . V_m}{V_t}$$

$$\rho_t = \rho_f . v_f + \rho_m . v_m \tag{6}$$

É importante também ter uma maneira de converter as frações mássicas em frações volumétricas. A Equação 7 possui essa função, sendo os subíndices $f \in m$ intercambiáveis.

$$v_f = \frac{1}{1 + \left(\frac{1}{m_f} - 1\right)\frac{\rho_f}{\rho_m}}\tag{7}$$

Por meio da abordagem micromecânica é possível calcular propriedades como o módulo de elasticidade na direção 1, indicada na Figura 5, com equações que possuem a mesma forma que a Equação 6. Isso é mostrado na Equação 8:

$$E_1 = E_f \cdot v_f + E_m \cdot v_m \tag{8}$$

No entanto, a fibra não tem uma participação tão ativa na rigidez do compósito na direção 2, uma vez que as fibras contínuas possuem propriedades mecânicas excelentes apenas em uma direção específica. A Equação 9 traz uma expressão para encontrar o módulo de elasticidade transversal de uma lâmina de compósito:

$$\frac{1}{E_2} = \frac{v_f}{E_f} + \frac{v_m}{E_m} \tag{9}$$

Quanto maior for o módulo de elasticidade da fibra de reforço, menor é a participação dela no no módulo de elasticidade transversal do compósito. Se $E_f >> E_m$, a Equação 10 é verdadeira e válida também para o módulo na direção 3 da Figura 5 (AL-QURESHI, 2010).

$$E_2 \cong \frac{E_m}{v_m} \tag{10}$$

A Figura 15 ilustra como os módulos longitudinal e transversal variam de maneiras distintas em função da fração volumétrica de fibra.

Figura 15 – Módulo de elasticidade em função da fração volumétrica de fibra


As Equações 8 a 10 são válidas apenas para fibras contínuas unidirecionais arranjadas da forma apresentada pela Figura 5. Não se espera que esse seja o comportamento de uma lâmina de compósito de matriz polimérica reforçada por películas de celulose bacteriana, uma vez que se espera que as películas apresentem um comportamento quasi-isotrópico, ou seja, com propriedades iguais em todas as direções do plano.

2.7 PROCESSOS DE FABRICAÇÃO

O processo de fabricação é outra questão fundamental para as características finais dos materiais compósitos. O tipo de processo pode definir o teor de fibra, a quantidade de vazios e a espessura final do laminado. Além de características relacionadas à produção como o tempo de laminação, a capacidade de repetibilidade da peça, a mão-de-obra necessária e a capacidade de automatização.

É importante observar que a quantidade de vazios em um laminado se relaciona de forma íntima com a qualidade da peça. Existe uma correlação entre quantidade de vazios e perda de resistência mecânica do laminado, além do encurtamento da vida em fadiga (ALMEIDA; NETO, 1994).

Os processos de manufatura variam de forma drástica, alterando o método de laminação, as ferramentas necessárias, e até mesmo o estado da matéria-prima.

Os processos realizados com a resina líquida são o processo de *spray-up*, a laminação manual, o RTM (*Resin Transfer Moulding*), a laminação à vácuo e a infusão à vácuo. Já os processos com resina de alta viscosidade são realizados a partir de tecidos pré-impregnados que são curados em autoclave (KLEINEBERG; HERBECK; SCHOPPINGER, 2002). O esquema do processo de laminação manual é apresentado na Figura 16.

Figura 16 – Esquema de laminação manual



Fonte: Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017), p. 3823

Em conjunto com o processo de infusão à vácuo, o processo de laminação manual é um dos mais utilizados na indústria naval, sobretudo na construção de

embarcações (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017). O método de *spray-up* e o de laminação à vácuo também possuem espaço, mas possuem pontos negativos muito fortes.

O processo de *spray-up* é dinâmico e possui alta produtividade, mas utiliza fios picados de fibra de vidro e, por essa razão, constrói um laminado com alto teor de resina e propriedades mecânicas pobres, já que as fibras precisam ser contínuas e bem orientadas para contribuir de forma efetiva para a resistência e rigidez do compósito. A laminação à vácuo, por sua vez, é capaz de produzir compósitos com melhores propriedades mecânicas e menor quantidade de vazios do que a laminação manual, mas o custo é muito mais alto porque, no processo de laminação de peças grandes como cascos de barcos, é necessário recorrer ao uso de resinas epóxi (NASSEH, 2007).

Tanto a laminação manual quanto a por infusão à vácuo utilizam moldes abertos. As etapas do processo de laminação manual são apresentadas no Quadro 1, onde expressão *print-through* se refere à impressão das fibras na parte externa do laminado, fenômeno que deteriora o acabamento final da peça e deve ser evitado.

Fase	Objetivo
1 Aplicação da cera desmoldante	Separação da peça laminada do molde
2 Gelcoat	Proteção e acabamento da superfície externa
3 Skincoat	Minimiza o <i>print-through</i>
4 Laminação das camadas	Deposição de camadas de alta resistência

Quadro 1 – Etapas da laminação manual

Fonte: Adaptado de Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017)

A Figura 17, por sua vez, apresenta o esquema de laminação por infusão à vácuo. Apesar de também utilizar um molde aberto, esse método necessita de uma infraestrutura muito maior que a laminação manual, que inclui materiais descartáveis, bomba de vácuo e canais de entrada e saída de resina.

Figura 17 – Esquema de laminação por infusão à vácuo



Fonte: Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017), p. 3823

O Quadro 2 descreve as etapas do método e mostra que as três primeiras são idênticas à laminação manual. O passo três se refere à laminação de algumas camadas de mantas de fibra de vidro com o principal objetivo de melhorar o acabamento, mas por consequência, acaba aumentando o peso final das peças.

Fase	Descrição
 Aplicação da cera desmoldante Gelcoat Skincoat Linhas de alimentação Fibras Linhas e bolsa de vácuo Teste de vácuo Infusão 	Separação da peça laminada do molde Proteção e acabamento da superfície externa Minimiza o <i>print-through</i> Preparação das linhas para infusão da resina Posicionamento das camadas de reforço Instalação das linhas para o fluxo de resina Verificar a integridade da bolsa de vácuo Aplicação de vácuo para infusão da resina
	the state of the s

Fonte: Adaptado de Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017)

A laminação manual é capaz de obter um teor de fibra de até 40%, enquanto a infusão consegue atingir até 60%, entregando uma peça com melhores propriedades mecânicas e menor peso. Além disso, a infusão possui uma capacidade de repetibilidade e agilidade ideal para produção em série. Para produzir uma mesma peça, o processo de laminação manual pode levar 50% mais tempo (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017).

A escolha do uso da laminação manual para a fabricação dos compósitos laminados reforçados com celulose bacteriana se deu em primeiro lugar pela simplicidade da estrutura necessária. A segunda justificativa, e também a principal, foi a de que em testes preliminares percebeu-se que a espessura da peça final já seria bastante reduzida, dadas as dimensões das películas de celulose. Uma possível aplicação de vácuo tornaria a espessura ainda menor, o que poderia ser crítico no processo de corte dos corpos de prova.

3 METODOLOGIA DO EXPERIMENTO

Metodologia pode ser definida como um conjunto de processos, métodos e ferramentas. Um processo representa uma sequência lógica de tarefas a serem cumpridas a fim de atingir um determinado objetivo (o que será realizado). Métodos são técnicas que serão utilizadas para realizar cada tarefa (como será realizada) e, por fim, ferramentas são os instrumentos utilizados para aplicar os métodos (ESTEFAN, 2008).

O objetivo do trabalho foi verificar a viabilidade do uso de múltiplas camadas de celulose bacteriana como reforço estrutural de um compósito laminado comparando os resultados com placas contendo apenas películas de CB. Por esse motivo, a Figura 18 apresenta a produção dos materiais compósitos como a principal atividade do experimento. As películas de celulose bacteriana e a matriz éster vinílica são entradas do processo.





Há um número infinito de fatores que afetam as saídas do processo, mas a Figura 18 informa que o fator de estudo é o número de camadas de celulose bacteriana que irão compor o laminado. Os fatores que serão mantidos constantes se dividem em dois grupos - os relacionados ao cultivo das películas e os relacionados a fabricação das placas.

O primeiro grupo envolve o tempo de cultivo da celulose, a temperatura, a fonte

de carbono e a formulação do meio como um todo. Todos eles são descritos na Seção 3.1. O segundo grupo, por sua vez, envolve a temperatura de fabricação, o tempo de cura da resina e a umidade do ambiente, assim como o tipo de processo de fabricação (manual, a vácuo, infusão, entre outros). As variáveis do segundo grupo se relacionam com a fabricação das placas de compósito e estão descritas na Seção 3.3.

As saídas são o teor de celulose e a densidade do compósito. Elas são obtidas a partir da caracterização física dos componentes separados e do compósito pronto, que possui os processos descritos na Seção 3.4.

Foram produzidas dois tipos de placas. O primeiro tipo foi feito unicamente com celulose pura para controle e outro de celulose com resina éster vinílica. O número de camadas de celulose bacteriana dos dois tipos variou de 1 a 5, sendo que também foi produzida uma placa de resina pura. As placas de celulose pura possuem um código de identificação com padrão Ci, onde i é um número de 1 a 5 que representa o número de películas de celulose que compõem a placa. Já as placas de compósito foram identificadas com o código Ri, onde i varia de 0 a 5, no mesmo padrão das placas de celulose pura.

A partir das placas, foram extraídos corpos de prova que obedecem as recomendações da norma *Standard Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials* (ASTM D3039) da *American Society for Testing and Materials* (ASTM, 2019).

A Figura 19 apresenta um fluxograma com os processos necessários para alcançar os objetivos propostos.



Estrutura de laminação





As etapas da produção das películas de celulose bacteriana serão apresentadas na Seção 3.1. A montagem da estrutura de laminação será explorada na Seção 3.2. Já o processo de fabricação das placas de celulose bacteriana e resina éster vinílica será descrito na Seção 3.3. A Seção 3.4 descreverá o processo de caracterização das placas de compósito e de celulose pura. Por fim, o procedimento para a extração dos corpos de prova das placas será discutido na Seção 3.5.

Todas as etapas, com exceção do corte dos corpos de prova discutido na Seção 3.5, foram realizadas no Laboratório de Polímeros e Materiais Compósitos (LPMC), no

Centro Tecnológico de Joinville da UFSC.

3.1 PRODUÇÃO DAS PELÍCULAS DE CELULOSE BACTERIANA

O processo de produção das películas foi segmentado conforme ilustrado na Figura 20. Em paralelo, antes do início do cultivo, foi realizada a produção dos inóculos, a higienização dos recipientes e a preparação do meio de cultivo.



Figura 20 – Etapas da produção das películas de celulose bacteriana

O processo apresentado na Figura 20 foi realizado duas vezes, de modo a produzir películas suficientes para a fabricação dos dois tipo de placa com celulose bacteriana. Sendo o primeiro tipo as placas puras, com apenas celulose bacteriana, e o segundo tipo representando as placas de compósito, com celulose bacteriana e resina éster vinílica. Para cada tipo de placa foram necessárias 15 películas de celulose, mas foram produzidas 18 películas para o caso de se perder algum cultivo devido a contaminação do meio ou outro problema na produção das películas.

As películas de celulose foram selecionadas de forma aleatória para compor tanto as placas de celulose pura quanto as placas de compósito laminado.

Para a síntese da celulose, foi utilizada a bactéria Gram-negativa *K. hansenii* ATCC[®] 23769[™], que é estritamente aeróbica e conhecida por produzir celulose na forma de uma película na interface líquido-ar do meio de cultivo em cultura estática (DUDMAN, 1960). A temperatura de cultivo utilizada foi de 30 °C, controlada por uma incubadora do tipo DBO (Demanda Bioquímica de Oxigênio).

O meio para o cultivo utilizado para a produção dos inóculos e das películas foi composto de 5 g.L⁻¹ de extrato de levedura, 3 g.L⁻¹ de peptona e 25 g.L⁻¹ de glicerol, que foi a fonte de carbono selecionada. Os ingredientes do meio foram diluídos em água destilada.

Para a produção das películas, foram utilizados frascos de cultura de poliestireno de alta transparência como o apresentado na Figura 21, com capacidade

Fonte: A Autora (2020)

690 mL, tampas com filtro e área útil de cultivo de 150 cm². Sua esterilização foi realizada com imersão em água sanitária por 48 horas e subsequente exposição à luz ultravioleta por 40 minutos antes do início do cultivo. Para evitar qualquer tipo de contaminação das películas, foi de extrema importância que a exposição à luz ultravioleta ocorresse imediatamente após a saída dos frascos da água sanitária e logo antes do início do cultivo.

Figura 21 – Frasco de cultura utilizado para a produção das películas de CB



Fonte: A Autora (2020)

Um volume de 90 mL de meio de cultivo foi transferido para os frascos de cultura, juntamente com 10 mL de inóculo, representando 10% do volume total da solução. O tempo de cultivo foi um fator constante, sendo que cada película permaneceu 7 dias em crescimento. Para cada uma das etapas foi necessária a produção de 180 mL de inóculo e 1620 mL de meio de cultivo.

O inóculo foi cultivado por 7 dias em frascos de Erlenmeyer de 125 mL conservados em incubadora DBO a 30 ℃, como ilustrado na Figura 8, em meio idêntico ao utilizado nas outras etapas do experimento.

Terminados os 7 dias de biossíntese das películas, elas foram retiradas dos recipientes e purificadas por meio da adição de uma solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 0,1 mol.L⁻¹ e mantidas em estufa a 60 °C por 48 horas, como mostrado na Figura 22.

Figura 22 – Purificação das películas em solução de NaOH 0,1 M



Fonte: A Autora (2020)

Após a retirada das películas da solução de NaOH 0,1 mol.L⁻¹, as mesmas foram lavadas com água destilada a cada 72 horas por 14 dias até pH neutro. Após, elas passaram pelo processo de secagem.

Sabendo que as películas se formam na interface entre o meio de cultivo e o ar, é possível prever as dimensões das películas produzidas com base nas dimensões dos frascos de cultivo, como apresentado na Figura 23.

Figura 23 – Dimensões esperadas das películas de celulose bacteriana, em mm



A secagem das películas aconteceu em tábuas de vidro temperado com dimensões de 35 cm de comprimento por 25 cm de largura, com cinco camadas de cera desmoldante da marca *Tec Glaze-N*, apresentada na Figura 24. A aplicação da cera desmoldante permitiu que as películas fossem retiradas com facilidade do vidro utilizado para a secagem, evitando danos e até eventuais rupturas nas películas de celulose.





Fonte: A Autora (2020)

As películas que foram utilizadas para a fabricação das placas de compósito foram posicionadas nas tábuas de vidro temperado como apresentado na Figura 25. As películas foram secas individualmente, não entrando em contato entre si durante o processo. A secagem foi realizada em estufa a uma temperatura de 60 ℃ por 24 horas.



Figura 25 – Secagem películas individuais

Fonte: A Autora (2020)

As placas de celulose pura foram finalizadas após a etapa de secagem. As películas foram posicionadas na tábua de vidro temperado conforme o arranjo ilustrado na Figura 26.

Uma espátula polimérica rígida foi utilizada para retirar bolhas de ar aprisionadas entre as películas e entre o vidro temperado e as películas, tanto antes da secagem das películas individuais quanto antes da secagem das placas de celulose pura. Esse processo precisou ser realizado devagar e cuidadosamente para que as películas não fossem danificadas e para que as bolhas de ar não passassem despercebidas durante a inspeção visual.



Figura 26 – Secagem das placas de celulose pura

Fonte: A Autora (2020)

Após a saída da estufa à 60 °C, uma quantidade pequena de água foi colocada na base das películas para facilitar a retiradas das mesmas da placa de vidro. Uma vez que uma porção de cerca de 1,0 cm na base da película estivesse úmida e solta do vidro, o restante do material polimérico soltava com facilidade.

Os códigos de identificação das películas de celulose produzidas seguem o

padrão

$RES \ i.j$

onde RES é o código que indica que aquela película era destinada a produção de uma placa de material compósito. O índice *i*, que varia de 1 a 5, se refere ao número de camadas que a placa que aquela película pertence terá. O subscrito *j* indica qual é a posição daquela película na construção daquela camada. Isso não é importante para as propriedades finais do compósito, apenas para fins de identificação e caracterização. O código RES 4.3, por exemplo, representa a película da terceira camada da placa R4.

3.2 ESTRUTURA DE LAMINAÇÃO

Como justificado na Seção 2.7, o processo de laminação manual foi escolhido para a fabricação dos compósitos laminados de resina éster vinílica reforçados com películas de celulose.

A estrutura montada foi baseada no esquema da Figura 16. Como foram fabricadas placas planas, os moldes utilizados foram as mesmas tábuas de vidro temperado utilizadas no processo de secagem, novamente com cinco camadas de cera desmoldante aplicadas. A área de laminação foi delimitada por fitas brancas, como mostrado na Figura 27.



Figura 27 – Molde da laminação manual

Fonte: A Autora (2020)

A área de laminação foi delimitada com o propósito de fabricar placas com as mesmas dimensões indicadas na Figura 23, ou seja, do mesmo tamanho das películas de celulose.

Já que não era necessário um acabamento superficial, não houve a aplicação de *gelcoat*. Dada a natureza do reforço, não foi utilizado um rolo para a compactação do laminado, e sim o pincel para o espalhamento da resina e uma espátula polimérica rígida para retirada de bolhas de ar aprisionadas.

Outra questão importante a ser definida nesta etapa de preparação foi a

quantidade de resina a ser preparada, além das quantidades de iniciador e acelerador necessárias para se alcançar um tempo de gel adequado.

Como iniciador foi utilizado o peróxido de metil etil cetona, também conhecido como MEKP, Brasnox[®] DM50. A cada 50 g de resina éster vinílica foi adicionado 1 mL de iniciador e 0,25 mL de acelerador, o que forneceu um tempo de gel igual a 40 minutos, suficiente para a laminação manual de duas placas.

3.3 FABRICAÇÃO DAS PLACAS

A fabricação das placas pode ser divida em quatro etapas. A primeira é a preparação da estrutura descrita na seção anterior. A segunda é a preparação da resina, logo seguida pela laminação das placas e, por último, o processo de cura e desmoldagem.

Todo o processo de laminação das placas foi repetido três vezes, pois foi possível laminar duas placas a cada preparação da resina.

Após a aplicação da cera e da demarcação da área de laminação no molde, como mostrado na Figura 27, os reforços foram posicionados ao lado do molde prontos para serem utilizados.

A resina foi pesada em uma balança semi-analítica (BEL), com capacidade de 0 a 2220 g e resolução de 0,01 g. As quantidades adequadas de iniciador e acelerador utilizadas foram coletadas com pipetas mecânicas ajustáveis.

A laminação das placas aconteceu por meio de camadas intercaladas de resina e reforço, onde uma espátula rígida era utilizada para a retirada do excesso de resina e de bolhas antes da aplicação de uma nova película de celulose e nova aplicação de resina.

Após o término da laminação, as placas fabricadas foram deixada por duas horas em uma capela de exaustão de gases (Union Equipamento CQU 800). A desmoldagem ocorreu 48 horas após o fim da laminação.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

Os objetivos do trabalho exigiram que as propriedades físicas de massa e volume das películas e placas fossem obtidas para a determinação da densidade do compósito, além das frações mássicas e volumétricas do reforço - a celulose bacteriana.

Após a secagem das películas, todas elas foram pesadas em balança analítica (Bioscale, capacidade de 0-220g, resolução de 0,0001g).

Para realizar o cálculo do volume das películas e das placas de celulose pura, foram realizadas as medidas conforme indicado na Figura 28, além da espessura *t*.





Fonte: A Autora (2020)

As medidas indicadas na Figura 28 foram realizadas com um paquímetro universal (Digimess, capacidade 0-150 mm, resolução 0,05 mm), enquanto a espessura foi medida com um micrômetro externo (Mitutoyo, capacidade 0-25 mm, resolução 0,001 mm). Cada uma delas foi obtida cinco vezes, assim como a massa. Esses dados são apresentados no Apêndice A, juntamente com a sua média, variância e desvio-padrão.

Para representar a probabilidade de distribuição de uma variável *x*, seja ela a massa ou qualquer uma das outras medidas tomadas em relação às películas, são necessários dois números. O primeiro é a média, que é a medida do centro ou meio da distribuição de probabilidade, dada pela Equação 11, onde *n* representa o número total de observações.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n} \tag{11}$$

O segundo é a variância, uma medida de dispersão ou variabilidade da distribuição (MONTGOMERY, 2012), que pode ser calculada como apresentado na Equação 12.

$$\sigma^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n} (x_{i} - \bar{x})}{n}$$
(12)

O desvio padrão σ é dado pela Equação 13.

$$\sigma = \sqrt{\sigma^2} \tag{13}$$

Utilizando a média de todas as medidas tomadas, é possível calcular a área A da superfície de uma película de celulose e seu volume V por meio das Equações 14 e 15, respectivamente.

$$A = \frac{(a+b)d}{2} + \frac{(b+c)(e-d)}{2}$$
(14)

$$V = A.t \tag{15}$$

As variáveis da Equação 14 são as medidas indicadas na Figura 28 e a variável t, indicada na Equação 15, representa a espessura das películas.

A partir da massa e do volume de cada uma das películas, foi possível calcular a densidade por meio da Equação 5.

Depois da fabricação das placas de compósito, todas as medidas representadas na Figura 28, além das espessuras e massas das placas, foram realizadas novamente. Esses dados são apresentados no Apêndice B. Utilizando as Equações 14 e 15 foi possível também calcular o volume total das placas de compósito.

3.5 FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Foram extraídos das placas produzidas corpos de prova de dimensões padronizadas pela norma D3039 da ASTM (2019), que podem ser utilizados para determinar propriedades mecânicas de materiais compósitos de matriz polimérica.

As determinações da ASTM D3039 (ASTM, 2019) dizem que os corpos de prova precisam ter uma seção transversal retangular e constante, que o comprimento deve ser maior ou igual à duas vezes a largura somada ao tamanho do *gage* utilizado durante a caracterização. A orientação da fibra, a espessura e a largura do espécime podem ser determinados pelo usuário de acordo com a necessidade.

A recomendação, no entanto, é que os corpos de prova de compósitos com reforços de orientações aleatórias tenham uma largura de 25 mm e comprimento total de 250 mm. A aba fixa não é obrigatória e o espécime pode ser fixado por meio de abas de fricção (ASTM, 2019).

As dimensões recomendadas foram divididas por 2,5, de modo que seis corpos de prova pudessem ser retirados de cada uma das placas, conforme apresentado na Figura 29.

Figura 29 – Esquema da retirada dos corpos de prova das placas



Fonte: A Autora (2020)

Para a caracterização dos corpos de prova, foram realizadas as medidas

indicadas na Figura 30. As medidas foram repetidas três vezes, pois apresentaram uma variabilidade muito menor do que as medidas realizadas nas placas do compósito.



Figura 30 – Medidas tomadas dos corpos de prova

Fonte: A Autora (2020)

A Figura 30 apresenta o código de identificação dos corpos de prova, XX i.j.As letras XX podem ser substituídas por CC, indicando os corpos de prova de celulose pura, ou CR, indicando os corpos de prova de material compósito. O índice *i* indica o número de películas de celulose presentes naquele corpo de prova e o índice *j*, por fim, varia de 1 a 6, servindo para propósitos de identificação e caracterização.

A retirada dos corpos de prova das placas de celulose pura foi realizado por meio de um processo simples utilizando régua e estilete.

A extração dos corpos de prova das placas de compósito foi uma questão mais complexa. O corte por jato d'água, amplamente disponível comercialmente na região, poderia causar absorção de umidade, o que seria crítico para um reforço como celulose bacteriana, que possui características hidrofílicas (STAEHR et al., 2016; PECORARO et al., 2007).

Optou-se, então, pelo corte a laser, opção já utilizada para corte de plásticos reforçados com fibra de carbono e que possui vantagens por ser um processo que não causa desgaste na peça, já que nenhuma ferramenta entra em contato com o compósito. No entanto, também há desafios relacionados principalmente à absorção de energia que não contribui para a remoção do material e que pode causar deformações térmicas (STAEHR et al., 2016).

O corte a laser foi realizado em uma empresa chamada Casa Zanatta - Corte a Laser, localizada no bairro São Marcos, na cidade de Joinville - SC. A máquina utilizada é da marca Visutec, modelo VS4040L.

A Figura 31 mostra os dois tipos de corpos de prova fabricados. O identificado como CC5.1 é um corpo de prova de cinco camadas de celulose pura e o identificado como CR3.1 é um corpo de prova de compósito com três camadas de celulose bacteriana.

Figura 31 – Corpos de prova



Fonte: A Autora (2020)

Os dados das medidas realizadas nos corpos de prova são apresentados no Apêndice C.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As caracterizações descritas na Seção 3.4 foram realizadas em cada uma das películas de celulose bacteriana produzidas, nas placas contendo apenas celulose bacteriana (pura) e nas placas de material compósito.

A partir delas foi possível determinar os volumes e as densidades das placas de celulose pura, apresentadas na Seção 4.1. As mesmas propriedades foram determinadas para as películas de celulose que passaram pelo processo de secagem individual, apresentadas na Seção 4.2, e posteriormente para as placas de compósito na Seção 4.3.

Na Seção 4.4 estão apresentadas as frações mássicas e volumétricas de celulose das placas de compósitos.

Por fim, na Seção 4.5 são realizadas comparações entre as densidades medidas e frações volumétricas medidas com as que foram previstas pela abordagem micromecânica, com a utilização de equações apresentadas na Seção 2.6.

4.1 DENSIDADE DAS PLACAS DE CELULOSE PURA

As placas de celulose pura são apresentado na Figura 32, onde é possível perceber que a placa *C*³ sofreu uma ruptura durante o processo de desmoldagem. Como foi possível retirar da placa o número proposto de corpos de prova, conforme descrito na Seção 3.5, a ruptura não influenciou nos resultados e, por esta razão, não foi necessário refazer a amostra.



Figura 32 – Placas de celulose pura

A Tabela 4 apresenta a média das dimensões descritas pela Figura 28 e da espessura média das placas, representada pelo símbolo \bar{t} . Todas as cinco observações que geraram essas médias, assim como a variância e desvio padrão desses dados são apresentadas no Apêndice A.

Placa	\bar{a}	\overline{b}	\bar{c}	\bar{d}	\bar{e}	\overline{t}
C1	102,9	106,5	37,3	106,5	155	0,019
C2	113,8	116,3	45,2	104,1	161	0,022
C3	117,5	104,9	41,2	111,1	160	0,035
C4	119,3	116,3	39,0	108,4	161	0,037
C5	116,2	114,2	44,4	109,6	167	0,048

Tabela 4 – Dimensões das placas de celulose pura, em mm

Fonte: A Autora (2020)

Com base nas informações apresentadas na Tabela 4, foi possível utilizar a Equação 15 para calcular o volume das placas de celulose pura, apresentado graficamente na Figura 33.



Figura 33 – Volume das placas de celulose pura, em mm³

É possível observar na Figura 33 uma linha de tendência linear cujo coeficiente de determinação *R*² possui o valor de 97,34%, indicando que os dados coletados se ajustam bem ao modelo linear. Isso é bastante coerente, considerando que a única variável de uma amostra para outra é o número de camadas de celulose, que também varia linearmente. As pequenas variações que fogem do modelo linear são esperadas tanto por causa da incerteza relacionada aos instrumentos de medição, quanto pelo desvio que a geometria real tem do modelo criado e, por último, mas igualmente importante, pelas particularidades biológicas não controláveis que os microrganismos apresentam, mesmo sob as mesmas condições de cultivo e purificação.

A Figura 34 realiza a mesma análise com a massa das películas de celulose pura, que foram obtidas na fase de caracterização das amostras. A linha de tendência linear que descreve a massa apresenta um coeficiente de determinação R^2 igual a 95,86%, que representa bem a variação dos dados, assim como aconteceu na análise do volume.



Figura 34 - Massa das placas de celulose pura, em g

Todas as observações que levaram as médias indicadas na Figura 34 são apresentadas no Apêndice A.

Com a massa coletada na fase de caracterização e o cálculo do volume com base nas informações da Tabela 4, foi possível utilizar a Equação 5 para calcular a densidade das placas. As massas, volumes e densidades das placas de celulose pura são informadas na Tabela 5.

Tabela 5 – Massa, volume e densidade das placas de celulose pura

Placas	M [mg]	V [mm³]	ho [g/cm³]
C1	314,5	281,5	1,12
C2	335,3	364,4	0,92
C3	504,6	563,2	0,90
C4	656,4	620,6	1,06
C5	823,4	820,3	1,00

Fonte: A Autora (2020)

A Figura 35 apresenta a densidade das placas de celulose pura, utilizando os dados da Tabela 5. A média indicada pela linha vermelha é exatamente 1,00 g/cm³, menor do que a de qualquer outra fibra natural presente na Tabela 1.



Figura 35 – Densidade das placas de celulose pura, em g/cm³

4.2 DENSIDADE DAS PELÍCULAS DE CELULOSE

As quinze películas que passaram pelo processo de secagem individual em estufa na configuração indicada na Figura 25 foram utilizadas para a fabricação das placas de compósito. A Tabela 6 apresenta a média das dimensões descritas pela Figura 28 e da espessura média das películas, representada pelo símbolo \bar{t} .

Películas	ā	\overline{b}	\bar{c}	\bar{d}	\bar{e}	\bar{t}
RES~1.1	110,8	107,7	34,3	102,2	161	0,021
RES~2.1	106,5	102,6	35,0	104,3	157	0,017
RES~2.2	112,2	111,0	47,3	102,7	156	0,018
RES 3.1	108,5	107,7	38,7	101,9	154	0,019
RES~3.2	106,6	108,3	33,6	104,9	159	0,024
RES 3.3	105,8	102,0	36,3	105,3	151	0,020
RES~4.1	104,6	103,1	48,8	103,9	158	0,020
RES~4.2	108,1	108,3	37,1	108,2	162	0,019
RES~4.3	111,7	108,2	46,4	103,0	158	0,016
RES~4.4	109,5	105,6	39,6	104,3	158	0,021
RES~5.1	109,1	109,8	43,2	103,6	158	0,021
RES~5.2	111,3	105,3	44,0	99,9	155	0,019
RES~5.3	110,5	102,2	40,7	104,2	152	0,020
RES~5.4	111,4	106,5	41,0	101,3	158	0,018
RES~5.5	111,0	107,4	41,1	101,9	160	0,022

Tabela 6 – Dimensões das películas de celulose, em mm

Fonte: A Autora (2020)

Todas as cinco observações que geraram essas médias, assim como a variância e desvio padrão desses dados, são apresentadas no Apêndice A.

Com base nas informações apresentadas na Tabela 6, foi possível utilizar a Equação 15 para calcular o volume das películas de celulose. A Figura 36 mostra a distribuição dos volumes calculados e destaca o valor médio de 295 mm³.



Figura 36 – Volume das películas de celulose, em mm³

A massa das películas individuais é apresentada na Figura 37, onde também é possível observar a média destacada, que possui um valor de 322,7 mg. As observações que tornaram possível o cálculo das médias de massa apresentadas na Figura 37 também estão presentes no Apêndice A.

Figura 37 – Massa das películas de celulose, em mg



Com a massa coletada na fase de caracterização e o cálculo do volume com base nas informações da Tabela 6, foi possível utilizar a Equação 5 para calcular a densidade das películas, apresentada de forma gráfica na Figura 38, onde o valor médio 1,11 g/cm³ é destacado. Ele é importante porque será tomado como o valor de densidade da celulose ρ_c no desenvolvimento da Seção 4.5.



Os valores das massas, volumes e densidades das películas de celulose são informados na Tabela 7.

Películas	M [mg]	V [mm³]	ho [g/cm³]
RES1.1	329,0	315,5	1,04
RES~2.1	337,6	247,1	1,37
RES~2.2	275,0	278,5	0,99
RES 3.1	331,1	279,2	1,19
RES~3.2	311,1	366,0	0,85
RES 3.3	329,5	278,8	1,18
RES 4.1	344,3	291,9	1,18
RES~4.2	236,2	293,3	0,81
RES~4.3	309,5	248,6	1,24
RES 4.4	361,0	314,0	1,15
RES5.1	326,8	318,8	1,02
RES~5.2	345,4	277,7	1,24
RES~5.3	340,4	295,1	1,15
RES~5.4	331,7	274,0	1,21
RES~5.5	331,9	345,9	0,96

Tabela 7 – Massa, volume e densidade das películas de celulose

Fonte: A Autora (2020)

Novamente, o valor de densidade obtido foi de 1,11 g/cm³, ainda menor do que o de outras fibras naturais apresentadas na Tabela 1. No entanto, mesmo que todas as películas tenham sido cultivadas, higienizadas e tenham passado pelo mesmo processo de secagem, ela apresentaram variações nas massas, que ocorreram devido a fatores biológicos da síntese da bactéria que não podem ser controlados.

A variação encontrada nos volumes também ocorreram devido à esses fatores aliados também com incertezas dos instrumentos de medição e fuga da geometria real das películas com o modelo teórico utilizado.

É importante destacar que a densidade média das películas de CB, 1,11 g/cm³, é menor do que a densidade de qualquer uma das fibras presentes na Tabela 1. Além disso, a CB apresenta alta cristalinidade, o que é favorável para a fabricação de compósitos, já que resulta em altos módulos de elasticidade (LEE; BLAKER; BISMARCK, 2009). Tendências de um alto módulo de elasticidade combinado com uma baixa densidade reforçam a validade do estudo da viabilidade do uso desse material como reforço de materiais compósitos, pois possuem a tendência de entregar boas propriedades específicas.

O valor de densidade da CB encontrado neste trabalho é comparável à valores encontrados na literatura. Lee, Blaker e Bismarck (2009) explicitam que a celulose realmente apresenta uma densidade menor do que as de fibra de vidro, em torno de 1,25 g/cm³.

4.3 DENSIDADE DAS PLACAS DE COMPÓSITO

As placas de compósitos laminados de celulose bacteriana e resina éster vinílica contendo de uma a cinco películas de CB são apresentadas na Figura 39, onde *R1* possui apenas uma película de CB, *R2* duas películas, até *R5*, com cinco películas de CB.



Figura 39 – Placas de compósito reforçado com celulose bacteriana

Foi também fabricada uma placa de resina éster vinílica pura, representada na Figura 40, com o objetivo de determinar as propriedades da resina pura, sem nenhuma interferência do reforço.



Figura 40 – Placa de resina éster vinílica, R0

Fonte: A Autora (2020)

As dimensões indicadas na Figura 28 foram tomadas também para as placas de compósito e todos os dados recolhidos são apresentados no Apêndice B. A Tabela 8 apresenta as médias dessas grandezas e da espessura média das placas, representada pelo símbolo \bar{t} . Foram coletadas apenas as dimensões \bar{a} , \bar{c} (correspondentes à largura), \bar{e} (correspondente à altura) e \bar{t} (correspondente à espessura) da placa *R0*, já que ela possui um formato retangular.

Placas	\bar{a}	\overline{b}	\bar{c}	\bar{d}	\bar{e}	\bar{t}
R0	127,06	-	119,09	-	165	2,978
R1	111,32	106,73	40,74	97,86	160	0,124
R2	111,28	110,62	37,73	105,22	159	0,128
R3	110,58	108,65	55,35	105,25	161	0,181
R4	112,26	108,79	45,80	101,41	163	0,173
R5	115,18	113,27	40,05	107,40	160	0,193

Tabela 8 – Dimensões das placas de compósito, em mm

Fonte: A Autora (2020)

É possível perceber que a espessura da placa de resina pura é muito maior do que as de compósito. Isso porque no processo de laminação manual para a fabricação de compósitos, buscou-se reduzir a quantidade de resina para se alcançar um maior teor de reforço pois, em teoria, isso teria um efeito positivo nas propriedades mecânicas finais do compósito. A placa de resina pura, por sua vez, foi construída apenas para fins de caracterização e a preocupação foi apenas garantir sua rigidez e uniformidade, e não uma espessura reduzida.

Os dados presentes na Tabela 8 foram utilizados como entradas na Equação 15, que tornou possível o cálculo dos volumes das placas de compósito, apresentados na Figura 41. Novamente observa-se a tendência de aumento em função do número de películas de celulose compondo a placa.



Figura 41 – Volume das placas de compósito, em mm³

O coeficiente de determinação R^2 da linha de tendência linear que acompanha os dados possui um valor de 84,99%, menor do que os outros apresentados no trabalho. Isso se deve principalmente à amostra R3, que apresenta um volume 14,1% maior do que o previsto pelo modelo.

A massa das placas é apresentada na Figura 42 e, assim como aconteceu

com as placas de celulose pura, a massa tende a aumentar em função do número de películas de celulose.



Figura 42 – Massa das placas de compósito, em g

A linha de tendência mostra um coeficiente de determinação R^2 de 95,33%, muito maior que o referente ao volume. Novamente, no entanto, a amostra R_3 é a que mais diverge da previsão linear, apresentando uma variação de -7,6%.

Com o volume das placas calculados e as massas medidas durante o processo de caracterização, foi possível calcular a densidade das placas de compósito, informada na Tabela 9. É importante destacar a densidade da placa R0, indicada como 1,06 g/cm³, que será tomada como densidade ρ_m da matriz nos cálculos realizados na Seção 4.5.

Placa	V_t [mm ³]	M_t [mg]	$ ho_{medida}$ [g/cm ³]
R0	60630	64303,5	1,06
R1	1897	1914,2	1,01
R2	2002	2342,9	1,17
R3	2903	2555,4	0,88
R4	2760	3111,8	1,13
R5	3155	3910,2	1,24

Tabela 9 – Massa, volume e densidade das placas de compósito

Fonte: A Autora (2020)

Graficamente, a densidade de cada uma das placas de compósito é apresentada na Figura 43, que também destaca a densidade média de todas as placas de compósito, que possui o valor de 1,08 g/cm³.



Figura 43 – Densidade das placas de compósito, em g/cm³

Considerando as hipóteses ideias com as quais a micromecânica trabalha, era natural que os valores das densidades das placas de compósito ficassem entre a densidade da resina e a densidade da celulose. No entanto, desvios eram esperados devido às variações na síntese do biopolímero pela bactéria, por vazios causados pelo processo de fabricação e pela mesmas imprecisões citadas em relação ao cálculo dos volumes.

O volume acima do esperado da placa *R*3, combinado com a massa abaixo do previsto pelo modelo linear que representa a série de dados coletados, provavelmente significa que há mais espaços vazios nessa placa do que nas demais. Os espaços vazios são causados por inconsistências do processo de laminação manual.

É também possível determinar a massa de matriz, ou resina, nas placas de compósito com base nos dados das Tabelas 7 e 9, que informam as massas M_c de celulose e as massas M_t totais. A massa M_m de matriz, portanto, pode ser determinada pela diferença entre a massa de celulose e a massa total, como indicado na Equação 16.

$$M_m = M_t - M_c \tag{16}$$

Graficamente, é possível observar as parcelas de massa dos componentes das placas de compósito na Figura 44.



Figura 44 – Distribuição de massa nas placas de compósito, em g

Na Figura 44, fica evidente que, em todas as placas, a massa de resina é superior à de celulose, mas que essa diferença diminui conforme o número de películas da placa aumenta.

De forma análoga, é possível determinar o volume de resina, V_m , pela Equação 17 com base nas informações das Tabelas 7 e 9.

$$V_m = V_t - V_c \tag{17}$$

Como espaços vazios não apresentam massa, mas apresentam um volume impossível de ser medido na prática, a Equação 16 apresenta resultados mais próximos da realidade do que a Equação 17, que na parcela V_m não contém apenas o volume de resina, como se é esperado, mas também o volume de vazios.



Figura 45 – Distribuição de volume nas placas de compósito, em mm³

Graficamente, as parcelas volumétricas de celulose e resina éster vinílica podem ser observadas na Figura 45. Logicamente a diferença de volumes ocupados

pela matriz e pela resina diminuem com o aumento do número de películas, semelhante a tendência que ocorre com a massa.

Uma dimensão que merece ser analisada com mais detalhe, tanto nas placas de celulose pura quanto nas placas de compósito, é a espessura, dada sua importância na construção de estruturas de material compósito, já que se relaciona fortemente com a rigidez da estrutura. A Figura 46 apresenta a variação dessa dimensão nas placas de compósito e nas placas com múltiplas camadas de celulose bacteriana pura.



Figura 46 – Variação da espessura das placas em função do número de películas

Apesar de seguir uma tendência de aumento em função do número de películas de celulose, a espessura não varia de forma linear. Há diversas razões para que isso ocorra, mas nas placas de material compósito isso pode ser relacionado ao processo de laminação manual, que não permite um controle rígido e padronizado do processo. Nas placas de celulose pura, uma das principais razões é que a síntese da celulose pela bactéria, mesmo com diversos fatores do cultivo controlados, ainda possui aspectos aleatórios relacionados à síntese do organismo.

4.4 FRAÇÕES MÁSSICAS E VOLUMÉTRICAS DAS PLACAS DE COMPÓSITO

A fração mássica de reforço de um compósito, também conhecida como teor de reforço, é a razão entre a massa de reforço e a massa total do laminado (CUCINOTTA; GUGLIELMINO; SFRAVARA, 2017), como indicado pela Equação 3. A Tabela 10 traz a fração mássica de celulose m_c para cada uma das placas de compósito, assim como a fração mássica de matriz m_m , que é calculada de forma análoga.

Placa	M_c [mg]	M_t [mg]	M_m [mg]	m_c	m_m
R0	0,0	64303,5	64303,5	0%	100%
R1	329,0	1914,2	1585,1	17%	83%
R2	612,6	2342,9	1730,3	26%	74%
R3	971,8	2555,4	1583,6	38%	62%
R4	1251,0	3111,8	1860,8	40%	60%
R5	1676,2	3910,2	2233,9	43%	57%

Tabela 10 – Fração mássica de resina e celulose

Fonte: A Autora (2020)

Segundo Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017), a laminação manual é capaz de produzir um laminado com teor de fibra de até 40%, como foi informado na Seção 2.7. A laminação manual realizada foi capaz de alcançar um teor de celulose de 43% na placa com cinco películas, ou seja, dentro do esperado.

A fração volumétrica de reforço, como mostra a Equação 4, é a razão entre o volume de reforço pelo volume total do compósito. Sua obtenção é mais difícil do que a fração mássica, se tornando inclusive inviável de maneira direta como a realizada no presenta trabalho, quando se trata de peças com geometrias complexas. A Tabela 11 traz as frações volumétricas de celulose, v_c , e matriz, v_m , das placas de compósito produzidas.

Placa	$V_c \ [{ m mm}^3]$	$V_t \ [{ m mm^3}]$	$V_m [{ m mm^3}]$	v_c	v_m
R0	0,00	60630,11	60630,11	0%	100%
R1	315,45	1897,23	1581,78	17%	83%
R2	525,54	2001,77	1476,23	26%	74%
R3	923,92	2903,27	1979,34	32%	68%
R4	1147,70	2760,47	1612,76	42%	58%
R5	1511,54	3155,40	1643,86	48%	52%

Tabela 11 – Fração volumétrica de resina e celulose

Fonte: A Autora (2020)

Como pode ser visto nas Equações 8, 9 e 10, é a fração volumétrica que deve ser utilizada para prever as propriedades mecânicas finais do compósito.

A Figura 47 mostra a variação das frações mássicas e volumétricas em função do número de películas de celulose que compõem as placas.



Figura 47 – Frações mássica e volumétrica em função do número de películas de celulose

4.5 COMPARAÇÃO DAS PROPRIEDADES MEDIDAS COM AS PREVISTAS POR MEIO DA ABORDAGEM MICROMECÂNICA

A determinação do teor de reforço no contexto de uma fábrica de estruturas em material compósito não é uma tarefa de grande complexidade. Isso porque o único equipamento necessário é uma balança analítica, que obrigatoriamente já deve estar disponível para a preparação da resina.

Já a fração volumétrica de reforço, embora importante para o projeto mecânico da estrutura, não é de fácil determinação. O volume de uma peça pronta de geometria complexa poderia levar muito tempo e exigir muitos recursos para ser determinado e, quando se fala de materiais em sua forma bruta, há especial dificuldade em determinar o volume dos reforços.

A Equação 7, repetida abaixo, é uma ferramenta que permite determinar a fração volumétrica de um componente do compósito com base em sua fração mássica e nas densidades da matriz e do reforço.

$$v_f = \frac{1}{1 + \left(\frac{1}{m_f} - 1\right)\frac{\rho_f}{\rho_m}}$$

As densidades normalmente são informações fornecidas pelos fabricantes da matéria-prima. A fração mássica é de fácil determinação, portanto um fabricante poderia facilmente fazer uso da Equação 7 para determinar a fração volumétrica, mas é importante ressaltar o aspecto teórico de seu desenvolvimento. Pensando nisso, decidiu-se investigar a divergência entre a aplicação dessa equação e os dados obtidos

experimentalmente, no caso dos compósitos de celulose bacteriana e resina éster vinílica.

As frações mássicas utilizadas foram informadas na Tabela 10. A densidade da matriz, ρ_m , foi informada na Seção 4.3 e possui o valor de 1,06 g/cm³. Já a densidade da celulose, ρ_c , é a média das densidades das 15 películas individuais utilizadas para a construção das placas e possui o valor de 1,11 g/cm³. A Tabela 12 traz as frações volumétricas medidas, as teóricas calculadas por meio da Equação 7 e a diferença entre elas.

Placa	Medida	Teórica	Diferença
R1	17%	17%	+0,0%
R2	26%	25%	+3,4%
R3	32%	37%	-16,4%
R4	42%	39%	+5,7%
R5	48%	42%	+12,6%

Tabela 12 – Comparação das frações volumétricas medidas e calculadas

Fonte: A Autora (2020)

A diferença presente na Tabela 12 é calculada pela Equação 18:

$$E = \frac{v_{medida} - v_{teorica}}{v_{medida}}$$
(18)

A diferença entre as frações volumétricas teóricas e calculadas é apresentada graficamente na Figura 48. É possível perceber a tendência que a Equação 7 possui em minimizar a fração volumétrica, exceto na terceira placa de compósito.



Figura 48 – Comparação das frações volumétricas teóricas e medidas

É importante observar que a diferença entre a fração volumétrica medida e a fração volumétrica calculada não se deve apenas ao erro induzido pelas hipóteses teóricas adotadas para a formulação da Equação 7, mas sim uma combinação dele com a incerteza dos instrumentos de medição, com a incompatibilidade da geometria real da placa com o modelo teórico adotado, com imprecisões provindas da laminação manual, com a síntese da celulose pela bactéria e com outros aspectos aleatórios difíceis de controlar e prever.

Uma outra propriedade de difícil determinação prática é a densidade. Seu papel na eficiência do compósito já foi discutido no Capítulo 2 e sua importância é ímpar. A Equação 6, repetida abaixo, é bastante utilizada para prever a densidade do compósito baseado nas propriedades de seus componentes.

$$\rho_t = \rho_c . v_c + \rho_m . v_m$$

A Equação 6 foi utilizada para fazer uma comparação com a densidade medida e informada na Tabela 9. A Tabela 13 mostra essa comparação, utilizando as frações volumétricas de celulose calculadas por meio da Equação 7, já que partiu-se da hipótese de que não se mediu o volume do composto.

Placa	v_c	$\rho_{teorica}$	$ ho_{medida}$	Diferença
R1	17%	1,07	1,01	-5,9%
R2	25%	1,07	1,17	+8,4%
R3	37%	1,08	0,88	-22,4%
R4	39%	1,08	1,13	+4,3%
R5	42%	1,08	1,24	+12,9%

Tabela 13 – Comparação das densidades medidas e calculadas

Fonte: A Autora (2020)

Graficamente, a comparação entre os valores teóricos e medidos de densidade é apresentado na Figura 49.



Figura 49 – Comparação das densidades volumétricas teóricas e medidas

Novamente o maior erro está relacionado com a placa *R*3, que é a placa cuja densidade mais se afastou da média das placas de compósito, como pode ser observado na Figura 43. Pela Figura 41, é possível observar que essa amostra possui um volume que desequilibra a representação linear dos dados por ser 14,1% maior que o esperado. Esse foi o principal fator de aumento da diferença entre o modelo teórico e os dados obtidos por meio do cálculo prático do volume. A causa do aumento do volume foi, provavelmente, a presença de vazios no laminado causado pela instabilidade da laminação manual.

Pela própria natureza do método, há presença de vazios em todas as placas, mas como uma das causas desses vazios é a ação humana, é comum que algumas amostras fiquem com uma qualidade inferior à outras. Algumas das grandes desvantagens do método de laminação manual são a baixa repetibilidade e a dependência da experiência do laminador para produzir um compósito de qualidade, portanto dificilmente duas peças terão o mesmo teor de resina e apresentarão a mesma quantidade de vazios e homogeneidade geométrica.

A diferença entre os valores teóricos e medidos, tanto de frações volumétricas quanto de densidade, não se devem apenas à presença de vazios no laminado. Há também a divergência dos valores reais de densidade do reforço e da resina dos valores médios adotados, de fatores aleatórios relacionados à síntese de celulose pela bactéria, incerteza dos instrumentos utilizados e diferenças das geometrias das placas e películas com o modelo teórico utilizado.

5 CONCLUSÕES

A fabricação de placas de material compósito de matriz polimérica reforçada com múltiplas camadas de celulose bacteriana se mostrou possível por meio da laminação manual, alcançando teores de celulose que variaram entre 17% e 43%, ou seja, até mesmo superiores ao limite teórico de 40% para compósitos definidos por Cucinotta, Guglielmino e Sfravara (2017).

Foi possível determinar a densidade da resina, das películas e dos compósitos. A densidade média das películas puras de celulose bacteriana foi de 1,11 g/cm³, inferior as densidades de outras fibras naturais, como pôde ser observado na Tabela 1. Isso combinado com o potencial de propriedades mecânicas superiores devido à alta cristalinidade da celulose bacteriana e a sua pureza em comparação às fibras obtidas a partir de plantas, reforça ainda mais o potencial do uso desse tipo de reforço em materiais compósitos (LEE; BLAKER; BISMARCK, 2009).

O valor da densidade da celulose bacteriana determinado por meio do experimento realizado, 1,11 g/cm³, é comparável à valores informados na literatura, que ficam em torno de 1,25 g/cm³ (LEE; BLAKER; BISMARCK, 2009).

Por meio da construção de uma placa de resina éster vinílica pura, estimouse que a densidade da matriz polimérica utilizada para a fabricação das placas de compósito foi de 1,06 g/cm³. A densidade das placas de compósito, por sua vez, ficou entre 0,88 e 1,24 g/cm³, com uma média de 1,08 g/cm³.

Densidades muito baixas, como aconteceu especialmente com a placa de compósito *R*3, indicam um teor alto de vazios, causados pela aprisionamento de ar durante o processo de laminação, um fenômeno muito comum no processo de laminação manual.

Foi possível observar a influência do número de camadas nas propriedades físicas finais do composto e percebeu-se uma tendência de melhora com o aumento de camadas, considerando a hipótese de que um teor maior de celulose melhore as propriedades mecânicas finais do compósito.

Os dados obtidos permitiram a realização de uma comparação interessante de grandezas medidas com modelos teóricos bastante utilizados no cotidiano do projeto de materiais compósitos. A Seção 4.5 realizou a importante reflexão de que as incertezas no projeto de materiais compósitos não estão apenas relacionadas com as hipóteses tomadas durante a elaboração dos modelos teóricos, como também nos processos de caracterização físicos, ou seja, em incertezas relacionadas com os equipamentos de medição, com o processo de fabricação e até com fatores humanos.

As grandezas estimadas com modelos teóricos foram a fração volumétrica de

celulose e a densidade final do compósito. No caso da fração volumétrica, a diferença entre os valores medidos e os valores teóricos chegou até -16,4%. Já no caso da densidade, a diferença entre os dois métodos variou entre +4,3% e -22,4%.

A fabricação dos corpos de prova apresentou dificuldades em relação ao corte. Optou-se pelo corte a laser para evitar a absorção de umidade que o corte por jato d'água de alta pressão causaria, mas algumas deformações causadas por absorção de energia térmica foram observadas. Essas deformações eram cada vez menores conforme a espessura das placas aumentava, então é possível que deixem de ser um problema se mais camadas de celulose forem utilizadas para a fabricação do compósito. Outra alternativa seria aumentar a quantidade de resina, mas isso seria um contrassenso, visto que potencialmente prejudicaria as propriedades mecânicas. Deve-se procurar alternativas para esse tipo de corte.

Para determinar a viabilidade do uso de celulose bacteriana como reforço de materiais compósitos laminados, sobretudo em aplicações em ambientes marinhos, deve-se realizar a determinação das propriedades mecânicas de resistência à tração e módulo de elasticidade. Para isso é possível utilizar os corpos de prova fabricados para a realização de ensaios de tração.

Além disso, é preciso verificar como a celulose bacteriana reage quando o compósito é colocado em ambientes com severas condições ambientais, como alta umidade e salinidade. É necessário observar se a resina éster vinílica é suficiente para evitar a absorção de água de forma crítica ou se é necessário utilizar outros tipos de resina, como as epóxis.

REFERÊNCIAS

ABOUDI, J.; ARNOLD, S. M.; BEDNARCYK, B. A. Chapter 1 - introduction. In: ABOUDI, J.; ARNOLD, S. M.; BEDNARCYK, B. A. (Ed.). **Micromechanics of Composite Materials**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2013. p. 1 – 18. ISBN 978-0-12-397035-0. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/ B978012397035000001X.

AL-OQLA, F.; SAPUAN, S.; JAWAID, M. Integrated mechanical-economic–environmental quality of performance for natural fibers for polymeric-based composite materials. **Journal of Natural Fibers**, v. 13, n. 6, p. 651–659, 2016. Cited By 14. Disponível em: https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2. 0-84990982193&doi=10.1080%2f15440478.2015.1102789&partnerID=40&md5= 8b23e464b8d2ce455edb487739f9c683.

AL-OQLA, F. M.; SALIT, M. S. 2 - natural fiber composites. In: AL-OQLA, F. M.; SALIT, M. S. (Ed.). **Materials Selection for Natural Fiber Composites**. Woodhead Publishing, 2017. p. 23 – 48. ISBN 978-0-08-100958-1. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081009581000025.

AL-OQLA, F. M.; SALIT, M. S. 4 - material selection for composites. In: AL-OQLA, F. M.; SALIT, M. S. (Ed.). **Materials Selection for Natural Fiber Composites**. Woodhead Publishing, 2017. p. 73 – 105. ISBN 978-0-08-100958-1. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081009581000049.

AL-QURESHI, H. A. **Materiais compostos: analises e fabricação**. UFSC/CEM, 2010. Disponível em: http://www.bu.ufsc.br/design/Materiais_Compostos.pdf.

ALMEIDA, S. F. M. de; SANTOS NOGUEIRA NETO, Z. dos. Effect of void content on the strength of composite laminates. **Composite Structures**, v. 28, n. 2, p. 139 – 148, 1994. ISSN 0263-8223. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/ 0263822394900442.

ASTM. Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials (D3039). ASTM International, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1520/d3039_d3039m-17.

BELGACEM, M. N.; GANDINI, A. Chapter 18 - surface modification of cellulose fibres. In: BELGACEM, M. N.; GANDINI, A. (Ed.). **Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources**. Amsterdam: Elsevier, 2008. p. 385 – 400. ISBN 978-0-08-045316-3. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/ B9780080453163000181.

BLEDZKI, A.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in Polymer Science**, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999. ISSN 0079-6700. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079670098000185.

BRANDES, R. et al. Influence of the processing parameters on the characteristics of spherical bacterial cellulose. **Fibers and Polymers**, v. 19, p. 297–306, 2018. Disponível em: https://link.springer.com/article/10.1007/s12221-018-7679-5.

BROSTOW, W.; GOODMAN, S. H.; WAHRMUND, J. 8 - epoxies. In: DODIUK, H.; GOODMAN, S. H. (Ed.). **Handbook of Thermoset Plastics**. Third edition. Boston: William Andrew Publishing, 2014. p. 191 – 252. ISBN 978-1-4557-3107-7. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781455731077000087.

BROWN, A. J. Xliii.—on an acetic ferment which forms cellulose. **J. Chem. Soc., Trans.**, The Royal Society of Chemistry, v. 49, p. 432–439, 1886. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1039/CT8864900432.

CALLISTER, W. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Livros Técnicos e Científicos, 2008. ISBN 9788521615958. Disponível em: https://books.google.com.br/books?id=R3BwPgAACAAJ.

CAMPBELL, F. **Structural Composite Materials**. ASM International, 2010. ISBN 9781615031405. Disponível em: https://books.google.com.br/books?id=D3Wta8e07t0C.

AEROSPATIALE SOCIETE NATIONALE INDUSTRIELLE AND INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE. Jacqes E. C. Chaussepied, Michel Huvey, Pierre Odru e Charles P. Sparks. Tube of composite material for drilling and/or transport of liquid or gaseous products, in particular for offshore oil exploitation and method for fabrication of such a tube. 1995. 5.443.099, 22/08/1995.

CHEN, N.-Z.; SUN, H.-H.; SOARES, C. Reliability analysis of a ship hull in composite material. **Composite Structures**, v. 62, n. 1, p. 59 – 66, 2003. ISSN 0263-8223. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822303000849.

CHEUNG, H. yan et al. Natural fibre-reinforced composites for bioengineering and environmental engineering applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 40, n. 7, p. 655 – 663, 2009. ISSN 1359-8368. Natural fiber composites. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836809000730.

CUCINOTTA, F.; GUGLIELMINO, E.; SFRAVARA, F. Life cycle assessment in yacht industry: A case study of comparison between hand lay-up and vacuum infusion. **Journal of Cleaner Production**, v. 142, p. 3822 – 3833, 2017. ISSN 0959-6526. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652616316900.

DUDMAN, W. F. Cellulose production by acetobacter strains in submerged culture. **Journal of General Microbiology**, Microbiology Society, v. 22, n. 1, p. 25–39, fev. 1960. Disponível em: https://doi.org/10.1099/00221287-22-1-25.

DUFRESNE, A. Chapter 19 - cellulose-based composites and nanocomposites. In: BELGACEM, M. N.; GANDINI, A. (Ed.). **Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources**. Amsterdam: Elsevier, 2008. p. 401–418. ISBN 978-0-08-045316-3. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780080453163000193.

ESTEFAN, J. Survey of model-based systems engineering (mbse) methodologies. **INCOSE MBSE Focus Group**, v. 25, 01 2008.

ISO. Sitemas de Gestão ambiental (ABNT NBR ISO14001): Requisitos com orientação de uso. ABNT, 2015. Disponível em: http://www.abnt.org.br/publicacoes2/ category/146-abnt-nbr-iso-14001.
KANDELBAUER, A. et al. 6 - unsaturated polyesters and vinyl esters. In: DODIUK, H.; GOODMAN, S. H. (Ed.). **Handbook of Thermoset Plastics**. Third edition. Boston: William Andrew Publishing, 2014. p. 111 – 172. ISBN 978-1-4557-3107-7. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781455731077000063.

KEYA, K. et al. Natural fiber reinforced polymer composites: history, types, advantages, and applications. v. 1, p. 69–87, 06 2019.

KLEINEBERG, M.; HERBECK, L.; SCHOPPINGER, C. Advanced liquid resin infusion—a new perspective for space structures. p. 09, 01 2002. Disponível em: https://www.dlr.de/fa/Portaldata/17/Resources/dokumente/institut/2002/2002_01.pdf.

KOIDE, R. M.; FRANÇA, G. von Zeska de; LUERSEN, M. A. An ant colony algorithm applied to lay-up optimization of laminated composite plates. **Latin American Journal of Solids and Structures**, scielo, v. 10, p. 491 – 504, 05 2013. ISSN 1679-7825. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid= S1679-78252013000300003&nrm=iso.

LEE, K.-Y.; BLAKER, J. J.; BISMARCK, A. Surface functionalisation of bacterial cellulose as the route to produce green polylactide nanocomposites with improved properties. **Composites Science and Technology**, v. 69, n. 15, p. 2724 – 2733, 2009. ISSN 0266-3538. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S026635380900308X.

LI, H. Synthesis, characterization and properties of vinyl ester matrix resins. In: . [s.n.], 1998. Disponível em: https://vtechworks.lib.vt.edu/handle/10919/30521.

LIMA, H. et al. Bacterial Cellulose Production by *Komagataeibacter hansenii* ATCC 23769 Using Sisal Juice - An Agroindustry Waste. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, scielo, v. 34, p. 671–680, 07 2017. ISSN 0104-6632. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-66322017000300671& nrm=iso.

LIN, N.; DUFRESNE, A. Nanocellulose in biomedicine: Current status and future prospect. **European Polymer Journal**, v. 59, p. 302 – 325, 2014. ISSN 0014-3057. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0014305714002493.

MONTGOMERY, D. **Design and Analysis of Experiments, 8th Edition**. John Wiley & Sons, Incorporated, 2012. ISBN 9781118214718. Disponível em: https://books.google.com.br/books?id=XQAcAAAAQBAJ.

NAGAVALLY, R. R. Composite materials - history, types, fabrication techniques, advantages, and applications. v. 5, n. 9, p. 82–87, 09 2017.

NASSEH, J. **Métodos Avançados de Construção em Composites**. Barracuda Composites, 2007. ISBN 9788590711209. Disponível em: https://books.google.com.br/books?id=r1S_tQum93wC.

NGUONG, C. W.; LEE, S. N. B.; SUJAN, D. A review on natural fibre reinforced polymer composites. **International Journal of Materials and Metallurgical Engineering**, World Academy of Science, Engineering and Technology, v. 7, n. 1, p. 52 – 59, 2013. ISSN eISSN: 1307-6892. Disponível em: https://publications.waset.org/vol/73.

PARK, J.; LAKES, R. S. Composites as biomaterials. In: **Biomaterials: An Introducion**. New York: Springer, 2007. p. 2008 – 225. ISBN 978-0-387-37880-0. Disponível em: https://link.springer.com/chapter/10.1007\%2F978-0-387-37880-0_8.

PECORARO, E. et al. Chapter 17 - bacterial cellulose from *Glucanacetobacter xylinus*: Preparation, properties and applications. In: BELGACEM, M. N.; GANDINI, A. (Ed.). **Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources**. Amsterdam: Elsevier, 2007. p. 369–383. ISBN 978-0-08-045316-3. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978008045316300017X.

RECOUVREUX, D. O. et al. Novel three-dimensional cocoon-like hydrogels for soft tissue regeneration. **Materials Science and Engineering: C**, v. 31, n. 2, p. 151 – 157, 2011. ISSN 0928-4931. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0928493110001852.

RUBINO, F. et al. Marine application of fiber reinforced composites: A review. **Journal** of Marine Science and Engineering, v. 8, p. 26, 01 2020.

RUKA, D. R.; SIMON, G. P.; DEAN, K. M. In situ modifications to bacterial cellulose with the water insoluble polymer poly-3-hydroxybutyrate. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, n. 2, p. 1717 – 1723, 2013. ISSN 0144-8617. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861712011101.

SABA, N.; JAWAID, M.; SULTAN, M. 1 - an overview of mechanical and physical testing of composite materials. In: JAWAID, M.; THARIQ, M.; SABA, N. (Ed.). **Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites**. Woodhead Publishing, 2019, (Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering). p. 1 – 12. ISBN 978-0-08-102292-4. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081022924000011.

SHENOI, R. A. et al. Composite materials for marine applications: Key challenges for the future. In: NICOLAIS, L.; MEO, M.; MILELLA, E. (Ed.). **Composite Materials**. London: Springer London, 2011. p. 69–89. ISBN 978-0-85729-166-0.

SPURR, D. Heart of Glass: Fiberglass Boats and the Men who Made Them. International Marine/ McGraw-Hill, 2000. ISBN 9780071579834. Disponível em: https://books.google.com.br/books?id=UIAfAQAAIAAJ.

STAEHR, R. et al. Laser cutting of composites—two approaches toward an industrial establishment. **Journal of Laser Applications**, v. 28, p. 022203, 05 2016.

SUN, Z. Progress in the research and applications of natural fiber-reinforced polymer matrix composites. **Science and Engineering of Composite Materials**, De Gruyter, Berlin, Boston, v. 25, n. 5, p. 835 – 846, 2018. Disponível em: https://www.degruyter.com/view/journals/secm/25/5/article-p835.xml.

TEKALUR, S. A.; SHIVAKUMAR, K.; SHUKLA, A. Mechanical behavior and damage evolution in e-glass vinyl ester and carbon composites subjected to static and blast loads. **Composites Part B: Engineering**, v. 39, n. 1, p. 57 – 65, 2008. ISSN 1359-8368. Marine Composites and Sandwich Structures. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836807000388.

UMMARTYOTIN, S.; SAIN, M. Preparation of a cellulose and water-based resin composite. **Materials Letters**, v. 123, p. 70 – 74, 2014. ISSN 0167-577X. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X14001591.

APÊNDICE A -	DIMENSÕES DAS	5 PELÍCULAS	DE CELULOSE

Películas	1ª	2ª	3ª	4 ^ª	5ª	\bar{M}	σ^2	σ
RES~1.1	328,7	329,4	328,3	329,4	329,3	329,0	0,2	0,4
RES~2.1	337,5	337,1	337,2	337,9	338,1	337,6	0,2	0,4
RES~2.2	275,8	274,3	275,3	274,4	275,4	275,0	0,3	0,6
RES 3.1	330,7	330,2	331,5	332,1	331,2	331,1	0,4	0,7
RES~3.2	311,0	310,1	311,3	311,8	311,5	311,1	0,3	0,6
RES 3.3	328,9	329,4	329,3	330,0	329,9	329,5	0,2	0,4
RES~4.1	344,4	344,1	343,8	344,1	344,9	344,3	0,1	0,4
RES~4.2	235,6	236,6	235,2	236,6	237,1	236,2	0,5	0,7
RES~4.3	309,7	308,8	309,8	309,5	309,8	309,5	0,1	0,4
RES~4.4	360,7	360,0	360,6	361,6	362,3	361,0	0,7	0,8
RES~5.1	326,4	326,3	326,2	326,5	328,4	326,8	0,7	0,8
RES~5.2	345,4	345,1	344,7	346,5	345,3	345,4	0,4	0,6
RES~5.3	340,0	340,4	340,6	340,3	340,7	340,4	0,1	0,2
RES~5.4	331,1	331,4	331,7	331,9	332,5	331,7	0,2	0,5
RES~5.5	332,7	330,9	330,9	332,6	332,6	331,9	0,7	0,8
<i>C</i> 1	314,3	315,1	313,8	314,1	315,2	314,5	0,3	0,6
C2	335,0	335,1	335,1	336,0	335,4	335,3	0,1	0,4
C3	505,3	504,1	504,3	503,6	505,5	504,6	0,5	0,7
C4	656,8	656,4	656,8	655,8	656,2	656,4	0,1	0,4
C5	823,1	823,1	823,6	823,7	823,4	823,4	0,1	0,2

Tabela 14 – Massa das películas de celulose em mg

Películas	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{a}	σ^2	σ
RES1.1	111,00	111,50	109,70	111,60	110,20	110,80	0,55	0,74
RES~2.1	107,50	105,40	107,20	107,10	105,20	106,48	0,95	0,97
RES 2.2	113,00	112,10	112,20	112,20	111,50	112,20	0,23	0,48
RES 3.1	108,50	109,00	108,30	108,20	108,35	108,47	0,08	0,28
RES~3.2	105,30	106,70	107,00	107,70	106,45	106,63	0,62	0,79
RES 3.3	105,10	105,20	106,10	106,25	106,30	105,79	0,28	0,53
RES~4.1	105,20	105,00	104,00	104,30	104,50	104,60	0,20	0,44
RES~4.2	108,30	107,90	108,00	108,65	107,50	108,07	0,15	0,39
RES~4.3	111,90	112,50	112,40	109,20	112,30	111,66	1,55	1,25
RES 4.4	106,10	110,80	111,20	109,00	110,15	109,45	3,36	1,83
RES~5.1	109,10	109,40	109,25	108,55	109,00	109,06	0,08	0,29
RES~5.2	111,90	112,00	110,30	110,30	112,05	111,31	0,68	0,83
RES~5.3	111,80	110,50	111,90	109,50	108,90	110,52	1,44	1,20
RES~5.4	111,60	111,70	112,00	110,80	111,10	111,44	0,19	0,43
RES 5.5	111,20	111,20	111,40	110,80	110,35	110,99	0,14	0,37
C1	101,30	103,30	103,50	103,25	103,20	102,91	0,66	0,81
C2	115,10	113,60	113,05	114,2	113,20	113,83	0,56	0,75
C3	117,60	118,20	116,95	117,35	117,45	117,51	0,17	0,41
C4	119,70	118,70	119,10	119,10	120,00	119,32	0,22	0,47
C5	116,30	116,80	116,60	116,00	115,20	116,18	0,31	0,56

Tabela 15 – Dimensão a das películas em mm

Películas	1ª	2 ^ª	3ª	4 ^a	5ª	\bar{b}	σ^2	σ
RES~1.1	110,00	108,00	106,20	107,30	107,00	107,70	1,66	1,29
RES~2.1	101,00	104,20	104,00	101,40	102,30	102,58	1,72	1,31
RES~2.2	111,00	112,00	111,40	110,80	110,00	111,04	0,44	0,66
RES 3.1	107,90	107,90	106,60	107,70	108,45	107,71	0,37	0,61
RES~3.2	106,70	107,90	108,70	108,30	109,80	108,28	1,03	1,01
RES 3.3	102,70	102,10	101,60	102,35	101,10	101,97	0,32	0,56
RES 4.1	100,60	103,90	104,55	105,40	101,15	103,12	3,62	1,90
RES4.2	108,00	109,00	108,10	108,10	108,10	108,26	0,14	0,37
RES4.3	109,00	108,00	108,30	108,05	107,80	108,23	0,17	0,42
RES~4.4	106,80	106,40	101,90	106,30	106,75	105,63	3,52	1,87
RES~5.1	109,50	110,10	110,25	109,80	109,15	109,76	0,16	0,40
RES~5.2	103,40	108,00	107,70	108,55	98,90	105,31	13,64	3,69
RES~5.3	100,80	103,10	102,80	101,35	102,80	102,17	0,84	0,92
RES~5.4	105,90	107,00	106,10	107,15	106,50	106,53	0,24	0,49
RES~5.5	108,10	108,00	107,90	106,50	106,70	107,44	0,48	0,69
C1	106,00	105,00	108,30	106,50	106,90	106,54	1,18	1,09
C2	116,30	116,60	116,70	116,10	116,00	116,34	0,07	0,27
C3	104,50	103,00	105,10	105,80	106,00	104,88	1,17	1,08
C4	119,70	118,70	108,30	117,05	117,70	116,29	16,77	4,09
C5	113,40	115,00	114,50	114,45	113,55	114,18	0,37	0,61

Tabela 16 – Dimensão b das películas em mm

Películas	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{c}	σ^2	σ
RES1.1	35,00	35,00	31,00	35,40	35,10	34,30	2,74	1,66
RES~2.1	33,70	39,60	33,00	34,20	34,30	34,96	5,59	2,37
RES 2.2	48,90	47,40	46,80	48,00	45,40	47,30	1,38	1,18
RES 3.1	37,30	39,00	39,20	38,90	39,10	38,70	0,50	0,71
RES~3.2	33,60	33,40	33,60	34,00	33,50	33,62	0,04	0,20
RES 3.3	36,75	36,70	37,00	35,50	35,40	36,27	0,46	0,68
RES 4.1	54,60	47,50	47,40	47,10	47,20	48,76	8,55	2,92
RES~4.2	36,00	38,00	37,05	37,20	37,00	37,05	0,41	0,64
RES~4.3	47,40	45,50	47,10	47,30	44,85	46,43	1,10	1,05
RES 4.4	40,00	37,30	41,25	39,60	40,00	39,63	1,67	1,29
RES~5.1	44,60	44,20	41,90	43,00	42,10	43,16	1,18	1,09
RES~5.2	40,10	44,30	42,10	46,75	46,60	43,97	6,65	2,58
RES~5.3	39,50	40,00	41,10	41,80	41,00	40,68	0,68	0,82
RES~5.4	40,40	39,70	42,30	40,70	41,75	40,97	0,88	0,94
RES~5.5	40,90	41,40	40,70	41,05	41,21	41,05	0,06	0,24
C1	36,60	37,70	36,40	38,05	37,65	37,28	0,43	0,65
C2	44,70	45,20	45,10	45,60	45,15	45,15	0,08	0,29
C3	41,00	41,50	41,20	41,10	41,35	41,23	0,03	0,18
C4	38,60	39,70	38,90	39,00	38,80	39,00	0,14	0,37
C5	48,50	43,80	46,00	41,60	42,10	44,40	6,57	2,56

Tabela 17 – Dimensão c das películas em mm

Películas	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{d}	σ^2	σ
RES~1.1	101,00	100,90	101,80	104,10	103,40	102,24	1,67	1,29
RES~2.1	104,00	105,50	104,60	104,20	103,30	104,32	0,53	0,72
RES~2.2	106,10	99,20	100,10	104,10	104,00	102,70	6,84	2,62
RES 3.1	105,50	104,40	97,80	97,80	104,10	101,92	11,53	3,40
RES~3.2	106,50	101,00	105,40	106,40	105,00	104,86	4,05	2,01
RES 3.3	106,30	103,60	106,10	106,00	104,70	105,34	1,07	1,04
RES 4.1	102,80	108,70	102,30	102,35	103,40	103,91	5,89	2,43
RES4.2	109,00	107,20	107,65	109,25	108,00	108,22	0,62	0,79
RES4.3	104,10	103,00	103,50	101,90	102,30	102,96	0,63	0,79
RES~4.4	106,30	102,00	102,10	106,10	105,00	104,30	3,57	1,89
RES~5.1	103,70	103,00	102,75	104,70	103,70	103,57	0,46	0,68
RES~5.2	103,00	104,90	93,10	93,55	104,70	99,85	28,84	5,37
RES~5.3	105,30	104,00	106,30	102,10	103,10	104,16	2,25	1,50
RES~5.4	100,50	100,00	102,20	101,80	101,85	101,27	0,74	0,86
RES~5.5	100,00	101,60	100,10	103,55	104,40	101,93	3,18	1,78
C1	106,50	106,10	107,15	107,50	105,20	106,49	0,65	0,81
C2	102,10	103,70	105,90	104,70	104,00	104,08	1,55	1,25
C3	108,70	112,30	110,70	111,40	112,20	111,06	1,73	1,32
C4	108,00	106,30	109,20	109,40	109,00	108,38	1,31	1,15
C5	112,70	106,70	112,20	104,10	112,15	109,57	12,31	3,51

Tabela 18 – Dimensão d das películas em mm

Películas	1ª	2ª	3ª	4 ^ª	5ª	\bar{e}	σ^2	σ
RES1.1	162	162	161	161	157	161	3,4	1,9
RES2.1	156	157	157	158	158	157	0,4	0,7
RES~2.2	156	158	155	155	154	156	2,0	1,4
RES 3.1	155	154	154	154	155	154	0,3	0,5
RES~3.2	159	159	159	159	160	159	0,2	0,4
RES 3.3	148	151	152	151	151	151	1,6	1,3
RES 4.1	150	160	160	160	160	158	15,6	3,9
RES4.2	161	161	162	162	163	162	0,6	0,7
RES~4.3	156	157	160	157	158	158	1,9	1,4
RES~4.4	158	157	158	159	157	158	0,7	0,9
RES5.1	157	157	158	159	158	158	0,6	0,7
RES~5.2	155	154	155	156	155	155	0,4	0,6
RES~5.3	151	155	151	150	151	152	3,0	1,7
RES5.4	157	159	159	158	157	158	0,8	0,9
RES~5.5	159	160	160	160	161	160	0,4	0,6
C1	154	155	156	156	155	155	0,4	0,6
C2	161	162	159	163	159	161	2,6	1,6
C3	166	158	158	159	158	160	9,8	3,1
C4	168	159	160	160	159	161	10,6	3,3
C5	167	166	166	168	167	167	0,5	0,7

Tabela 19 – Dimensão e das películas em mm

Películas	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{t}	σ^2	σ
RES1.1	0,023	0,018	0,021	0,022	0,019	0,021	0,000	0,002
RES~2.1	0,021	0,014	0,018	0,017	0,015	0,017	0,000	0,002
RES2.2	0,017	0,026	0,012	0,013	0,021	0,018	0,000	0,005
RES 3.1	0,016	0,021	0,023	0,017	0,017	0,019	0,000	0,003
RES~3.2	0,021	0,022	0,037	0,023	0,018	0,024	0,000	0,007
RES 3.3	0,022	0,019	0,015	0,024	0,019	0,020	0,000	0,003
RES 4.1	0,024	0,017	0,018	0,022	0,017	0,020	0,000	0,003
RES~4.2	0,021	0,015	0,018	0,017	0,023	0,019	0,000	0,003
RES~4.3	0,012	0,013	0,022	0,015	0,018	0,016	0,000	0,004
RES4.4	0,019	0,013	0,035	0,014	0,023	0,021	0,000	0,008
RES 5.1	0,017	0,021	0,034	0,014	0,017	0,021	0,000	0,007
RES~5.2	0,026	0,016	0,014	0,019	0,018	0,019	0,000	0,004
RES~5.3	0,017	0,028	0,021	0,014	0,022	0,020	0,000	0,005
RES~5.4	0,016	0,017	0,028	0,015	0,014	0,018	0,000	0,005
RES~5.5	0,021	0,022	0,029	0,024	0,016	0,022	0,000	0,004
C1	0,014	0,018	0,022	0,026	0,016	0,019	0,000	0,004
C2	0,023	0,018	0,023	0,025	0,021	0,022	0,000	0,002
C3	0,029	0,032	0,049	0,035	0,032	0,035	0,000	0,007
C4	0,046	0,033	0,026	0,028	0,051	0,037	0,000	0,010
C5	0,052	0,049	0,041	0,048	0,049	0,048	0,000	0,004

Tabela 20 – Espessura t das películas em mm

APÊNDICE B -	DIMENSÕES	DAS PLACAS	DE COMPÓSITO

Placa	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{M}	σ^2	σ
R0	64308,9	64304,3	64303,4	64300,5	64300,6	64303,5	9,44	3,07
R1	1914,1	1914,1	1914,5	1914,4	1913,7	1914,2	0,08	0,28
R2	2344,2	2343,9	2342,8	2342,2	2341,3	2342,9	1,15	1,07
R3	2558,0	2555,9	2555,1	2554,4	2553,7	2555,4	2,20	1,48
R4	3116,6	31118	3110,6	3110,0	3110,2	3111,9	7,57	2,75
R5	3911,5	3910,3	3910,5	3909,2	3909,3	3910,2	0,72	0,85

Tabela 21 – Massa das placas de compósito em mg

Tabela 22 – Dimensão a das placas de compósito em mm

Placa	1ª	2ª	3ª	4 ^a	5 ^ª	ā	σ^2	σ
R0	127,00	126,90	127,10	127,00	127,30	127,1	0,02	0,14
R1	110,95	112,70	111,20	111,15	110,60	111,3	0,52	0,72
R2	112,00	111,45	111,20	112,20	109,55	111,3	0,88	0,94
R3	112,15	112,60	109,70	109,45	109,00	110,6	2,22	1,49
R4	112,65	112,00	113,70	111,80	111,15	112,3	0,75	0,86
R5	114,90	115,20	115,20	115,40	115,20	115,2	0,03	0,16

Tabela 23 – Dimensão b das placas de compósito em mm

Placa	1ª	2ª	3 ^ª	4 ^ª	5ª	\overline{b}	σ^2	σ
R0	-	-	-	-	-	-	-	-
R1	106,90	106,85	106,75	106,80	106,35	106,7	0,04	0,20
R2	110,75	111,15	111,70	110,00	109,50	110,6	0,62	0,79
R3	108,20	109,00	108,80	109,15	108,10	108,7	0,18	0,42
R4	109,20	108,55	108,60	108,80	108,80	108,8	0,05	0,23
R5	113,20	113,25	113,15	113,25	113,50	113,3	0,01	0,12

Placa	1ª	2ª	3ª	4 ^ª	5ª	\bar{c}	σ^2	σ
R0	119,10	118,55	118,60	119,10	120,10	119,1	0,31	0,56
R1	40,90	41,90	40,20	40,40	40,30	40,7	0,39	0,63
R2	38,00	37,30	37,40	37,90	38,05	37,7	0,10	0,32
R3	54,60	55,55	53,90	56,10	56,60	55,4	0,97	0,98
R4	46,30	45,30	45,65	45,75	46,00	45,8	0,11	0,34
R5	39,40	40,00	40,25	40,80	39,80	40,1	0,22	0,47

Tabela 24 – Dimensão *c* das placas de compósito em mm

Tabela 25 – Dimensão d das placas de compósito em mm

Placa	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{d}	σ^2	σ
R0	-	-	-	-	-	-	-	-
R1	100,30	94,50	106,30	94,00	94,20	97,9	23,35	4,83
R2	107,80	105,00	101,80	102,50	109,00	105,2	8,02	2,83
R3	103,95	109,00	107,80	103,00	102,50	105,3	6,98	2,64
R4	99,60	103,20	102,10	100,05	102,10	101,4	1,86	1,36
R5	105,25	117,60	105,00	104,35	104,80	107,4	26,10	5,11

Tabela 26 – Dimensão e das placas de compósito em mm

Placa	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	\bar{e}	σ^2	σ
R0	165	164	167	165	166	165	1,04	1,02
R1	159	160	160	161	160	160	0,40	0,63
R2	159	160	158	158	160	159	0,80	0,89
R3	157	161	162	161	162	161	3,44	1,85
R4	163	163	162	162	163	163	0,24	0,49
R5	161	159	161	160	160	160	0,56	0,75

Tabela 27 – Espessura t das placas de compósito em mm

Placa	1ª	2ª	3ª	4 ^ª	5ª	\overline{t}	σ^2	σ
R0	3,053	3,108	2,732	3,117	2,882	2,978	0,022	0,149
R1	0,081	0,167	0,115	0,150	0,109	0,124	0,001	0,031
R2	0,138	0,133	0,135	0,108	0,125	0,128	0,000	0,011
R3	0,159	0,178	0,194	0,195	0,177	0,181	0,000	0,013
R4	0,157	0,212	0,184	0,147	0,166	0,173	0,001	0,023
R5	0,167	0,165	0,194	0,251	0,190	0,193	0,001	0,031

1ª 2ª 3ª σ^2 CP Ā σ 9,70 9,75 9,70 9,72 0,00 0,02 $CR\,0.1$ $CR\,0.2$ 9,70 9,75 9,70 9,72 0,00 0,02 9,45 9,45 9,40 9,43 0,00 $CR\,1.1$ 0.02 9,40 $CR\,1.2$ 9,30 9,50 9,40 0,01 0,08 $CR\,1.3$ 9,65 9,70 9,80 9,72 0,00 0,06 $CR\,1.4$ 9,25 9,40 9,30 9,32 0,00 0,06 9.62 0,02 CR 2.19.65 9,60 9.60 0,00 9,70 9,70 $CR\,2.2$ 9,70 9,70 0,00 0,00 $CR\,2.3$ 9,70 9,70 9,65 9,68 0,00 0,02 CR 2.49,55 9,60 9,60 9,58 0,00 0,02 9,50 $CR\,2.5$ 9,50 9,50 9,50 0,00 0,00 $CR\,2.6$ 9,55 9,43 9,30 9,45 0,01 0,10 $CR \, 3.1$ 9,50 9,45 9,40 9,45 0,00 0,04 9.55 CR 3.29,55 9,50 9,60 0.00 0.04 9,50 9,58 CR 3.39,65 9,60 0,00 0,06 CR 3.49,80 9,80 9,80 9,80 0,00 0,00 9,47 CR 3.59,60 9,40 9,40 0,01 0,09 9,53 0,05 CR 3.69,50 9,50 9,60 0,00 9.65 CR 4.19,65 9,70 9.60 0.00 0.04 CR 4.29,70 9,70 9,70 9,70 0,00 0,00 CR 4.39,70 9,70 9,70 9,70 0,00 0,00 CR 4.49,65 9,60 9,65 9,63 0,00 0,02 $CR\,4.5$ 9,65 9,60 9,50 9,58 0,00 0,06 CR 4.69,50 9,60 9,60 9,57 0,00 0,05 9,63 $CR\,5.1$ 9,65 9,60 9,65 0,00 0,02 9,75 9,75 9,75 0,00 0,00 $CR\,5.2$ 9,75 $CR\,5.3$ 9,70 9,60 9,65 9,65 0,00 0,04 $CR\,5.4$ 9,60 9,60 9,60 9,60 0,00 0,00 $CR\,5.5$ 9,60 9,60 9,60 9,60 0,00 0,00 $CR\,5.6$ 9,70 9,70 9,70 9,70 0,00 0,00

APÊNDICE C - DIMENSÕES DOS CORPOS DE PROVA

Tabela 28 – Dimensão A dos corpos de prova de materiais compósitos em mm

CP	1ª	2ª	3ª	\bar{B}	σ^2	σ
CR0.1	9,75	9,75	9,80	9,77	0,00	0,02
CR0.2	9,75	9,75	9,75	9,75	0,00	0,00
CR 1.1	9,60	9,55	9,55	9,57	0,00	0,02
CR1.2	9,65	9,50	9,40	9,52	0,01	0,10
CR1.3	9,30	9,30	9,20	9,27	0,00	0,05
CR1.4	7,70	7,95	7,70	7,78	0,01	0,12
CR2.1	9,60	9,60	9,60	9,60	0,00	0,00
CR2.2	9,60	9,60	9,60	9,60	0,00	0,00
CR2.3	9,60	9,70	9,70	9,67	0,00	0,05
CR2.4	9,40	9,50	9,40	9,43	0,00	0,05
CR2.5	9,70	9,70	9,70	9,70	0,00	0,00
$CR \ 2.6$	9,70	9,60	9,65	9,65	0,00	0,04
CR3.1	9,40	9,40	9,50	9,43	0,00	0,05
CR3.2	9,70	9,40	9,40	9,50	0,02	0,14
CR3.3	9,65	9,65	9,60	9,63	0,00	0,02
CR3.4	9,80	9,80	9,80	9,80	0,00	0,00
CR3.5	9,60	9,60	9,50	9,57	0,00	0,05
$CR \ 3.6$	9,30	9,30	9,45	9,35	0,00	0,07
CR4.1	9,60	9,60	9,60	9,60	0,00	0,00
CR4.2	9,70	9,65	9,70	9,68	0,00	0,02
CR4.3	9,80	9,75	9,70	9,75	0,00	0,04
CR4.4	9,60	9,60	9,60	9,60	0,00	0,00
CR4.5	9,60	9,65	9,60	9,62	0,00	0,02
CR 4.6	9,70	9,65	9,70	9,68	0,00	0,02
CR5.1	9,65	9,65	9,65	9,65	0,00	0,00
CR5.2	9,70	9,70	9,80	9,73	0,00	0,05
CR5.3	9,60	9,55	9,60	9,58	0,00	0,02
CR5.4	9,60	9,55	9,60	9,58	0,00	0,02
CR5.5	9,70	9,65	9,70	9,68	0,00	0,02
CR5.6	9,70	9,70	9,70	9,70	0,00	0,00

Tabela 29 – Dimensão B dos corpos de prova de materiais compósitos em mm

CP	1ª	2ª	3ª	\bar{C}	σ^2	σ
CR0.1	99,95	99,80	99,75	99,83	0,01	0,08
CR0.2	99,65	99,65	99,65	99,65	0,00	0,00
<i>CR</i> 1.1	99,40	99,65	99,50	99,52	0,01	0,10
CR1.2	99,60	99,50	99,55	99,55	0,00	0,04
CR1.3	99,50	99,60	99,80	99,63	0,02	0,12
CR1.4	79,50	77,50	77,50	78,17	0,89	0,94
CR2.1	99,60	99,60	99,30	99,50	0,02	0,14
CR2.2	99,55	99,60	99,70	99,62	0,00	0,06
CR2.3	99,70	99,65	99,40	99,58	0,02	0,13
CR2.4	99,65	99,50	99,40	99,52	0,01	0,10
CR2.5	99,65	99,60	99,70	99,65	0,00	0,04
CR2.6	-	-	-	-	-	-
CR3.1	99,45	99,35	99,60	99,47	0,01	0,10
CR3.2	99,45	99,30	99,70	99,48	0,03	0,16
CR3.3	99,65	99,50	99,55	99,57	0,00	0,06
CR3.4	99,85	99,65	99,65	99,72	0,01	0,09
CR3.5	99,50	99,50	99,55	99,52	0,00	0,02
CR 3.6	99,50	99,45	99,60	99,52	0,00	0,06
CR4.1	99,65	99,65	99,65	99,65	0,00	0,00
CR4.2	99,50	99,65	99,50	99,55	0,01	0,07
CR4.3	99,60	99,65	99,60	99,62	0,00	0,02
CR4.4	99,90	99,75	99,65	99,77	0,01	0,10
CR4.5	99,70	99,70	99,70	99,70	0,00	0,00
CR 4.6	99,70	99,60	99,80	99,70	0,01	0,08
CR5.1	99,55	99,55	99,50	99,53	0,00	0,02
CR5.2	99,85	99,55	99,55	99,65	0,02	0,14
CR5.3	99,55	99,60	99,60	99,58	0,00	0,02
CR5.4	99,50	99,50	99,40	99,47	0,00	0,05
CR5.5	99,40	99,40	99,50	99,43	0,00	0,05
CR5.6	99,40	99,50	99,50	99,47	0,00	0,05

Tabela 30 – Dimensão C dos corpos de prova de materiais compósitos em mm

CP	1 ª	2ª	3ª	4 ^ª	5ª	\overline{t}	σ^2	σ
CR0.1	2,185	2,141	2,321	2,420	2,536	2,321	0,021	0,146
CR0.2	2,292	2,234	2,380	2,560	2,661	2,425	0,026	0,161
CR1.1	0,108	0,063	0,097	0,097	0,112	0,095	0,000	0,017
CR1.2	0,156	0,145	0,164	0,140	0,129	0,147	0,000	0,012
CR1.3	0,180	0,091	0,116	0,100	0,206	0,139	0,002	0,046
CR1.4	0,103	0,109	0,126	0,096	0,124	0,112	0,000	0,012
CR2.1	0,085	0,124	0,483	0,129	0,155	0,195	0,021	0,146
CR2.2	0,318	0,350	0,475	0,125	0,165	0,287	0,016	0,128
CR2.3	0,314	0,210	0,134	0,128	0,176	0,192	0,005	0,068
CR2.4	0,158	0,159	0,316	0,257	0,272	0,232	0,004	0,063
CR2.5	0,199	0,110	0,059	0,165	0,180	0,143	0,003	0,051
CR2.6	0,139	0,164	0,199	0,203	0,131	0,167	0,001	0,030
CR3.1	0,091	0,133	0,113	0,135	0,141	0,123	0,000	0,018
CR3.2	0,215	0,164	0,134	0,207	0,164	0,177	0,001	0,030
CR3.3	0,107	0,154	0,107	0,135	0,202	0,141	0,001	0,035
CR3.4	0,208	0,155	0,130	0,149	0,296	0,188	0,004	0,060
CR3.5	0,186	0,162	0,143	0,282	0,186	0,192	0,002	0,048
CR 3.6	0,132	0,135	0,117	0,143	0,119	0,129	0,000	0,010
CR4.1	0,156	0,108	0,150	0,307	0,186	0,181	0,005	0,068
CR4.2	0,145	0,219	0,200	0,171	0,156	0,178	0,001	0,028
CR4.3	0,144	0,135	0,135	0,158	0,140	0,142	0,000	0,008
CR4.4	0,115	0,137	0,105	0,169	0,218	0,149	0,002	0,041
CR4.5	0,282	0,144	0,214	0,146	0,170	0,191	0,003	0,052
CR4.6	0,299	0,237	0,237	0,153	0,227	0,231	0,002	0,046
CR5.1	0,206	0,185	0,207	0,196	0,176	0,194	0,000	0,012
CR5.2	0,169	0,222	0,208	0,240	0,436	0,255	0,009	0,093
CR5.3	0,241	0,244	0,180	0,188	0,183	0,207	0,001	0,029
CR5.4	0,191	0,174	0,173	0,157	0,222	0,183	0,000	0,022
CR5.5	0,201	0,160	0,181	0,217	0,238	0,199	0,001	0,027
CR5.6	0,234	0,203	0,167	0,333	0,241	0,236	0,003	0,055

Tabela 31 – Espessura t dos corpos de prova de materiais compósitos em mm

CP	1ª	2ª	3ª	Ā	σ^2	σ
CC 1.1	10,80	10,80	10,90	10,83	0,00	0,05
$CC \ 1.2$	10,05	9,90	10,05	10,00	0,01	0,07
<i>CC</i> 1.3	9,90	9,90	10,05	9,95	0,01	0,07
$CC \ 1.4$	10,30	10,10	10,50	10,30	0,03	0,16
$CC \ 1.5$	9,90	9,95	10,00	9,95	0,00	0,04
CC 1.6	10,15	10,15	9,90	10,07	0,01	0,12
$CC \ 2.1$	10,00	10,10	10,00	10,03	0,00	0,05
$CC \ 2.2$	9,90	10,00	10,00	9,97	0,00	0,05
CC 2.3	10,20	10,20	10,00	10,13	0,01	0,09
CC 2.4	10,15	10,00	9,95	10,03	0,01	0,08
$CC \ 2.5$	10,40	10,00	10,30	10,23	0,03	0,17
CC 2.6	10,05	9,90	10,05	10,00	0,01	0,07
CC 3.1	10,50	10,45	10,40	10,45	0,00	0,04
$CC \ 3.2$	10,60	10,55	10,80	10,65	0,01	0,11
$CC \ 3.3$	10,25	10,00	10,20	10,15	0,01	0,11
CC 3.4	10,05	9,80	9,90	9,92	0,01	0,10
$CC \ 3.5$	10,20	10,20	10,25	10,22	0,00	0,02
CC 3.6	9,85	10,00	9,90	9,92	0,00	0,06
CC 4.1	9,90	9,80	9,95	9,88	0,00	0,06
CC 4.2	9,80	9,80	9,50	9,70	0,02	0,14
CC 4.3	10,60	10,40	10,50	10,50	0,01	0,08
CC 4.4	9,75	10,00	9,95	9,90	0,01	0,11
CC 4.5	10,20	10,25	9,95	10,13	0,02	0,13
CC 4.6	10,10	10,05	10,05	10,07	0,00	0,02
CC 5.1	10,30	10,30	10,25	10,28	0,00	0,02
CC 5.2	9,90	9,90	10,10	9,97	0,01	0,09
CC 5.3	10,00	10,00	10,10	10,03	0,00	0,05
CC 5.4	10,00	10,10	10,10	10,07	0,00	0,05
CC 5.5	10,00	9,90	9,85	9,92	0,00	0,06
CC 5.6	10,10	10,00	10,15	10,08	0,00	0,06

Tabela 32 – Dimensão A dos corpos de prova de celulose pura em mm

CP	1 ª	2ª	3ª	\bar{B}	σ^2	σ
<i>CC</i> 1.1	10,40	10,30	10,20	10,30	0,01	0,08
CC 1.2	9,60	9,60	9,60	9,60	0,00	0,00
CC 1.3	9,60	9,70	9,80	9,70	0,01	0,08
$CC \ 1.4$	9,90	9,80	9,90	9,87	0,00	0,05
CC~1.5	9,50	9,45	9,40	9,45	0,00	0,04
CC 1.6	10,15	10,15	9,95	10,08	0,01	0,09
$CC \ 2.1$	10,50	9,95	9,95	10,13	0,07	0,26
CC 2.2	10,00	10,15	10,10	10,08	0,00	0,06
CC 2.3	11,20	10,90	10,95	11,02	0,02	0,13
CC 2.4	10,60	10,45	10,50	10,52	0,00	0,06
$CC \ 2.5$	10,00	9,70	10,10	9,93	0,03	0,17
CC 2.6	10,30	10,30	10,25	10,28	0,00	0,02
$CC \ 3.1$	10,30	10,35	10,20	10,28	0,00	0,06
$CC \ 3.2$	10,00	9,70	9,80	9,83	0,02	0,12
CC 3.3	9,95	9,95	10,00	9,97	0,00	0,02
$CC \ 3.4$	10,05	10,10	10,10	10,08	0,00	0,02
$CC \ 3.5$	10,25	10,30	10,10	10,22	0,01	0,08
CC 3.6	10,15	10,20	10,25	10,20	0,00	0,04
CC 4.1	10,10	10,10	10,10	10,10	0,00	0,00
CC 4.2	10,10	10,00	9,90	10,00	0,01	0,08
CC 4.3	10,20	10,20	10,25	10,22	0,00	0,02
CC 4.4	9,80	9,60	9,85	9,75	0,01	0,11
CC 4.5	9,50	9,40	9,30	9,40	0,01	0,08
CC 4.6	9,70	9,65	9,65	9,67	0,00	0,02
$CC \; 5.1$	10,30	10,30	10,25	10,28	0,00	0,02
CC 5.2	10,40	10,30	10,25	10,32	0,00	0,06
CC 5.3	10,00	10,00	10,20	10,07	0,01	0,09
CC 5.4	10,05	10,00	10,10	10,05	0,00	0,04
CC 5.5	10,05	10,05	9,95	10,02	0,00	0,05
CC 5.6	10,20	10,20	10,20	10,20	0,00	0,00

Tabela 33 – Dimensão B dos corpos de prova de celulose pura em mm

CP	1ª	2ª	3ª	\bar{C}	σ^2	σ
CC 1.1	100,90	100,95	100,50	100,78	0,04	0,20
$CC \ 1.2$	100,25	100,70	100,70	100,55	0,05	0,21
<i>CC</i> 1.3	100,00	100,25	100,40	100,22	0,03	0,16
$CC \ 1.4$	101,10	101,25	100,85	101,07	0,03	0,16
$CC \ 1.5$	100,50	101,10	100,40	100,67	0,10	0,31
<i>CC</i> 1.6	100,50	100,50	100,90	100,63	0,04	0,19
$CC \ 2.1$	88,95	89,95	89,75	89,55	0,19	0,43
$CC \ 2.2$	100,95	101,10	101,60	101,22	0,08	0,28
CC 2.3	101,10	101,05	101,70	101,28	0,09	0,30
CC 2.4	101,45	101,20	100,70	101,12	0,10	0,31
$CC \ 2.5$	100,45	100,50	101,40	100,78	0,19	0,44
<i>CC</i> 2.6	101,40	101,15	101,50	101,35	0,02	0,15
CC 3.1	100,75	101,50	101,30	101,18	0,10	0,32
$CC \ 3.2$	101,50	101,40	100,85	101,25	0,08	0,29
$CC \ 3.3$	101,20	101,25	101,30	101,25	0,00	0,04
CC 3.4	101,20	101,00	101,10	101,10	0,01	0,08
$CC \ 3.5$	101,15	101,15	101,20	101,17	0,00	0,02
<i>CC</i> 3.6	101,30	101,30	101,80	101,47	0,06	0,24
CC 4.1	100,40	99,90	100,65	100,32	0,10	0,31
CC 4.2	100,40	100,05	100,05	100,17	0,03	0,16
CC 4.3	100,30	100,10	100,15	100,18	0,01	0,08
CC 4.4	100,20	100,20	100,30	100,23	0,00	0,05
CC 4.5	100,10	100,15	100,10	100,12	0,00	0,02
<i>CC</i> 4.6	100,15	100,50	99,90	100,18	0,06	0,25
CC 5.1	101,40	101,45	101,30	101,38	0,00	0,06
CC 5.2	101,40	100,90	101,30	101,20	0,05	0,22
CC 5.3	101,20	101,20	101,00	101,13	0,01	0,09
CC 5.4	101,30	101,35	101,30	101,32	0,00	0,02
CC 5.5	100,90	101,10	101,60	101,20	0,09	0,29
CC 5.6	101,10	101,60	101,35	101,35	0,04	0,20

Tabela 34 – Dimensão C dos corpos de prova de celulose pura em mm

CP	1ª	2ª	3ª	4 ^ª	5ª	\overline{t}	σ^2	σ
<i>CC</i> 1.1	0,018	0,016	0,015	0,020	0,022	0,02	0,000	0,003
$CC \ 1.2$	0,021	0,016	0,019	0,018	0,014	0,02	0,000	0,002
CC 1.3	0,025	0,016	0,021	0,019	0,022	0,02	0,000	0,003
CC 1.4	0,021	0,016	0,025	0,020	0,023	0,02	0,000	0,003
CC~1.5	0,015	0,013	0,025	0,021	0,022	0,02	0,000	0,004
<i>CC</i> 1.6	0,016	0,013	0,021	0,014	0,018	0,02	0,000	0,003
CC 2.1	0,022	0,025	0,021	0,022	0,032	0,02	0,000	0,004
$CC \ 2.2$	0,018	0,025	0,022	0,024	0,022	0,02	0,000	0,002
$CC \ 2.3$	0,028	0,028	0,020	0,032	0,025	0,03	0,000	0,004
CC 2.4	0,021	0,021	0,014	0,025	0,023	0,02	0,000	0,004
$CC \ 2.5$	0,017	0,024	0,042	0,023	0,021	0,03	0,000	0,009
<i>CC</i> 2.6	0,017	0,024	0,026	0,032	0,021	0,02	0,000	0,005
CC 3.1	0,034	0,034	0,027	0,035	0,036	0,03	0,000	0,003
$CC \ 3.2$	0,024	0,025	0,030	0,022	0,033	0,03	0,000	0,004
CC 3.3	0,037	0,042	0,034	0,033	0,032	0,04	0,000	0,004
CC 3.4	0,032	0,028	0,025	0,029	0,031	0,03	0,000	0,002
$CC \ 3.5$	0,034	0,033	0,023	0,029	0,026	0,03	0,000	0,004
<i>CC</i> 3.6	0,024	0,024	0,018	0,027	0,026	0,02	0,000	0,003
CC 4.1	0,025	0,035	0,032	0,038	0,036	0,03	0,000	0,005
CC 4.2	0,034	0,030	0,029	0,034	0,041	0,03	0,000	0,004
CC 4.3	0,025	0,036	0,040	0,038	0,039	0,04	0,000	0,005
CC 4.4	0,045	0,041	0,035	0,032	0,028	0,04	0,000	0,006
CC 4.5	0,021	0,034	0,026	0,037	0,035	0,03	0,000	0,006
<i>CC</i> 4.6	0,033	0,037	0,028	0,033	0,043	0,03	0,000	0,005
CC 5.1	0,051	0,053	0,055	0,055	0,059	0,05	0,000	0,003
CC 5.2	0,042	0,049	0,053	0,053	0,052	0,05	0,000	0,004
CC 5.3	0,053	0,057	0,047	0,049	0,058	0,05	0,000	0,004
CC 5.4	0,055	0,041	0,046	0,054	0,051	0,05	0,000	0,005
CC 5.5	0,047	0,051	0,042	0,043	0,046	0,05	0,000	0,003
CC 5.6	0,055	0,058	0,048	0,042	0,047	0,05	0,000	0,006

Tabela 35 – Espessura t dos corpos de prova de celulose pura em mm