



Efeitos da densidade de plantação, fertilização azotada e método de extração nas propriedades mecânicas de fibras de cânhamo

GUILHERME IRIGOYEN BUENO

Relatório da Dissertação Final apresentada à

Escola Superior de Tecnologia e Gestão

Instituto Politécnico de Bragança

para obtenção do grau de Mestre em

Engenharia Industrial

Área de especialização em Engenharia Mecânica

Este trabalho foi realizado sob orientação de:

João Eduardo Pinto Castro Ribeiro

João da Rocha e Silva

Romeu Rony Cavalcante da Costa

Esta dissertação não inclui as críticas e sugestões feitas pelo Júri

Julho de 2019

Agradecimentos

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná, em especial o campus Cornélio Procopio onde realizei a maior parte de minha graduação, a Escola Superior de Tecnologia e Gestão do Instituto Politécnico de Bragança, onde pude estudar através do acordo de dupla diplomação. Aos professores, orientadores João Ribeiro, João Rocha e Romeu Rony Cavalcante da Costa, aos professores Margarida Arrobas, Luís Queijo, M. Ângelo Rodrigues que forneceram as fibras utilizadas neste trabalho, ao aluno Eje Røndahl que realizou estudos e disponibilizou informações sobre as fibras de cânhamo utilizadas neste trabalho, bem como, os amigos que me acompanharam e encorajaram durante essa etapa de minha vida.

“Um dia é preciso parar de sonhar e, de algum modo, partir.”

(Amyr Klink)

Resumo

Fibras naturais são uma alternativa para as fibras sintéticas tradicionais utilizadas como reforço em materiais compósitos, apresentando menor impacto ambiental e custos reduzidos. Comparadas com as fibras sintéticas, as vantagens do uso de fibras naturais estão relacionadas com o fato de serem renováveis, recicláveis, apresentarem baixa densidade, estarem disponíveis em grandes quantidades e com baixos custos. Neste contexto, foi feita a caracterização mecânica de fibras de cânhamo cultivadas em Bragança – Portugal e Mirandela – Portugal com diferentes condições de fertilização azotada, densidade de semeadura, método de extração e localização de cultivo. O objetivo do estudo foi de avaliar os efeitos da localização, fertilização azotada, densidade de semeadura, método de extração e localização das amostras para otimizar as propriedades mecânicas das fibras de cânhamo. Foram determinados limite de resistência à tração, módulo de elasticidade e densidade. O limite de resistência à tração médio para todas as fibras foi de $565,3 \pm 167,0$ MPa, a densidade média $1,65 \pm 0,25$ g/cm³ e o módulo de elasticidade médio $92,4 \pm 7,4$ GPa. Foi conduzida uma análise estatística de todos os parâmetros por meio de uma análise de variância (ANOVA). A influência de todos os elementos foi avaliada e os fatores com maior atuação foram o método de extração e o efeito combinado da densidade de semeadura e fertilização azotada, estes elementos apresentaram maior influência no limite de resistência à tração específico e no limite de resistência à tração, respectivamente.

Palavras Chave: fibra de cânhamo, fibras naturais, propriedades mecânicas, fertilização azotada, densidade de semeadura

Abstract

Natural fibers are an alternative to the traditional synthetic fibers used as reinforcement of composites materials, with reduced environmental impact and lower costs. Compared to synthetic fibers, the advantages of using natural fibers are their renewability, recyclability, low density, availability in large amounts and low cost. Hemp fiber is used in many applications, it is particularly attractive to reinforcement of composites materials. In this context, a mechanical characterization has been made with hemp fibers grew in Bragança and Miranda regions from Portugal in different conditions of nitrogen fertilization, sowing density, extraction method, and grew location. The objective of the study was to assess the effects of location, nitrogen fertilization, sowing density, extraction method and plots location for optimizing the mechanical properties of hemp fibers. Tensile strength, Young's modulus, and density were determined. Average tensile strength was 565.3 ± 167.0 MPa, average density was 1.65 ± 0.25 g cm⁻³ and average Young's modulus was 92.4 ± 7.4 GPa. A statistical analysis of all parameters was made using ANOVA. The influence of all parameters was determined and the most influent parameter was extraction method and the combined effect of sowing density and nitrogen fertilization, with high influence in specific tensile strength and tensile strength, respectively.

Keywords: *hemp fiber, natural fibers, mechanical properties, nitrogen fertilization, sowing density.*

Índice

AGRADECIMENTOS	III
RESUMO	V
ABSTRACT	VI
ÍNDICE	VII
LISTA DE FIGURAS	IX
LISTA DE TABELAS	XI
NOMENCLATURA	XII
INTRODUÇÃO	1
1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	1
1.2. OBJETIVOS DA TESE	2
1.3. ESTRUTURA DA TESE.....	2
ESTADO DA ARTE	4
2.1. USO DE FIBRAS DE CÂNHAMO.....	4
2.2. CARATERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE CÂNHAMO	5
2.2.1 <i>Influência das condições de cultivo</i>	6
2.2.2 <i>Influência do sistema de extração</i>	8
2.2.3 <i>Estrutura</i>	12
2.2.4 <i>Outros fatores</i>	15
2.3. DENSIDADE DE FIBRAS NATURAIS	16
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	19
3.1. SELEÇÃO DOS MATERIAIS	19
3.2. MÉTODO EXPERIMENTAL PARA DETERMINAÇÃO DO LIMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO	21
3.2.1 <i>Preparação das amostras</i>	21
3.2.2 <i>Tratamento de dados</i>	24
3.3 MÉTODOS EXPERIMENTAIS PARA A DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE FIBRAS NATURAIS.....	26
3.3.1 <i>Preparação das amostras</i>	26

3.3.2 <i>Picnometria com água</i>	27
3.4 MÉTODO EXPERIMENTAL PARA DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE	30
3.4.1 <i>Preparação das amostras</i>	30
3.4.2 <i>Ensaio</i>	33
3.4.3 <i>Tratamento de dados</i>	34
RESULTADOS E DISCUSSÕES	36
4.1 LIMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO	36
4.2 DENSIDADE	41
4.3 LIMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO ESPECÍFICO	44
4.4 MÓDULO DE ELASTICIDADE	48
CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS.....	51
5.1 CONCLUSÕES GERAIS	51
5.2 LINHAS FUTURAS DE INVESTIGAÇÃO	52
REFERÊNCIAS	54
ANEXOS.....	59
A1. CÓDIGO PARA TRATAMENTO DE DADOS DO ENSAIO DE TRAÇÃO	59
A2. VALORES EXPERIMENTAIS PARA AS AMOSTRAS ENSAIADAS	61

Lista de figuras

Figura 1. Sistema de colheita HempCut 3000/4000 e esquema de funcionamento da faca e tambor de corte (Amaducci and Gusovius 2010).	9
Figura 2. Sistema de corte em múltiplos níveis (Amaducci and Gusovius 2010).....	10
Figura 3. Influência do sistema de colheita na resistência mecânica da fibra, as medidas de tensão foram feitas com um stelômetro (Amaducci and Gusovius 2010; Gusovius 2002).	10
Figura 4. Secção transversal do caule do cânhamo maduro (Amaducci and Gusovius 2010).	12
Figura 5. Representação esquemática da secção transversal do caule do cânhamo e representação das fibras secundárias e primárias (Liu et al. 2015).	13
Figura 6. Defeitos inerentes das fibras de cânhamo. A) Torção. B) Nó. C) Desarticulação. D) Escorregamento de plano E) Início de ruptura. (Fan 2010).	15
Figura 7. Modelo esquemático de um Picnômetro a gás (Blair and Lacy 2000).	17
Figura 8. Densidade média e desvio padrão para diferentes métodos de medida de uma mesma amostra (Blair and Lacy 2000)..	18
Figura 9. Disposição das amostras (Röndahl et al. 2017).	20
Figura 10. Suporte de acordo com ASTM C1557	22
Figura 11. Apoio utilizado para execução do ensaio de tração.	23
Figura 12. Exemplo da utilização dos apoios durante o ensaio de tração.	23
Figura 13. Exemplo de fibra utilizada para o ensaio de tração.	24
Figura 14. Amostra de fibras para teste de densidade	26
Figura 15. Picnômetro para medida de densidade de sólidos.....	28
Figura 16. Representação teórica do comportamento do gráfico para a determinação do módulo de elasticidade e complacência do sistema (ASTM International 2004).	31
Figura 17. Resultado experimental para determinação do módulo de elasticidade e complacência do sistema.	33
Figura 18. Ensaio de tração para fibras de cânhamo. A) Montagem antes do início do ensaio (anterior à pré-carga). B) Montagem após a ruptura da fibra.....	34

Figura 19. Limite de resistência à tração para as amostras extraídas em Bragança – Portugal.	37
Figura 20. Limite de resistência à tração para as amostras extraídas em Mirandela – Portugal.	38
Figura 21. Limite de resistência à tração por densidade de sementeira.	38
Figura 22. Limite de resistência à tração por fertilização de azoto.....	39
Figura 23. Gráficos de Força X Deslocamento para quatro amostras ensaiadas	41
Figura 24. Densidade das amostras extraídas em Bragança – Portugal.	42
Figura 25. Densidade das amostras extraídas em Mirandela – Portugal.....	42
Figura 26. Limite de resistência à tração específico das amostras extraídas em Bragança – Portugal.	45
Figura 27. Limite de resistência à tração específico das amostras extraídas em Mirandela – Portugal.	46
Figura 28. Limite de resistência à tração específico por fertilização de azoto.....	46
Figura 29. Limite de resistência à tração por densidade de sementeira.	47
Figura 30. Curva de Tensão por Deformação para os valores médios das amostras com maior limite de resistência à tração.	50

Lista de tabelas

Tabela 1. Propriedades físicas e mecânicas das fibras de cânhamo.	7
Tabela 2. Densidade da água destilada de acordo com a temperatura (Çengel and Ghajar 2012).....	29
Tabela 3. Procedimento de calibração do Picnômetro	29
Tabela 4. Limite de resistência à tração e valores de desvio padrão para todos os parâmetros analisados.....	39
Tabela 5. ANOVA para valores de limite de resistência à tração	40
Tabela 6. Valores de densidade e desvio padrão para todos os parâmetros analisados.	43
Tabela 7. ANOVA para valores de densidade.....	44
Tabela 8. Valores de densidade e desvio padrão para todos os parâmetros analisados.	47
Tabela 9. ANOVA para valores de limite de resistência à tração específico.....	48
Tabela 10. Módulo de elasticidade e limite de resistência à tração para as quatro combinações mais resistentes	49

Nomenclatura

Letras maiúsculas do alfabeto Latino

A	Área das Fibras.
D25	Densidade de Semeadura de 25 Kg ha ⁻¹ .
D50	Densidade de Semeadura de 50 Kg ha ⁻¹ .
D100	Densidade de Semeadura de 100 Kg ha ⁻¹ .
F	Força em Newtons Durante o Ensaio de Tração.
M1	Massa Picnômetro Vazio.
M2	Massa Picnômetro com Água Destilada.
M3	Massa das Amostras de Fibra.
M4	Massa do Conjunto Picnômetro, Água Destilada e Fibras.
N	Azoto.
N0	Densidade de Fertilização 0 Kg ha ⁻¹ .
N50	Densidade de Fertilização 50 Kg ha ⁻¹ .
N100	Densidade de Fertilização 100 Kg ha ⁻¹ .
N200	Densidade de Fertilização 200 Kg ha ⁻¹ .
Pa	Pascal.
S2	Camada Principal das Fibras de Cânhamo.
V _{picnômetro}	Volume do Picnômetro.

Letras minúsculas do alfabeto latino

cm	Centímetro.
g	Gramas.
ha	Hectare.
l0	Comprimento das Fibras.
m	Metro.
ml	Mililitro.
mm	Milímetro.

Letras maiúsculas do alfabeto grego

ΔL Deslocamento da Fibra Durante o Ensaio de Tração.

Letras minúsculas do alfabeto grego

ρ_{H_2O} Densidade da Água Destilada.

ρ_{fibra} Densidade da Fibra Ensaada.

μm Micrômetros.

Lista de acrônimos

AMF Ângulo Micro Fibrilar

ANOVA Análise de Variância

ASTM *American Society for Testing and Materials*

ESTIG Escola Superior de Tecnologia e Gestão

GL Graus de Liberdade

GmbH *Gesellschaft mit eschränkter Haftung.*

H Hidrogênio

IPB Instituto Politécnico de Bragança

Na Sódio

NaOH Hidróxido de Sódio

O Oxigênio

QM Média dos Quadrados

SQ Soma dos Quadrados

Introdução

1.1. *Considerações gerais*

As fibras naturais são obtidas de diversas fontes e são divididas de acordo com sua origem podendo ser vegetais, animais ou minerais. As fibras vegetais podem ter origem na semente, folhas, frutos ou caules de plantas. São exemplos de fibras vegetais o linho, fibras de bambu e cânhamo. As fibras animais consistem principalmente de proteínas, são exemplos de fibras animais a lã e a seda. As fibras minerais têm sua origem em rochas e são constituídas em sua maioria por silicatos, o amianto é um exemplo de uma fibra mineral (John and Thomas 2008; Pickering, Efendy, and Le 2016).

O uso de determinada fibra está diretamente relacionado com a sua disponibilidade na natureza, facilidade de obtenção, propriedades físicas, propriedades químicas, impacto ambiental e preço (Maldas et al. 1988; Toriz, Denes, and Young 2002). Nestes quesitos, as fibras vegetais apresentam extensa abundância (Maldas et al. 1988), facilidade de obtenção, são renováveis, são biodegradáveis, sequestram dióxido de carbono do meio ambiente (Pervaiz and Sain 2003), têm preço inferior às fibras sintéticas, têm baixa densidade e elevadas propriedades mecânicas específicas (Pickering et al. 2016; Toriz et al. 2002). Em contrapartida, as fibras animais e minerais tem maior resistência a temperaturas elevadas, são resistentes à decomposição por micro-organismos, têm propriedades mecânicas superiores e maior resistência à umidade. Em relação as fibras sintéticas, as fibras naturais apresentam maior variação das propriedades, menor durabilidade, elevada absorção de humidade, baixa resistência ao impacto e reduzidas opções de matrizes devido a limitação da temperatura de operação (Pickering et al. 2016).

As fibras naturais são utilizadas como matéria prima em diversos setores da atividade humana, sendo aplicadas em diversas situações. As principais aplicações estão relacionadas com o uso artesanal, comercial e industrial. Atualmente, estes materiais estão sendo utilizados como alternativa às fibras sintéticas em diversos

segmentos, por exemplo, em aplicações estruturais e não estruturais para construções, automóveis e equipamentos desportivos (Mahjoub et al. 2014).

Por estas razões, é de especial interesse a determinação das propriedades das fibras naturais e a análise da influência de fatores externos nas propriedades das fibras.

1.2. Objetivos da tese

A motivação deste trabalho surgiu com a necessidade de determinação das propriedades mecânicas e físicas de fibras de cânhamo sujeitas a diferentes parâmetros de cultivo e métodos de extração. Ao longo dos últimos anos o uso de fibras de origem vegetal está crescendo como uma alternativa ambientalmente satisfatória e economicamente viável para o reforço de materiais compósitos. Portanto, conhecer as propriedades destas fibras facilita o entendimento do comportamento do material, pode revelar um material comercialmente viável, proporciona maior diversidade de fibras que podem ser utilizadas como reforço em materiais compósitos, e possibilita o aprimoramento e diversificação das aplicações.

Pretende-se, com este trabalho, avaliar as propriedades mecânicas e a densidade das fibras de cânhamo (*Cannabis sativa Linnaeus*), comparar os valores encontrados na literatura para os diferentes parâmetros analisados, validando assim os métodos experimentais e verificando as variações dos dados de acordo com a localização, densidade de plantação, fertilização azotada, método de extração e localização das amostras.

1.3. Estrutura da tese

Os elementos textuais consistem de cinco capítulos, sendo o primeiro deles responsável por apresentar a introdução do que será desenvolvido no trabalho, a significância do estudo, o objetivo do trabalho e como este será organizado.

O segundo capítulo apresenta o enquadramento do trabalho dentro dos estudos já realizados para a caracterização de fibras naturais, tanto em propriedades mecânicas quanto em aspectos físicos, neste capítulo busca-se embasamento teórico de acordo com o que foi estudado pela comunidade científica.

O terceiro capítulo apresenta o procedimento experimental utilizado, desde aspectos de seleção das fibras, passando pela preparação das amostras, medições de propriedades, considerações realizadas, equipamentos utilizados até o tratamento de dados.

O quarto capítulo apresenta os resultados experimentais após o tratamento de dados, são informados valores para a tensão de ruptura das fibras, módulo de elasticidade, densidade, tensão de ruptura específica, módulo de elasticidade específico e deformação máxima. Neste capítulo os dados também são analisados, discutidos e comparados com os valores encontrados na literatura.

No quinto capítulo são apresentadas as conclusões obtidas pela interpretação dos dados de todo o trabalho e são propostos estudos para o desenvolvimento do tema.

Por fim, são apresentadas as referências bibliográficas que serviram de base para o desenvolvimento da tese.

Estado da arte

2.1. *Uso de fibras de cânhamo*

As fibras de cânhamo são uma das fibras naturais ambientalmente mais amigáveis e utilizadas a mais tempo pela humanidade. As relíquias industriais mais antigas da humanidade são porções de tecido feitos de fibra de cânhamo datadas de, aproximadamente, 8000 a.C. (Peter Gay 1988).

O cânhamo é uma planta original da Ásia central cultivada há mais de 12.000 anos. Seu cultivo na Europa começou provavelmente na idade do ferro, com forte crescimento no Reino Unido entre 800 e 1.000 a.C. cultivado pelos Anglo Saxões. Atualmente, o cultivo de cânhamo para a produção de fibras naturais ocorre em sua maioria na China, mais da metade da produção mundial de cânhamo industrial é de origem chinesa. Outros países também são importantes produtores de cânhamo industrial são eles Chile, França, República da Coreia e Espanha (Shahzad 2012).

A China antiga utilizava o cânhamo para diversas atividades, as fibras eram utilizadas para criar fio e fazer tecidos. Antes da utilização do algodão, os tecidos de cânhamo eram a principal matéria prima para a confecção de roupas. A utilização não estava restrita à China, existem registros de que a fibra, tecidos e vestimentas feitas de cânhamo foram comercializadas através da rota da seda entre 618 e 907 a.C. Outros usos também foram registrados na história antiga, o pedaço de papel mais antigo foi encontrado em Xi'na na China e é feito de cânhamo desintegrado e batido (Xiaozhai Lu and Robert C. Clarke 1995). As fibras de cânhamo também foram de extrema importância em produtos de outros países, por exemplo, papel para dinheiro, livros, bolsas de chá, telas e roupa de cama (Callaway 2004).

O cânhamo também foi uma importante fonte de alimentação na história antiga. Sementes de cânhamo eram parte da alimentação desde humanos pré-históricos até a sociedade moderna (Callaway 2004; Weiss et al. 2004). O uso da *Cannabis* como potencial medicamento ocorreu há mais de 3000 anos na China

(Callaway 2004), estudos referentes a utilização da *Cannabis Sativa* como medicamento são, atualmente, uma área extremamente discutida pela comunidade científica.

Nos dias atuais, a utilização industrial de fibras naturais, em especial fibras de cânhamo, está sendo impulsionada por aspectos ambientais. O uso e produção de cânhamo aumentou de maneira considerável nos últimos anos na Europa, decorrente inicialmente de incentivos governamentais para a utilização industrial das fibras em compósitos e, posteriormente, para a utilização em polímeros reforçados com fibras naturais (Pickering et al. 2016). Na Europa, a produção e comercialização de cânhamo para a indústria automobilística cresceu de 400 toneladas em 1996 para 17.140 toneladas em 2000 (Pickering et al. 2007).

Diferentes materiais são fabricados com a utilização de fibras de cânhamo, por exemplo, o interior de portas de veículos pode ser feito de painéis de polipropileno reforçados com fibras e a cobertura exterior da transmissão pode ser fabricada com resina de poliéster e fibra (Suardana, Piao, and Lim 2011). Usos da fibra fora da indústria também podem ser encontrados, por exemplo, pranchas de surf são produzidas a partir de resina de base biológica e fibra de cânhamo (Pickering et al. 2016).

A utilização de fibras de cânhamo está presente na área de construção, podendo ser utilizada na área de construção como elemento de reforço de vigas colunas e paredes de alvenaria

2.2. Caracterização das fibras de cânhamo

Conhecer as propriedades mecânicas das fibras naturais é importante para sua correta aplicação e para proporcionar o desenvolvimento de novos produtos e tecnologias. Por se tratarem de materiais naturais, as fibras têm suas propriedades modificadas de acordo com diversos parâmetros, por exemplo, as condições de cultivo, métodos de extração, tratamentos químicos e estrutura biológica.

2.2.1 Influência das condições de cultivo

Diversos aspectos do cultivo podem ser estudados para determinar a sua influência na produção e nas propriedades da fibra de cânhamo. Dentre os aspectos mais estudados estão a densidade de semeadura, fertilização azotada e local de plantação.

2.2.1.1. Influência da densidade de semeadura

Estudos indicam que a densidade de semeadura tem efeito nas características da planta, porém são encontradas informações conflitantes na literatura. Os reais efeitos da densidade de plantação na quantidade de fibras produzidas são incompletos, entretanto o efeito da densidade de semeadura nas características físicas da fibra são bem conhecidos (Amaducci and Gusovius 2010; Schäfer and Honermeier 2006; Tang, Struik, Calzolari, et al. 2017).

Plantas cultivadas em alta densidade de semeadura apresentam caules mais curtos e finos do que as plantas cultivadas em baixas densidades. Dessa maneira, densidades de plantação de 30 a 75 plantas/m² (Amaducci and Gusovius 2010; van der Werf et al. 1994) são utilizadas para melhor produção de sementes, para a melhor produção de fibras a densidade de plantação é muito variável e encontra-se entre 50 e 750 plantas/m² (Amaducci and Gusovius 2010) devendo ser ajustada para atingir as características desejadas de diâmetro e comprimento de fibra (Amaducci, Müssig, et al. 2008; Amaducci and Gusovius 2010).

Estudos realizados com as mesmas amostras utilizadas neste trabalho indicam que o aumento da densidade de plantação causa um aumento na produção de fibras. A maior produção de fibra ocorreu para uma densidade de semeadura de 100 Kg ha⁻¹, sendo que o crescimento na quantidade de fibra produzida foi consistente com o aumento da densidade de semeadura (Röndahl et al. 2017).

Informações relacionadas com a influência da densidade de semeadura nas propriedades mecânicas e físicas da fibra de cânhamo são limitadas ou não estão presentes na literatura. A densidade de plantação ideal para as melhores propriedades mecânicas ainda não foi determinada. Porém, as propriedades médias para as fibras de cânhamo são bem conhecidas pela comunidade científica, as propriedades mecânicas e físicas obtidas pelas principais literaturas podem ser vistas na Tabela 1.

Tabela 1. Propriedades físicas e mecânicas das fibras de cânhamo.

Referência	Väisänen 2017	Pickering 2016	Faruk 2012	Mwaikambo 2003	Holbery 2006	Bledzki 1999	Ugbolue 1990
Densidade (g/cm ³)	1,4-1,6	1,5	1,48	-	1,47	-	-
Lim. de res. à tração (MPa)	690	550-1100	690	591-1064	690	690	-
Mód. de Elast. (GPa)	30-70	58-70	70	38-65	70	-	-
Def. Máx. (%)	-	1,6	1,6	-	2-4	1,6	1,6
Lim. de res. Esp. (MPa/g cm ⁻³)	630	370-740	466	-	469	-	-
Mód. de Elast. Esp. (GPa/g cm ⁻³)	25	39-47	47	-	47	-	-

2.2.1.2. Influência da fertilização azotada

Em relação a fertilização com azoto, estudos demonstram a existência de uma relação direta entre o aumento da quantidade de fertilizante e o rendimento das fibras. Para condições de pouca fertilização o incremento de fertilizantes provoca um aumento de 20 Kg de produção de fibras para cada 1 Kg de azoto aplicada como fertilizante (Tang, Struik, Yin, et al. 2017), para (Finnan and Burke 2013) os valores foram ainda mais elevados, cerca de 60 Kg de fibras para cada 1 Kg de azoto aplicado no solo. Para solos com fertilização mais elevada o aumento da fertilização azotada parece não influenciar a produção de fibras, valores superiores a 120 Kg N ha⁻¹ não têm influência positiva no aumento da produção de fibras (Prade et al. 2011; Struik et al. 2000; Tang, Struik, Yin, et al. 2017).

A influência da fertilização azotada foi analisada para as mesmas amostras de fibras utilizadas no presente estudo. Para o aumento da quantidade de azoto, particularmente para a fertilização de 200 Kg N ha⁻¹, foi observada um decréscimo elevado na produção de fibras (Röndahl et al. 2017).

Informações relacionadas com a influência da fertilização azotada nas propriedades mecânicas das fibras de cânhamo não estão disponíveis na literatura. A quantidade de azoto para melhores propriedades mecânicas ainda não foi estudada.

2.2.1.3. Outros fatores

A produção de fibras pode ser fortemente influenciada por diversos fatores. O tempo de colheita influencia na quantidade e na qualidade das fibras produzidas, segundo (Amaducci, Zatta, et al. 2008) se a colheita for feita durante o período de florescimento a produção de fibras aumenta em até 25%. A maioria dos autores concorda que para melhor produção de fibra a colheita deve ser feita durante o florescimento (Amaducci, Colauzzi, et al. 2008; Amaducci and Gusovius 2010).

A escolha da variação das sementes a serem utilizadas é importante para a finalidade que o cânhamo está sendo cultivado. Para variações tradicionais o conteúdo final de fibra obtido pode variar de 15% até 20%, porém, em cultivos especiais pode-se chegar a 30% (Amaducci and Gusovius 2010).

2.2.2 Influência do sistema de extração

A colheita e maceração do cânhamo devem ser adequadas à sua utilização. Existem diferentes métodos de extração e cada um deles é mais adequado para determinada utilização, por exemplo, para produção de fibras ou sementes, para a produção de fibras longas ou para a produção de fibras curtas. A colheita é um processo crítico para manter a qualidade das fibras (Amaducci and Gusovius 2010).

Para a colheita industrial de cânhamo destinado para a fabricação de fibras o sistema mais utilizado está, fundamentado, na utilização de uma faca e um tambor de corte, conforme Figura 1. Neste sistema as hastes de cânhamo são inseridas longitudinalmente na máquina, a máquina por sua vez está acoplada a um trator, os caules são cortados em pedaços de 600 mm até 700 mm e posicionados no campo logo abaixo do tambor de corte. Esse sistema foi desenvolvido pela empresa Wittrock e é comercializado como HempCut 3000/4000 (Amaducci and Gusovius 2010).



Figura 1. Sistema de colheita HempCut 3000/4000 e esquema de funcionamento da faca e tambor de corte (Amaducci and Gusovius 2010).

Outros sistemas mais eficientes foram desenvolvidos para a colheita de cânhamo. O sistema de corte em múltiplos níveis, visto na Figura 2, utiliza barras de corte em diferentes níveis. A utilização deste recurso ocasiona o corte das hastes de cânhamo, naturalmente longas, em menores pedaços. Esse aspecto pode ser útil para algumas aplicações industriais. Os modelos mais tradicionais foram desenvolvidos pelas empresas Scholz GmbH e Huster GmbH. A principal vantagem deste sistema em relação aos outros existentes é a redução do desperdício de matéria prima, facilidade do processo de maceração e redução dos danos à fibra (Amaducci and Gusovius 2010).

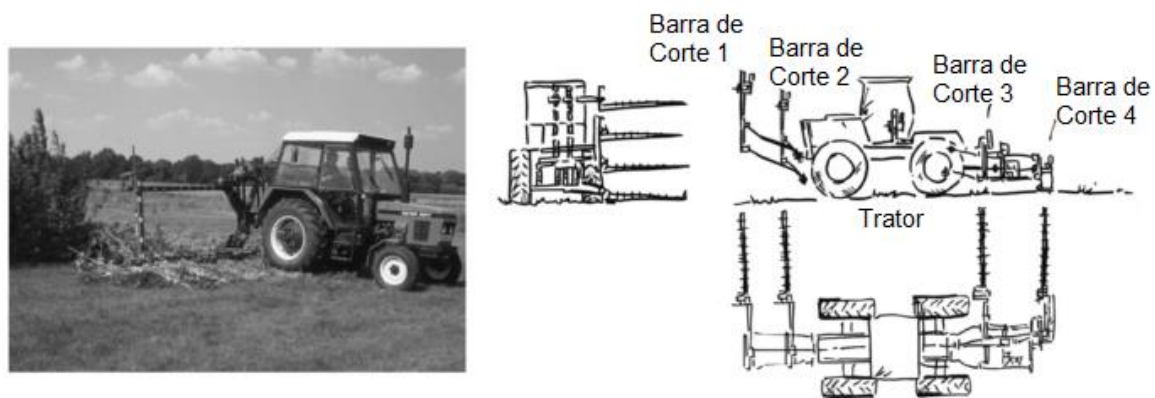


Figura 2. Sistema de corte em múltiplos níveis (Amaducci and Gusovius 2010).

Aspectos gerais sobre a influência do método de extração na qualidade e resistência mecânica das fibras foram estudados. As informações obtidas estão dispostas na Figura 3, foi observado que métodos que apresentam elevado impacto mecânico reduzem a resistência mecânica da fibra, entretanto possibilitam uma maceração e a secagem mais rápida (Amaducci and Gusovius 2010; Gusovius 2002).

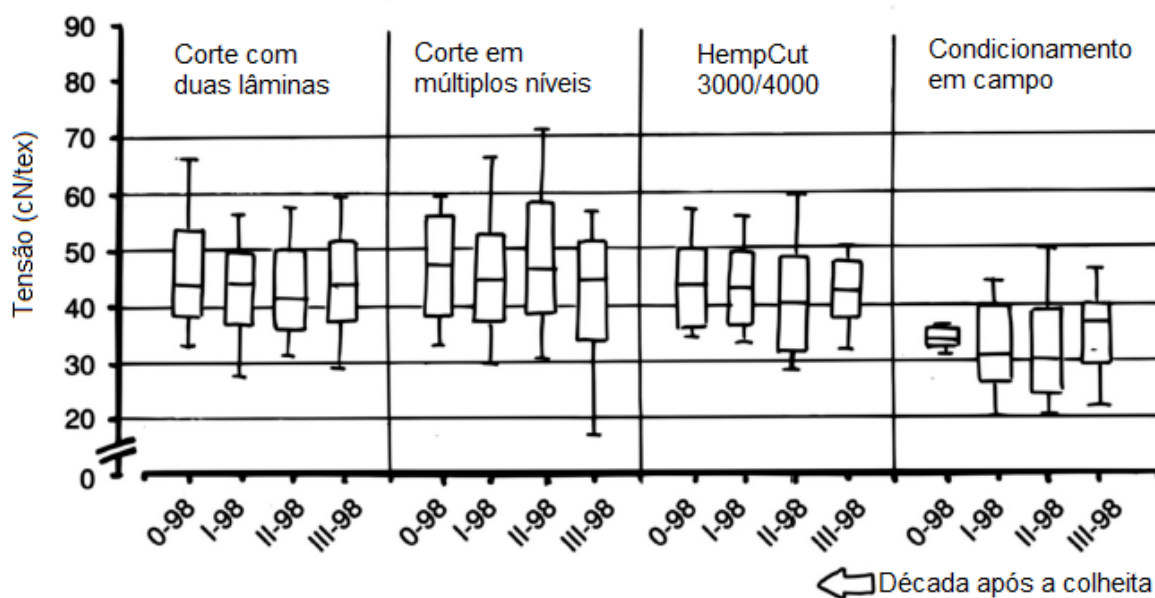


Figura 3. Influência do sistema de colheita na resistência mecânica da fibra, as medidas de tensão foram feitas com um stelômetro (Amaducci and Gusovius 2010; Gusovius 2002).

A maceração de fibras de cânhamo pode ser feita de três principais maneiras: maceração em campo, maceração com água e maceração química, neste trabalho foram utilizadas a maceração com água e a maceração química. A maceração em campo é realizada com a exposição das hastes de cânhamo cortadas ao clima, esta exposição a diferenças de temperatura, chuva, radiação e microrganismos provoca a degradação de substâncias como a pectina que mantém as fibras unidas (Liu et al. 2015, 2016).

Para a maceração com água as hastes são submergidas em tanques com água, onde bactérias irão se desenvolver e deteriorar as ligações de pectina existentes entre as fibras (Di Candilo et al. 2010).

O processo de maceração química é um processo mais rápido, eficiente e ambientalmente satisfatório. Na maceração química as fibras são normalmente obtidas com a utilização de uma solução de NaOH, a solução irá deteriorar os materiais não fibrosos, por exemplo, a pectina existente entre as fibras (Kyung Hun Song and Obendorf 2006).

Cada processo de maceração tem sua vantagem e aplicação específica. A maceração em campo pode ser feita em larga escala e com baixos custos (Bacci et al. 2011). Entretanto, as condições climáticas em determinadas regiões não são propícias para essa atividade, levando à falta de uniformidade nas propriedades das fibras extraídas, riscos de danos das fibras e falta de controle no processo (Bacci et al. 2011; Liu et al. 2015).

O processo de maceração com água produz fibras de maior qualidade que a maceração em campo. Porém, o método apresenta custos de trabalho mais elevados, mau cheiro, devido ao processo de fermentação e poluição da água (Bacci et al. 2011; Liu et al. 2016).

Por causa das desvantagens dos métodos anteriores, novos métodos de maceração química vêm sendo pesquisados. A maceração química proporciona maior controle do processo, gerando fibras com propriedades uniformes, e é um método que rapidamente remove os materiais não fibrosos (Bacci et al. 2011; Kyung Hun Song and Obendorf 2006).

2.2.3 Estrutura

Diferentes tipos de fibras podem ser obtidos a partir do cânhamo. Do caule existem dois principais tipos de fibras, as fibras primárias e as fibras secundárias, estas fibras são externas a um núcleo de madeira, conforme Figura 4. As fibras primárias são formadas pelo meristema apical e tem seu número definido no momento de sua formação, estas são as mais utilizadas para aplicações industriais. As fibras secundárias são formadas durante o crescimento secundário da planta, elas são mais finas e menores que as fibras primárias e com a parede celular contendo grande quantidade de lignina, as aplicações industriais destas fibras são mais restritas, portanto, selecionar um tempo de cultivo em que o crescimento secundário não se iniciou proporciona a extração de fibras de melhor qualidade (Amaducci and Gusovius 2010; Liu et al. 2015).

O diâmetro das fibras primárias varia de 22 μm até 34 μm , enquanto para fibras secundárias o diâmetro médio é de 17 μm . Para as fibras do núcleo amadeirado o diâmetro varia de 24 μm até 41 μm . O comprimento das fibras primárias varia de 3 mm até 55 mm, para as fibras secundárias este está em torno de 2 mm, já para as fibras do núcleo amadeirado o valor pode variar entre 0,433 mm e 0,613 mm (Amaducci and Gusovius 2010; Schäfer and Honermeier 2006).

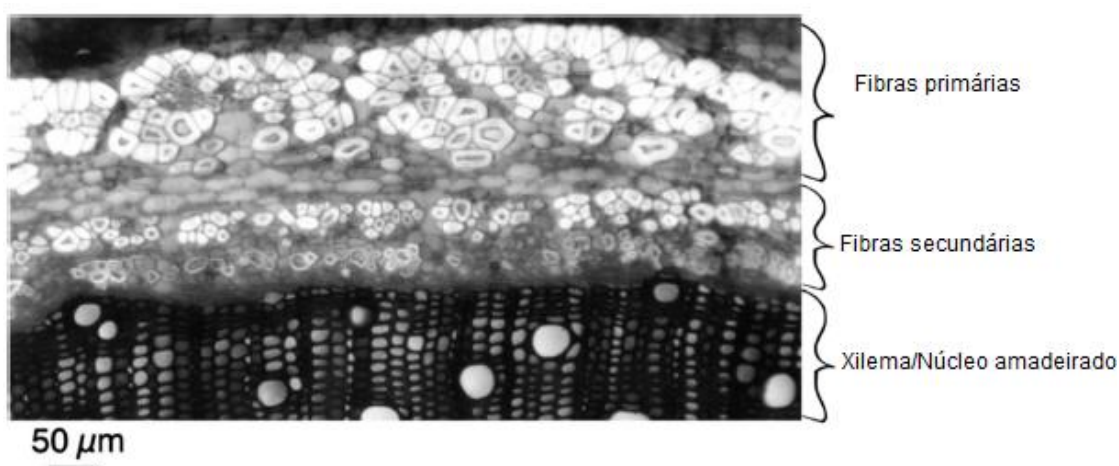


Figura 4. Secção transversal do caule do cânhamo maduro (Amaducci and Gusovius 2010).

A estrutura biológica das fibras de cânhamo consiste em uma sucessão de cilindros concêntricos, com um canal central denominado Lúmen. O cilindro mais externo consiste de uma camada de células com espessura de 0,1 μm a 0,2 μm (Marrot et al. 2013). A parede secundária é constituída por três camadas com diferentes composições, a camada principal, denominada S2, representa 80% da parede secundária e é constituída por fibras de celulose cristalinas em uma matriz de hemicelulose e pectina (Crônier, Monties, and Chabbert 2005), as outras duas camadas consistem na combinações de três tipos de polímeros, celulose, lignina e hemicelulose (Placet et al. 2012).

As microfibras de celulose formam um ângulo com o eixo da fibra, esse ângulo é denominado ângulo micro fibrilar (AMF), para as fibras de cânhamo o AMF é de 10° à 11°. A geometria do Lúmen pode ser elíptica ou oval, com diâmetro variando entre 0,5 μm e 10 μm , dependendo da idade da planta. A área do lúmen corresponde de 9% até 16% da área total da secção transversal da fibra (Placet et al. 2012; Schäfer and Honermeier 2006; Thygesen 2006). Uma representação das camadas que compõem o caule do cânhamo e das fibras individuais pode ser vista na Figura 5.

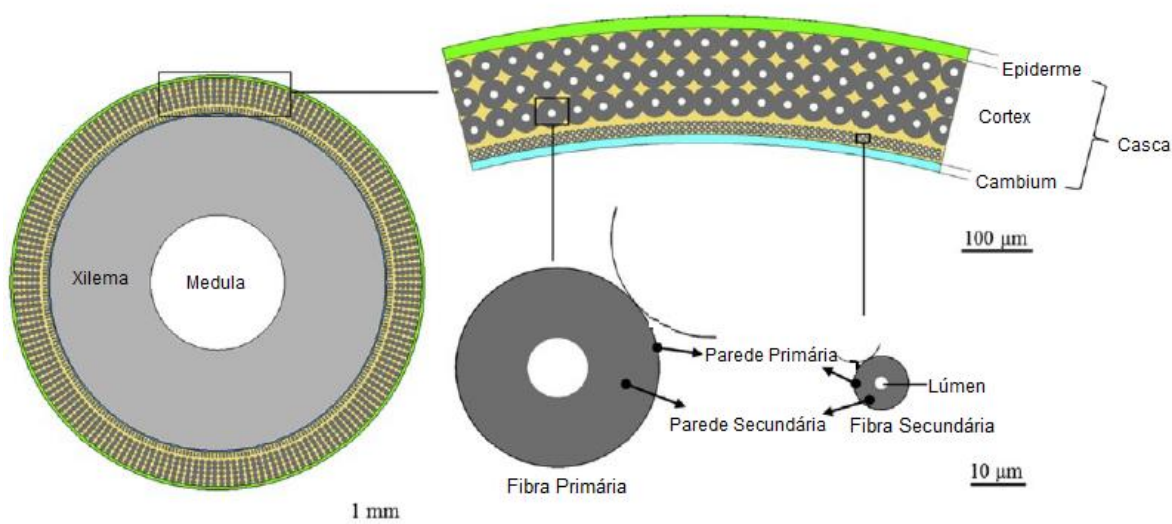


Figura 5. Representação esquemática da secção transversal do caule do cânhamo e representação das fibras secundárias e primárias (Liu et al. 2015).

A estrutura celular das fibras tem influência nas suas propriedades mecânicas. A presença de determinados componentes pode alterar o módulo de elasticidade e o limite de resistência à tração das fibras. A presença de celulose aumenta a rigidez das fibras, pois a celulose é o componente com maior módulo de elasticidade. Outro fator importante é a proporção entre as pectinas estruturais e pectinas na matriz, uma distância interfibrilar menor reduz a proporção de elementos não celulósicos e, portanto, aumenta o módulo de elasticidade. Fibras com a AMF mais alinhadas com a direção de crescimento tendem a apresentar melhores valores de resistência à tração, isso normalmente ocorre em fibras de cânhamo, linho, kenaf e rami (Marrot et al. 2013).

A estrutura biológica certamente influencia as propriedades da fibra de cânhamo. As características das fibras são influenciadas por fatores como diâmetro da fibra, composição química, defeitos e presença de fibras secundárias (Liu et al. 2015).

As propriedades mecânicas das fibras de cânhamo demonstram ter grande dependência do diâmetro da fibra ensaiada. O limite de resistência à tração das fibras tem um comportamento inversamente proporcional ao diâmetro, este comportamento também é observado para o módulo de elasticidade (Duval et al. 2011), para o número de defeitos e para o número de fibras presentes nas amostras ensaiadas. Quantidades maiores de fibras e maiores defeitos induzem menores valores de resistência mecânica (Fan 2010).

A resistência à tração é influenciada pelo número de defeitos presentes nas fibras ensaiadas. Existem quatro tipos principais de defeitos/articulações inerentes às fibras, representados na Figura 6. A Figura 6 A expõe uma deformação na fibra, causada por um estresse axial, a Figura 6 B indica a presença de nós, resultantes de delaminações e tensões compressivas, a Figura 6 C apresenta uma desarticulação, comumente presente em fibras sem tratamento, a Figura 6 D exibe um escorregamento de plano, causado por um pequeno deslocamento da parede das fibras, por fim, a Figura 6 E aponta o início de uma ruptura da fibra, que pode ser causada por algum dos defeitos anteriormente mencionados. O limite de resistência à tração das fibras de cânhamo pode variar de 250 MPa até 1.250 MPa

dependendo da distribuição dos defeitos/articulações e do número de fibras ensaiadas (Fan 2010).

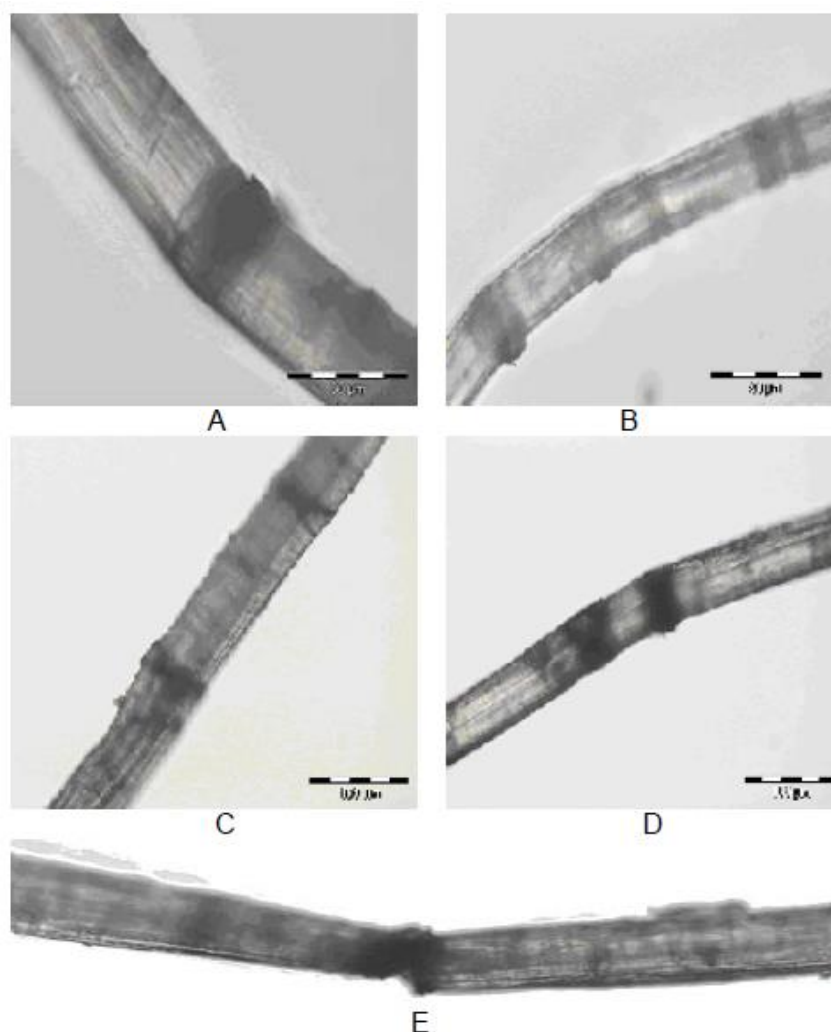


Figura 6. Defeitos inerentes das fibras de cânhamo. A) Torção. B) Nó. C) Desarticulação. D) Escorregamento de plano E) Início de ruptura. (Fan 2010).

2.2.4 Outros fatores

O limite de resistência à tração e o módulo de elasticidade são influenciados pelo conteúdo de umidade e temperatura. O limite de resistência aumenta com o aumento da umidade e diminui com o aumento da temperatura, já o módulo de elasticidade é reduzido com o aumento da umidade (Charlet et al. 2007; Pickering et al. 2016).

2.3. Densidade de fibras naturais

Para a medição da densidade de sólidos existem cinco principais métodos, medida linear do diâmetro, método de Arquimedes, Picnometria com hélio, coluna de gradiente e Picnometria com líquido (Truong et al. 2009).

O método de medida linear de densidade está fundamentado na medida do diâmetro e comprimento das fibras, para o cálculo de seu volume e, posteriormente, cálculo da densidade através da massa das fibras, as normas ASTM-D1577 e ASTM-D2130 indicam os corretos procedimentos para a realização do método (Truong et al. 2009).

O método de Arquimedes está embasado na medida do empuxo das fibras imersas em um líquido de densidade conhecida, a diferença entre a medida da massa das fibras secas e das fibras imersas em um líquido é a força de empuxo, conhecendo-se a força de empuxo é possível calcular o volume da fibra imersa e, conseqüentemente, encontrar a sua densidade. O procedimento completo pode ser verificado nas normas ASTM D3800 e ASTM D792 (Blair and Lacy 2000; Truong et al. 2009).

Para o método de Picnometria com hélio, as amostras do material do qual pretende-se medir a densidade são inseridas em um recipiente fechado, outro recipiente de volume e pressão conhecidos deve ser utilizado para transferir o gás para o recipiente onde se encontram as amostras (Figura 7), a pressão restante no recipiente auxiliar é utilizada para determinar o volume das amostras ensaiadas (Blair and Lacy 2000).

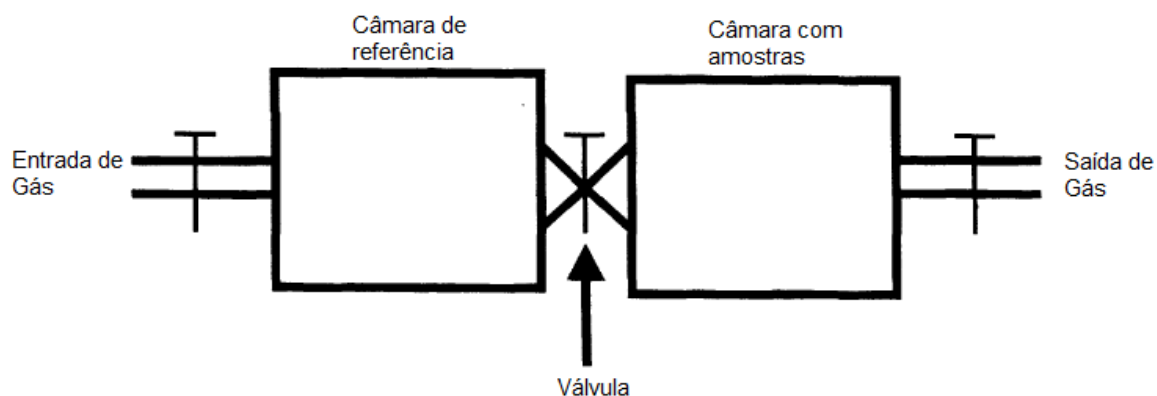


Figura 7. Modelo esquemático de um Picnômetro a gás (Blair and Lacy 2000).

O método de Picnometria com líquidos irá basicamente medir o volume de líquido que é ocupado pelas amostras inseridas no picnômetro. Conhecendo-se o volume do picnômetro e a densidade do líquido utilizado pode-se determinar a massa total de líquido que deveria existir se a amostra não fosse inserida e, portanto, com o peso da amostra e o peso do conjunto líquido, picnômetro e amostra pode-se determinar o volume de líquido que foi ocupado pela amostra, o método detalhado pode ser consultado na norma ASTM D792 (Truong et al. 2009).

Por fim, a medição de densidade pode ser feita com a utilização de uma coluna de líquidos com diferentes densidades. Este método consiste na medida indireta da densidade através da localização da amostra em uma coluna de líquidos, a densidade da amostra será próxima da densidade do líquido em que a amostra se encontra. Para este método podem ser utilizadas as normas ASTM D3800 e ASTM 1505 – 03 (Blair and Lacy 2000).

Dentre os métodos apontados alguns exibem vantagens consideráveis sobre outros, alguns têm resultados de maior qualidade, são mais simples de executar, apresentam resultados mais rapidamente e são mais seguros e convenientes. Valores de densidade de fibras de linho medidas com diferentes métodos podem ser vistos na Figura 8.

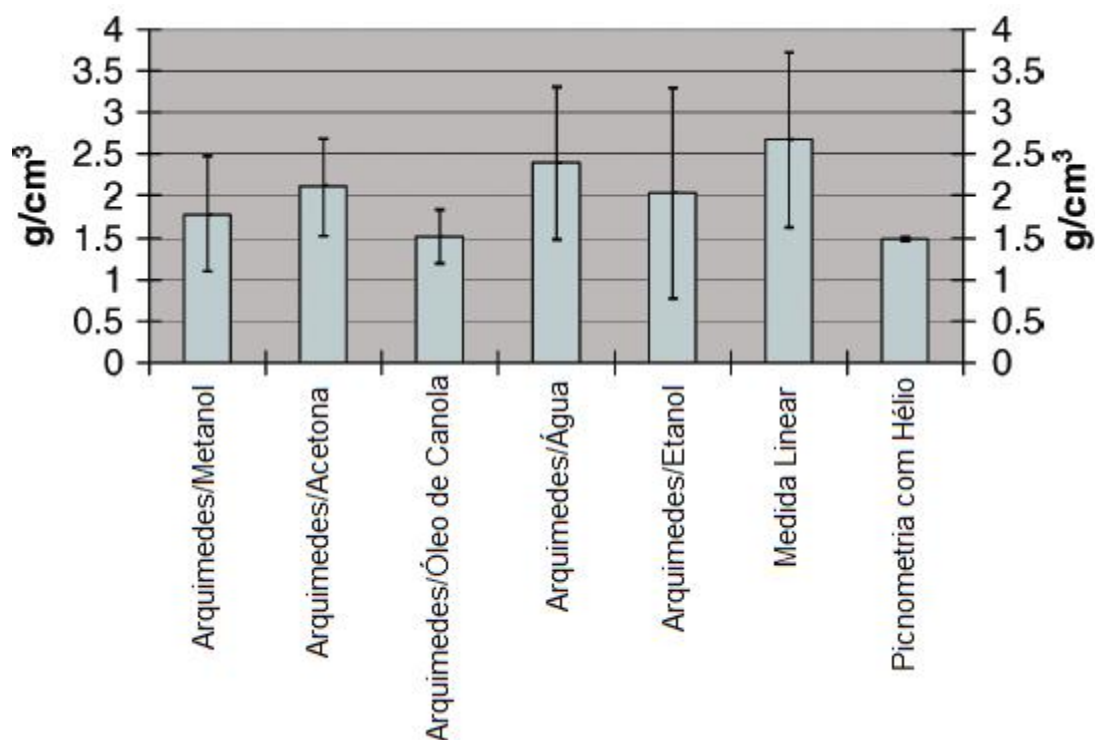


Figura 8. Densidade média e desvio padrão para diferentes métodos de medida de uma mesma amostra (Blair and Lacy 2000)..

O método de Picnometria com hélio é o mais preciso de todos, apresentando resultados com alta repetibilidade e segurança na execução, pois este método não envolve substâncias perigosas. O método de Arquimedes com o uso de óleo de canola proporciona resultados aceitáveis para a maioria das aplicações e com baixos custos envolvidos e fácil execução (Truong et al. 2009). Os métodos que utilizam Picnometria com água têm a principal desvantagem de que não podem ser utilizados para a medição de materiais com densidade menor que o líquido utilizado (Blair and Lacy 2000).

Procedimento experimental

No presente trabalho foram analisadas 120 amostras de fibras de cânhamo, cada uma delas cultivada e extraída em diferentes condições. Os lotes foram classificados com a seguinte denominação. A primeira letra indica o método de extração, “A” para extração por maceração em água e “N” para fervura em NaOH. O primeiro número será acompanhado pela letra “D” e indica a densidade de sementeira, podendo ser D25, D50 e D100. O segundo número será acompanhado pela letra “N” indica a quantidade de azoto utilizado, podendo ser N0, N50, N100 e N200. Em seguida, o local de cultivo será indicado por apenas uma letra, sendo “M” para Mirandela e “B” para Bragança. Por fim, algumas amostras têm mais duas letras, “E” indicando a localização da amostra em relação ao local de plantação, neste caso externo, e a última letra indica a tamanho das fibras, “G” para fibras grossas e “F” para fibras finas.

Dessa maneira, uma amostra denominada AD50N200B foi extraída por maceração em água, semeada com uma densidade de 50 Kg ha⁻¹, fertilizada com 200 Kg ha⁻¹ de azoto e cultivada em Bragança. Se fossem adicionadas mais duas letras “EG” na amostra anterior, formado a denominação AD50N200BEG, a amostra teria sido extraída da região externa da zona de cultivo e seria composta de fibras grossas.

3.1. Seleção dos materiais

As amostras de cânhamo utilizadas neste trabalho são de variação “Futura 75”, as sementes foram obtidas através da "Coopérative des Producteurs de Semences de Chanvre". As plantas foram cultivadas em duas diferentes localidades; Bragança – Portugal e Mirandela – Portugal. As áreas foram escolhidas com base na diferença climática existente, Bragança é localmente conhecida como “terra fria”, enquanto Mirandela é localmente conhecida como “terra quente”. Devido a problemas mecânicos no sistema de irrigação, as amostras de Mirandela foram

inundadas alguns dias após a sementeira. Devido a isso, neste trabalho foi dado foco às fibras coletadas em Bragança – Portugal.

A disposição das amostras está representada na Figura 9, cada uma das linhas representa uma densidade de sementeira e cada uma das colunas representa uma diferente quantidade de fertilização azotada. Foram analisadas três diferentes densidades de sementeira; D25, D50 e D100, cada densidade de sementeira indica a quantidade correspondente de sementes por hectare, foram utilizados 25, 50 e 100 Kg ha⁻¹, respectivamente. Para as aplicações de azoto foram utilizadas quatro quantidades; N0, N50, N100 e N200 os valores correspondem a; nenhum tratamento (N0) e adição de 50, 100 e 200 Kg ha⁻¹ de azoto, respectivamente. Metade do azoto foi aplicado durante a sementeira e a outra metade foi aplicada sobre o solo quatro semanas após a sementeira. Em todas as amostras foi adicionada uma suplementação de 100 Kg ha⁻¹ de Potássio e Fósforo.

A sementeira foi realizada em maio de 2017 e foi feita em conjunto com o cultivo de milho, o total de irrigação foi de 450 mm/m² durante todo o cultivo. O tempo total de cultivo foi de aproximadamente 90 dias. Cada lote foi cultivado em uma área de 1,5 m por 4 m com passarelas de 50 cm em ambas as direções. O efeito do envelhecimento das fibras não foi contabilizado, mas pode ter efeitos significativos nas propriedades das fibras de cânhamo, conforme já foi estudado por (Ramadan et al. 2017) .

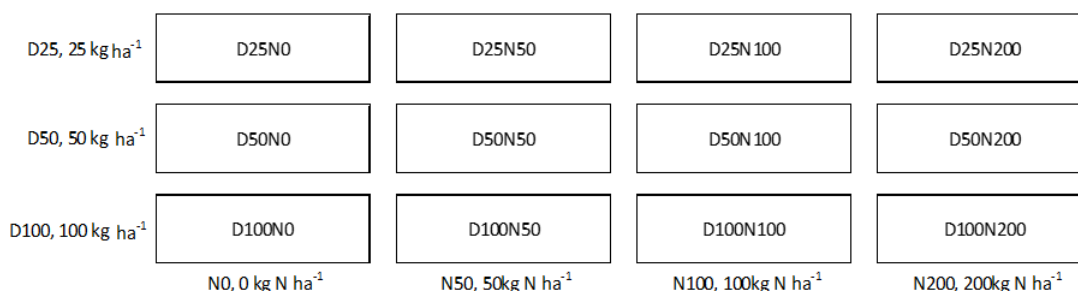


Figura 9. Disposição das amostras (Röndahl et al. 2017).

Para a extração das fibras foram utilizados dois métodos, maceração em água e fervura em NaOH. Para o primeiro método as fibras de cada lote foram

extraídas de três caules com aproximadamente 400 mm de comprimento cada, os caules foram selecionados aleatoriamente de plantas com tamanho médio, a localização das amostras em relação ao caule não foi considerada. Após isso, os caules foram submergidos em água até que a casca se soltasse facilmente do núcleo amadeirado. A água utilizada no processo foi renovada três vezes durante todo o procedimento para, assim, reduzir as mudanças no pH e melhor simular o que é descrito na literatura.

O segundo método de extração foi baseado nos procedimentos apresentados por Bredemann (G. Bredemann 1944). As amostras foram fervidas em uma solução de 0,35% de NaOH por 1,5 horas para soltar a casca do núcleo. A casca foi, então, fervida em uma solução com 2% de NaOH e depois enxaguada com água da torneira e secada a uma temperatura de 70 °C.

3.2. Método experimental para determinação do limite de resistência à tração

3.2.1 Preparação das amostras

Para determinação do limite de resistência à tração das fibras de cânhamo foram feitos ensaios de tração de acordo com a norma ASTM C1557. As amostras utilizadas foram escolhidas de forma que houvesse melhor uniformidade de espessura e largura. Para cada um dos lotes analisados foram realizados três ensaios, o valor médio dos ensaios foi utilizado para a análise dos resultados.

Inicialmente, foram utilizados suportes como demonstrado na Figura 10, o suporte estava causando o deslizamento das fibras do sistema de fixação e, conseqüentemente, causando leituras equivocadas dos dados experimentais. Como solução para o problema foram testadas diversas alternativas, a utilização de um apoio de metal para reduzir os efeitos das ranhuras da garra na fixação das fibras foi a primeira alternativa testada, porém, não foi suficiente para reduzir completamente o deslizamento. Como segunda alternativa, as fibras foram montadas no sistema de fixação sem a utilização do suporte, os resultados obtidos

foram satisfatórios, porém, o deslizamento das fibras ainda era um problema constante. Dessa maneira, os ensaios em que foi verificado o deslizamento das fibras foram descartados. Porém, vale ressaltar que o deslizamento não influenciou nas medidas de limite de resistência a tração, mas pode ter influência significativa no módulo de elasticidade das fibras

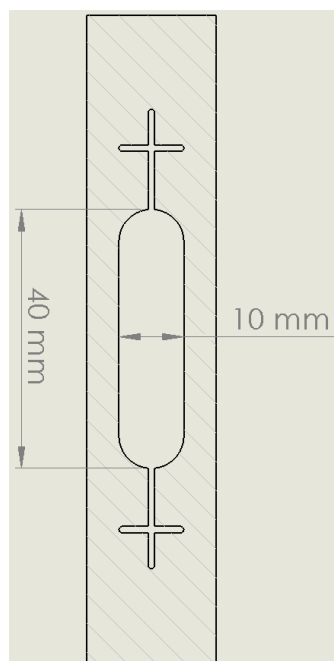


Figura 10. Suporte de acordo com ASTM C1557

Dessa maneira, a solução encontrada foi a utilização de um apoio de placas metálicas, conforme Figura 11 e Figura 12, revestido com uma lixa de papel para melhor fixação das fibras. Após as mudanças realizadas no sistema de fixação o deslizamento das fibras foi reduzido consideravelmente e melhores resultados foram obtidos. Para os ensaios foram utilizadas fibras com 60 mm de comprimento, conforme representado na Figura 13.

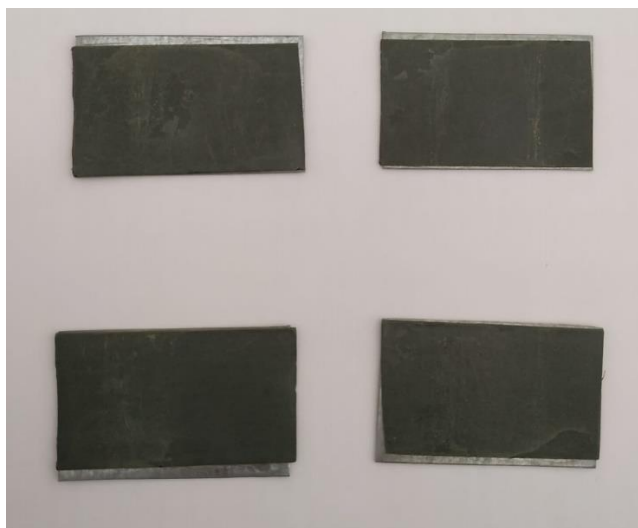


Figura 11. Apoio utilizado para execução do ensaio de tração.



Figura 12. Exemplo da utilização dos apoios durante o ensaio de tração.

A medida da área foi feita com a utilização de um paquímetro, foram feitas três medidas de espessura e três medidas de largura para cada uma das amostras, o valor médio foi utilizado para a determinação da área da secção transversal da fibra. É importante ressaltar que o este método de medição da área não considera a presença do lúmen e introduz incertezas nas medidas devido à precisão do equipamento.



Figura 13. Exemplo de fibra utilizada para o ensaio de tração.

Os testes foram realizados utilizando uma máquina de ensaio universal modelo Shimadzu Autograph AGS-X 10KN, a velocidade de ensaio foi de 3 mm/min, a velocidade de ensaio foi obtida de forma que o teste tivesse uma duração máxima de trinta segundos, conforme indicado na ASTM - 1557. Para todos os ensaios foi realizada uma pré-carga de 1N e foram armazenadas medidas de força e deslocamento. Os ensaios foram realizados no laboratório de estrutura e resistência dos materiais da ESTIG-IPB em Bragança – Portugal, tendo início em 23 de janeiro de 2019 e sendo finalizados em 07 de fevereiro de 2019.

3.2.2 Tratamento de dados

Os dados obtidos através da máquina do ensaio de tração foram extraídos como arquivos “.xlsx”, são fornecidos valores da força aplicada ao material (Newton) e valores de deslocamento da garra (mm). Para a determinação do limite de resistência à tração os dados foram tratados com o auxílio do software MATLAB, o código utilizado pode ser visto no Anexo 01. O desenvolvimento de um código computacional se fez necessário devido à grande quantidade de amostras analisadas. Tal código é capaz de separar a força aplicada em cada uma das

amostras e dividi-las pela área de cada amostra, além disso, é capaz de determinar o valor médio para cada parâmetro.

Com os valores médios para cada lote os gráficos e a análise estatística passaram a ser construídas com o auxílio do software Microsoft Excel. Com os dados tratados foi conduzida uma análise de variância (ANOVA) com o auxílio do software MINITAB.

3.3 Métodos experimentais para a determinação da densidade de fibras naturais

3.3.1 Preparação das amostras

Para a determinação da densidade das fibras naturais foram utilizados conjuntos de fibras conforme representadas na Figura 14, para melhor uniformidade dos testes foram separados aproximadamente 0,5 g de fibras secas em cada amostra, a seleção das amostras foi feita nas mesmas condições de temperatura e umidade para todos os experimentos, porém as fibras não sofreram nenhum processo de condicionamento, seja secagem em estufa ou controle de temperatura. De cada um dos lotes foram separadas três amostras para realização de três medidas de densidade. Os experimentos foram realizados no laboratório de Processos Químicos da ESTIG.



Figura 14. Amostra de fibras para teste de densidade

3.3.2 Picnometria com água

O método escolhido para medir a densidade das fibras de cânhamo foi o de Picnometria com água, este método pode ser facilmente aplicado para a determinação da densidade de sólidos, para isso é necessário o uso de um Picnômetro de volume conhecido (Figura 15), uma balança analítica e amostras do sólido a ser analisado, (Figura 14). A escolha deste método se deveu à disponibilidade do equipamento nas instalações da ESTIG e na facilidade de realização dos ensaios experimentais, tendo em conta a elevada quantidade de amostras que seriam analisadas. A aplicação de métodos de Picnometria a gás seria mais precisa e tão eficiente quanto a Picnometria a água, porém os equipamentos necessários para tal experimento não estavam disponíveis nos laboratórios da ESTiG.

Outros líquidos também poderiam ser utilizados no lugar da água destilada para a realização do experimento, por exemplo, óleo de canola que segundo Truong (Truong et al. 2009) garante maior precisão nas medidas. Porém, a grande quantidade de amostras implicaria no uso excessivo de óleo e dificultaria o experimento, visto que, para uma determinação coerente da densidade o picnômetro deve ser limpo e seco para cada amostra, esse procedimento pode ser facilmente realizado com o uso de água destilada, porém, o uso de óleo dificultaria a limpeza das vidrarias e implicaria na demora excessiva na realização do experimentos.



Figura 15. Picnômetro para medida de densidade de sólidos.

Após a escolha do método de medida foi necessário realizar a calibração do Picnômetro para, deste modo, verificar seu correto volume. Este procedimento é aconselhado pois podem existir variações significativas no volume indicado pelo fabricante e o correto volume do equipamento. Para tal procedimento, foram realizadas cinco medidas de volume, o volume final foi determinado a partir da média das cinco medidas feitas. Primeiramente, é necessário medir a massa do Picnômetro vazio (M_1) e a massa do Picnômetro cheio de água destilada (M_2), os valores encontrados foram substituídos na Equação 1 encontrando-se assim, o correto volume do Picnômetro. O procedimento foi realizado com uma balança modelo Kern/ACJ/ACS 220-4.

$$V_{\text{picnômetro}} = \frac{(M_2 - M_1)}{\rho_{H_2O}} \quad (1)$$

O valor de densidade da água destilada (ρ_{H_2O}) foi obtido de acordo com a temperatura durante o ensaio, para isso foram utilizados os valores de densidade

de acordo com a Tabela 2. Os valores do volume calculado experimentalmente, bem como os valores de M_1 e M_2 estão dispostos na Tabela 3.

Tabela 2. Densidade da água destilada de acordo com a temperatura (Çengel and Ghajar 2012)

Temperatura (°C)	Densidade (g/cm ³)
15	0,9991
16	0,9989
17	0,9988
18	0,9986
19	0,9984
20	0,9982
21	0,9980
22	0,9978
23	0,9975
24	0,9973
25	0,9970

Tabela 3. Procedimento de calibração do Picnômetro

Amostra	M_1 (g)	M_2 (g)	Volume (ml)
1	44,2232	149,5203	105,4130
2	44,1620	149,4966	105,4506
3	44,1926	149,5199	105,4433
4	44,1773	149,5219	105,4606
5	44,1849	149,5144	105,4455
Volume médio (ml)			105,4426

Após a calibração do Picnômetro foi possível utiliza-lo para determinação da densidade das fibras de cânhamo. Para tal procedimento, é necessário a determinação da massa das amostras de fibras que serão utilizadas (M_3). Após este procedimento as fibras devem ser inseridas no picnômetro, o picnômetro deve

ser preenchido com água destilada até a marca que determina seu correto volume, e então deve-se medir a massa conjunta do picnômetro, água destilada e fibras (M_4). A densidade das fibras (ρ_{fibra}) foi calculada utilizando a Equação 2. Esse procedimento foi realizado para todas as amostras, sendo que para cada ensaio a água destilada utilizada para preencher o picnômetro foi completamente trocada.

$$\rho_{fibra} = \frac{M_3}{\left(V_{picnômetro} - \frac{M_4 - M_3 - M_1}{\rho_{H2O}}\right)} \quad (2)$$

Os valores experimentais foram coletados utilizando o software Excel, a partir dos dados experimentais foram calculadas as médias, desvio padrão e análise de variância das amostras. Os dados tratados foram utilizados para realização de uma análise de variância feita com o software MINITAB.

3.4 Método experimental para determinação do módulo de elasticidade

3.4.1 Preparação das amostras

As fibras com maior limite de resistência à tração foram utilizadas para determinar o módulo de elasticidade, no presente trabalho 4 lotes de fibras foram selecionadas. Todos os testes foram feitos de acordo com a norma ASTM C1557. Os ensaios foram realizados com o mesmo sistema de fixação que os ensaios para determinação do limite de resistência à tração, conforme Figuras 11 e 12. Segundo a norma ASTM C1557 os ensaios podem ser feitos sem a utilização de um extensômetro, para isso deve-se analisar a deformação das fibras considerando a complacência do sistema (*System Compliance*).

As medidas de deformação foram obtidas de maneira indireta por meio da subtração do deslocamento total da garra da complacência do sistema. De acordo com a norma, a complacência do sistema deve ser determinada experimentalmente

para cada máquina de ensaio, sistema de fixação e tipo de fibra. Para a determinação da complacência do sistema as fibras utilizadas deveriam ser testadas com, no mínimo, três diferentes comprimentos (l_0). Para cada um dos corpos de prova foi obtida a curva de força por deslocamento da garra em m/N. Foram utilizados comprimentos de 40 mm, 50 mm e 60 mm para cada tipo de fibra ensaiado. A área das fibras (A) foi determinada conforme o indicado na secção 3.2.1. através da medida de espessura e largura.

Para a determinação do módulo de elasticidade foi determinado o inverso da inclinação da curva de força por deslocamento ($\Delta L/F$) para cada amostra. Um gráfico de $\Delta L/F$ por l_0/A , permite encontrar o módulo de elasticidade (E) através do inverso da inclinação da reta, a complacência do sistema foi obtida por meio do coeficiente linear da reta $\Delta L/F$ por l_0/A , uma representação do comportamento esperado para a curva $\Delta L/F$ por l_0/A pode ser visto na figura 16. A seguir estão descritos de forma resumida os passos utilizados para a determinação do módulo de elasticidade e a complacência do sistema.

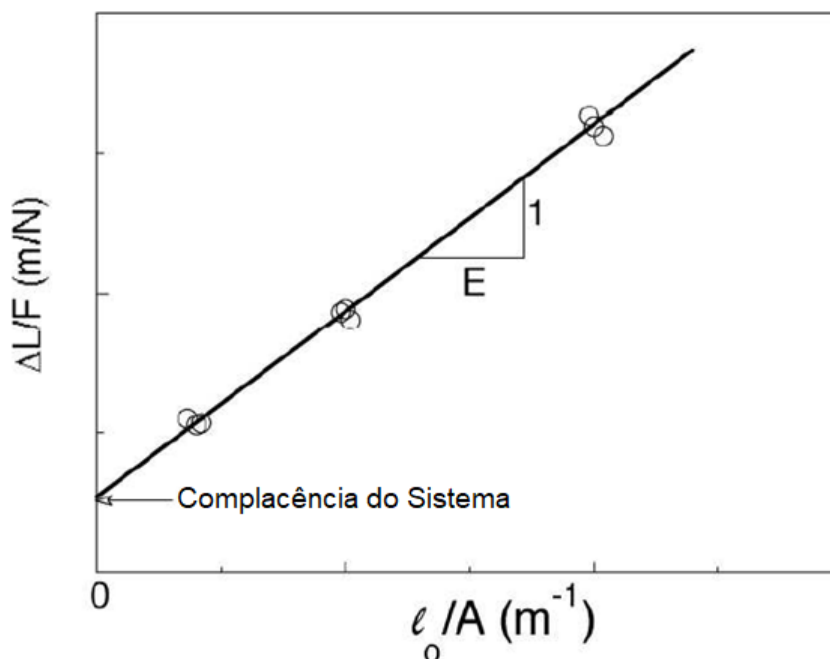


Figura 16. Representação teórica do comportamento do gráfico para a determinação do módulo de elasticidade e complacência do sistema (ASTM International 2004).

- Ensaiar no mínimo três comprimentos (l_0) diferentes para cada tipo de fibra que se pretende determinar o módulo de elasticidade.
- Determinar o inverso da inclinação ($\Delta L/F$) para o gráfico de força (em Newton) por deslocamento (em metro)
- Encontrar a reta que descreve o comportamento do gráfico $\Delta L/F$ por l_0/A
- Para o gráfico $\Delta L/F$ por l_0/A a intersecção com o eixo $\Delta L/F$ é a complacência do sistema e o inverso da inclinação da reta é o módulo de elasticidade (E) das fibras.

Foram utilizados 4 lotes, cada um deles com três comprimentos diferentes (40 mm, 50 mm e 60 mm) e cada um dos comprimentos com três corpos de prova, totalizando 36 ensaios. Dessa maneira, pode-se realizar o procedimento descrito acima para os quatro lotes individualmente e para todas as amostras juntas, resultando em um valor de módulo de elasticidade e complacência do sistema para cada lote e um valor médio para as 36 amostras. O gráfico utilizado para a determinação do módulo de elasticidade das 36 amostras pode ser visto na Figura 17, o inverso da inclinação da reta fornece o módulo de elasticidade e a intersecção com o eixo $\Delta L/F$ fornece a complacência do sistema.

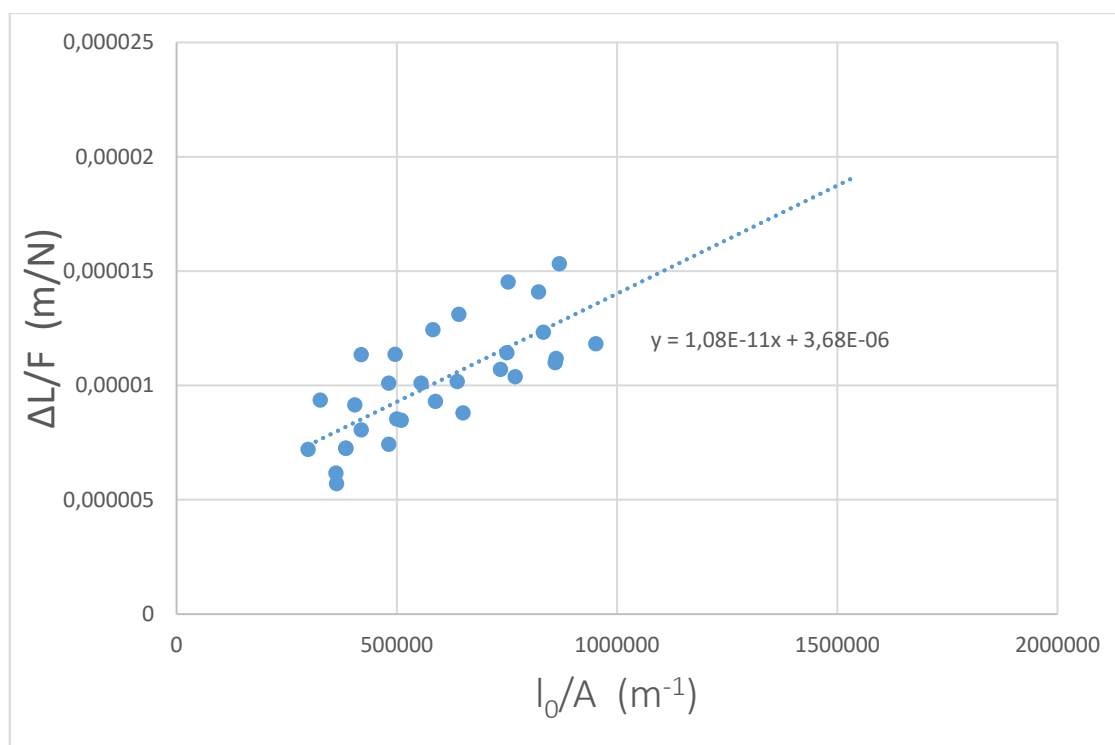


Figura 17. Resultado experimental para determinação do módulo de elasticidade e complacência do sistema.

3.4.2 Ensaio

Os testes foram realizados utilizando uma máquina de ensaio universal modelo Shimadzu Autograph AGS-X 10KN, a velocidade de ensaio foi de 3 mm/min. Para todos os ensaios foi realizada uma pré-carga de 1N e foram medidos força e deslocamento. Os ensaios foram realizados no laboratório de estrutura e resistência dos materiais da ESTIG-IPB em Bragança – Portugal, no dia 28 de março de 2019. A montagem do ensaio pode ser vista na Figura 18, a Figura 18 A indica a montagem da fibra de cânhamo antes do início do ensaio e a Figura 18 B indica a montagem após a realização do ensaio e ruptura da fibra. O alinhamento das fibras foi feito de acordo com as marcações presentes na garra que indicam o centro da aplicação de força.

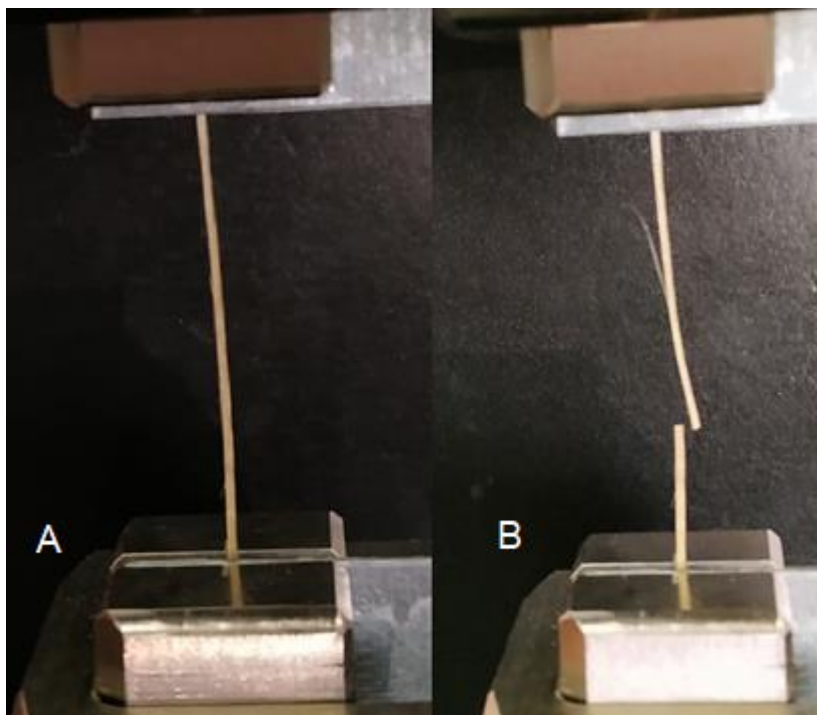


Figura 18. Ensaio de tração para fibras de cânhamo. A) Montagem antes do início do ensaio (anterior à pré-carga). B) Montagem após a ruptura da fibra.

Durante os ensaios de tração para a determinação do limite de resistência à tração e limite de resistência à tração específico foram comuns alguns problemas decorrentes do sistema de fixação das fibras. Dentre os problemas mais decorrentes estavam a ruptura da fibra no interior da garra, representando 9,57 % de todos os ensaios realizados, o escorregamento das fibras continuou a ser um problema comum, representando 7,72% dos ensaios realizados e uma pequena parte dos ensaios, 0,91%, apresentaram falhas devido a defeitos severos na fibra.

3.4.3 Tratamento de dados

Foram importados dados de força e deslocamento da máquina de ensaios em um arquivo “.xlsx”. A partir dos dados foram criados os gráficos de força por deslocamento e os gráficos de $\Delta L/F$ por l_0/A . Pelo gráfico $\Delta L/F$ por l_0/A foi obtido um valor de módulo de elasticidade e um valor de complacência do sistema. Ao todo foram calculados 5 valores para cada parâmetro, um valor para cada um dos 4 lotes

e um valor médio de todas as amostras estudadas. Devido à pequena quantidade de amostras não foi realizada uma análise de variância para o módulo de elasticidade.

Resultados e discussões

4.1 Limite de Resistência à tração

Os dados experimentais obtidos pela máquina de ensaios Shimadzu Autograph AGS-X 10KN foram tratados conforme indicado na secção 3.2.3. Os valores de limite de resistência à tração para todas as amostras testadas podem ser vistos nas figuras 19 e 20, a nomenclatura utilizada está de acordo com os parâmetros definidos na secção 3. A Figura 19 apresenta os resultados para as amostras coletadas em Bragança, a Figura 20 indica os resultados para as amostras coletadas em Mirandela.

A análise das Figuras 19 e 20 permite observar a variação do limite de resistência à tração de acordo com os lotes analisados. Por se tratar de uma fibra de origem natural é comum uma variação significativa das propriedades físicas e mecânicas, essa variação é perceptível com a análise do desvio padrão das amostras. Ambas as amostras extraídas em Bragança ou Mirandela apresentam dispersão perceptível para o limite de resistência à tração.

Os gráficos das Figuras 21 e 22 mostram os resultados experimentais de limite de resistência a tração de acordo com a densidade de sementeira (Fig. 21) e fertilização de azoto (Fig. 22).

A análise dos gráficos da Figura 21 e 22 permite observar a influência da densidade de sementeira e fertilização de azoto no limite de resistência. Observa-se uma relação linear que pode ser vista para as densidades de plantação de 25 Kg ha⁻¹ e 50 Kg ha⁻¹. Para a densidade de 25 Kg ha⁻¹ é perceptível que o aumento da fertilização causa um aumento na resistência mecânica das fibras, para a densidade de sementeira de 50 Kg ha⁻¹ é perceptível que o aumento da fertilização implica na redução da resistência mecânica das fibras. A análise dos dados, aparentemente incompatíveis, pode sugerir a existência de uma influência combinada dos fatores densidade de sementeira e fertilização de azoto.

Considerando todas as amostras analisadas o valor médio do limite de resistência à tração foi de $565,3 \pm 167,0$ MPa. Os valores médios para todos os parâmetros analisados podem ser vistos na Tabela 4.

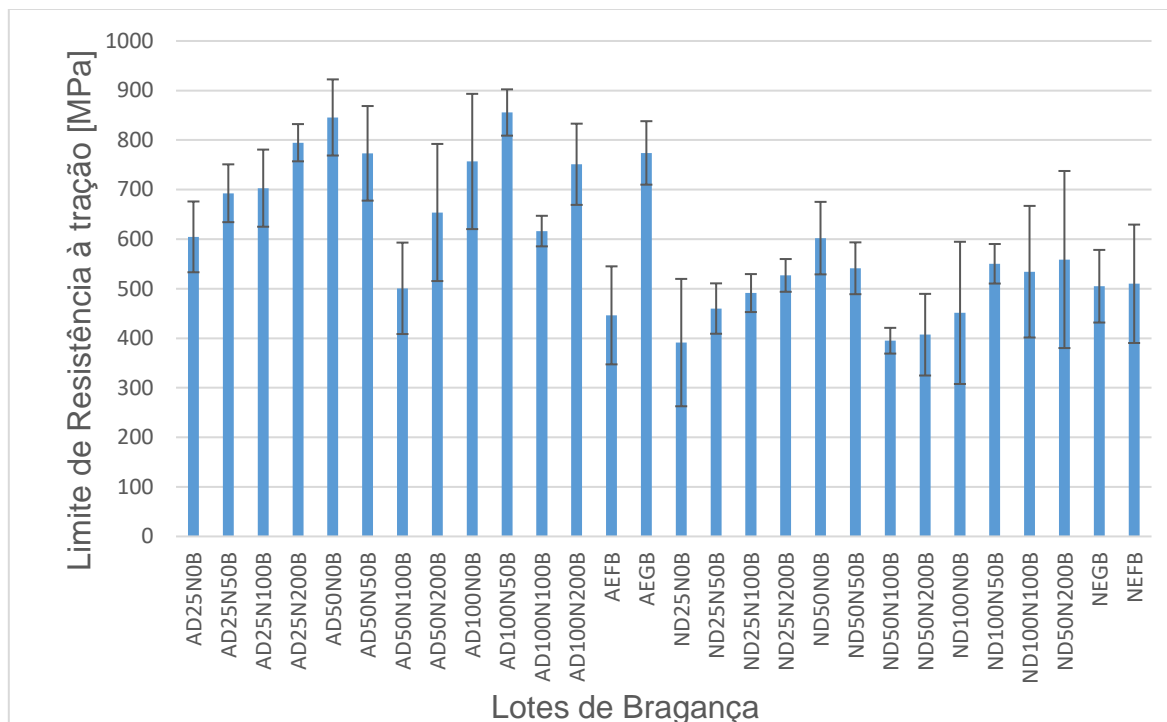


Figura 19. Limite de resistência à tração para as amostras extraídas em Bragança – Portugal.

O valor médio para o limite de resistência à tração está de acordo com os valores mencionados na literatura, podendo variar de 591 MPa a 1100 MPa (Bledzki and Gassan 1999; Faruk et al. 2012; Holbery and Houston 2006; Pickering et al. 2016).

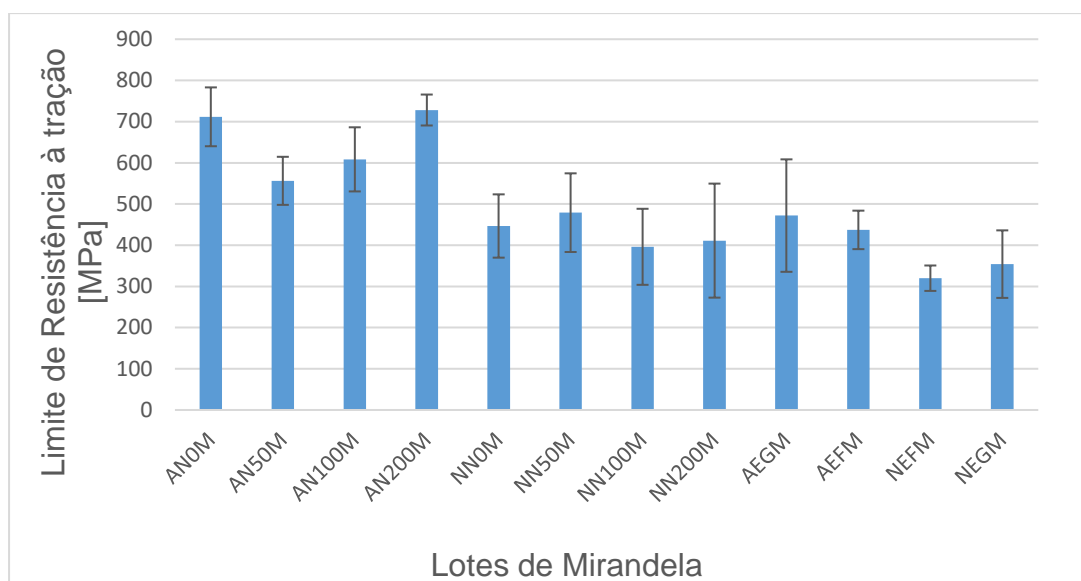


Figura 20. Limite de resistência à tração para as amostras extraídas em Mirandela – Portugal.

Para auxiliar a análise dos resultados foi utilizada uma análise de variância (ANOVA) das amostras usadas. Para a realização da ANOVA foi utilizado o software MINITAB, os valores de f , valor - f , e valor - p foram avaliados para um valor de α de 0,05 e com um modelo de ANOVA linear. O valor - p indica a probabilidade de um valor extremo ser selecionado, dando validade à hipótese nula quando comparado ao valor de α . O valor - f também é utilizado para medir a significância da hipótese nula, por sua vez deve ser comparado com o valor de f – crítico. Cada linha da Tabela 5 representa um parâmetro ou uma interação entre dois parâmetros distintos.

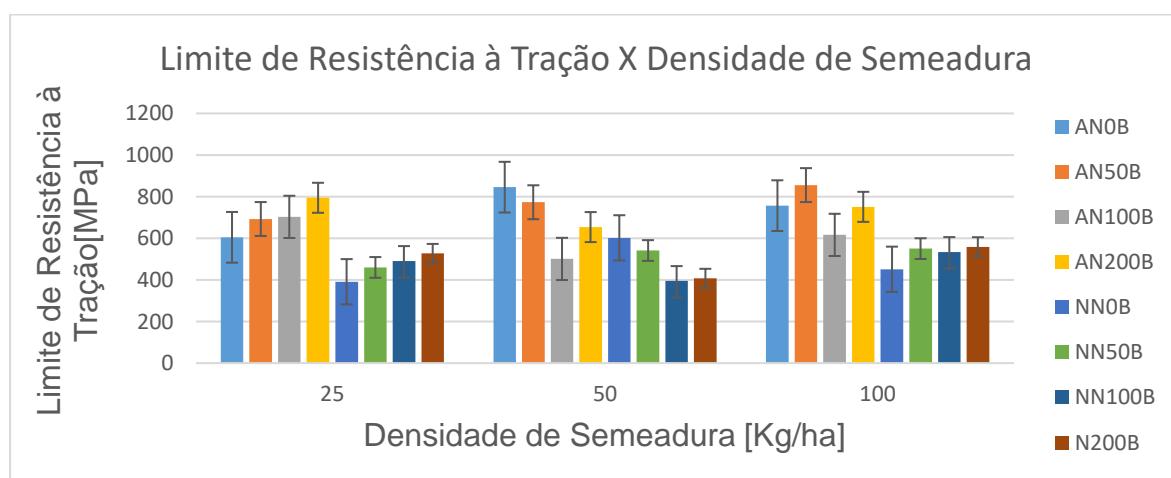


Figura 21. Limite de resistência à tração por densidade de sementeira.

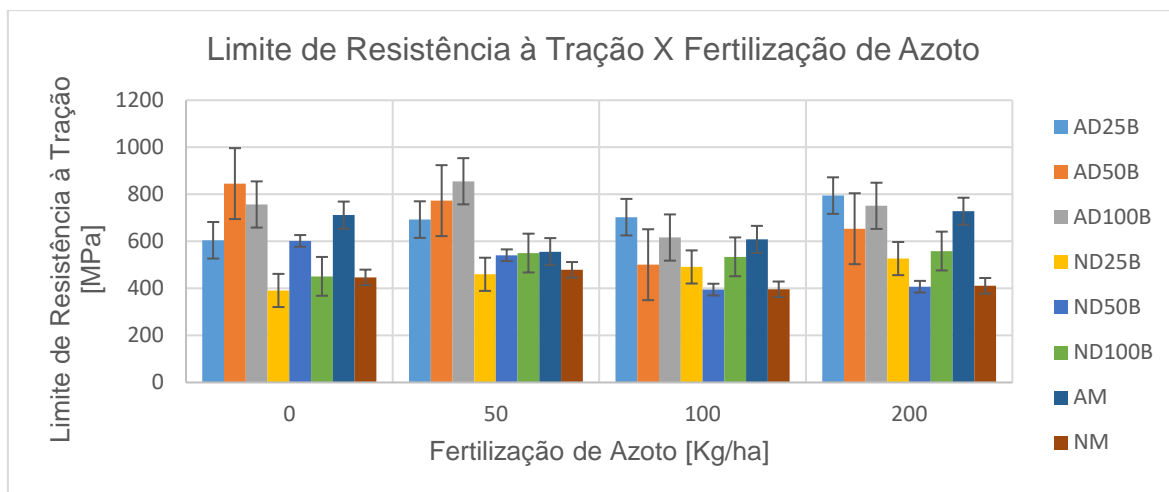


Figura 22. Limite de resistência à tração por fertilização de azoto.

Tabela 4. Limite de resistência à tração e valores de desvio padrão para todos os parâmetros analisados.

	Limite de Resistência à Tração [MPa]	Desvio Padrão [MPa]
Local de Cultivo		
Bragança	596,2	165,0
Mirandela	493,4	150,4
Método de Extração		
Água	664,1	159,0
NaOH	466,6	105,3
Localização		
Externo	512,9	100,1
Interno	565,3	167,3
Densidade de Semeadura		
D25	583,0	139,0
D50	589,9	162,5
D100	634,3	138,5
Fertilização de Azoto		
N0	608,6	173,3
N50	645,5	153,0
N100	540,1	107,1
N200	615,4	145,9

A ANOVA sugere que o fator com maior contribuição para a variação do limite de resistência à tração das fibras de cânhamo é o efeito combinado da densidade de sementeira com a fertilização de azoto, com a contribuição total de

19,1%. O segundo fator que mais contribui para o limite de resistência à tração das fibras de cânhamo é o método de extração, com uma contribuição total de 15,4%, sendo que o método que apresentou melhores resultados foi a extração por meio de maceração em água. Os fatores de maior influência sugeridos pela ANOVA estão de acordo com a análise do comportamento das Figuras 21 e 22 feita anteriormente.

É importante ressaltar que os valores de limite de resistência à tração também foram fortemente influenciados pelo erro, com uma contribuição total de 11,8%. A influência do erro ocorre em maior parte devido a falta de relação entre as amostras.

Tabela 5. ANOVA para valores de limite de resistência à tração

Parâmetro	GL	SQ	QM	Valor-F	Valor-P	Contribuição
Dens. S.	2	12421	6210,4	0,78	0,489	2,3%
Azoto	3	35693	11897,5	1,5	0,287	6,6%
Extração	1	82696	82695,7	10,43	0,012	15,4%
Localização	1	913	912,7	0,12	0,743	0,2%
Dens. S.*Nitr.	6	102798	17133	2,16	0,155	19,1%
Dens. S.*Extr.	2	603	301,4	0,04	0,963	0,1%
Nitr.*Extr.	3	15443	5147,8	0,65	0,605	2,9%
Extr.*Local.	1	22	21,8	0	0,959	0,0%
Erro	8	63425	7928,2	-	-	11,8%
Total	27	537565	-	-	-	-

A Figura 23 exibe os gráficos de força por deslocamento para algumas amostras ensaiadas. A partir dos dados das figuras é possível analisar a eficiência dos apoios utilizados na redução do escorregamento das fibras. Em nenhum dos casos analisados houve deslizamento significativo. As figuras apresentadas representam o comportamento padrão de todos os ensaios. Esses resultados são especialmente importantes para a determinação do módulo de elasticidade das fibras, que por sua vez é altamente influenciado pela deformação registrada durante o ensaio.

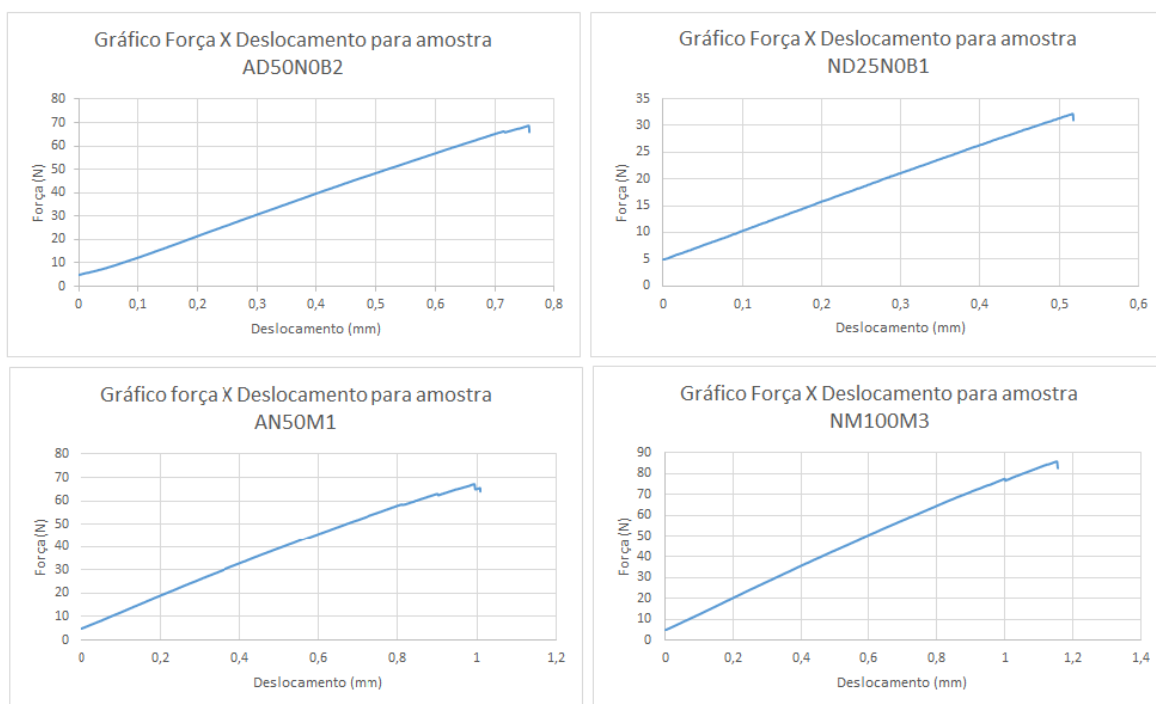


Figura 23. Gráficos de Força X Deslocamento para quatro amostras ensaiadas

4.2 Densidade

Os dados experimentais foram tratados conforme indicado na secção 3.2.3. Os valores de densidade para todas as amostras testadas podem ser vistos nas Figuras 24 e 25, a nomenclatura utilizada está de acordo com os parâmetros definidos na secção 3. A Figura 24 apresenta os resultados para as amostras coletadas em Bragança-Portugal, a Figura 25 indica os resultados para as amostras coletadas em Mirandela-Portugal.

Os resultados de densidade apresentaram perceptíveis valores de desvio padrão. Esses valores estão relacionados com a precisão do método de Picnometria à água, segundo (Truong et al. 2009) este método para determinação de densidade de sólidos não é tão eficiente quanto a Picnometria a gás, porém, é mais preciso que o cálculo de densidade linear e medida de diâmetro.

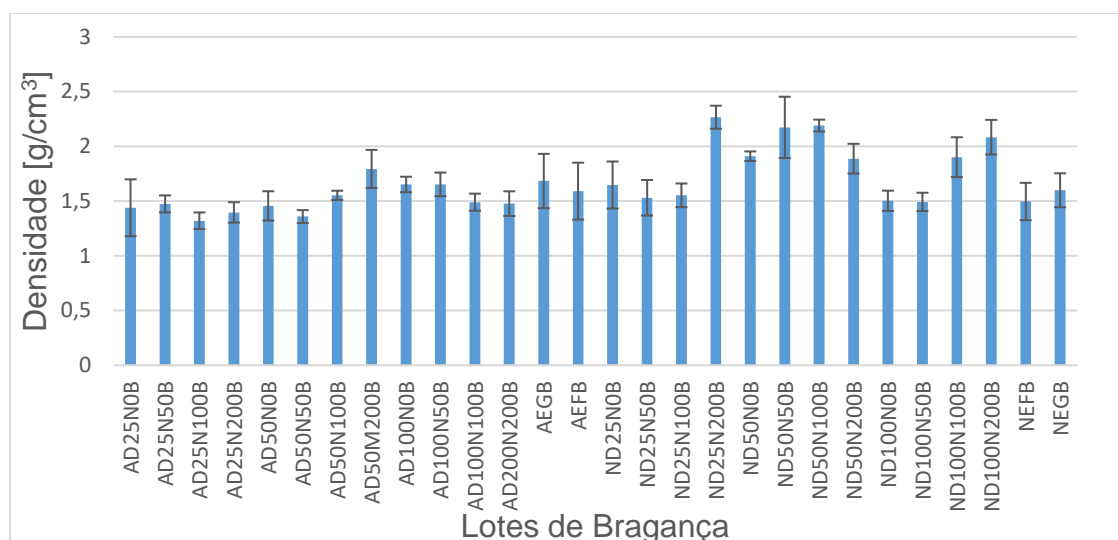


Figura 24. Densidade das amostras extraídas em Bragança – Portugal.

Avaliando todas as amostras estudadas o valor médio de densidade foi de $1,65 \pm 0,25 \text{ g/cm}^3$. Os valores médios para todos os parâmetros analisados podem ser vistos na Tabela 6. O valor de densidade está de acordo com os trabalhos presentes na literatura conforme exposto por (Faruk et al. 2012; Holbery and Houston 2006; Pickering et al. 2016; Väisänen, Das, and Tomppo 2017).

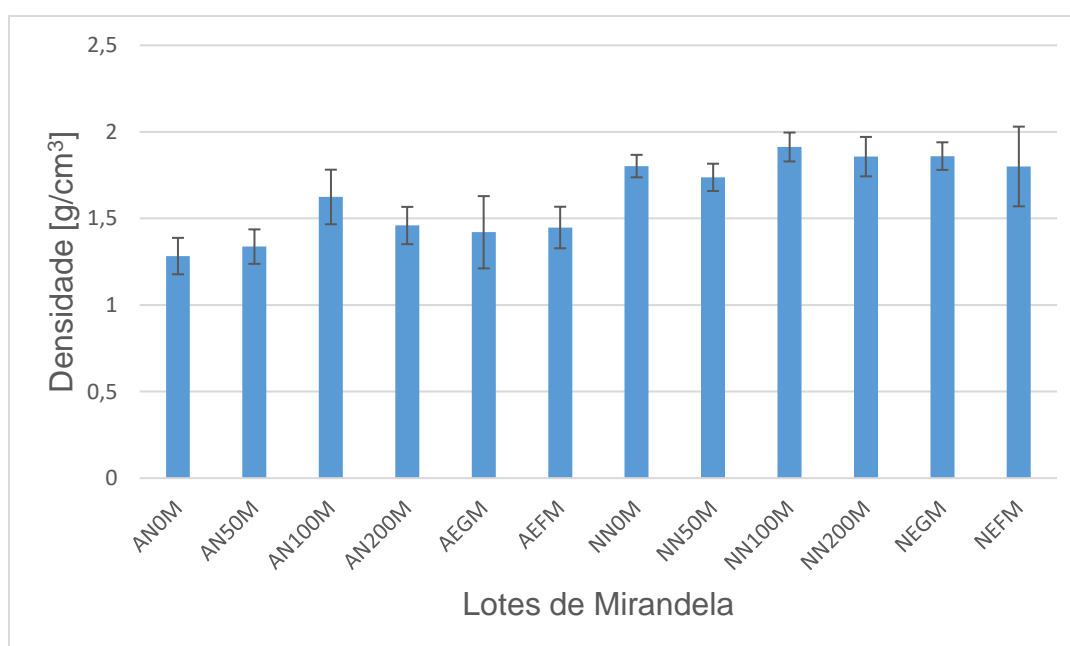


Figura 25. Densidade das amostras extraídas em Mirandela – Portugal.

A análise dos resultados pode ser feita por meio de uma ANOVA das amostras utilizadas. Para a realização da ANOVA foi utilizado o software MINITAB, os valores de f, valor - f, e valor - p foram avaliados para um valor de alpha de 0,05, com um modelo de ANOVA linear. Cada linha da Tabela 7 representa um parâmetro ou uma interação entre dois parâmetros distintos.

ANOVA sugere que a influência de todos os parâmetros na densidade é menor que a influência do erro. A influência total do erro é de 24,4%, sendo grande parte devido à falta de relação entre as amostras. A grande influência do erro pode estar relacionada com a imprecisão do método de Picnometria com líquidos, ou pode estar associada com a própria característica das fibras naturais de terem propriedades muito variáveis. Pode-se observar uma influência moderada da densidade de semeadura (9,8%) e da fertilização de azoto (9,5%). Isso indica baixa influência, direta ou combinada, dos fatores analisados neste trabalho na densidade das fibras de cânhamo. Os valores médios para as amostras da Tabela 6 são iguais quando considerado o desvio padrão.

Tabela 6. Valores de densidade e desvio padrão para todos os parâmetros analisados.

	Densidade [g/cm ³]	Desvio Padrão
Local de Cultivo		
Bragança	1,66	0,29
Mirandela	1,63	0,25
Método de Extração		
Água	1,49	0,18
NaOH	1,81	0,26
Localização		
Externo	1,66	0,29
Interno	1,61	0,22
Densidade de Semeadura		
D25	1,58	0,31
D50	1,79	0,32
D100	1,66	0,23
Fertilização de Azoto		
N0	1,59	0,23
N50	1,59	0,28
N100	1,69	0,28
N200	1,78	0,32

Tabela 7. ANOVA para valores de densidade

Parâmetro	GL	SQ	QM	Valor- F	Valor- P	Contribuição
Dens. S.	2	0,1839	0,091951	1,61	0,258	9,8%
Azoto	3	0,17719	0,059063	1,04	0,427	9,5%
Extração	1	0,00273	0,002726	0,05	0,832	0,1%
Localização	1	0,0217	0,0217	0,38	0,554	1,2%
Dens.*Nitr.	6	0,10761	0,017935	0,31	0,912	5,7%
Dens. S. *Extr.	2	0,10421	0,052107	0,91	0,439	5,6%
Nitr.*Extr.	3	0,12083	0,040278	0,71	0,575	6,5%
Extr.*Local.	1	0,14787	0,147875	2,59	0,146	7,9%
Erro	8	0,45603	0,057004	-	-	24,4%
Total	27	1,87276	-	-	-	-

4.3 Limite de resistência à tração específico

O valor de limite de resistência à tração específico pode ser determinado pelo quociente entre o limite de resistência à tração e a densidade da fibra, conforme Equação 3. Materiais com elevado limite de resistência à tração específico são eficientes para aplicações que exijam elevada resistência aliada com baixo peso.

$$\text{Limite de resistência à tração específico} = \frac{\text{Limite de resistência à tração}}{\text{Densidade}} \quad (3)$$

Os dados experimentais obtidos da máquina de ensaios foram tratados do mesmo modo que os dados para o limite de resistência à tração. Os valores de limite de resistência à tração específico para todas as amostras testadas podem ser vistos nas Figuras 26 e 27, a nomenclatura utilizada está de acordo com os parâmetros definidos na secção 3. A Figura 26 apresenta os resultados para as

amostras coletadas em Bragança-Portugal, a Figura 27 indica os resultados para as amostras coletadas em Mirandela-Portugal.

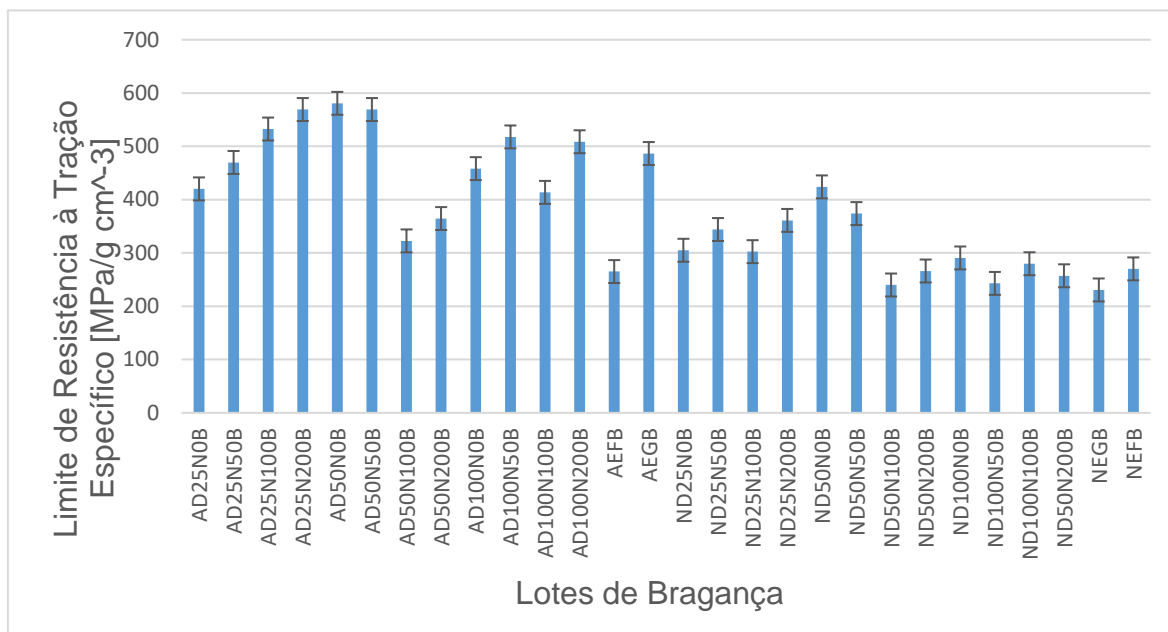


Figura 26. Limite de resistência à tração específico das amostras extraídas em Bragança – Portugal.

Os gráficos das Figuras 28 e 29 mostram os resultados experimentais de limite de resistência à tração específico de acordo com a fertilização de azoto (Fig. 28) e densidade de sementeira (Fig. 29).

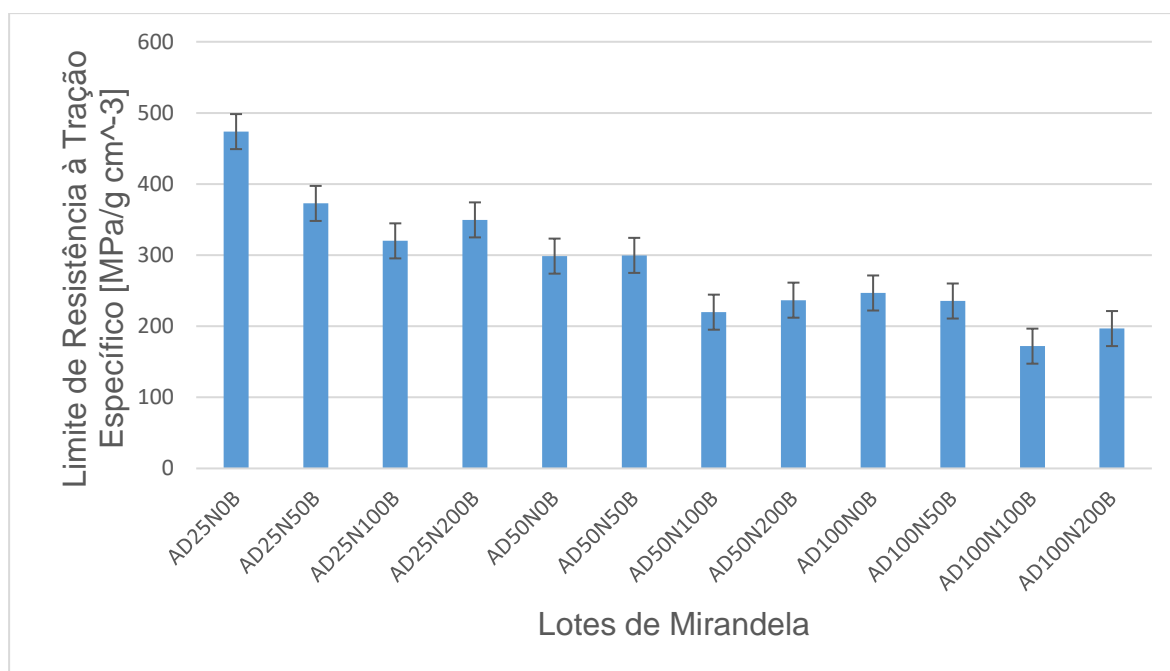


Figura 27. Limite de resistência à tração específico das amostras extraídas em Mirandela – Portugal.

Para todas as amostras estudadas o valor médio de limite de resistência específico foi de $353,2 \pm 114,0$ MPa/g cm⁻³. Os valores médios para todos os parâmetros analisados podem ser vistos na Tabela 8. Os valores de limite de resistência específico estão de acordo com os apresentados na literatura por (Faruk et al. 2012; Holbery and Houston 2006; Pickering et al. 2016; Väisänen et al. 2017).

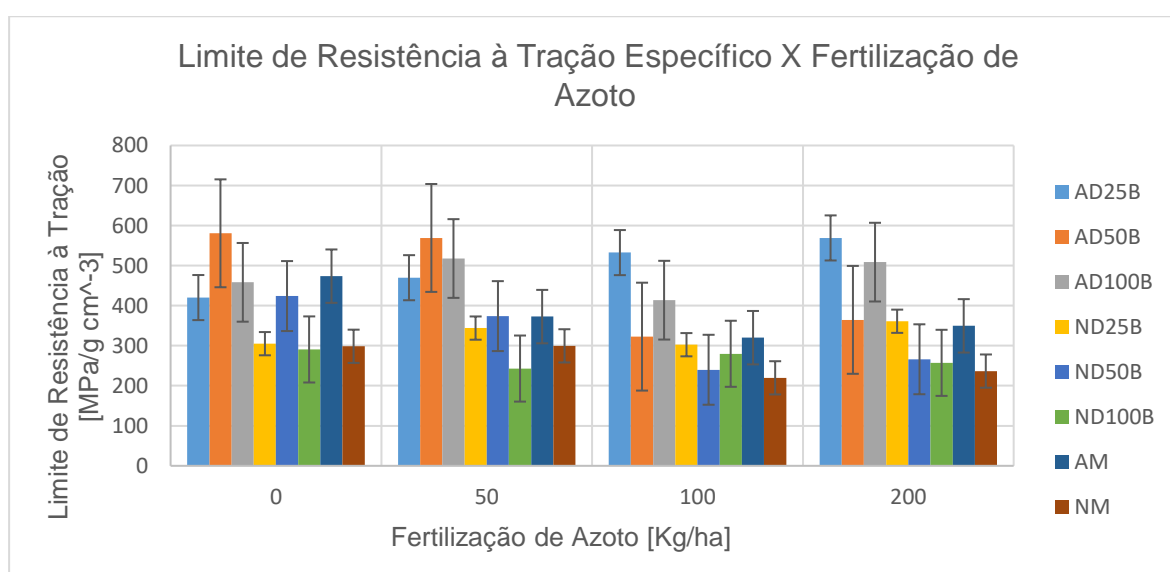


Figura 28. Limite de resistência à tração específico por fertilização de azoto.

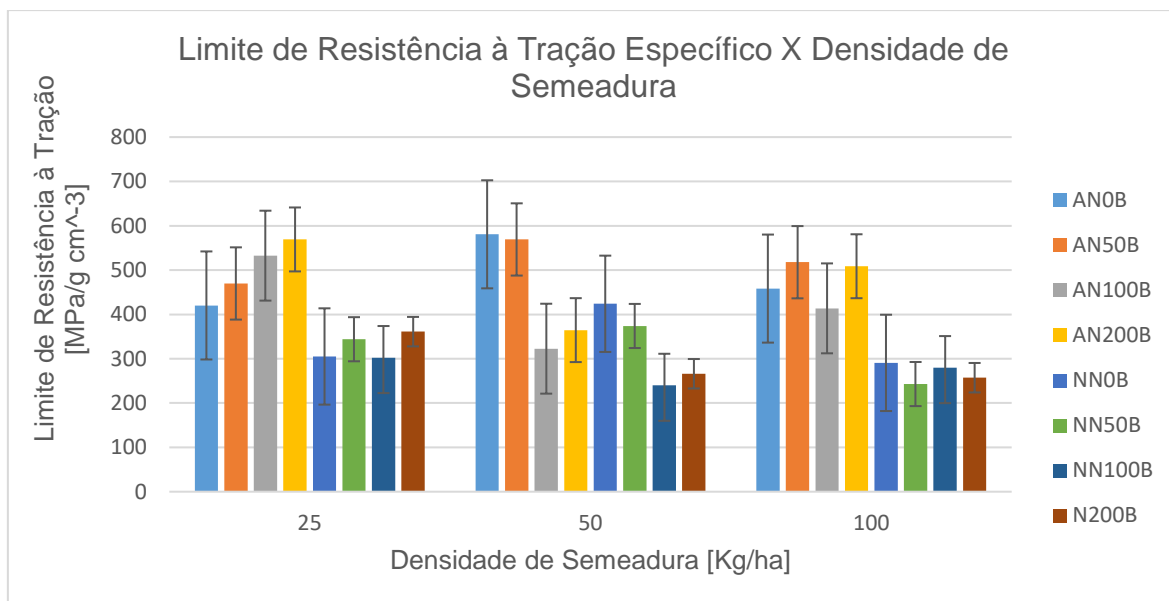


Figura 29. Limite de resistência à tração por densidade de semeadura.

Tabela 8. Valores de densidade e desvio padrão para todos os parâmetros analisados.

	Limite de Resistência à Tração Específico [MPa/g cm ⁻³]	Desvio Padrão [MPa/g cm ⁻³]
Local de Cultivo		
Bragança	380,9	113,8
Mirandela	285,1	85,4
Método de Extração		
Água	440,0	34,5
NaOH	282,5	15,0
Localização		
Externo	262,9	38,5
Interno	367,2	109,0
Densidade de Semeadura		
D25	413,0	102,3
D50	392,6	127,0
D100	371,1	115,9
Fertilização de Azoto		
N0	372,2	97,4
N50	379,1	135,8
N100	331,0	87,4
N200	362,7	124,7

Para auxiliar na análise dos resultados foi implementada uma ANOVA das amostras utilizadas. Para a realização da ANOVA foi utilizado o software MINITAB, os valores de f, valor - f, e valor - p foram avaliados para um valor de alpha de 0,05, com um modelo de ANOVA linear. Cada linha da Tabela 9 representa um parâmetro ou uma interação entre dois parâmetros distintos.

ANOVA para o limite de resistência à tração específico indica como fatores de maior contribuição os mesmos que a ANOVA para o limite de resistência à tração. O fator com maior contribuição é o método de extração, com 20,9% de contribuição total, seguido pelo efeito combinado da densidade de semeadura e fertilização de azoto. Assim como para o limite de resistência à tração, para o limite de resistência à tração específico pode-se identificar uma linha de tendência para as densidades de plantação de 25 Kg ha⁻¹ e 50 Kg ha⁻¹, conforme Figuras 28 e 29.

Tabela 9. ANOVA para valores de limite de resistência à tração específico.

Parâmetro	GL	SQ	QM	Valor-F	Valor-P	Contribuição
Dens. S.	2	7034	3517	0,74	0,507	2,0%
Azoto	3	18698	6233	1,31	0,336	5,3%
Extração	1	73075	73075	15,37	0,004	20,9%
Localização	1	15495	15495	3,26	0,109	4,4%
Dens. S. *Nitr.	6	66843	11140	2,34	0,132	19,1%
Dens.*Extr.	2	5427	2714	0,57	0,587	1,6%
Nitr.*Extr.	3	3110	1037	0,22	0,881	0,9%
Extr.*Local.	1	2664	2664	0,56	0,476	0,8%
Erro	8	38033	4754	-	-	10,9%
Total	27		-	-	-	-

4.4 Módulo de Elasticidade

Os resultados experimentais para o módulo de elasticidade das 4 fibras com maior limite de resistência à tração estão dispostos na Tabela 10. Para as amostras

analisadas o valor médio do módulo de elasticidade foi de $92,4 \pm 7,4$ GPa, o valor médio do módulo de elasticidade específico foi de $63,1 \pm 8,8$ GPa/g cm⁻³.

Os valores do módulo de elasticidade estão em desacordo com a literatura, de acordo com (Pickering et al. 2016) os valores estão compreendidos entre 58 GPa e 70 GPa. Valores para o módulo de elasticidade específico também estão em desacordo com aqueles apresentados na literatura, segundo (Pickering et al. 2007) os valores estão entre 39 GPa/g cm⁻³ e 47 GPa/g cm⁻³.

Com a análise do módulo de elasticidade foi possível determinar também a deformação após ruptura, o valor médio para as quatro amostras foi de 1,81%. Divergência entre os valores experimentais e os encontrados na literatura também podem ser vistas para a deformação máxima, os valores de deformação máxima reportados por (Pickering et al. 2016; Ugbolue 1990) estão em torno de 1,6%.

O valor da complacência do sistema foi determinado de acordo com a norma ASTM C1557, para as amostras o valor médio foi de $3,7 \times 10^{-6}$ m/N.

Tabela 10. Módulo de elasticidade e limite de resistência à tração para as quatro combinações mais resistentes

Densidade de Semeadura	Fertilização de Azoto	Limite de Resistência à tração [MPa]	Módulo de Elasticidade [GPa]
100 Kg ha ⁻¹	50 Kg ha ⁻¹	855,6	92,8
50 Kg ha ⁻¹	0 Kg ha ⁻¹	845,7	83,1
25 Kg ha ⁻¹	200 Kg ha ⁻¹	794,7	94,7
50 Kg ha ⁻¹	50 Kg ha ⁻¹	773,2	101,1

A Figura 30 mostra o gráfico de tensão por deformação para os valores médios das 4 amostras testadas. A linha central indica o valor médio e as linhas roxas indicam os valores de desvio padrão.

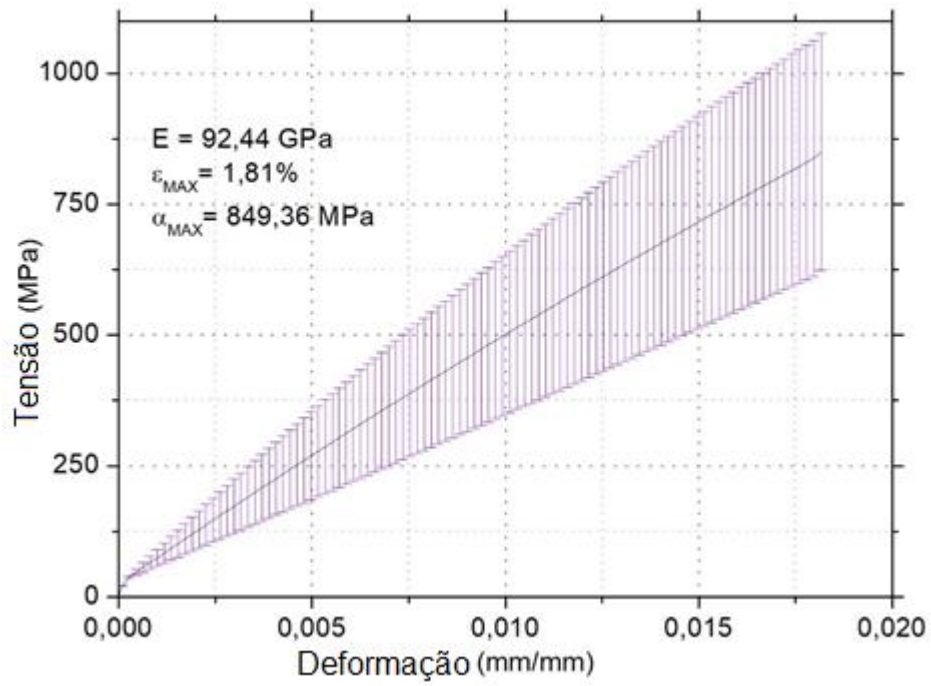


Figura 30. Curva de Tensão por Deformação para os valores médios das amostras com maior limite de resistência à tração.

Conclusões e trabalhos futuros

5.1 Conclusões gerais

Este estudo foi conduzido para a determinação das propriedades mecânicas e físicas de fibras de cânhamo submetidas a diferentes métodos de cultivo. Foram analisadas a influência da densidade de sementeira, fertilização azotada, método de extração, localização da planta em relação ao local de cultivo, tipos de fibras e localização de cultivo. Para esse fim, foram analisados o limite de resistência à tração, módulo de elasticidade, deformação máxima e densidade das fibras de cânhamo.

Para analisar a influência de cada parâmetro nas propriedades mecânicas da fibra foi realizada uma análise de variância (ANOVA). Os resultados da ANOVA possibilitaram constatar a influência individual e combinada dos parâmetros e confirmar tendências constatadas na análise dos resultados.

Para maior limite de resistência à tração a densidade de sementeira, fertilização azotada, método de extração e local de cultivo adequados são; densidade de sementeira de 100 Kg ha⁻¹; fertilização azotada de 50 Kg ha⁻¹; extraídos por maceração com água; cultivados em Bragança-Portugal. O maior limite de resistência a tração foi de 855,7 MPa e o valor médio para os lotes extraídos em Bragança foi de 565,3 ± 167,0 MPa.

Para menores valores de densidade as condições de cultivo adequadas foram; densidade de plantação de 25 Kg ha⁻¹; fertilização azotada de 100 Kg ha⁻¹; extraídos por maceração com água; cultivados em Bragança-Portugal. A menor densidade obtida foi de 1,32 g cm⁻³ e a densidade média para as amostras de Bragança foi de 1,65 ± 0,25 g cm⁻³.

Para o maior limite de resistência à tração específico, os parâmetros mais adequados foram; densidade de sementeira de 50 Kg ha⁻¹; fertilização azotada de 0 Kg ha⁻¹; extração por maceração com água; cultivados em Bragança-Portugal. O

valor máximo para o limite de resistência à tração específico foi de 580 MPa/gcm⁻³ e o valor médio para as amostras de Bragança foi de 353,2 ± 114,0 MPa/gcm⁻³.

Dentre as fibras de Bragança com maior limite de resistência à tração a que apresentou maior módulo de elasticidade foi cultivada com uma densidade de semeadura de 50 Kg ha⁻¹, fertilização azotada de 50 Kg ha⁻¹ e extraída com água. O valor máximo para o módulo de elasticidade foi de 101,1 GPa e o valor médio para as quatro amostras foi de 63,1 ± 8,8 GPa.

A análise de variância para a densidade indica baixa dependência entre a densidade e os fatores avaliados neste estudo. Para o limite de resistência à tração e o limite de resistência à tração específico os fatores mais influentes são método de extração e o efeito combinado da fertilização azotada e densidade de semeadura.

Os valores de módulo de elasticidade obtidos são maiores que aqueles descritos na literatura. A discrepância entre os valores ocorre devido ao elevado desvio existente entre as amostras, essa discrepância pode ser explicada em termos de estrutura da fibra, diâmetro da fibra, comprimento da fibra, velocidade de ensaio e condições ambientais de ensaio.

5.2 Linhas futuras de investigação

Em termos de trabalhos futuros e melhorias do presente estudo, existem algumas linhas de investigação que podem ser seguidas.

Para melhores resultados, a avaliação da área das fibras de cânhamo poderia ser feita através de análise de imagem, a utilização de um microscópio eletrônico de varredura possibilitaria melhor precisão na medida de área e, conseqüentemente, menor dispersão dos resultados de limite de resistência à tração e módulo de elasticidade.

A medida de densidade foi feita através do método de Picnometria com água, apesar desse método apresentar resultados concisos é interessante avaliar

a densidade das fibras de outras maneiras e, se disponível, utilizar o método de Picnometria com hélio afim de obter elevada precisão dos resultados.

Amostras das fibras ensaiadas ainda estão disponíveis para a utilização em materiais compósitos. A fabricação de compósitos com as fibras utilizadas neste estudo possibilitaria avaliar se as propriedades obtidas para fibras individuais seriam observadas nos compósitos, e também avaliar a interação química das fibras com diversas matrizes.

Referências

- Amaducci, Stefano, Michele Colauzzi, Alessandro Zatta, and Gianpietro Venturi. 2008. "Flowering Dynamics in Monoecious and Dioecious Hemp Genotypes." *Journal of Industrial Hemp* 13(1):5–19.
- Amaducci, Stefano and Hans Jörg Gusovius. 2010. "Hemp-Cultivation, Extraction and Processing." *Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, Properties and Technical Applications* 109–34.
- Amaducci, Stefano, Jörg Müssig, Alessandro Zatta, and Gianpietro Venturi. 2008. "An Innovative Production System for Hemp Fibre for Textile Destinations: From Laboratory Results to Industrial Validation." *International Conference on Flax and Other Bast Plants* (April 2015):104–17.
- Amaducci, Stefano, Alessandro Zatta, Federica Pelatti, and Gianpietro Venturi. 2008. "Influence of Agronomic Factors on Yield and Quality of Hemp (*Cannabis Sativa* L.) Fibre and Implication for an Innovative Production System." *Field Crops Research* 107(2):161–69.
- ASTM International. 2004. "C 1557-03 Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers." *Annual Book of ASTM Standards*.
- Bacci, Laura, Sara Di Lonardo, Lorenzo Albanese, Giorgio Mastromei, and Brunella Perito. 2011. "Effect of Different Extraction Methods on Fiber Quality of Nettle (*Urtica Dioica* L.)." *Textile Research Journal* 81(8):827–37.
- Blair, Julian and Michael G. Lacy. 2000. "Measurement of Fiber Density by Helium Pycnometry." *Journal of Composite Materials* 28(3):251–80.
- Bledzki, A. K. and J. Gassan. 1999. "Composites-Reinforced-with-Cellulose-Based-Fibres_1999_Progress-in-Polymer-Science.Pdf." *Progress in Polymer Science* 24:221–74.
- Callaway, J. C. 2004. "Hempseed as a Nutritional Resource: An Overview: Discovery Service Mendelovy Univerzity v Brně." *Euphytica* 140:65–72.
- Di Candilo, M., P. M. Bonatti, C. Guidetti, B. Focher, C. Grippo, E. Tamburini, and G. Mastromei. 2010. "Effects of Selected Pectinolytic Bacterial Strains on Water-Retting of Hemp and Fibre Properties." *Journal of Applied Microbiology* 108(1):194–203.
- Çengel, Yunus A. and Afshin J. Ghajar. 2012. *Transferência de Calor e Massa*.
- Charlet, K., C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard. 2007. "Characteristics of Hermès Flax Fibres as a Function of Their Location in the Stem and Properties of the Derived Unidirectional Composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38(8):1912–21.

- Crônier, David, Bernard Monties, and Brigitte Chabbert. 2005. "Structure and Chemical Composition of Bast Fibers Isolated from Developing Hemp Stem." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 53(21):8279–89.
- Duval, Antoine, Alain Bourmaud, Laurent Augier, and Christophe Baley. 2011. "Influence of the Sampling Area of the Stem on the Mechanical Properties of Hemp Fibers." *Materials Letters* 65(4):797–800.
- Fan, Mizi. 2010. "Characterization and Performance of Elementary Hemp Fibres: Factors Influencing Tensile Strength." *BioResources* 5(4):2307–22.
- Faruk, Omar, Andrzej K. Bledzki, Hans Peter Fink, and Mohini Sain. 2012. "Biocomposites Reinforced with Natural Fibers: 2000-2010." *Progress in Polymer Science* 37(11):1552–96.
- Finnan, John and Brendan Burke. 2013. "Nitrogen Fertilization to Optimize the Greenhouse Gas Balance of Hemp Crops Grown for Biomass." *GCB Bioenergy* 5(6):701–12.
- G. Bredemann. 1944. "Nachtrag Zu Der Arbeit: Nährstoffaufnahme Und Nährstoffbedarf Der Fasernesseln." *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 205–9.
- Gusovius, Hans Jörg. 2002. "Stoffwandlungen Und Umwelteinflüsse in Verfahrensketten Fur Faserhanf."
- Holbery, James and Dan Houston. 2006. "Natural-Fiber-Reinforced Polymer Composites in Automotive Applications." *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society* (November).
- John, Maya Jacob and Sabu Thomas. 2008. "Biofibres and Biocomposites." *Carbohydrate Polymers* 71(3):343–64.
- Kyung Hun Song and S. Kay Obendorf. 2006. "Chemical and Biological Retting of Kenaf Fibers." *Textile Research Journal* 76(10):751–56.
- Liu, Ming, Dinesh Fernando, Geoffrey Daniel, Bo Madsen, Anne S. Meyer, Marcel Tutor Ale, and Anders Thygesen. 2015. "Effect of Harvest Time and Field Retting Duration on the Chemicalcomposition, Morphology and.Pdf." *Industrial Crops and Products*.
- Liu, Ming, Dinesh Fernando, Geoffrey Daniel, Bo Madsen, nne S. Meyer, Marcel Tutor Ale, and Anders Thygesen. 2016. "Controlled Retting of Hemp Fibres: Effect of Hydrothermal Pre-Treatmentand Enzymatic Retting on the Mechanical Properties of Unidirectionalhemp/Epoxy Composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*.
- Mahjoub, Reza, Jamaludin Mohamad Yatim, Abdul Rahman Mohd Sam, and Sayed Hamid Hashemi. 2014. "Tensile Properties of Kenaf Fiber Due to Various Conditions of Chemical Fiber Surface Modifications." *Construction and Building Materials* 55:103–13.
- Maldas, D., B. V. Kokta, R. G. Raj, and C. Daneault. 1988. "Improvement of the Mechanical

-
- Properties of Sawdust Wood Fibre-Polystyrene Composites by Chemical Treatment.” *Polymer* 29(7):1255–65.
- Marrot, L., A. Lefevre, B. Pontoire, A. Bourmaud, and C. Baley. 2013. “Analysis of the Hemp Fiber Mechanical Properties and Their Scattering (Fedora 17).” *Industrial Crops and Products* 51:317–27.
- Pervaiz, Muhammad and Mohini M. Sain. 2003. “Carbon Storage Potential in Natural Fiber Composites.” *Resources, Conservation and Recycling* 39(4):325–40.
- Peter Gay. 1988. *THE COLUMBIA HISTORY OF THE WORLD*.
- Pickering, K. L., G. W. Beckermann, S. N. Alam, and N. J. Foreman. 2007. “Optimising Industrial Hemp Fibre for Composites.” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38(2):461–68.
- Pickering, K. L., M. G. Arua. Efendy, and T. M. Le. 2016. “A Review of Recent Developments in Natural Fibre Composites and Their Mechanical Performance.” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 83:98–112.
- Placet, Vincent, Frédérique Trivaudey, Ousseynou Cisse, Violaine Gucheret-Retel, and M. Lamine Boubakar. 2012. “Diameter Dependence of the Apparent Tensile Modulus of Hemp Fibres: A Morphological, Structural or Ultrastructural Effect?” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 43(2):275–87.
- Prade, Thomas, Sven Erik Svensson, Allan Andersson, and Jan Erik Mattsson. 2011. “Biomass and Energy Yield of Industrial Hemp Grown for Biogas and Solid Fuel.” *Biomass and Bioenergy* 35(7):3040–49.
- Ramadan, Riham, George Saad, Elie Awwad, Helmi Khatib, and Mounir Mabsout. 2017. “Short-Term Durability of Hemp Fibers.” *Procedia Engineering* 200:120–27.
- Röndahl, Eje, Margarida Arrobas, Luís Queijo, and M. Ângelo Rodrigues. 2017. “Resposta Do Cânhamo (Cannabis Sativa L .) à Densidade de Plantação e Fertilização Azotada.” in *V Encontro de jovens investidores*. Bragança: V encontro de jovens investigadores.
- Schäfer, Tanja and Bernd Honermeier. 2006. “Effect of Sowing Date and Plant Density on the Cell Morphology of Hemp (Cannabis Sativa L.)” *Industrial Crops and Products* 23(1):88–98.
- Shahzad, Asim. 2012. “Hemp Fiber and Its Composites - A Review.” *Journal of Composite Materials* 46(8):973–86.
- Struik, P. C., S. Amaducci, M. J. Bullard, N. C. Stutterheim, G. Venturi, and H. T. H. Cromack. 2000. “Agronomy of Fibre Hemp (Cannabis Sativa L.) in Europe.” *Industrial Crops and Products* 11:107–18.
- Suardana, N. P. G., Yingjun Piao, and Jae Kyoo Lim. 2011. “Mechanical Properties of HEMP Fibers and HEMP/PP Composites: Effects of Chemical Surface Treatment.” *Materials Physics and Mechanics* 11(1):1–8.

- Tang, K., P. C. Struik, D. Calzolari, S. Musio, C. Thouminot, M. Bjelková, Ama, Magag, and Stramk. 2017. "A Comprehensive Study of Planting Density and Nitrogen Fertilization Effect on Dual-Purpose Hemp (*Cannabis Sativa* L.) Cultivation." *Industrial Crops and Products*.
- Tang, K., P. C. Struik, X. Yin, D. Calzolari, S. Musio, C. Thouminot, M. Bjelková, V. Stramkale, G. Magagnini, and S. Amaducci. 2017. "A Comprehensive Study of Planting Density and Nitrogen Fertilization Effect on Dual-Purpose Hemp (*Cannabis Sativa* L.) Cultivation." *Industrial Crops and Products* 107(March):427–38.
- Thygesen, Anders. 2006. "Properties of Hemp Fibre Polymer Composites."
- Toriz, G., F. Denes, and R. A. Young. 2002. "Lignin-• polypropylene Composites. Part 1: Composites from Unmodified Lignin and Polypropylene." *Polymer Composites* 23(5):806–13.
- Truong, M., W. Zhong, S. Boyko, and M. Alcock. 2009. "A Comparative Study on Natural Fibre Density Measurement." *Journal of the Textile Institute* 100(6):525–29.
- Ugbolue, S. C. O. 1990. "Structure/Property Relationships in Textile Fibres." *Textile Progress* 20(4):1–43.
- Väisänen, Taneli, Oisik Das, and Laura Tomppo. 2017. "A Review on New Bio-Based Constituents for Natural Fiber-Polymer Composites." *Journal of Cleaner Production* 149:582–96.
- Weiss, Ehud, Wilma Wetterstrom, Dani Nadel, and Ofer Bar-Yosef. 2004. "The Broad Spectrum Revisited: Evidence from Plant Remains." *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*.
- van der Werf, H. M. G., J. E. Harsveld van der Veen, A. T. M. Bouma, and M. ten Cate. 1994. "Quality of Hemp (*Cannabis Sativa* L.) Stems as a Raw Material for Paper." *Industrial Crops and Products* 2(3):219–27.
- Xiaozhai Lu and Robert C. Clarke. 1995. "The Cultivation and Use of Hemp (*Cannabis Sativa* L.) in Ancient China." *Journal of the International Hemp Association*.

Anexos

A1. Código para tratamento de dados do ensaio de tração

```
i=1;

n=12;

m=2;

j=1;

q=1;

t=1;

A=zeros(120,3);

Med1=zeros(120,1);%Média Geral
Med2=zeros(40,1);%Média Densidade
while i<=n;
    k=2;
    m=2;
    mainpath =
'C:\Users\irigo\Desktop\Ensaio_Canhamo\ensaio_tracao_folha_canhamo_folha';
    filename = strcat(mainpath,num2str(i),'.xlsx');
    [SS] = xlsread(filename);
    while k==m
        M=SS(:,k);
        maximum = max(M);
        A(q,j)=maximum;
        [w,z] = size(SS);
        j=j+1;
    if j>3
        j=1;
        q=q+1;
    end
        k=k+3;
        m=m+3;
    if k>z
        k=0;
    end
    end
    i=i+1;
end
A;

mainpath = 'C:\Users\irigo\Desktop\Ensaio_Canhamo\Area';
filename = strcat(mainpath,'.xlsx');
[ZZ] = xlsread(filename);
```

```
ZZ;  
T=A./ZZ  
  
while t<=120  
    y= sum(T(t,:))/3;  
    Med1(t,1)=y;  
    t=t+1;  
end
```

A2. Valores experimentais para as amostras ensaiadas

Amostra	Limite de resistência à tração [MPa]	Densidade [g/cm³]	Módulo de elasticidade [GPA]
AD25N0B	604,6	1,44	-
AD25N50B	692,7	1,47	-
AD25N100B	702,9	1,32	-
AD25N200B	794,7	1,40	94,7
AD50N0B	845,7	1,46	83,1
AD50N50B	773,2	1,36	101,1
AD50N100B	500,8	1,55	-
AD50N200B	653,8	1,79	-
AD100N0B	756,8	1,65	-
AD100N50B	855,6	1,65	92,8
AD100N100B	616,3	1,49	-
AD100N200B	751,2	1,48	-
AEFB	446,2	1,68	-
AEGB	774,1	1,59	-
ND25N0B	391,3	1,28	-
ND25N50B	459,9	1,34	-
ND25N100B	491,2	1,62	-
ND25N200B	526,9	1,46	-
ND50N0B	602,1	1,42	-
ND50N50B	541,2	1,45	-
ND50N100B	395,0	1,65	-
ND50N200B	407,2	1,53	-
ND100N0B	451,2	1,55	-
ND100N50B	550,3	2,26	-
ND100N100B	534,3	1,91	-
ND50N200B	558,9	2,17	-

NEGB	505,0	2,19	-
NEFB	509,9	1,89	-
AN0M	711,6	1,50	-
AN50M	556,3	1,49	-
AN100M	608,4	1,90	-
AN200M	728,2	2,08	-
NN0M	446,6	1,49	-
NN50M	479,0	1,60	-
NN100M	396,1	1,80	-
NN200M	411,1	1,74	-
AEGM	471,9	1,91	-
AEFM	437,2	1,86	-
NEFM	319,9	1,86	-
NEGM	354,0	1,80	-