

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**EXPOSIÇÃO HIGROTÉRMICA E RESISTÊNCIA RESIDUAL
À TRAÇÃO APÓS CARREGAMENTOS CÍCLICOS EM
COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI REFORÇADOS COM
FIBRAS DE SISAL**

MATEUS DA SILVA BATISTA

ORIENTADORA: Prof^ª Dr^ª SANDRA MARIA DA LUZ

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

BRASÍLIA/DF: MAIO – 2022

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**EXPOSIÇÃO HIGROTÉRMICA E RESISTÊNCIA RESIDUAL À
TRAÇÃO APÓS CARREGAMENTOS CÍCLICOS EM COMPÓSITOS
DE RESINA EPÓXI REFORÇADOS COM FIBRAS DE SISAL**

MATEUS DA SILVA BATISTA

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE
ENGENHARIA MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM
CIÊNCIAS MECÂNICAS.**

APROVADA POR:

**Prof^a Dr^a Sandra Maria da Luz, DSc (ENM-UnB)
(Orientadora)**

**Prof Dr Jorge Luiz de Almeida Ferreira, DSc (ENM-UnB)
(Examinador Interno)**

**Prof Dr Ademir José Zattera, DSc (UCS)
(Examinador Externo)**

BRASÍLIA/DF, 04 DE MAIO DE 2022

FICHA CATALOGRÁFICA

BATISTA, MATEUS DA SILVA

Exposição Higrotérmica e Resistência Residual à Tração Após Carregamentos Cíclicos em Compósitos de Resina Epóxi Reforçados com Fibras de Sisal [Distrito Federal] 2022. 100p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2022).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Compósitos poliméricos

2. Fibras naturais

3. Carregamentos cíclicos

4. Exposição higrotérmica

I. ENM/FT/UnB

II. Mestre (série)

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

BATISTA, M. S. (2022). Exposição higrotérmica e resistência residual à tração após carregamentos cíclicos em compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de sisal. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 100p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Mateus da Silva Batista.

TÍTULO: Exposição Higrotérmica e Resistência Residual à Tração Após Carregamentos Cíclicos em Compósitos de Resina Epóxi Reforçados com Fibras de Sisal.

GRAU: Mestre

ANO: 2022

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Mateus da Silva Batista

Mateus da Silva Batista

Rua 21, Qd. 01, Lt. 21, Jardim Sorriso II

76.300-000 Ceres – GO – Brasil.

À memória de minha avó, Maria Inácia.

AGRADECIMENTOS

Sempre me disseram que não se faz um mestrado sozinho, e agora posso confirmar. O título até fica comigo, mas não seria recebido sem a contribuição de tanta gente maravilhosa. Por isso, agradeço de coração...

A Deus, por ser meu melhor amigo.

Aos meus pais, Gilberto e Lecy, pelo suporte incondicional, pela paciência nessa aventura, e pelo amor que sempre me deram.

Aos meus tios, Josué, Nelcy, Dejanir, Eliene, Edmar e Celina, pelo apoio em tudo.

À Dileu, pois realizar este trabalho não seria possível sem a ajuda da família Clara.

À professora Sandra Luz, pelo cuidado e consideração que sempre teve por mim, e por me ensinar tanto com humildade e sabedoria.

Aos meus amigos, por serem únicos e ouvirem minhas lamentações com carinho. Obrigado, Amanda, Célio, Felipe, Gabriel e Matheus.

Ao grupo Travazap, pela acolhida e pelo entretenimento.

Ao pessoal do SG-9, Ivan, Ian, Thiago, Gabriel, Rafael e professor Fábio, pela prontidão e dedicação em auxiliar na minha pesquisa.

Ao meu grupo de pesquisa, em especial ao Linconl e à Maria, por todo o suporte e conhecimento compartilhado.

Aos alunos da professora Carla Anflor, Daniel Fernandes e José Agualimpia, pela humanidade e, principalmente, pela luz quanto às configurações da máquina da Instron.

Ao pessoal do Laboratório de Produtos Florestais do IBAMA, em especial ao analista Alexandre Gontijo, pela parceria nas análises microscópicas.

Por fim, agradeço à CAPES, ao Decanato de Pós-Graduação (DPG-UnB) e ao PCMEC pelo incentivo e apoio financeiro na execução deste projeto.

RESUMO

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais são materiais que possuem elevada resistência mecânica associada à baixa densidade. Esses materiais atendem as demandas da engenharia em aplicações que exigem resistência à tração e à compressão, nas quais os esforços são aplicados de forma quase estática. Entretanto, para ampliar o uso desses materiais, é necessária sua caracterização mecânica sob carregamentos cíclicos e ainda é importante avaliar seu desempenho frente à exposição higrotérmica, de forma a simular intempéries. Neste trabalho, o desempenho de amostras de epóxi puro foi comparado com o de amostras de compósitos de epóxi reforçados com fibras alinhadas de sisal em laminados simétricos unidirecionais $[0^\circ/0^\circ/0^\circ/0^\circ]$ e cruzados $[0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ]$, em versões reforçadas com fibras de sisal sem tratamento, e tratadas com hidróxido de sódio (NaOH). Além disso, amostras foram imersas em água aquecida a 50 °C por 600 h, e submetidas a carregamentos cíclicos para analisar a resistência à exposição higrotérmica e aos danos por carregamentos cíclicos, respectivamente. Os materiais foram caracterizados por microdureza Vickers, resistência à tração, e resistência residual à tração após carregamentos cíclicos, além de microscopia eletrônica de varredura e óptica. Como resultado, durante a exposição higrotérmica, por exemplo, os compósitos reforçados com fibras tratadas com NaOH absorveram cerca de 40% menos águas do que os compósitos reforçados com fibras não tratadas. Além disso, a exposição higrotérmica reduziu em 4% a dureza e em 8% a resistência à tração dos compósitos reforçados com fibras tratadas, e, para as mesmas propriedades, a redução foi de 6% e 13%, respectivamente, para os materiais reforçados com fibras sem tratamento. Quanto à tração, o compósito reforçado com fibras unidirecionais tratadas atingiu cerca de 1,4 vezes mais resistência que o material reforçado com fibras sem tratamento. Para o mesmo nível de força aplicada, a resistência residual após carregamentos cíclicos foi mantida praticamente a mesma para os compósitos reforçados com fibras unidirecionais tratadas com NaOH. Enquanto isso, o material reforçado com fibras sem tratamento apresentou uma redução na resistência à tração de até 20% após os carregamentos cíclicos. Quanto à microscopia da região de fratura das amostras mostrou que a interface entre as fibras e a matriz polimérica desempenhou um papel importante no desempenho dos compósitos em todos os testes. Diante disso, os compósitos reforçados com fibras de sisal se mostraram resistentes aos carregamentos cíclicos associados a intempéries.

Palavras-chave: Compósitos poliméricos, Sisal, Tratamento com NaOH, Propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Natural fiber reinforced polymer composites are materials that have high mechanical strength associated with low density. These materials already meet engineering demands in applications that require tensile and compressive strength, where stresses are applied almost statically. However, to expand the use of these materials, their mechanical characterization under cyclic loading is necessary, and it is still relevant to evaluate their performance against hygrothermal exposure to simulate the weathering. Therefore, in this work, the performance of pure epoxy samples was compared with epoxy composites' samples reinforced with sisal aligned fibers in unidirectional $[0^\circ/0^\circ/0^\circ/0^\circ]$ and crossed $[0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ]$, in versions reinforced with untreated sisal fibers and treated with sodium hydroxide (NaOH). In addition, samples were immersed in water heated to 50 °C for 600 hours, and subjected to cyclic loading to analyze their strength to hygrothermal exposure and damage by cyclic loading, respectively. The materials were characterized by Vickers microhardness, tensile strength, residual tensile strength after cyclic loading, and scanning electron and optical microscopy. As a result, during hygrothermal exposure, composites reinforced with NaOH-treated fibers absorbed about 40% less water than composites reinforced with untreated fibers. In addition, hygrothermal exposure reduced the hardness by 4% and the tensile strength of treated fiber-reinforced composites by 4% and, for the same properties, the reduction was 6% and 13%, respectively, for the reinforced materials. with untreated fibers. As for tensile, the composite reinforced with unidirectional treated fibers reached about 1.4 times more strength than the material reinforced with untreated fibers. For the same stress level, the residual strength after cyclic loading was practically the same for composites reinforced with unidirectional fibers treated with NaOH. Meanwhile, the untreated fiber-reinforced material tensile strength was reduced by about 20% after cyclic loading. The fractured region of the samples' microscopy shows that the interface between the fibers and the polymer matrix is vital in composites' performance in all mechanical tests. Therefore, the composites reinforced with sisal fibers obtained are resistant when subjected to cyclic loads and weather conditions.

Keywords: Polymeric composites, Sisal, NaOH treatment, Mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Ilustração do processo de moldagem por compressão.	6
Figura 2 – Planta de sisal (<i>Agave sisalana</i>).	10
Figura 3 – Efeitos da água no interior de compósitos; (a) inchamento da fibra causado pela entrada de água; (b) vazios causados pelo descolamento entre a fibra e a matriz.	13
Figura 4 – Carregamento variável ao longo do tempo aplicado em testes de fadiga.	16
Figura 5 – Fluxograma do trabalho de pesquisa. MO – microscopia óptica; MEV – microscopia eletrônica de varredura.	20
Figura 6 – Longos fios de fibras de sisal como fornecidos, sem tratamentos ou escovação (a) e sistema de resina epóxi AR-260 e endurecedor AH-260 (b).	21
Figura 7 – Procedimento de costura das mantas de sisal com linha de algodão (a) e manta de sisal após a costura (b).	22
Figura 8 – Degasagem do sistema de resina epóxi e endurecedor (a) aplicação de resina epóxi sobre manta de sisal (b).	23
Figura 9 – Orientação das camadas de fibras nos compósitos.	24
Figura 10 – Imersão dos corpos de prova de compósitos e resina epóxi pura.	27
Figura 11 – Imersão de amostra de compósito em água para determinar a densidade do material.	29
Figura 12 – Dimensões dos corpos de prova utilizados nos testes mecânicos.	30
Figura 13 – Corpo de prova de epóxi puro com extensômetro durante teste na Instron 8801.	31
Figura 14 – Amostras preparadas com fitas de carbono condutoras (a), e microscópio eletrônico de varredura (b).	33
Figura 15 – Espectro inicial de FTIR da resina epóxi.	34
Figura 16 – Espectros de FTIR da resina epóxi ao longo dos intervalos de tempo.	35
Figura 17 – Grau de cura da resina epóxi ao longo do tempo.	35
Figura 18 – Compósitos reforçados com fibras orientadas a 90° após a exposição higrotérmica.	36
Figura 19 – Curvas de absorção de água durante a exposição higrotérmica.	37
Figura 20 – Dureza dos materiais antes e após exposição higrotérmica.	40
Figura 21 – Microscopia da superfície do epóxi puro antes (a) e após envelhecimento (b); do compósito epóxi/sisal unidirecional sem tratamento antes (c) e após envelhecimento (d); do compósito epóxi/sisal unidirecional tratado com NaOH antes (e) e após	

envelhecimento (f); do compósito epóxi/sisal cruzado sem tratamento antes (g) e após envelhecimento (h); do compósito epóxi/sisal cruzado tratado com NaOH antes (i) e após envelhecimento (j).	42
Figura 22 – Limite de resistência à tração dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.	43
Figura 23 – Módulo de elasticidade dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.	46
Figura 24 – Tensão versus número de ciclos para ruptura por fadiga, as setas indicam <i>run-out</i>	49
Figura 25 – Resistência residual de tração para a resina epóxi pura (a); do compósito epóxi/sisal unidirecional sem tratamento (b); do compósito epóxi/sisal unidirecional tratado com NaOH (c); do compósito epóxi/sisal cruzado sem tratamento (d); e do compósito epóxi/sisal cruzado tratado com NaOH (e). *: Após exposição higrotérmica; ^{a, ab, b, c} : Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.	51
Figura 26 – Microscopia da superfície de fratura da resina epóxi pura 30x (a) e 150x (b), e da resina epóxi após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).	54
Figura 27 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras unidirecionais sem tratamento 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).	55
Figura 28 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras unidirecionais tratadas com NaOH 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).	56
Figura 29 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras cruzadas sem tratamento 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).	57
Figura 30 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras cruzadas tratadas com NaOH 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).	58
Figura 31 – Instron 8801 do laboratório de materiais da FGA-UnB.	79
Figura 32 – Controlador da Instron 8801.	80
Figura 33 – Menu do Instron Console.	81
Figura 34 – Tela inicial do Wavematrix.	82
Figura 35 – Modelos de testes dinâmicos disponíveis no Wavematrix.	82
Figura 36 – Configuração da etapa da rampa inicial para testes dinâmicos.	83

Figura 37 – Configuração da etapa de carregamentos cíclicos.	84
Figura 38 – Configuração da rampa de descarregamento para testes dinâmicos.	84
Figura 39 – Configuração do gráfico de acompanhamento dos testes.	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Descrição dos materiais testados.	25
Tabela 2 – Dados dos testes de carregamentos cíclicos para os materiais.	32
Tabela 3 – Dados dos testes de exposição higrotérmica para os materiais.	38
Tabela 4 – Propriedades dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.....	39
Tabela 5 – Microdureza Vickers dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.....	41
Tabela 6 – Resistência à tração dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.....	44
Tabela 7 – Módulo de elasticidade dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.	47
Tabela 8 – Densidade dos materiais (Dunnett).....	86
Tabela 9 – Densidade dos materiais (Tukey)	87
Tabela 10 – Dureza dos materiais (Dunnett).....	88
Tabela 11 – Dureza dos materiais (Tukey).....	89
Tabela 12 – Resistência à tração dos materiais (Dunnett).....	90
Tabela 13 – Resistência à tração dos materiais (Tukey)	91
Tabela 14 – Módulo de Elasticidade dos materiais (Dunnett).....	92
Tabela 15 – Módulo de Elasticidade dos materiais (Tukey)	93
Tabela 16 – Resistência específica dos materiais (Dunnett)	94
Tabela 17 – Resistência específica dos materiais (Tukey).....	95
Tabela 18 – Resistência residual à tração após carregamentos cíclicos (Dunnett)	96
Tabela 19 – Resistência residual à tração para o epóxi puro (Tukey).....	98
Tabela 20 – Resistência residual à tração para o Sisal (UD)/Epóxi (Tukey)	98
Tabela 21 – Resistência residual à tração para o NaOH-Sisal (UD)/Epóxi (Tukey)	99
Tabela 22 – Resistência residual à tração para o Sisal (CP)/Epóxi (Tukey).....	99
Tabela 23 – Resistência residual à tração para o NaOH-Sisal (CP)/Epóxi (Tukey)	100

LISTA DE ABREVIACOES, SIGLAS E SMBOLOS

- A_{1510} : Absorbncia da banda de 1510 cm^{-1}
 A_{914} : Absorbncia da banda de 914 cm^{-1}
 M_m : Mximo ganho de massa aps imerso em gua
 W_f : Frao de peso de fibras
 W_m : Frao de peso de matriz
 $m_{\acute{a}gua}$: Massa do material na gua
 m_{ar} : Massa do material no ar
 m_f : Massa final do material
 m_i : Massa inicial do material
 m_t : Massa no momento t
 ρ_a : Densidade da gua
 ρ_c : Densidade do compsito
 ρ_f : Densidade das fibras
 ρ_m : Densidade da matriz
AH-260: Endurecedor para a resina epxi
AR-260: Resina epxi
ASTM: American Society for Testing and Materials
BMW: Bayerische Motoren Werke
BOAC: British Overseas Airways Corporation
C=C: Ligao dupla entre dois tomos de carbono
C-C: Ligao simples entre dois tomos de carbono
C-O: Ligao simples entre um tomo de carbono e um tomo de oxignio
CP: Laminado com fibras cruzadas
 d : Comprimento mdio das diagonais das endentaes no teste de dureza
FGA: Faculdade do Gama
FTIR: Infravermelho com transformada de Fourier
 h : Espessura do corpo de prova
IBM: International Business Machines
KBr: Brometo de potssio
MEV: Microscopia eletrnica de varredura
 NaHCO_3 : Bicarbonato de sdio

NaOH: Hidróxido de sódio

OH: Grupo hidroxila

P_s : Massa do material seco

P_u : Massa do material após imersão em água

S-N: Tensão versus vida em fadiga

SPSS: Statistical Package for the Social Sciences

UD: Laminado com fibras unidirecionais

UnB: Universidade de Brasília

$\sigma_{m\acute{a}x}$: Tensão máxima aplicada aos ciclos de carregamento

$\sigma_{m\acute{e}d}$: Tensão média aplicada aos ciclos de carregamento

$\sigma_{m\acute{i}n}$: Tensão mínima aplicada aos ciclos de carregamento

σ_t : Tensão de ruptura por tração

D : Coeficiente de difusão

F : Força aplicada

$M(\%)$: Teor de umidade absorvida

$M(t)$: Massa em função do tempo

R : Razão de carregamento

k : Inclinação inicial da curva da massa em função do tempo

α : Grau de cura da resina epóxi

SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO	1
1.1– OBJETIVO GERAL.....	4
1.2– OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
2 – REVISÃO DE LITERATURA.....	5
2.1 – OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS DE RESINA TERMORRÍGIDA REFORÇADOS COM FIBRAS.....	5
2.2 – ORIENTAÇÃO DAS FIBRAS EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS	7
2.3 – FIBRAS DE SISAL COMO REFORÇO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS .	9
2.4 – ENVELHECIMENTO POR EXPOSIÇÃO HIGROTÉRMICA.....	12
2.5 – CARREGAMENTOS CÍCLICOS EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS	15
3 – METODOLOGIA.....	20
3.1 – DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS.....	21
3.2 – TRATAMENTO SUPERFICIAL E OBTENÇÃO DAS MANTAS DE FIBRAS DE SISAL	21
3.3 – OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS DE EPÓXI PURO E LAMINADOS DE COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI E SISAL	22
3.4 – ANÁLISE DA RESINA EPÓXI POR INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	25
3.5 – ENVELHECIMENTO HIGROTÉRMICO ACELERADO	26
3.6 – MICRODUREZA DOS MATERIAIS.....	28
3.7 – DENSIDADE DOS MATERIAIS	28
3.8 – CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DOS MATERIAIS.....	30
3.9 – RESISTÊNCIA RESIDUAL À TRAÇÃO APÓS CARREGAMENTOS CÍCLICOS	31
3.10 – ANÁLISE ESTATÍSTICA	32

3.11 – CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA POR MICROSCOPIA ÓPTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	33
4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
4.1 – GRAU DE CURA DA RESINA EPÓXI DETERMINADA POR FTIR.....	34
4.2 – EFEITOS DA EXPOSIÇÃO HIGROTÉRMICA	36
4.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DE TRAÇÃO	43
4.4 – RESISTÊNCIA RESIDUAL APÓS CARREGAMENTOS CÍCLICOS	48
4.5 – MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE DE FRATURA APÓS ENSAIOS DE TRAÇÃO.....	53
5 – CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	60
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	62
APÊNDICES	77
A – CONFIGURAÇÕES DE CARREGAMENTOS CÍCLICOS.....	78
B – ANÁLISES ESTATÍSTICAS	86

1 – INTRODUÇÃO

Os compósitos poliméricos são submetidos a carregamentos cíclicos em suas aplicações automotivas, aeronáuticas e afins, e conseqüentemente são suscetíveis à fadiga (GHOBADI, 2017). A fadiga é um processo de dano localizado cumulativo, que parte da iniciação de trincas e propagação até a fratura de componentes, causado por tensões que variam no tempo (LEE et al., 2005). O mesmo autor cita que as deformações causadas durante os carregamentos cíclicos podem causar a deformação plástica em locais de concentração de tensões nos materiais, que atuam como regiões de nucleação de trincas. Além disso, a ruptura de componentes pode acontecer mesmo aplicando forças abaixo da máxima resistência à tração ou compressão de um material (DOWLING, 2012).

As primeiras publicações sobre o estudo da fadiga em materiais foram realizados em 1837 por Wilhelm Albert (MAKI, 2021) e em 1858 por August Wöhler (ZENNER; HINKELMANN, 2019). Os autores tratavam da fadiga em correntes metálicas e em eixos ferroviários, respectivamente. Acidentes tais como o dos aviões Havilland Comet da British Overseas Airways Corporation (BOAC), em 1954, e o Boeing 737 da Aloha Airlines, em 1988, reforçam a importância em estudar de forma mais profunda o fenômeno de fadiga.

No primeiro caso, trincas por fadiga foram causadas pela concentração de tensões no recorte das janelas na fuselagem do avião (WITHEY, 1997). No segundo caso, os danos por fadiga começaram com trincas nas juntas da fuselagem, que a arrancaram em pleno voo após muitas viagens sobre ambiente marítimo (HAMM; IMTIAZ; RAJU, 2021).

Ainda hoje, a fadiga é o principal motivo das falhas em componentes de aeronaves (TAVARES; CASTRO, 2017), tanques de armazenamento em veículos (ZHANG et al., 2019), rolamentos de máquinas e de uso ferroviário (GUO et al., 2018), entre outras aplicações de engenharia. Diante disso, esse fenômeno tem sido largamente estudado em todas as classes de materiais.

Os compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras são materiais conhecidos por sua elevada resistência mecânica associada ao baixo peso. As fibras mais utilizadas como reforço nesses materiais são de origem sintética, como as de vidro, de carbono e de Kevlar (aramida). Esses materiais apresentam complexo mecanismo de danos frente aos carregamentos cíclicos até atingir sua falha (SONG et al., 2021). Isso ocorre devido a variabilidade nas fibras de reforço, e a adesão entre a fibra e a matriz, e dificulta a previsão de sua vida em fadiga

(VASSILOPOULOS, 2020).

Na busca por compreender melhor o progresso do dano nesses materiais e prever a vida em fadiga, são realizadas análises de fadiga funcional, que está ligada à degradação das propriedades funcionais de componentes submetidos a carregamentos cíclicos (CHOWDHURY et al., 2014). A da rigidez residual, por exemplo, avalia a redução na rigidez do material durante os ciclos de carregamento (MAHBOOB; BOUGHERARA, 2020). A resistência residual, que é medida por meio de testes de tração após determinados números de ciclos de carregamentos, também é utilizada para a análise de fadiga funcional (GANESAN; JOANNA, 2020). Mesmo sujeitos à fadiga funcional, os compósitos poliméricos reforçados com fibras sintéticas possuem elevada resistência aos danos por carregamentos cíclicos.

Apesar da elevada resistência mecânica, a obtenção de fibras sintéticas é um processo que consome grande quantidade de energia, e os pesquisadores testam fibras alternativas. É o caso das fibras naturais de origem vegetal, também conhecidas como fibras lignocelulósicas devido a sua composição de lignina, hemicelulose e celulose. As fibras naturais são amigáveis ao meio ambiente, tratando-se de um recurso renovável. Entretanto, seu uso ainda é limitado a compósitos de aplicações não estruturais, justamente pela falta de conhecimento sobre seu desempenho frente aos testes feitos para materiais de alto desempenho, como o de fadiga, de fluência, de tenacidade à fratura e outros.

Essas fibras possuem elevada resistência mecânica, associada à baixa densidade, e as obtidas da planta de linho possuem destaque como reforço em compósitos poliméricos pelo seu elevado teor de celulose, que é o componente responsável pela resistência dessas fibras (SZEBÉNYI et al., 2020). Porém, as fibras de juta, de sisal, de curauá e de outras plantas com larga disponibilidade no Brasil também têm sido testadas como reforço em matrizes poliméricas. Além disso, compósitos poliméricos híbridos têm sido desenvolvidos, utilizando fibras sintéticas e naturais como reforço, com o objetivo de substituir parte do uso de fibras sintéticas mantendo a resistência mecânica desses compósitos (FENG et al., 2019).

Entre as plantas das quais são extraídas as fibras naturais, o sisal é abundante no Brasil, e o maior centro de produção de fibras de sisal é localizado no Estado da Bahia. Suas fibras fornecem elevada resistência à tração para compósitos poliméricos, principalmente após tratamentos químicos (SILVA et al., 2021). Apesar disso, entre as poucas publicações sobre compósitos reforçados com fibras de sisal frente aos carregamentos cíclicos, não foi observado o efeito do tratamento das fibras na sua vida em fadiga (TOWO; ANSELL, 2008). Isso indica

a necessidade de testar compósitos de sisal com tratamentos mais eficientes a fim de averiguar seu efeito na resistência aos carregamentos cíclicos.

Outra questão que influencia a resistência mecânica dos compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais é a umidade. Por natureza, essas fibras são hidrofílicas e absorvem água do ambiente as quais estão expostas. A combinação de umidade e elevadas temperaturas é referenciada como exposição higrotérmica e causa um envelhecimento acelerado nesses compósitos. Em geral, a vida em fadiga é menor para esses materiais após a exposição higrotérmica, pois essa exposição pode causar trincas prematuras em matrizes devido os carregamentos cíclicos, que reduzem sua resistência mecânica (FULCO et al., 2019). Entretanto, após a exposição higrotérmica também foi reportado a reorganização das cadeias celulósicas das fibras de linho como causa do aumento da resistência à fadiga de compósitos poliméricos (BERGES et al., 2016). Essa falta de consenso destaca a necessidade de estudos sobre os efeitos dos carregamentos cíclicos em compósitos reforçados com fibras naturais.

Mediante o exposto, é observado que ainda há algumas lacunas no estudo de compósitos reforçados com fibras naturais. No caso das fibras de sisal, apesar de sua abundância no Brasil, ainda existem poucos estudos que testam o material para aplicações em compósitos estruturais. Nesses estudos, os testes mecânicos de tração, de flexão e de resistência ao impacto são comuns, porém há poucos trabalhos sobre testes realizados em materiais de alto desempenho, como os de resistência aos carregamentos cíclicos, e que avaliem seus efeitos combinados com a exposição higrotérmica. Por isso, o presente trabalho visa realizar testes de resistência residual após carregamentos cíclicos em compósitos poliméricos de resina epóxi reforçados com fibras de sisal.

1.1 – OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho foi promover o uso de fibras naturais demonstrando seu desempenho mecânico em compósitos de resina epóxi reforçados com fibras extraídas da planta de sisal frente a testes realizados para materiais de alto desempenho.

1.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Investigar os efeitos causados pelos danos de carregamentos cíclicos associados à influência do envelhecimento acelerado por exposição higrotérmica na resistência residual à tração de compósitos reforçados com fibras de sisal;
- Obter materiais compósitos com melhor desempenho a tais efeitos através do tratamento químico da superfície das fibras de sisal e do alinhamento das fibras na direção em que a força é aplicada no material.

2 – REVISÃO DE LITERATURA

2.1 – OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS DE RESINA TERMORRÍGIDA REFORÇADOS COM FIBRAS

Na obtenção de compósitos de resina termorrígida reforçada com fibras sintéticas ou naturais é importante a distribuição uniforme das fibras na matriz para que o desempenho do material atenda aos requisitos para o qual foi projetado. Para isso existem algumas técnicas mecanizadas, com maior grau tecnológico, como a pultrusão e o enrolamento filamental, mas há também técnicas manuais e eficazes como o *hand lay-up*.

A técnica da pultrusão e do enrolamento filamental utilizadas principalmente para compósitos poliméricos reforçados com fibras sintéticas, devido ao padrão e comprimento dos fios. Porém foram reportados na literatura trabalhos que utilizam o enrolamento filamental de forma adaptada para obter placas de compósitos de resina epóxi reforçados com fibras naturais de *kenaf*. Nesses trabalhos as fibras são impregnadas em resina e enroladas em moldes retangulares de placas finas para o corte e cura. A resistência à tração desses compósitos é elevada, cerca de 50 MPa (SAPIAI et al., 2020) e 80 MPa (MANAP; JUMAHAT; SAPIAI, 2015), para fibras de *kenaf* sem tratamento químico e tratadas com NaOH, respectivamente.

Ademais, a produção manual é outra forma de obter compósitos de resina termorrígida reforçados com fibras, esse processo, também conhecido como *hand lay-up*, é seguido por um processo de moldagem por compressão e oferece vantagem em relação aos outros métodos pela sua simplicidade. Esse método permite a obtenção de compósitos de forma econômica, e que são tão resistentes quanto os obtidos a partir de pultrusão ou enrolamento filamental, atingindo, por exemplo, cerca de 100 MPa de resistência à tração em compósitos epóxi reforçados com fibras de linho (SALASINSKA et al., 2021).

O procedimento parte de um molde preparado com filme/spray desmoldante recebe uma camada de resina e em seguida camadas de fibra são sobrepostas intercaladas com camadas de resina (*hand lay-up*), e finalmente a pilha de resina e fibras é coberta pela tampa do molde e comprimida até a cura da resina (CHAUDHARY; BAJPAI; MAHESHWARI, 2018). O processo de moldagem por compressão pode ser realizado com aquecimento ou não dos moldes, dependendo do tipo de resina utilizada. A Figura 1 ilustra o processo de moldagem por compressão. Compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de *kenaf* e da folha de abacaxi

moldados por compressão apresentam elevada resistência à tração e baixo teor de vazios na sua composição, acarretando na baixa absorção de água no material após a cura (KUMAR; SAHA; BHOWMIK, 2022).

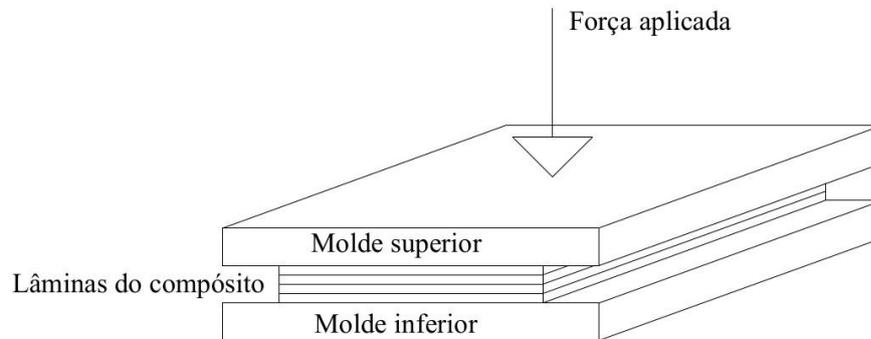


Figura 1 – Ilustração do processo de moldagem por compressão.

Além disso, preregs, que são materiais semiacabados de fibra e resina termorrígida parcialmente curada, também podem ser obtidos de forma manual. A obtenção de preregs parte também da disposição de fibras sob um filme desmoldante, em seguida essas fibras são impregnadas por uma camada de resina antes da sua cura, e após atingir o estágio de gel da resina, em que parte da cura foi atingida, o prepreg é armazenado sob refrigeração abaixo de 0 °C (SILVA et al., 2021). Na obtenção de laminados a partir de preregs basta empilhar folhas de preregs e comprimi-las até atingir a cura completa da resina, dependendo do tipo de resina, a cura pode ser em temperatura ambiente ou em temperatura elevada.

No processo de obtenção de laminados compósitos é comum o aprisionamento de bolhas de ar formadas durante a mistura da resina ou durante o seu despejo nas fibras. Esse problema exige atenção, principalmente no processo de empilhamento manual, e para essa problemática, o uso de vácuo da forma correta pode auxiliar na remoção dessas bolhas de ar, que geram vazios nos laminados (MEHDIKHANI et al., 2019). Porém, os mesmos autores observam que a aplicação de vácuo pode ser uma fonte geradora de vazios maiores formados por micro vazios. Assim, de uma forma mais simples, a obtenção de compósitos apenas comprimidos com o auxílio de uma prensa pode ser aprimorada através da degasagem da resina antes do despejo nas fibras de forma a evitar vazios no interior do compósito (TEIXEIRA; LIBERA JUNIOR; LUZ, 2021).

Além do mais, a orientação das fibras desempenha papel importante na resistência mecânica de compósitos poliméricos reforçados com fibras, e quanto mais alinhadas são as

fibras, mais resistência elas podem fornecer ao compósito. Por isso, é necessário aplicar técnicas que mantenham as fibras alinhadas durante a obtenção de compósitos. Assim, a técnica de escovar as fibras após terem sido lavadas ou tratadas e as costurar com linha de algodão tem-se mostrado eficiente em manter as fibras alinhadas, e em fornecer elevada resistência à tração (LI et al., 2015).

Em suma, o tipo de fibra (sintética ou natural) influencia no processo de obtenção de compósitos de matriz polimérica e as fibras lignocelulósicas ainda exigem um desenvolvimento tecnológico para a obtenção de fios longos e padronizados para serem utilizadas em processos de obtenção automatizadas. Em adição, a orientação das fibras também influencia na obtenção e resistência mecânica dos compósitos poliméricos, a próxima seção detalha essa influência.

2.2 – ORIENTAÇÃO DAS FIBRAS EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras podem ser obtidos de várias formas através da posição das fibras na matriz polimérica. As fibras sintéticas ou naturais podem ser utilizadas como fibras curtas, longas, tecidas ou em formato de mantas. Quanto à orientação, as fibras podem ser alinhadas em uma só direção, ou em mais de uma direção combinadas em uma pilha de lâminas (laminados), ou, ainda, podem ser dispostas de forma aleatória na matriz polimérica.

As fibras curtas são largamente utilizadas na indústria automotiva como reforço em compósitos poliméricos de matriz termoplástica através do processo de extrusão e moldagem (SLISERIS; YAN; KASAL, 2016). O tamanho das fibras curtas também é um fator determinante na resistência do compósito. Pois as fibras devem ter comprimento suficiente para receber a carga transmitida pela matriz sem sua ruptura, porém fibras com comprimentos muito grandes tendem a aglomerar e criar regiões menos resistentes no compósito (PICKERING; EFENDY; LE, 2016). Isso também dificulta a obtenção desses materiais com propriedades mecânicas padronizadas.

O desempenho de compósitos poliméricos reforçados com fibras curtas em testes de tração e de fadiga é o menor em relação às fibras longas unidirecionais e tecidas (BENSADOUN et al., 2016). O desempenho do compósito é melhorado quando as fibras curtas são sintéticas, feitas de carbono, por exemplo, atingindo cerca de 100 MPa de resistência à

tração quando carregado com 50% da máxima resistência à tração (CAPELA; OLIVEIRA; FERREIRA, 2019). Além disso, compósitos poliméricos reforçados com fibras curtas permitem a obtenção de peças e componentes com geometrias complexas, como curvas e afins, e possuem maior resistência ao desgaste em relação aos reforçados com fibras longas (SARATH et al., 2021).

Nas aplicações estruturais, as fibras de reforço em compósitos poliméricos são alinhadas de forma tecidas ou não tecidas. A obtenção de compósitos com tecidos de fibras é vantajosa pela simplicidade em relação aos compósitos reforçados com fibras soltas, além disso, suas propriedades mecânicas são mais equilibradas nas direções 0° e 90° , de forma quase isotrópica (MALLICK, 2007).

Em geral, o desempenho mecânico de compósitos reforçados com tecidos de fibras fica entre o apresentado por compósitos reforçados com fibras unidirecionais e o das fibras curtas aleatórias. Isso ocorre pois há fibras orientadas na direção em que a força é aplicada no material, porém o processo de tecer gera fibras desalinhadas (onduladas) que resistem menos em relação às fibras alinhadas (BENSADOUN et al., 2016). Nas aplicações desses materiais, um componente é submetido a forças em várias direções, por isso é comum a produção de laminados formados por camadas de fibras orientadas em diferentes direções.

A orientação das fibras de um compósito polimérico em relação à direção que as forças são aplicadas no material também influencia a sua resistência mecânica. Laminados com camadas de fibras orientadas a 0° em relação à força aplicada, também referenciados como unidirecionais, possuem maior resistência à tração e, conseqüentemente, à fadiga, pois a resistência das fibras é maior quando forças são aplicadas na direção do seu eixo longitudinal (LIANG; GNING; GUILLAUMAT, 2014).

Nas configurações de laminados cruzados (do inglês, *cross-ply*) as camadas de fibras são empilhadas ora a 0° , ora a 90° . Ao passo que os laminados orientados em ângulos (do inglês, *angle-ply*) possuem camadas de fibras orientadas em ângulos diferentes de 0° e 90° . Como exemplo, compósitos híbridos reforçados com fibras de juta e carbono orientadas a 0° a resistência à tração é 53% e 71% maior que compósitos cruzados e em ângulos diferentes de 0° , respectivamente (SUJON; HABIB; ABEDIN, 2020).

A ruptura em compósitos reforçados com fibras unidirecionais em testes de tração depende principalmente da resistência das fibras e da sua adesão com a matriz. Esse processo de falha se inicia com a ruptura de fibras de menor resistência, o que pode gerar uma região

vazia com concentração de tensões, em seguida as fibras vizinhas se rompem e propagam o vazio inicial em uma trinca que aumenta até a falha do compósito (CHAWLA, 2019).

Em compósitos com baixa adesão entre a fibra e a matriz a ruptura das fibras de menor resistência causa o descolamento da fibra, e com o aumento da força o descolamento segue ao longo da fibra por regiões menos resistentes até causar a falha no material (MA et al., 2016). Os mesmos autores observam que para resinas epóxi reforçadas com fibras de carbono a adesão entre os materiais é elevada e a ruptura das fibras menos resistentes inicia trincas na matriz que também são propagadas pelas regiões menos resistentes até a falha do compósito.

Como mencionado, os mecanismos de dano por carregamentos cíclicos nesses materiais são o trincamento da matriz, o descolamento entre a fibra e matriz, a ruptura das fibras e a delaminação entre as camadas do laminado (CHAWLA, 2019). A orientação das fibras influencia na propagação desses danos durante os carregamentos cíclicos de compósitos poliméricos e, conseqüentemente, na sua vida em fadiga.

A análise de curvas de histerese da tensão e deformação nos ciclos de carregamento mostra que compósitos unidirecionais dissipam menos energia sob carregamentos cíclicos que os compósitos bidirecionais ou reforçados com tecidos, isso indica seu menor acúmulo de danos e deformações permanentes em cada ciclo de carregamento (BENSADOUN et al., 2016). Os mesmos autores observam que a presença de camadas orientadas a 90° do eixo de aplicação das forças no material tendem a sofrer mais delaminações, pois as trincas iniciais partem dessas camadas e se propagam de forma paralela às camadas orientadas a 0°.

Mediante o exposto, a orientação das fibras possui um papel importante na resistência mecânica dos compósitos, os quais possuem melhor desempenho mecânico quando as fibras são orientadas a 0° em relação ao eixo de aplicação de forças nos testes do material. Ademais, fibras naturais, como as de juta, possuem bom desempenho no reforço desses compósitos, e como discutido na próxima seção, as fibras de sisal também possuem potencial para reforço.

2.3 – FIBRAS DE SISAL COMO REFORÇO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

A partir das folhas do sisal (*Agave sisalana*), são extraídas fibras lignocelulósicas e, por mais que a planta não seja nativa do Brasil, o maior centro de produção de fibras de sisal do mundo é localizado no Estado da Bahia (DAMASCENO et al., 2019). A Figura 2 mostra uma planta de sisal, mostrando suas folhas compridas, o que possibilita a extração de fibras longas. As fibras do sisal apresentam elevada resistência mecânica e disponibilidade associadas ao

baixo custo, o que impulsiona pesquisadores e indústrias na busca por aplicá-las como reforço em materiais compósitos de matriz polimérica (MBECHE; OMARA, 2020).



Figura 2 – Planta de sisal (*Agave sisalana*).

Diante das propriedades mecânicas das fibras de sisal, seu uso na produção de cordas, redes de pesca, e estofamento é comum (NAVEEN et al., 2019). Porém, a indústria automobilística as utilizam como reforço em compósitos poliméricos, como exemplo na fabricação de painéis do interior da porta de automóveis da Mercedes Benz e da BMW nos anos 1990, como reforço de resina epóxi e resina acrílica, respectivamente (AKAMPUMUZA et al., 2017). Além disso, as matrizes de polímeros termorrígidos são as mais utilizadas em compósitos reforçados com fibras de sisal e possuem resistência específica comparável a compósitos de fibra de vidro, por isso são aplicadas em estruturas secundárias e bens de consumo (JOSEPH et al., 1999).

Entretanto, as fibras de sisal possuem baixa adesão com as matrizes poliméricas, por isso essas fibras precisam ser tratadas física ou quimicamente para que seu uso como reforço seja efetivo. A fim de melhorar a adesão entre as fibras e matriz a imersão das fibras em soluções alcalinas como o bicarbonato de sódio (NaHCO_3) promove a resistência à tração de compósitos de matriz polimérica em até 1,2 vezes (CHAITANYA; SINGH, 2018). Entretanto o tratamento com soluções de hidróxido de sódio (NaOH) é o mais utilizado pela eficiência e simplicidade. Esse tratamento solubiliza a hemicelulose e lignina das fibras e melhora sua resistência mecânica através da modificação de sua cristalinidade (ALBINANTE; PACHECO; VISCONTE, 2013). Como exemplo, fibras lignocelulósicas extraídas dos galhos de palmeiras apresentam cerca de 180% de aumento na resistência à tração após o tratamento com NaOH (AMROUNE et al., 2021). E para compósitos poliméricos reforçados com fibras de juta, que

passam pelo mesmo tratamento é observado um aumento na resistência à tração de até 18% em relação aos reforçados com fibras não tratadas (PIRES et al., 2012).

Como será discutido posteriormente na seção 2.3, a absorção de água das fibras lignocelulósicas é um problema que reduz a resistência mecânica de compósitos poliméricos, por isso é importante considerar o efeito na absorção de água das fibras após o tratamento químico. Soluções de hidróxido de sódio mantêm a resistência mecânica das fibras, porém é possível observar um aumento na sua absorção de água (GUDAYU et al., 2020). Os mesmos autores observam que a acetilação das fibras de sisal é capaz de reduzir a absorção de água das fibras com o detrimento da sua resistência à tração. Assim, na escolha do tratamento químico a ser realizado nas fibras é necessário considerar aquele que reduz a absorção de água do material sem o detrimento da sua resistência mecânica.

Nos trabalhos publicados sobre compósitos poliméricos reforçados com fibras de sisal, a matriz de resina epóxi é a mais utilizada por apresentar maior resistência à tração, porém também são obtidos compósitos de resina poliéster (CAVALCANTI et al., 2021). A resistência à tração de compósitos de resina epóxi varia conforme o fabricante e a quantidade de fibra, porém compósitos reforçados com fibras alinhadas de sisal podem atingir cerca de 180 MPa (LI et al., 2015). Estudos recentes que utilizam fibras de sisal como reforço em compósitos híbridos. Nesses casos a resistência à tração é maior, acima de 90 MPa para híbridos com fibras de Kevlar (JAGADEESH et al., 2021), e acima de 120 MPa para híbridos com fibras de vidro (ARUMUGAM et al., 2020). Quanto à resistência química de compósitos de resina poliéster reforçados com fibras de sisal foi reportado que o material não apresenta perda de massa quando exposto a ácidos, álcalis e solventes (KHANAM et al., 2011).

A literatura ainda carece de informações acerca do impacto do tratamento das fibras de sisal na vida à fadiga de compósitos de matriz termorrígida. Para compósitos epóxi reforçados com fibras curtas de sisal, é observada uma pequena redução na resistência à fadiga após exposição higrotérmica (KANNY; MOHAN, 2013). Apesar da melhoria na resistência à tração proporcionada pelos tratamentos químicos, para o tratamento com baixa concentração de NaOH nas fibras longas de sisal e alinhadas não foi observada a melhoria na resistência à fadiga de matrizes epóxi (TOWO; ANSELL, 2008). Isso destaca a importância de estudar a influência de tratamentos químicos mais eficientes na resistência aos carregamentos cíclicos de compósitos poliméricos reforçados com fibras de sisal.

2.4 – ENVELHECIMENTO POR EXPOSIÇÃO HIGROTÉRMICA

Os compósitos poliméricos são expostos à natureza nas suas diversas aplicações, e é comum sua exposição à umidade e à luz do sol. Diante disso, a integridade desses materiais pode ser comprometida pelos efeitos da entrada e saída de moléculas de água no seu interior, efeitos esses que podem ser intensificados na presença de altas temperaturas (RAJI et al., 2019). Essa exposição conjunta de água e temperatura elevada é chamada de exposição higrotérmica e causa um envelhecimento acelerado nos materiais.

Na obtenção e utilização de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas, o ambiente de exposição deve ser considerado, pois as fibras lignocelulósicas são hidrofílicas e por natureza absorvem umidade do ambiente no qual estão inseridas. Especificamente, os grupos hidroxilas (OH), presentes nas cadeias de celulose das fibras, são responsáveis pela atração de moléculas de água, e a exposição higrotérmica rompe as ligações das cadeias de celulose das fibras e conseqüentemente reduz sua resistência mecânica (WANG et al., 2021).

Para compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas foi observado que a absorção de água reduz a resistência desses materiais, principalmente através da deformação e microtrincas causada na matriz polimérica devido ao inchamento das fibras (HODZIC; SHANKS, 2013). Além disso, os mesmos autores reportaram a criação de vazios nesses compósitos pelo descolamento entre a fibra e a matriz, conforme a Figura 3. Esses vazios permitem a entrada de mais água no material e atuam como concentradores de tensão. A exposição higrotérmica também afeta a resistência mecânica desses compósitos através da desorganização da rede de fibras de reforço (SCIDA et al., 2013). Ademais, a presença de água nas fibras lignocelulósicas pode causar a dissolução de constituintes da fibra e acentuar sua degradação (LI; XUE, 2016).

A entrada de água nos compósitos poliméricos ocorre por meio dos principais mecanismos, atuando de forma isolada ou em conjunto: 1) a presença de defeitos na interface entre a fibra e a matriz, que servem de canal para entrada de água; 2) a existência de vazios na matriz oriundos da moldagem do material compósito, que também permite a entrada de água no material (SODOKE; TOUBAL; LAPERRIÈRE, 2019); e 3) pela capilaridade das fibras que ficam expostas na superfície do material, que ocorre principalmente com fibras lignocelulósicas, devido a sua natureza de absorção (ROCHA et al., 2017). Isso demonstra a

importância da adesão eficiente entre as fibras e a matriz, e do cuidado para evitar a formação de vazios na obtenção de compósitos.

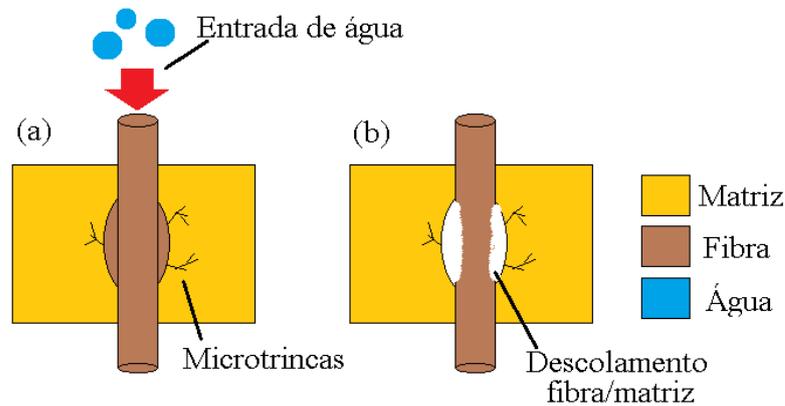


Figura 3 – Efeitos da água no interior de compósitos; (a) inchaço da fibra causado pela entrada de água; (b) vazios causados pelo descolamento entre a fibra e a matriz.

Nos materiais compósitos, o coeficiente de difusão é uma forma de medir e comparar a absorção de água. Esse coeficiente é calculado pela porcentagem de água absorvida pelo material em função do tempo e refere-se à movimentação de entrada e saída de água pela superfície de um material. A difusão de água nos compósitos pode ser maior ou menor em função da temperatura. Pois, quanto maior o grau de agitação das moléculas de água, maior é sua taxa de entrada no material. Como exemplo, compósitos reforçados com fibras de sisal e algodão possuem um coeficiente de difusão 3 vezes maior quando a temperatura da água de imersão é aumentada de 30 para 50 °C (ALSINA et al., 2007).

A microligação entre fibras de sisal e matrizes de poliéster foi analisada através da resistência ao cisalhamento interfacial após exposição higrotérmica em 3 níveis de temperatura, destacando a influência da temperatura na ação da água em compósitos (CHIZYUKA; MUNAKAAMPE, 2017). Os autores reportaram que a resistência ao cisalhamento interfacial reduz cerca de 20% após 48 horas de exposição a 23 °C, e de 70% a 40 °C, o que ocorre devido ao enfraquecimento da interface entre a fibra e a matriz, também observadas nas fractografias das fibras arrancadas durante os testes.

Em literatura recente, a resistência mecânica à tração para a resina epóxi pura endurecida foi reduzida em 20% após a exposição higrotérmica, mesmo absorvendo baixas quantidades de

água, cerca de 4% do seu peso (ROCHA et al., 2017). Os compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas, por sua vez, absorvem mais água que a resina pura, em torno de 16% para fibras de linho (SODOKE; TOUBAL; LAPERRIÈRE, 2019), e de 20% para fibras de sisal (KUMARI et al., 2021). Ademais, a exposição higrotérmica pode reduzir a resistência à tração de compósitos reforçados com fibras de linho em até 25% (WANG et al., 2021). Para compósitos epóxi reforçados com sisal foi reportado o aumento na deformação e redução na resistência à tração de forma progressiva durante a exposição higrotérmica, reduzindo cerca de 50% sua resistência à tração após 1000 horas de imersão em água (KIM; SEO, 2006).

A resistência à fadiga de compósitos também é influenciada pela exposição higrotérmica. Através de análise estatística, foi reportado para compósitos reforçados com fibras de linho que a probabilidade de falha por fadiga dos compósitos aumenta após a exposição higrotérmica (SODOKE; TOUBAL; LAPERRIÈRE, 2016). Assim, os compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais têm apresentado menor resistência à fadiga devido aos danos causados pela entrada de água no material após a exposição higrotérmica.

Porém foram reportados compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de linho resistentes à perda de propriedades mecânicas por exposição higrotérmica devido a remoção de parte da hemicelulose pelo efeito da água, que favorecem um aumento no índice de cristalinidade das fibras celulósicas dentro dos compósitos (SODOKE; TOUBAL; LAPERRIÈRE, 2019). Além disso, repetidos ciclos de imersão em água e secagem de fibras de sisal modifica a estrutura das células das fibras e reduz sua capacidade de absorver água, esse procedimento, chamado de hornificação, melhora sua resistência mecânica através da melhoria na adesão com matrizes poliméricas (MENDES et al., 2019). Isso reforça a importância de estudos sobre o comportamento de compósitos reforçados com fibras naturais frente à exposição higrotérmica para averiguar seus efeitos.

Diante dos efeitos da exposição higrotérmica, a literatura apresenta técnicas para reduzir a entrada de água nos compósitos e os efeitos da exposição higrotérmica. Além da realização de tratamentos químicos nas fibras, outra forma de reduzir a absorção de água de compósitos é a hibridização do reforço com fibras sintéticas e naturais, pois a característica hidrofóbica das fibras sintéticas repelem a água quando as camadas externas dos laminados são constituídas de fibras sintéticas (SUJON; HABIB; ABEDIN, 2020).

Em adição a esses fatores que influenciam nos efeitos da exposição higrotérmica de compósitos poliméricos, a orientação das fibras também pode reduzir a absorção de água nesses

materiais. As fibras podem dificultar a penetração das moléculas de água quando são dispostas de forma cruzada na matriz polimérica (MOHAN et al., 2021).

Mediante o exposto, a água enfraquece as ligações da interface entre a fibra e a matriz, principalmente em compósitos reforçados com fibras naturais, pois sua natureza hidrofílica absorve elevada quantidade de água para esses materiais. Entretanto, tratamentos químicos realizados nas fibras melhoram a adesão das fibras às matrizes poliméricas e reduzem a absorção de água dos compósitos e preservam suas propriedades mecânicas.

2.5 – CARREGAMENTOS CÍCLICOS EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Nos testes de fadiga, uma força variável ao longo do tempo é aplicada no material com amplitude constante. Esses testes podem ser configurados em ciclos de carregamento de tração, de compressão, ou de tração combinada com compressão (SHANMUGAM et al., 2021). Na prática, os materiais são submetidos a carregamentos cíclicos com amplitudes de forças que variam conforme o tempo. Porém, os testes de fadiga são realizados de forma acelerada e, em geral, os esforços cíclicos possuem amplitude constante, o que não ocorre na prática (ALI; SHAHZAD; KHAN, 2016). Os resultados dos testes de fadiga são por meio das curvas Tensão-Vida (S-N), que relacionam a amplitude da tensão, σ_a , aplicada em condições de carregamento e o tempo de vida, expresso em número de ciclos, N, necessários para causar a ruptura do material.

Esses testes são largamente conhecidos e realizados para os mais diversos tipos de materiais, porém, com o avanço no uso de compósitos poliméricos reforçados com fibras em estruturas de aeronaves, automóveis, e afins, há uma série de publicações que testam esses materiais frente aos carregamentos cíclicos. As primeiras publicações sobre carregamentos cíclicos em compósitos poliméricos adaptavam as normas técnicas existentes para metais. Entretanto há uma norma específica para compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras, a ASTM D3479 (ASTM, 2012). Essa norma possui orientações para a realização de testes de fadiga ou de resistência residual à tração após um determinado número de ciclos de carregamento. O método da norma é voltado para carregamentos cíclicos de amplitude constante, σ_a , na forma de tração-tração, em que a tensão aplicada ao material varia entre a tensão máxima, $\sigma_{m\acute{a}x}$, e a tensão mínima de tração, $\sigma_{m\acute{i}n}$, como indicado na Figura 4.

A tensão média, $\sigma_{méd}$, é calculada pela média aritmética entre a máxima e a mínima tensão, aplicadas durante o teste de fadiga e afeta a vida em fadiga dos materiais em geral. Como exemplo, matrizes de polímeros termoplásticos reforçadas com fibras de vidro possuem menor resistência à fadiga quando a tensão média é maior que zero, resultante de carregamentos cíclicos de tração (MORTAZAVIAN; FATEMI, 2016). Os mesmos autores reportam que o aumento na tensão média e na tensão de amplitude de carregamento aumenta também a propagação de danos por fadiga e reduz o tempo de vida do material.

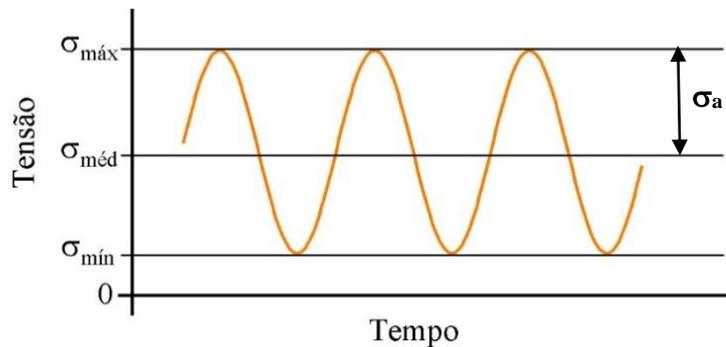


Figura 4 – Carregamento variável ao longo do tempo aplicado em testes de fadiga.

A frequência em que a força é aplicada nos testes de fadiga também influencia na vida em fadiga dos compósitos poliméricos. Testes realizados com alta frequência provocam o auto aquecimento do material, principalmente em fibras com baixa condutividade térmica (CHAWLA, 2019). Como exemplo, compósitos reforçados com fibras de linho atingem em média 55 °C quando a frequência de aplicação de carregamentos é de 30 Hz nos testes de fadiga (JEANNIN et al., 2019). Esse calor armazenado causa a degradação térmica do material, e reduz sua vida em fadiga (MARIN et al., 2019). Diante disso, a frequência de 5 Hz tem sido utilizada na maior parte dos testes de fadiga em compósitos poliméricos sem o aumento excessivo da temperatura.

Quanto à origem das fibras, as sintéticas, como as de carbono, de vidro e de Kevlar (aramida), são as mais utilizadas nas publicações sobre fadiga em compósitos poliméricos. No caso de compósitos reforçados com fibras de carbono, sua resistência à tração elevada acarreta na elevada resistência à fadiga (CHAWLA, 2019). Para o mesmo autor, quando a falha por fadiga de um compósito polimérico não ocorre entre 10^6 e 10^7 de ciclos de carregamentos, esse número de ciclos é considerado como limite de fadiga, que é maior para compósitos com fibras

orientadas a 0°. Em adição, o limite de fadiga observado para metais, não é observado para compósitos poliméricos reforçados com fibras, porém para baixos níveis de tensão a inclinação do diagrama S-N é bastante reduzida, nesse caso é comum especificar o limite de fadiga para muitos ciclos, no mesmo intervalo de 10^6 a 10^7 ciclos (MALLICK, 2007).

Em compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de carbono foi reportado o limite de fadiga de 60% da máxima resistência de tração (NIXON-PEARSON; HALLETT, 2015). Compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de vidro apresentaram limite de fadiga de 50% da resistência à tração (TATE et al., 2018). No caso de compósitos reforçados com fibras de linho, a imersão em água a 60 °C reduz o limite de fadiga de 50% para 40% da resistência média à tração do material (SODOKE; TOUBAL; LAPERRIÈRE, 2016).

As fibras naturais de origem vegetal utilizadas como reforço em matrizes poliméricas apresenta resistência à carregamentos cíclicos dependente do tipo, da qualidade, da arquitetura e da quantidade das fibras utilizada no compósito (SHAH et al., 2013). Os mesmos autores reportam que as fibras de linho resistem a níveis de tensão mais elevados que as fibras de juta e cânhamo em carregamentos cíclicos. Além disso, as fibras de linho fornecem elevada resistência à perda de rigidez durante os carregamentos cíclicos, apresentando maior resistência específica a esses danos em relação às fibras de vidro em compósitos de resina epóxi (LIANG; GNING; GUILLAUMAT, 2012). Quanto aos compósitos híbridos, o reforço de tecidos de fibra de vidro e tecidos de *kenaf* fornecem resistência à fadiga próxima da observada para compósitos reforçados com fibras de vidro apenas (FENG et al., 2019). Isso demonstra que fibras naturais permitem a obtenção de compósitos poliméricos resistentes aos danos por carregamentos cíclicos.

Porém, o estudo do comportamento de compósitos poliméricos frente aos carregamentos cíclicos é complexo devido aos mecanismos de danos que são propagados de forma não-linear nesses materiais (VASIUKOV; PANIER; HACHEMI, 2015). Esses mecanismos são quatro: o descolamento entre as camadas de um laminado (delaminação), o trincamento da matriz polimérica, o descolamento da interface entre a fibra e a matriz (do inglês *fiber debonding*), e a ruptura das fibras (CHAWLA, 2019). A complexidade na propagação desses danos torna primordial o estudo do efeito dos carregamentos cíclicos em compósitos, para o projeto de estruturas seguras. Além disso, a variabilidade de tipos de compósitos e reforços disponíveis, e a dispersão nos resultados de testes de fadiga, dificulta a previsão de vida em fadiga desses materiais (VASSILOPOULOS, 2020).

Diante dessa problemática, diferentes técnicas para analisar a evolução dos danos por fadiga nos compósitos têm sido utilizadas, como a análise da rigidez residual. Nessa técnica a rigidez é calculada pela inclinação da secante que cruza os pontos de menor e de maior tensão nos ciclos de carregamento (TATE et al., 2018). Para compósitos reforçados com fibras naturais, pode ser observado um aumento na rigidez durante os testes de fadiga. Esse aumento é inicialmente atribuído à reorganização de microfibras de celulose durante os ciclos de carregamento (LIANG; GNING; GUILLAUMAT, 2014). Porém, trata-se de um falso aumento na rigidez dos compósitos. Esse fenômeno na verdade é causado pela taxa de deformação durante os testes controlados por força, e uma forma de evitá-lo é controlando os testes por deformação (MAHBOOB; BOUGHERARA, 2020).

Outra forma de analisar a propagação de danos por fadiga em compósitos poliméricos é através da resistência residual após um número determinado de carregamentos cíclicos, sem que haja a ruptura por fadiga no material. Esse método permite analisar a resistência residual à tração ou à compressão de placas de compósitos submetidas a ciclos de impacto, por exemplo (MOUHOUBI; AZOUAOUI, 2019). Bem como a determinação de resistência residual à tração ou compressão após ciclos de carregamento no eixo de corpos de prova também é possível através desse método (GANESAN; JOANNA, 2020). A análise pela resistência residual desses materiais é possível pelas mudanças causadas na sua estrutura através dos danos por carregamentos cíclicos, como trincas microscópicas, ruptura de fibras, ou delaminações (ASTM, 2012). Ademais esse tipo de análise tem sido eficaz na caracterização de compósitos reforçados com fibras sintéticas, porém não foram encontrados trabalhos que utilizam essa técnica para analisar a resistência aos carregamentos cíclicos de tração em compósitos reforçados com fibras naturais.

A nível de comparação, para carregamentos cíclicos com máxima tensão de 124 MPa, cerca de 70% da resistência de tração, de compósitos epóxi reforçados com tecidos de fibras de vidro foi reportado a redução de cerca de 20% na resistência à tração após 100 mil ciclos (HALUZA; BAKIS; KOUDELA, 2021). Para compósitos epóxi reforçados com tecidos de fibras de carbono, a redução na resistência à tração é cerca de 30% após 100 mil ciclos com máxima tensão de 450 MPa (cerca de 70% da resistência de tração) (GANESAN; JOANNA, 2020).

Os testes de resistência residual à tração após carregamentos cíclicos de tração ainda são pouco utilizados na caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais.

Em algumas publicações é avaliada a resistência residual à tração após ciclos de cisalhamento em três pontos, que reportam uma redução na resistência após ciclos de carregamentos para compósitos epóxi reforçados com fibras de palmeiras (SALEH et al., 2017), e compósitos de matriz de polietileno de alta densidade reforçados com fibras de *Betula papyrifera* (MEJRI et al., 2017). Entretanto, não foi observada a redução na resistência à tração de fibras de sisal (sem matriz polimérica) submetidas a ciclos de carregamento de tração após um milhão de ciclos com máxima tensão de 300 MPa, 60% da sua resistência à tração (SILVA; CHAWLA; TOLEDO FILHO, 2009).

O desempenho de compósitos poliméricos reforçados com fibras frente aos carregamentos cíclicos pode ser avaliado pelos diagramas S-N ou pelas análises de rigidez ou resistência residual e depende de fatores como a frequência de carregamento, a tensão média aplicada no material, e o tipo de fibra utilizada como reforço. Porém, além dos fatores de influência mencionados, fatores do ambiente de exposição, como raios UV, umidade e temperatura, podem reduzir a resistência mecânica e intensificar os danos por fadiga nesses materiais, principalmente quando as fibras de reforço são de origem vegetal.

3 – METODOLOGIA

A Figura 5 apresenta o fluxograma dos processos realizados neste trabalho, no qual há quatro grupos principais de atividades, referentes ao preparo das fibras de sisal; ao preparo e análise da resina epóxi; à obtenção de corpos de prova de compósitos e de resina pura; e à caracterização desses materiais.

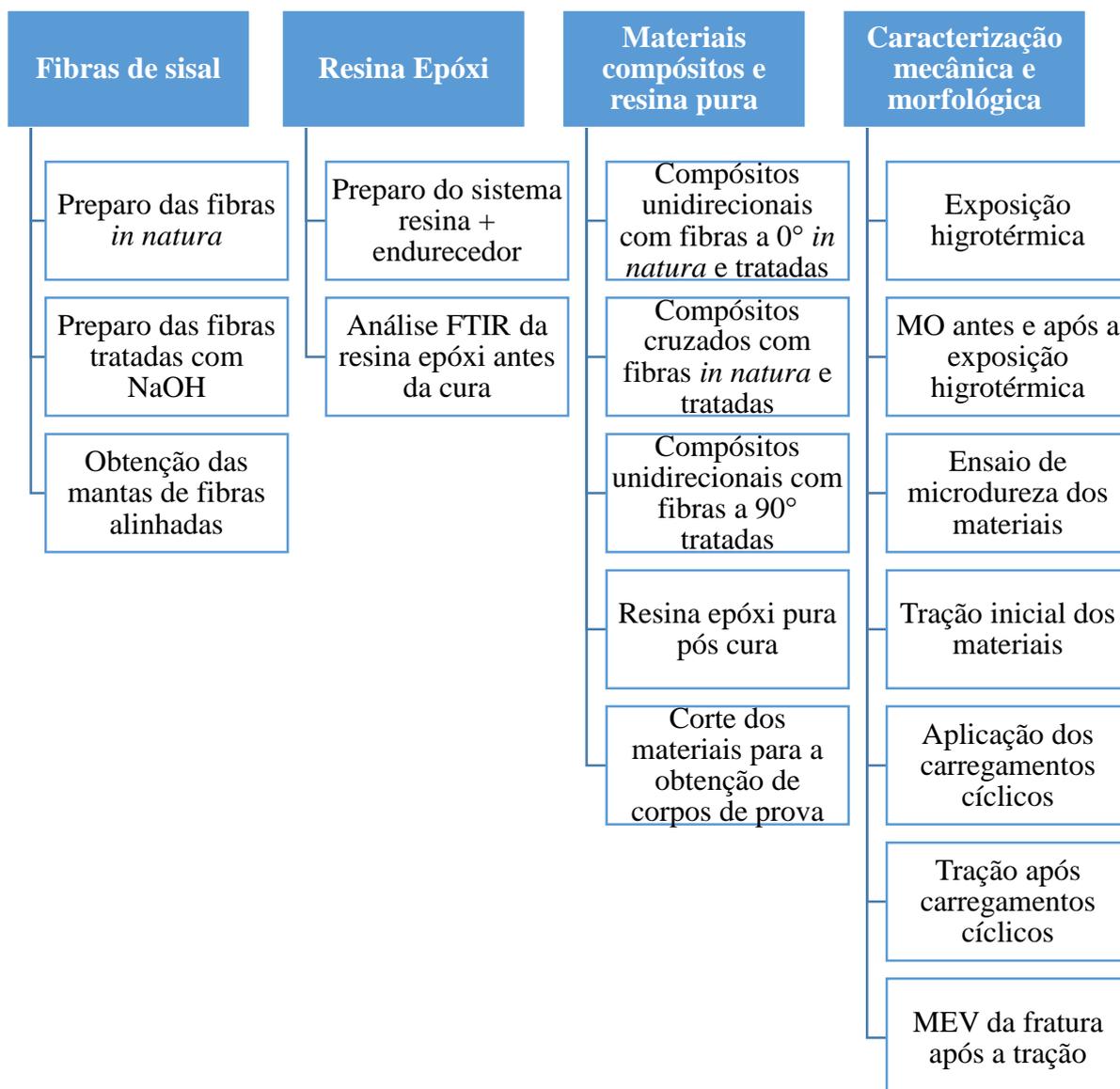


Figura 5 – Fluxograma do trabalho de pesquisa. MO – microscopia óptica; MEV – microscopia eletrônica de varredura.

3.1 – DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS

As fibras de sisal utilizadas, Figura 6 (a), foram fornecidas pela SisalSul Indústria e Comércio LTDA, São Paulo, em feixes de longos fios sem tratamento ou escovação. Desta forma, é comum a presença de nós nas fibras e para a utilização nos compósitos, sendo necessário rasquear para a retirada de nós e desembaraçar as fibras, além de realizar o tratamento superficial das fibras conforme será descrita na sessão 3.2. O tratamento químico foi realizado com uma solução de 5% (m/v) de hidróxido de sódio (NaOH) com teor de 97% de pureza. O sistema de resina epóxi, AR-260, e endurecedor, AH-260, Figura 6 (b), que foi utilizado na obtenção de compósitos e amostras de epóxi puro, foi fornecido pela E-composites Comércio de Materiais Compostos LTDA, Rio de Janeiro, na proporção indicada pelo fabricante de 100:26 (resina: endurecedor).



Figura 6 – Longos fios de fibras de sisal como fornecidos, sem tratamentos ou escovação (a) e sistema de resina epóxi AR-260 e endurecedor AH-260 (b).

3.2 – TRATAMENTO SUPERFICIAL E OBTENÇÃO DAS MANTAS DE FIBRAS DE SISAL

Antes do tratamento químico, as fibras de sisal foram cortadas com 20 cm de comprimento, e então foram amarradas em pequenos feixes para facilitar o processo de tratamento. Após essa etapa, os feixes foram imersos em água destilada e submersos em banho maria com água destilada por 2 horas a 80 °C sob constante agitação. Em seguida, as fibras

foram imersas em uma solução de 5% (m/v) de hidróxido de sódio com uma proporção de 10:1 (solução: fibra). A mistura também foi aquecida em banho maria por 2 horas a 50 °C e sob constante agitação manual com bastão de vidro. Após o tratamento, as fibras foram lavadas em água destilada até atingir aproximadamente pH 7, e rasqueadas enquanto imersas em água para a retirada de nós, e então foram secas à temperatura ambiente (aproximadamente 25 °C) durante 72 horas.

Após o tratamento superficial e secagem, as fibras de sisal foram penteadas com uma escova com cerdas de plástico para que ficassem alinhadas. Em seguida as fibras foram agrupadas na quantidade correta para a fabricação das mantas de sisal que foram utilizadas no reforço dos compósitos. Com a finalidade de manter as fibras alinhadas em uma só direção, as fibras de sisal foram dispostas no formato do molde em que foi feito o compósito e em seguida foram costuradas com linha de algodão, Figura 7 (a). Na Figura 7 (b) pode-se observar a manta de sisal após a costura com as fibras alinhadas, as setas vermelhas apontam o detalhe da costura da linha que foi utilizada para manter as fibras unidas e alinhadas.

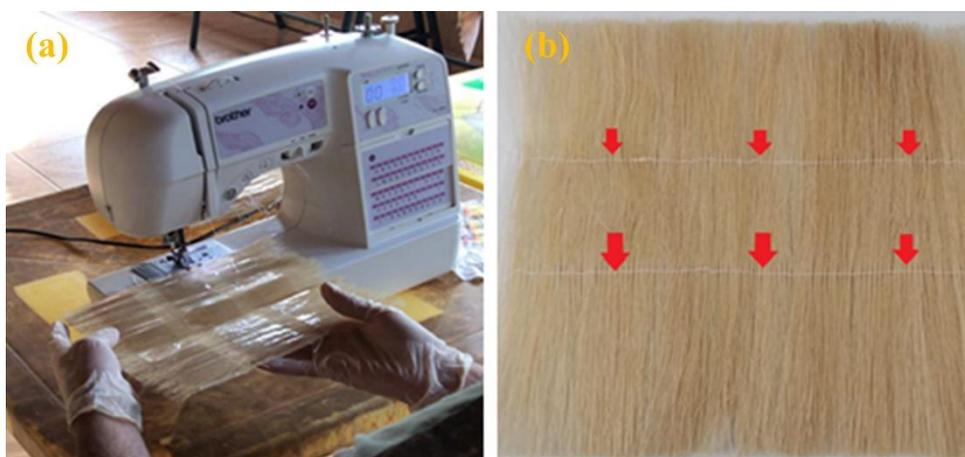


Figura 7 – Procedimento de costura das mantas de sisal com linha de algodão (a) e manta de sisal após a costura (b).

3.3 – OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS DE EPÓXI PURO E LAMINADOS DE COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI E SISAL

Com as fibras de sisal tratadas, alinhadas e costuradas em mantas, o processo de preparo do sistema de resina epóxi foi iniciado. Primeiro foram pesadas as quantidades adequadas de

resina e endurecedor conforme as instruções do fabricante, as quais orientam a proporção de 100:26 (resina: endurecedor). A mistura da resina com o endurecedor produz bolhas no interior do material, e a presença de vazios nos compósitos reduz suas propriedades mecânicas, portanto a mistura foi degasada por 5 minutos em um aparelho de banho ultrassônico, KONDORTECK, conforme pode-se observar na Figura 8 (a), para eliminar as bolhas de seu interior.



Figura 8 – Degasagem do sistema de resina epóxi e endurecedor (a) aplicação de resina epóxi sobre manta de sisal (b).

Como o valor da densidade da resina é de $1,1 \text{ g/cm}^3$, e o das fibras de sisal é de $1,45$, foi calculado o valor teórico para a densidade de um compósito de resina epóxi reforçado com $36,7\%$ de fibras em peso de $1,19 \text{ g/cm}^3$ pela Equação 1:

$$\rho_c = \frac{1}{\frac{W_f}{\rho_f} + \frac{W_m}{\rho_m}} \quad (1)$$

onde ρ_c é a densidade do compósito, W_f é a fração de peso de fibras, W_m é a fração de peso da matriz, ρ_f é a densidade das fibras, e ρ_m é a densidade da matriz. Assim a quantidade de fibras foi pesada de forma a atingir $36,7\%$ em peso em relação ao compósito, que equivale aos 30% em volume.

Após o preparo da resina epóxi e a pesagem das fibras, a obtenção dos compósitos foi iniciada. Para isso foi utilizado um molde metálico retangular com as dimensões de $20 \times 22 \times 0,3 \text{ cm}$. Com a finalidade de que o compósito fosse removido com facilidade, o molde recebeu uma camada de desmoldante sobreposta por uma camada de filme plástico de polietileno. Com

o molde preparado, iniciou-se o processo de *hand lay-up*, no qual camadas de resina epóxi foram intercaladas com as quatro mantas de sisal. A Figura 8 (b) mostra a aplicação de resina epóxi sobre uma manta de sisal no molde.

Foram feitos laminados com camadas de fibras orientadas em três diferentes ângulos em relação ao eixo de aplicação de força nos testes mecânicos: laminados com quatro camadas de fibras orientadas a 0° [$0^\circ/0^\circ/0^\circ/0^\circ$]; laminados cruzados simétricos com fibras orientadas a 0° e 90° [$0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ$]; e laminados com fibras orientadas a 90° [$90^\circ/90^\circ/90^\circ/90^\circ$], conforme a Figura 9. Porém, como discutido na seção 4.2 dos resultados, os laminados orientados a 90° ficaram arqueados após a exposição higrotérmica, e a continuidade dos testes foi feita apenas com as duas demais configurações de laminados.

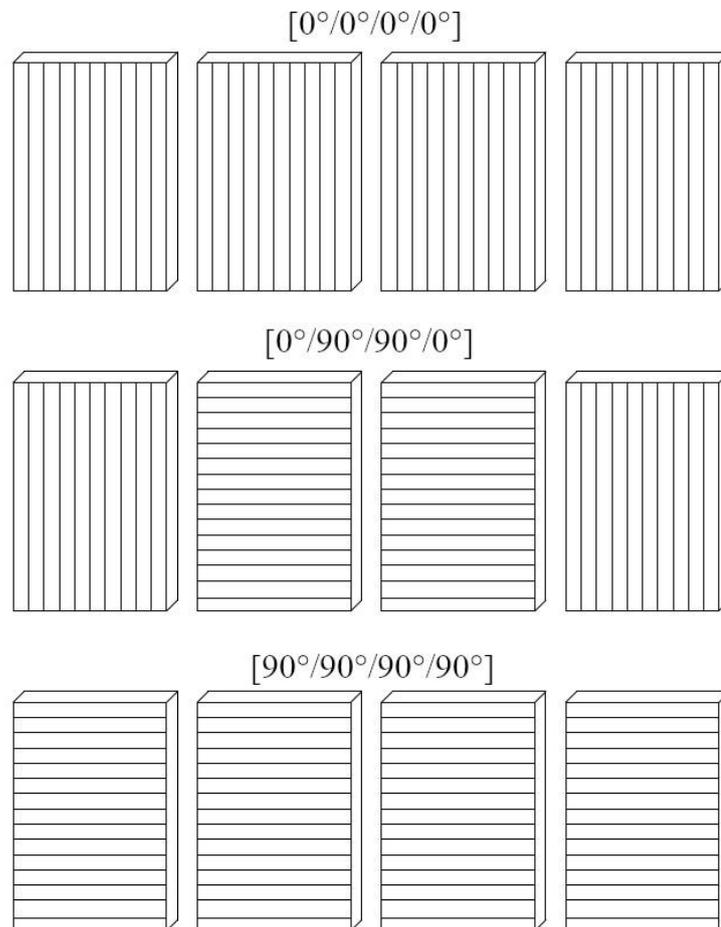


Figura 9 – Orientação das camadas de fibras nos compósitos.

Além da variação na orientação das fibras nos compósitos, foram utilizadas fibras tratadas com NaOH, conforme a seção 3.2, e sem tratamento químico. Assim, as configurações

obtidas e utilizadas nos testes mecânicos foram nomeadas como: Sisal (UD)/epóxi, que é um compósito de resina epóxi reforçado com fibras unidirecionais a 0° sem tratamento químico; NaOH-Sisal (UD)/epóxi, que também unidirecional, porém reforçado com fibras tratadas com NaOH; Sisal (CP)/epóxi, que possui fibras cruzadas sem tratamento químico; e o NaOH-Sisal (CP)/epóxi, que possui fibras cruzadas tratadas com NaOH, conforme a Tabela 1.

Tabela 1 – Descrição dos materiais testados.

Amostra	Descrição
Epóxi Puro Epóxi Puro*	Amostra de epóxi puro curado e sem adição de fibras
Sisal (UD)/epóxi Sisal (UD)/epóxi*	Compósito de epóxi reforçado com fibras de sisal unidirecionais sem tratamento químico
NaOH-Sisal (UD)/epóxi NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	Compósito de epóxi reforçado com fibras de sisal unidirecionais tratadas com NaOH
Sisal (CP)/epóxi Sisal (CP)/epóxi*	Compósito de epóxi reforçado com fibras de sisal cruzadas sem tratamento químico
NaOH-Sisal (CP)/epóxi NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	Compósito de epóxi reforçado com fibras de sisal cruzadas tratadas com NaOH

*Amostra após exposição higrotérmica

Após a aplicação das camadas de resina e mantas de sisal, esse material foi coberto com outra camada de *peel-ply* sobreposta por um filme de polietileno e a tampa do molde preparada com desmoldante. O molde com todo o material contido em seu interior foi colocado na prensa hidráulica, aplicando uma carga de 4 tnf, atingindo aproximadamente 1 MPa de pressão, por 24 horas até que a cura da resina fosse atingida. Após a retirada da prensa e do molde, a placa de compósito passou pelo processo de pós-cura na estufa a 80 °C por 6 horas. Para a obtenção de placas de epóxi puro, a resina foi depositada no molde preparado com desmoldante e filme de polietileno e curada por 24 horas sem utilizar a prensa hidráulica.

3.4 – ANÁLISE DA RESINA EPÓXI POR INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Uma amostra do sistema de resina epóxi AR-260 e endurecedor AH-260 foi submetida à análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier para determinar os grupos funcionais presentes em sua composição. Foi preparado 1g de resina epóxi na proporção de 100:26 (resina: endurecedor) que foi aplicada entre duas lentes de KBr para a realização da análise. A coleta dos espectros foi realizada através de um espectrofotômetro, modelo NICOLET IS10 da marca Thermo Scientific, com acessório de transmissão, disponível no Laboratório de Análises Térmicas da FGA-UnB. A análise foi realizada na faixa do infravermelho entre 4000 e 400 cm^{-1} com intervalos de 4 cm^{-1} e 64 *scans*. Os dados obtidos dos testes foram registrados pelo *software Omnic*.

Para um acompanhamento da cura, os espectros da amostra de resina epóxi foram coletados em diferentes tempos, 0, 5, 15, 30, 60, 90, 120, 180, 240, 300 e 360 minutos. Assim, por meio dos espectros, foram determinadas as absorções do anel oxirano, 914 cm^{-1} , do pico da absorção da ligação C=C dos anéis de benzeno, 1510 cm^{-1} , o qual apresenta pouca variação durante a cura do material e foi utilizado como referência. Assim, a taxa de conversão que expressa a porcentagem de grupos epóxi que passaram pelo processo de reação foi calculado pela Equação 2:

$$\alpha = \left(1 - \frac{A_{914}/A_{1510}}{A_{914}/A_{1510}} \right) \times 100 \quad (2)$$

onde: α é o grau de conversão da resina epóxi em porcentagem, A_{914} representa a absorbância do anel oxirano, A_{1510} representa a absorbância do anel benzeno, o índice 0 indica o valor obtido no início da reação, e t representa o intervalo de tempo de reação.

3.5 – ENVELHECIMENTO HIGROTÉRMICO ACELERADO

O procedimento do envelhecimento higrotérmico acelerado foi realizado de acordo com as indicações da norma ASTM D570 (ASTM, 2014). Assim, corpos de prova dos compósitos de epóxi reforçados com fibras de sisal e também amostras de epóxi puro foram imersas em água aquecida a 50 °C por 600 horas com o auxílio de uma placa de aquecimento, conforme a Figura 10. As arestas dos corpos de prova foram seladas, ou seja, foram recobertas pela resina epóxi para evitar o contato direto da água com as fibras de sisal e assim impedir a absorção de umidade por capilaridade.

A fim de medir o teor de umidade absorvido pelos materiais, três amostras de cada tipo de material foram previamente secas em estufa a 100 °C, pesadas em balança analítica com precisão de $\pm 0,1$ mg e suas massas foram registradas antes da imersão na água. Em seguida, as amostras foram retiradas da água em intervalos de tempo determinados, e então foram secas com papel absorvente e pesadas. Suas massas foram registradas após a absorção de água, e imersas em água novamente para serem pesadas nos demais intervalos de tempo.



Figura 10 – Imersão dos corpos de prova de compósitos e resina epóxi pura.

Após a realização do envelhecimento higrotérmico acelerado nos corpos de prova, o teor de umidade absorvida de cada material, $M(\%)$, foi calculado para comparar a diferença de absorção de água entre os compósitos e o epóxi puro. Os cálculos foram feitos através da Equação 3:

$$M(\%) = \left(\frac{P_u - P_s}{P_s} \right) \times 100 \quad (3)$$

onde: P_s é a massa do material seco e P_u é a massa do material úmido, determinadas antes e depois da imersão em água, respectivamente.

O coeficiente de difusão, D , também foi calculado para a avaliar a diferença na difusão entre os materiais, conforme a Equação 4:

$$D = \pi \left(\frac{kh}{4M_m} \right)^2 \quad (4)$$

onde: M_m é o máximo ganho de massa após a imersão, h é a espessura do compósito e k é a inclinação inicial da curva da massa em função do tempo, $M(t)$, Equação 5, versus a raiz quadrada do tempo de exposição higrotérmica.

$$M(t) = \frac{m_t - m_i}{m_f} \quad (5)$$

onde m_t é a massa no momento t , m_i é a massa inicial, e m_f é a massa final de cada amostra de material.

3.6 – MICRODUREZA DOS MATERIAIS

As medições de micro-indentação foram realizadas usando a máquina de teste de microdureza Emco-test Durascan, equipada com uma pirâmide quadrada de diamante com ângulo na ponta de 136°. A carga de 1 kgf foi aplicada por 10 s a partir do momento do contato do diamante até sua remoção. A microdureza foi calculada em dez locais diferentes para cada tipo de amostra de material compósito e de resina epóxi pura, e o valor médio foi utilizado para determinar a microdureza Vickers pelo cálculo da Equação 6:

$$HV = \frac{2F \text{seno} \left(\frac{136^\circ}{2} \right)}{d^2} \quad (6)$$

onde: HV é a dureza Vickers, F é a força aplicada, e d é o comprimento médio das diagonais das endentações.

3.7 – DENSIDADE DOS MATERIAIS

A densidade da resina epóxi pura e dos compósitos foi determinada por meio do princípio de Arquimedes, seguindo as orientações da norma ASTM D792 (ASTM, 2008). Duas amostras de cada material com as dimensões de 20 x 20 mm foram secas na estufa por 24 horas a 80 °C e com o auxílio de uma balança analítica, com precisão de $\pm 0,1$ mg, as devidas massas foram medidas e anotadas. Então um esquema foi feito, conforme a Figura 11, para pendurar

cada amostra em um suporte metálico através de uma linha a fim de mergulhar o material em um béquer com 100 mL de água a 23 °C. O valor medido na balança após a imersão das amostras na água também foi anotado. Com esses dados, a densidade foi calculada com a Equação 7:

$$\rho_c = \frac{m_{ar}}{m_{ar} - m_{\acute{a}gua}} \times \rho_a \quad (7)$$

onde: ρ_c é a densidade do sólido, m_{ar} é a massa do corpo de prova em ar, $m_{\acute{a}gua}$ é a massa do corpo de prova imerso em água, e ρ_a é a densidade da água a 23 °C, que é de 0,9975 g/cm³ de acordo com a norma técnica.

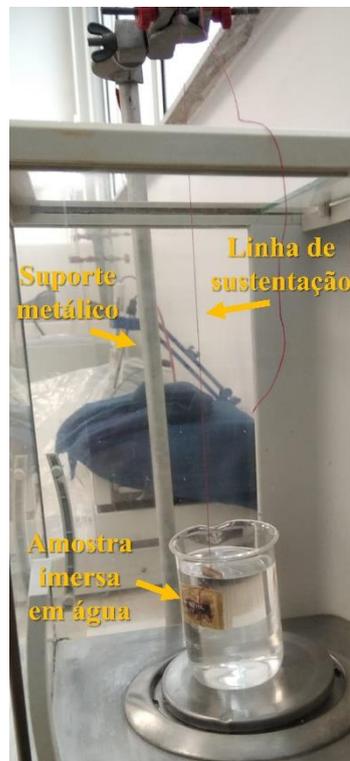


Figura 11 – Imersão de amostra de compósito em água para determinar a densidade do material.

A fração de vazios, V_{fr} , foi determinada pela Equação 8:

$$V_{fr} = \frac{\rho_t - \rho_c}{\rho_t} \quad (8)$$

onde: ρ_t , é a densidade teórica calculada na seção 3.3, e ρ_c é a densidade experimental.

3.8 – CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DOS MATERIAIS

Após a obtenção das amostras de compósitos e epóxi puro e após o envelhecimento acelerado por exposição higrotérmica, algumas das amostras foram submetidas a testes de tração e de resistência residual à tração após carregamentos cíclicos. Para ambos os testes, o corpo de prova retangular possui as dimensões de 200 x 20 mm, conforme a Figura 12, e a espessura média de 3 mm. Na Figura 13 pode-se observar a máquina universal de testes, servohidráulica, da marca Instron, modelo 8801, pertencente ao Laboratório de Materiais da Faculdade do Gama, FGA-UnB. Possui célula de carga que atinge a força máxima de 100 kN e força mínima de 1 kN, foi utilizada com forças entre 1 kN e 7 kN. A pressão nas garras foi de 1 MPa de pressão nas garras. utilizada nos testes de tração e para submeter os carregamentos cíclicos nos materiais. O extensômetro da Instron, modelo 2026, utilizado nos testes de tração possui 12,5 mm de comprimento de medição (gauge length), e abertura de 5 mm, atingindo até 40% de deformação.

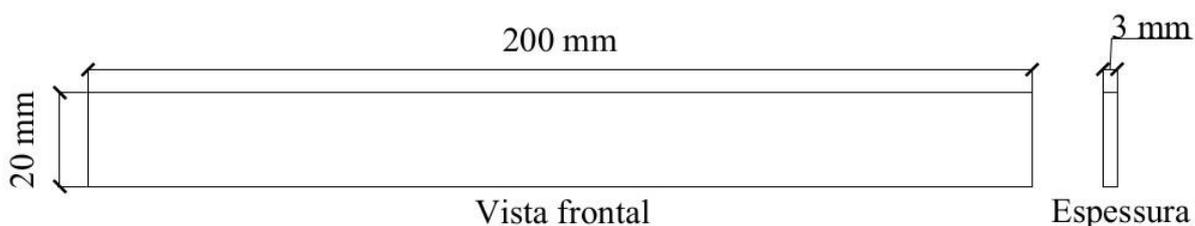


Figura 12 – Dimensões dos corpos de prova utilizados nos testes mecânicos.

Os ensaios de tração dos materiais compósitos ou epóxi puro, envelhecidos ou não, foram realizados de acordo com as recomendações da norma ASTM D3039 (ASTM, 2017), entretanto as dimensões dos corpos de prova foram adaptadas de forma a padronizar corpos de prova reforçados com fibras em diferentes orientações. A carga aplicada foi controlada por força, com a velocidade de execução de 0,5 mm/min. Os ensaios foram assistidos pelo *software Bluehill*, o qual registrou os valores de carga aplicada e deslocamento sofrido em cinco corpos de prova de cada tipo de material durante os testes. Na realização dos testes foi utilizado um

extensômetro da Instron.



Figura 13 – Corpo de prova de epóxi puro com extensômetro durante teste na Instron 8801.

Os *softwares* que assistem a realização dos ensaios na máquina universal de testes fornecem os dados da carga aplicada e o deslocamento sofrido pelo corpo de prova, esses dados foram utilizados para calcular a tensão de ruptura por tração, σ_t , através da Equação 9 para a obtenção dos gráficos apresentados nos resultados dos testes de tração

$$\sigma_t = \frac{F}{A} \quad (9)$$

onde: F é a força aplicada, A é a área da seção transversal do corpo de prova.

3.9 – RESISTÊNCIA RESIDUAL À TRAÇÃO APÓS CARREGAMENTOS CÍCLICOS

A fim de estudar os efeitos dos danos por carregamentos cíclicos nos materiais compósitos e na resina pura, foram aplicados números determinados de carregamentos cíclicos de tração nos materiais de acordo com a ASTM D3479 (ASTM, 2012). Os testes foram controlados por força. Os limites de força, as tensões máximas ($\sigma_{máx}$) e mínimas ($\sigma_{mín}$) e a porcentagem de resistência à tração equivalente (σ_t) aplicados nos materiais estão expressos na Tabela 2.

Além disso, utilizando a mesma máquina de testes utilizada na tração dos materiais, os carregamentos cíclicos foram aplicados com 5 Hz de frequência, e taxa de carregamento, que é a razão entre a máxima e a mínima tensão aplicada no corpo de prova, $R = \frac{\sigma_{m\acute{a}x}}{\sigma_{m\acute{i}n}} = 0,1$. Após aplicar esses carregamentos, uma segunda etapa de testes de tração foi realizada para medir a resistência residual. Para isso, três corpos de prova para cada tipo de material foram rompidos por tração após as duas quantidades de ciclos, expressas na Tabela 2, totalizando seis corpos de prova para cada tipo de material, conforme o teste do tipo preliminar e exploratório da norma ASTM D3479 (ASTM, 2012).

Os parâmetros utilizados nos testes de resistência residual foram determinados após um pré-teste de fadiga realizado com os materiais. O apêndice A contém instruções para aplicar carregamentos cíclicos utilizando a Instron 8801.

Tabela 2 – Dados dos testes de carregamentos cíclicos para os materiais.

Amostra	Força máxima (kN)	Força mínima (kN)	$\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	$\sigma_{m\acute{i}n}$ (MPa)	$\% \sigma_t$	Número de ciclos aplicados
Epóxi Puro	1,03	0,10	17,21	1,72	40	10000 e
Epóxi Puro*	1,00	0,10	16,71	1,67	40	20000
Sisal (UD)/epóxi	3,66	0,37	61,04	6,10	70	
Sisal (UD)/epóxi*	3,25	0,33	54,15	5,42	70	
NaOH-Sisal (UD)/epóxi	5,12	0,51	85,27	8,53	70	
NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	4,72	0,47	78,67	7,87	70	50000 e
Sisal (CP)/epóxi	2,12	0,21	35,32	3,53	60	100000
Sisal (CP)/epóxi*	1,84	0,18	30,65	3,07	60	
NaOH-Sisal (CP)/epóxi	2,19	0,22	36,42	3,64	60	
NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	1,81	0,18	30,15	3,02	60	

*Amostra após exposição higrotérmica

3.10 – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para avaliar a diferença entre os tratamentos e exposições quanto aos dados de densidade, dureza, resistência à tração, e módulo de elasticidade, das amostras de resina epóxi pura e materiais compósitos foram aplicadas análises estatísticas. Para esses dados, a média dos

valores apresentados pela resina pura foi utilizada como referência de comparação com os demais materiais pelo teste de Dunnett, e para comparar os valores médios intergrupos foi utilizado o teste de Tukey. Entretanto, para as análises realizadas nos dados de resistência residual à tração por carregamentos cíclicos, as referências utilizadas nas comparações foram as amostras de cada material que não foram submetidas a carregamentos cíclicos. As comparações nos testes foram realizadas a uma significância de 5% com o auxílio do *software* SPSS da IBM. As análises estatísticas estão no Apêndice B.

3.11 – CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA POR MICROSCOPIA ÓPTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A caracterização morfológica da superfície dos corpos de prova de amostras de epóxi puro e de compósitos foi realizada através de microscopia óptica, com microscópio confocal laser, modelo OLIMPUS LEXT OLS 4000, antes e após a exposição higrotérmica a fim de avaliar seu efeito nos materiais. Além disso, foi realizada uma análise por microscopia eletrônica de varredura na superfície da fratura das amostras, conforme a Figura 14.



Figura 14 – Amostras preparadas com fitas de carbono condutoras (a), e microscópio eletrônico de varredura (b).

A análise microscópica da seção de fratura dos materiais foi realizada após os testes de tração com o microscópio HITACHI TM4000, utilizando o detector de elétrons retroespalhados, tensão de aceleração de 15 kV, e aumento de 30 e 150 vezes. As amostras foram analisadas sem recobrimento metálico, utilizando apenas fitas de carbono no sobre o suporte para fixar o material e permitir a condução dos elétrons, conforme a Figura 14 (a).

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – GRAU DE CURA DA RESINA EPÓXI DETERMINADA POR FTIR

A análise de FTIR da resina epóxi antes de sua cura teve como finalidade identificar os grupos funcionais presentes no material e caracterizá-lo, pois, existem vários tipos de resinas epóxi no mercado e cada uma possui uma composição conforme o fabricante. Como discutido na seção 3.4 da metodologia, a análise foi realizada em determinados intervalos de tempo e a Figura 15 mostra o espectro de FTIR da resina epóxi no intervalo de tempo $t = 0$ minutos.

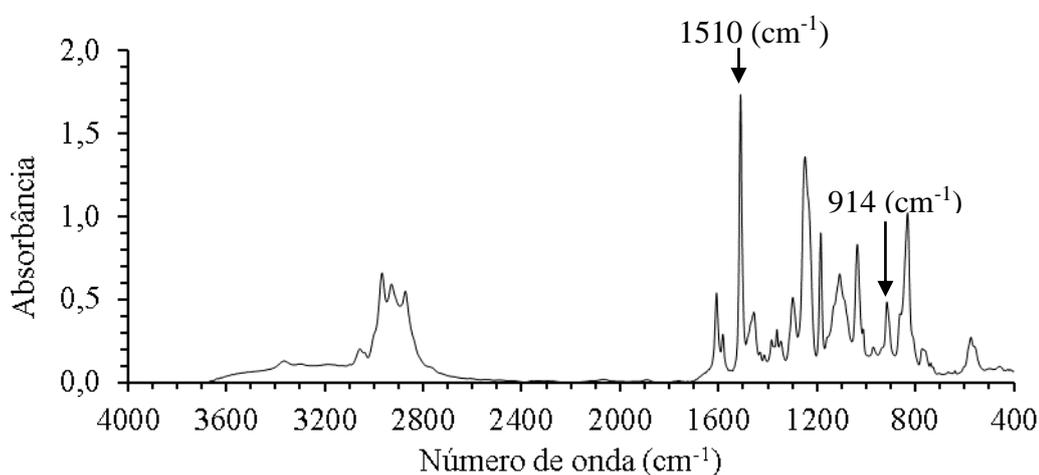


Figura 15 – Espectro inicial de FTIR da resina epóxi.

As principais bandas são as de 2925 cm^{-1} , a qual se refere às ligações C–H dos grupos metileno, a de 1608 cm^{-1} , referente à ligação C=C do anel benzeno, a de 1510 cm^{-1} , que também pertence ao benzeno, porém refere-se à ligação C–C, e foi utilizada no cálculo do grau de cura da resina devido a sua estabilidade ao longo do tempo (BRAUN; BRADEMANN-JOCK; STARK, 2014). As bandas de 1247 e 1035 cm^{-1} referem-se à ligação C–O, porém, estão localizadas na lateral do anel benzeno e na região de cadeia aberta da resina, respectivamente (RODRIGUES et al., 2014).

As bandas mais características das resinas epóxi são as de 830 e 915 cm^{-1} , que se referem à ligação C–H do anel benzeno do bisfenol-A, e da ligação C–O do anel oxirano (grupo epóxi), que é a região da molécula que reage com os agrupamentos de aminas no agente endurecedor

para formar ligações cruzadas e curar resina (ZHENG et al., 2020). Na Figura 16 é possível observar no recorte do espectro de FTIR a redução no pico da banda de 914 cm^{-1} ao longo dos intervalos de tempo pré-determinados.

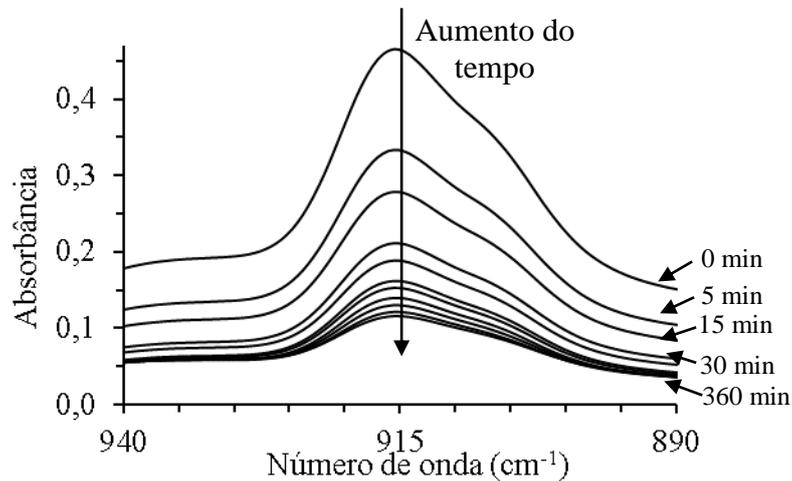


Figura 16 – Espectros de FTIR da resina epóxi ao longo dos intervalos de tempo.

Com a área abaixo dos picos da banda de 914 cm^{-1} para cada intervalo de tempo é possível calcular o grau de cura da resina, que aumenta ao passo que a intensidade do pico diminui. A Figura 17 mostra o grau de cura calculado em função do tempo. O grau de cura entre 50 e 55% é o ideal para manusear a resina na obtenção das placas de compósitos, ou para o congelamento de preregs, pois o ponto de gel é atingido (JANKOVIĆ, 2018). Acima desse estágio a resina não se comporta mais como um líquido e passa a se solidificar, mantendo fixa a sua forma, de forma que não se espalha pelas fibras. A resina utilizada atinge o estágio de gel após aproximadamente 1 hora de mistura com o endurecedor.

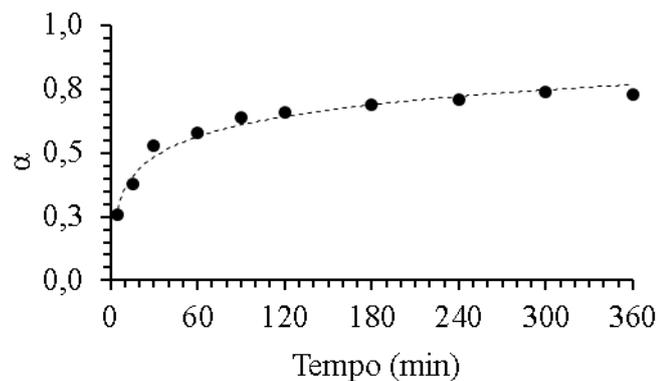


Figura 17 – Grau de cura da resina epóxi ao longo do tempo.

4.2 – EFEITOS DA EXPOSIÇÃO HIGROTÉRMICA

Os compósitos poliméricos possuem proteção contra a umidade promovida pela matriz, porém, quando reforçados com fibras naturais, absorvem umidade do ambiente de exposição devido à natureza hidrofílica das fibras lignocelulósicas. A questão é que em aplicações estruturais os compósitos são expostos à umidade e temperatura do meio ambiente e isso pode danificar sua estrutura. Amostras de epóxi puro e de compósitos reforçados com fibras de sisal tratadas e sem tratamento foram imersas por 600 horas em água aquecida a 50 °C a fim de promover um envelhecimento acelerado por exposição higrotérmica e avaliar seu efeito na absorção de água, densidade, microdureza e morfologia dos materiais.

Entre os materiais compósitos foram feitos laminados com camadas de fibras orientadas em três diferentes ângulos em relação ao eixo de aplicação de força nos testes mecânicos: laminados com fibras orientadas a 0°; laminados cruzados com fibras orientadas a 0° e 90°; e laminados com fibras orientadas a 90°. Porém, durante as primeiras horas de exposição higrotérmica as amostras de compósitos orientados a 90° apresentaram empenamento, conforme a Figura 18. O mesmo comportamento de arqueamento foi reportado na literatura, e isso ocorre devido as tensões geradas na matriz pelo inchamento das fibras (SILVA, 2017). Por isso na continuidade dos estudos, somente os laminados unidirecionais a 0° e cruzados foram ensaiados.



Figura 18 – Compósitos reforçados com fibras orientadas a 90° após a exposição higrotérmica.

A massa dos corpos de prova que foram imersos em água aquecida foi registrada, com

isso foi possível obter as curvas de absorção média de água, calculada a partir de três amostras de cada material, e o desvio padrão, conforme indicados na Figura 19. As curvas se referem à resina epóxi pura curada, e aos compósitos de resina epóxi reforçados fibras de sisal orientadas em laminados unidirecionais (UD) e cruzados (CP), tratadas com NaOH, e sem tratamento.

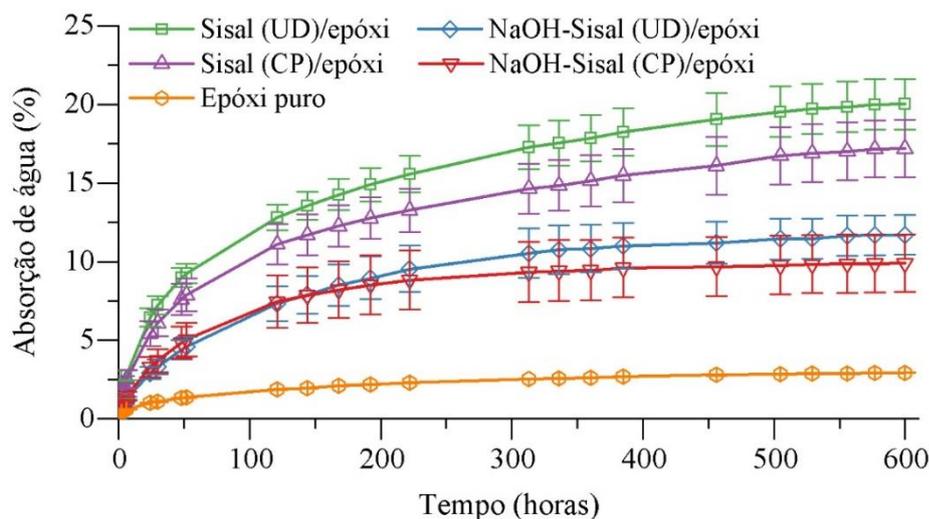


Figura 19 – Curvas de absorção de água durante a exposição higrotérmica.

Observa-se que os materiais absorvem água de forma mais acelerada nas primeiras horas, e a absorção tende a ser constante ao longo do tempo restante de exposição higrotérmica. O primeiro estágio de absorção ocorre devido ao preenchimento de água nos vazios dos materiais, e no segundo ocorre absorção de água mesmo após a saturação do material devido ao relaxamento das cadeias de resina epóxi (JASSO-GASTINEL, 2017).

Os valores da máxima absorção de água e do coeficiente de difusão, D , dos materiais foram expressos na Tabela 3. Observa-se que a resina epóxi pura absorveu menos água que os materiais compósitos, atingindo aproximadamente 3% de máxima absorção. O valor encontrado neste trabalho é condizente com a literatura, pois foi reportado para a resina epóxi pura a absorção máxima de água de 4% após 4000 horas de exposição higrotérmica (ROCHA et al., 2017).

A resina epóxi pura apresentou o menor coeficiente de difusão entre os materiais. A natureza hidrofóbica da resina, além do processo de obtenção, que propicia a menor quantidade de vazios, implica nos menores valores para a absorção de água e para o coeficiente de difusão no material (PAVAN et al., 2019).

Tabela 3 – Dados dos testes de exposição higrotérmica para os materiais.

Amostra	Máxima absorção de água (%)	Desvio padrão (%)	Coefficiente de difusão, D, (mm ² /s) x 10 ⁻⁶	Desvio padrão (mm ² /s) x 10 ⁻⁶
Epóxi puro	2,93	0,03	0,90	0,21
Sisal (UD)/epóxi	20,02	1,60	1,20	0,13
NaOH-Sisal (UD)/epóxi	11,71	1,25	1,40	0,16
Sisal (CP)/epóxi	17,19	1,82	1,40	0,14
NaOH-Sisal (CP)/epóxi	9,90	1,85	1,57	0,24

Por outro lado, a absorção máxima de água nos materiais compósitos foi mais alta. Isso ocorre devido a característica hidrofílica das fibras lignocelulósicas, pois as cadeias de celulose possuem grupos OH que atraem as moléculas de água (WANG et al., 2021). Com isso, os compósitos reforçados com fibras de sisal unidirecionais sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi, absorveram cerca de 20,0% de água e para os laminados com fibras cruzadas, Sisal (CP)/Epóxi, a absorção foi cerca de 17,2%.

Para os compósitos reforçados com fibras tratadas a absorção de água foi menor, cerca de 11,7% para os laminados unidirecionais, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, e 10,0% para os laminados cruzados, NaOH-Sisal (CP)/Epóxi. A redução na absorção de água observada para os compósitos reforçados com fibras tratadas ocorre devido a melhoria na interface entre a fibra e a matriz, o que reduz a quantidade de vazios disponíveis para a entrada de água no material. Além disso, é observado que os compósitos reforçados com fibras cruzadas absorvem menos água que os reforçados com fibras unidirecionais, isso ocorre devido o intertravamento obtido com o cruzamento das fibras, que dificulta a entrada de água (MOHAN et al., 2021).

O desempenho observado para os compósitos é condizente com o reportado na literatura. A nível de comparação, após 25 dias de exposição higrotérmica, compósitos de resina epóxi reforçados com 50% em peso de fibras de sisal absorveram cerca de 2,5 vezes mais água que os compósitos reforçados com fibras tratadas de sisal deste trabalho (MOHAN; KANNY, 2011).

Para compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de vidro, 55% em peso de reforço, o aumento na absorção de água foi cerca de 1,16 vezes (PAVAN et al., 2019), o mesmo valor foi reportado para compósitos de resina epóxi híbridos reforçados com fibras de sisal e

Kevlar, 26% em volume de reforço (JAGADEESH et al., 2021).

Em resumo, nos testes de absorção de água, o epóxi puro absorveu pouca água devido seu processo de obtenção, que possibilita um material com menos vazios na sua estrutura. E entre os compósitos, os reforçados com fibras sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi e Sisal (CP)/Epóxi, absorveram mais água, devido à baixa adesão entre a fibra e a resina, que propicia a entrada de água no material. Os compósitos reforçados com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi e NaOH-Sisal (CP)/Epóxi, possuem menos vazios na sua estrutura e por isso possuem melhor desempenho quanto à absorção de água.

A Tabela 4 reúne os dados da massa, da densidade e da fração de vazios dos materiais antes e após a imersão em água. Entre as propriedades medidas, a massa dos materiais apresentou apenas uma pequena redução após absorver água. As dimensões dos materiais antes e após a imersão em água sofreram pouca variação e com isso o volume das amostras se manteve praticamente inalterado.

Tabela 4 – Propriedades dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.

Amostra	Massa (g)	Desvio Padrão (g)	Densidade (g/cm ³)	Desvio Padrão (g/cm ³)	Fração de vazios (%)	Desvio Padrão (%)
Epóxi puro	1,24	0,02	1,07 ^{ab}	0,02	2,72	1,93
Epóxi puro*	1,23	0,03	1,08 ^{ab}	0,01	1,35	0,81
Sisal (UD)/epóxi	1,14	0,04	1,09 ^a	0,03	8,59	2,50
Sisal (UD)/epóxi*	1,13	0,02	1,07 ^a	0,03	9,81	2,28
NaOH-Sisal (UD)/epóxi	1,43	0,06	1,15 ^b	0,02	3,04	1,84
NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	1,41	0,03	1,15 ^b	0,02	3,61	1,57
Sisal (CP)/epóxi	1,36	0,05	1,08 ^a	0,03	9,12	2,90
Sisal (CP)/epóxi*	1,35	0,03	1,08 ^a	0,03	8,96	2,28
NaOH-Sisal (CP)/epóxi	1,23	0,08	1,14 ^b	0,01	3,08	1,85
NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	1,23	0,05	1,13 ^b	0,02	3,27	2,37

*: Amostra após exposição higrotérmica; ^{a, ab, b}: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

O valor da densidade dos compósitos reforçados com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi e NaOH-Sisal (CP)/Epóxi, ficou próximo do valor teórico de 1,19 g/cm³, e

apresentou menos vazios em relação aos reforçados com fibras sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi e Sisal (CP)/Epóxi. O tratamento químico das fibras remove lignina e hemicelulose das fibras naturais, melhora sua adesão com o epóxi e a densidade do compósito é maior em relação ao compósito reforçado com fibras sem tratamento (HUANG; YOUNG, 2019). Além disso, o tratamento das fibras naturais reduz a quantidade de vazios nos compósitos e com isso melhora a resistência mecânica do material (WANG et al., 2019). As condições aplicadas na exposição higrotérmica não foram suficientes para causar variações na massa, no volume e na densidade dos compósitos.

Pelo teste de Dunnett houve diferença estatística entre a densidade dos compósitos com fibras tratadas e da resina epóxi pura, mas não houve entre a resina e os compósitos reforçados com fibras sem tratamento. Pelo teste de Tukey, o epóxi puro está em um grupo intermediário em relação aos compósitos tratados e os sem tratamento. O que indica que o tratamento das fibras foi eficiente para obter compósitos com menos vazios na estrutura e maior densidade.

Os dados resultantes do teste de microdureza Vickers, os quais foram plotados na Figura 20, também estão contidos na Tabela 5.

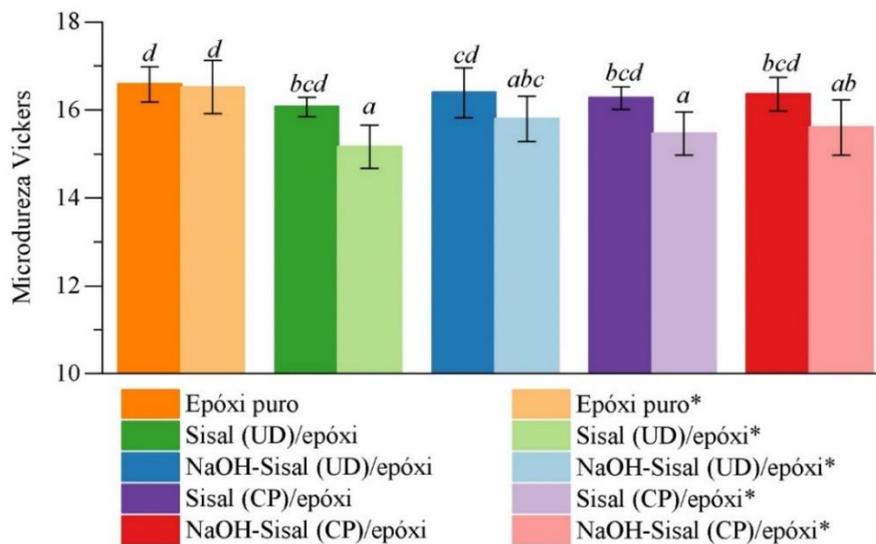


Figura 20 – Dureza dos materiais antes e após exposição higrotérmica.

*: Amostra após exposição higrotérmica; *a, ab, abc, bcd, cd, d*: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

Os valores encontrados para a dureza estão de acordo com o reportado para compósitos de resina epóxi reforçados com fibras lignocelulósicas, como o caso de compósitos de resina epóxi híbridos de linho e sisal, que atingiram em média 21 na microdureza Vickers (HV)

(RAJAMURUGAN et al., 2020), e de compósitos de cânhamo e linho, que atingiram em média 22 HV (KRISHNASAMY et al., 2021).

É possível observar que a resina epóxi pura manteve sua microdureza mesmo diante dos efeitos da exposição higrotérmica, de forma que não houve diferença estatística entre as amostras pelo teste de Dunnett, e pertencem ao mesmo grupo pelo teste de Tukey. Porém, os compósitos tiveram uma redução na microdureza de 6% para o epóxi reforçado com fibras sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi e Sisal (CP)/Epóxi, e redução de 4% para o epóxi reforçado com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi e NaOH-Sisal (CP)/Epóxi.

Tabela 5 – Microdureza Vickers dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.

Amostra	Microdureza (HV)	Desvio Padrão (HV)
Epóxi puro	16,6 ^d	0,4
Epóxi puro*	16,5 ^d	0,6
Sisal (UD)/epóxi	16,1 ^{bcd}	0,2
Sisal (UD)/epóxi*	15,2 ^a	0,5
NaOH-Sisal (UD)/epóxi	16,4 ^{cd}	0,6
NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	15,8 ^{abc}	0,5
Sisal (CP)/epóxi	16,3 ^{bcd}	0,3
Sisal (CP)/epóxi*	15,5 ^a	0,5
NaOH-Sisal (CP)/epóxi	16,4 ^{bcd}	0,4
NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	15,6 ^{ab}	0,6

*: Amostra após exposição higrotérmica; *a, ab, abc, b, bcd, cd, d*: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

Essa diferença na dureza dos compósitos também foi apontada nas análises de Dunnett e nos grupos de Tukey indicados pelos índices na Tabela 5. Isso ocorre devido ao enfraquecimento das ligações na interface entre a fibra e a matriz, o qual é proporcional à máxima absorção de água do material e ocorre devido a movimentação de entrada e saída de água no interior do material (SEPETCIOGLU; GUNOZ; KARA, 2021).

Como o tratamento químico das fibras de sisal com NaOH proporciona uma melhoria na sua adesão com a matriz epóxi, o desempenho do compósito reforçado com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi e NaOH-Sisal (CP)/Epóxi, foi melhor frente à perda de microdureza após a exposição higrotérmica (RAJESHKUMAR, 2020).

Além disso, as propriedades mecânicas de materiais compósitos estão relacionadas à dureza, de forma que a exposição higrotérmica reduz a dureza, além da resistência à tração e à flexão de compósitos poliméricos (DEEPA; JAYAKRISHNA; RAJIYALAKSHMI, 2018). O que reforça os resultados apresentados nas seções seguintes sobre a resistência à tração e aos danos por carregamentos cíclicos.

Por fim, com o objetivo de observar os efeitos causados pela exposição higrotérmica sobre a superfície dos materiais, a microscopia óptica foi utilizada nas amostras antes e após essa exposição. A Figura 21 mostra esses efeitos na superfície das amostras de resina pura, e de compósitos unidirecionais ou cruzados reforçados com fibras nas versões sem tratamento e com fibras tratadas.

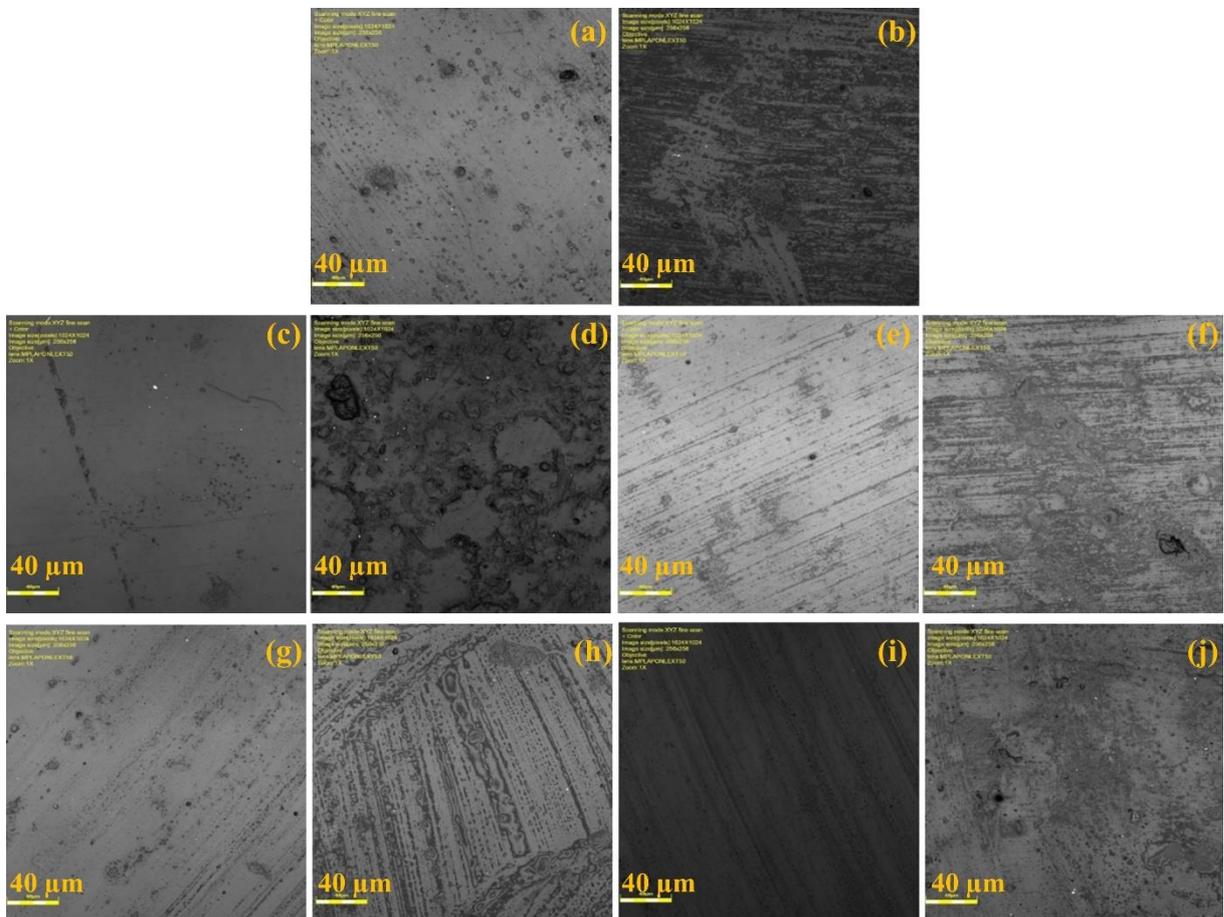


Figura 21 – Microscopia da superfície do epóxi puro antes (a) e após envelhecimento (b); do compósito epóxi/sisal unidirecional sem tratamento antes (c) e após envelhecimento (d); do compósito epóxi/sisal unidirecional tratado com NaOH antes (e) e após envelhecimento (f); do compósito epóxi/sisal cruzado sem tratamento antes (g) e após envelhecimento (h); do compósito epóxi/sisal cruzado tratado com NaOH antes (i) e após envelhecimento (j).

Para as amostras de epóxi puro, assim como as de compósitos, foi observado um desgaste da superfície, que aumentou os poros de entrada de água nos materiais. A causa desse desgaste está relacionada à movimentação de entrada e saída de moléculas de água nos materiais. O mesmo desgaste superficial foi apresentado para compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de carbono (FULCO et al., 2019). Entretanto, não foi observada a exposição de fibras após o desgaste superficial, como também foi reportado pelos autores.

Apesar do desgaste superficial, não foi observada a presença de fungos após a imersão em água das amostras deste trabalho, como foi reportado para compósitos de resina fenólica reforçados com fibras de juta (SINGH; GUPTA; VERMA, 2000). Isso indica que a superfície dos materiais foi resistente aos efeitos da exposição higrotérmica para o nível de temperatura e tempo de imersão utilizados nos testes de envelhecimento acelerado deste trabalho.

4.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DE TRAÇÃO

A fim de comparar o desempenho mecânico entre a resina epóxi pura e os compósitos reforçados com fibras de sisal tratadas e sem tratadas, foram realizados testes de tração com as amostras antes e após a exposição higrotérmica. As propriedades de tração, como o limite de resistência de tração, σ_t , e o módulo de elasticidade foram determinados para os materiais.

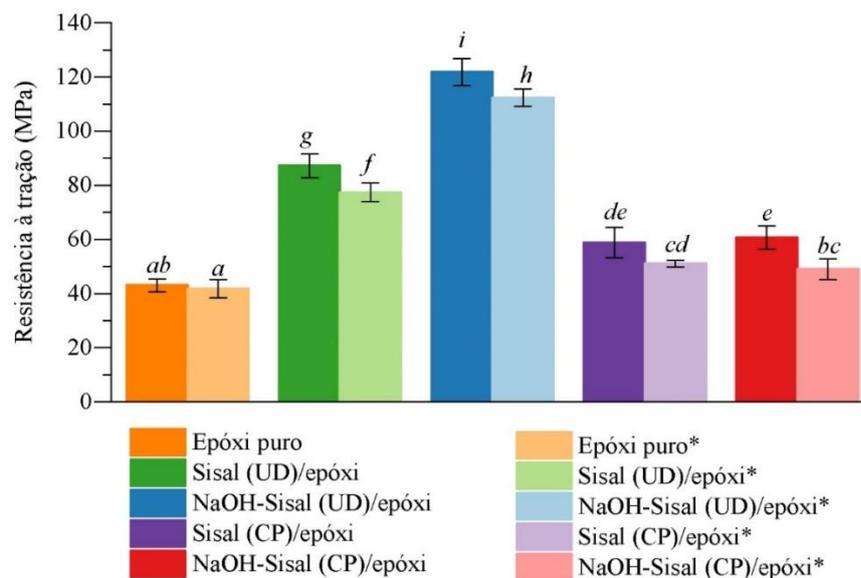


Figura 22 – Limite de resistência à tração dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.

*: Amostra após exposição higrotérmica; *a, ab, bc, cd, d, e, f, g, h, i*: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

A Figura 22 apresenta os limites de resistência dos materiais frente aos testes de tração, também expressos na Tabela 6.

Tabela 6 – Resistência à tração dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.

Amostra	Limite de resistência, σ_t (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Resistência específica (MPa.cm ³ /g)	Desvio Padrão (MPa.cm ³ /g)
Epóxi puro	43,02 ^{ab}	2,27	40,21 ^a	2,12
Epóxi puro*	41,78 ^a	3,34	38,69 ^a	3,10
Sisal (UD)/epóxi	87,20 ^g	4,38	83,53 ^f	3,95
Sisal (UD)/epóxi*	77,36 ^f	3,47	75,85 ^e	3,40
NaOH-Sisal (UD)/epóxi	121,82 ⁱ	5,00	106,86 ^h	4,38
NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	112,39 ^h	3,23	94,35 ^g	4,97
Sisal (CP)/epóxi	58,87 ^{de}	5,61	53,38 ^d	4,29
Sisal (CP)/epóxi*	51,08 ^{cd}	1,22	43,27 ^{bc}	3,53
NaOH-Sisal (CP)/epóxi	60,70 ^e	4,25	58,29 ^{cd}	5,61
NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	50,25 ^{bc}	3,84	50,57 ^{ab}	1,21

*: Amostra após exposição higrotérmica; a, ab, b, bc, c, cd, d, de, e, f, g, h, i: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

Observa-se, em relação à resina epóxi pura, as amostras de compósitos apresentaram um aumento resistência à tração, cerca de 2,0 vezes para o epóxi reforçado com fibras unidirecionais sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi, 2,8 vezes para o epóxi reforçado com fibras unidirecionais tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, e 1,4 vezes para as amostras de epóxi reforçado com fibras cruzadas sem tratamento, Sisal (CP)/Epóxi, e tratadas, NaOH-Sisal (CP)/Epóxi. O aumento na resistência à tração observado para os compósitos ocorre devido à adição das fibras, que possuem resistência à tração superior à resina pura endurecida e atuam como transporte para as forças aplicadas na matriz (CHAWLA, 2019).

Dentre os compósitos, a resistência à tração de compósitos unidirecionais reforçados com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, foi cerca de 1,4 vezes maior em relação aos compósitos de fibras unidirecionais sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi. A resistência à tração de compósitos é maior quando a interface entre a fibra e a matriz é melhorada através do tratamento químico (MANAP; JUMAHAT; SAPIAI, 2015). Nos compósitos reforçados com fibras cruzadas a resistência à tração foi cerca de 1,09 vezes maior após o tratamento das fibras. A amostra de maior resistência observada é reforçada com fibras unidirecionais, pois suas fibras

são orientadas na direção em que a força é aplicada durante os testes (HASHIM et al., 2019).

Os valores encontrados nos testes de tração estão de acordo com o reportado na literatura para compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas. A nível de comparação, o compósito reforçado com fibras unidirecionais tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, atingiu resistência à tração cerca de 1,6 vezes maior que amostras reforçadas com tecidos de fibras de sisal e juta (75 MPa) (CAVALCANTI et al., 2019). O aumento foi cerca de 1,4 vezes em relação a compósitos reforçados com fibras unidirecionais de sisal (85 MPa) (RAJKUMAR et al., 2017). Além disso, os compósitos reforçados com fibras cruzadas atingiram resistência à tração proporcional a compósitos reforçados com 40% em volume de fibras cruzadas do caule de *Dioscorea alata* (64 MPa) (OKAFOR et al., 2022).

A resistência à tração de compósitos reforçados com fibras sintéticas é elevada, devido a sua padronização, ao grau tecnológico de obtenção, à resistência e à adesão com matrizes poliméricas. Entretanto, em geral, quando a resistência à tração é normalizada pela densidade, também conhecida como resistência específica, os compósitos reforçados com fibras naturais possuem maior resistência, pois sua densidade é menor. Como exemplo, a resistência específica dos compósitos reforçados com fibras unidirecionais tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, Tabela 6, é cerca de 1,6 vezes maior que compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de vidro (65 MPa/g/cm³) (MACIEL et al., 2018b). Em relação a compósitos híbridos reforçados com fibras de linho e cânhamo o aumento na resistência é cerca de 1,13 vezes (94 MPa/g/cm³) (MURUGAN et al., 2020).

Quanto aos efeitos da exposição higrotérmica, as amostras de resina pura apresentaram valores similares para a resistência à tração antes e após a imersão em água, inclusive não apresentam diferença estatística por Dunnett e pertencem ao mesmo grupo por Tukey. Esse comportamento ocorre devido a ausência de fibras lignocelulósicas no material e sua natureza hidrofóbica que repele as moléculas de água. Para as amostras de compósitos unidirecionais, foi observada a redução na resistência à tração após à exposição higrotérmica de cerca de 11,3% com fibras sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi, e de 7,8% com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi. Para os compósitos cruzados a redução foi de 13,2% com fibras sem tratamento, Sisal (CP)/Epóxi, e de 19,2% com fibras tratadas, NaOH-Sisal (CP)/Epóxi. As análises estatísticas corroboram a diferença entre os valores dos compósitos antes e após a exposição higrotérmica.

A movimentação de água nos compósitos durante a exposição higrotérmica devido à

presença das fibras de sisal reduz sua resistência à tração devido à redução na adesão das fibras com a matriz polimérica (KANNY; MOHAN, 2013). Essa redução na resistência à tração está de acordo com compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de linho, que apresentaram cerca de 12% de redução na resistência à tração após 30 dias de exposição higrotérmica (WANG et al., 2021). Entretanto, conforme reportado, maiores períodos de exposição à água podem reduzir a resistência à tração de compósitos em até 50% após 1000 horas, e até 80% após 1200 horas (KIM; SEO, 2006).

Em suma, os compósitos testados apresentam maior resistência à tração em relação ao epóxi puro. E o material reforçado com fibras de sisal unidirecionais e tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, apresentar maior resistência à tração, isso ocorre devido à melhoria da adesão entre a fibra e a matriz causada pelo tratamento, que possibilita que as tensões aplicadas no compósito sejam distribuídas para as fibras. Além disso, o tratamento das fibras dificulta a entrada de água no compósito durante a exposição higrotérmica, por isso os compósitos reforçados com fibras tratadas são mais resistentes à perda de resistência mecânica após a exposição higrotérmica.

A Tabela 7 contém os dados do módulo de elasticidade dos materiais testados, esses dados também foram apresentados na Figura 23.

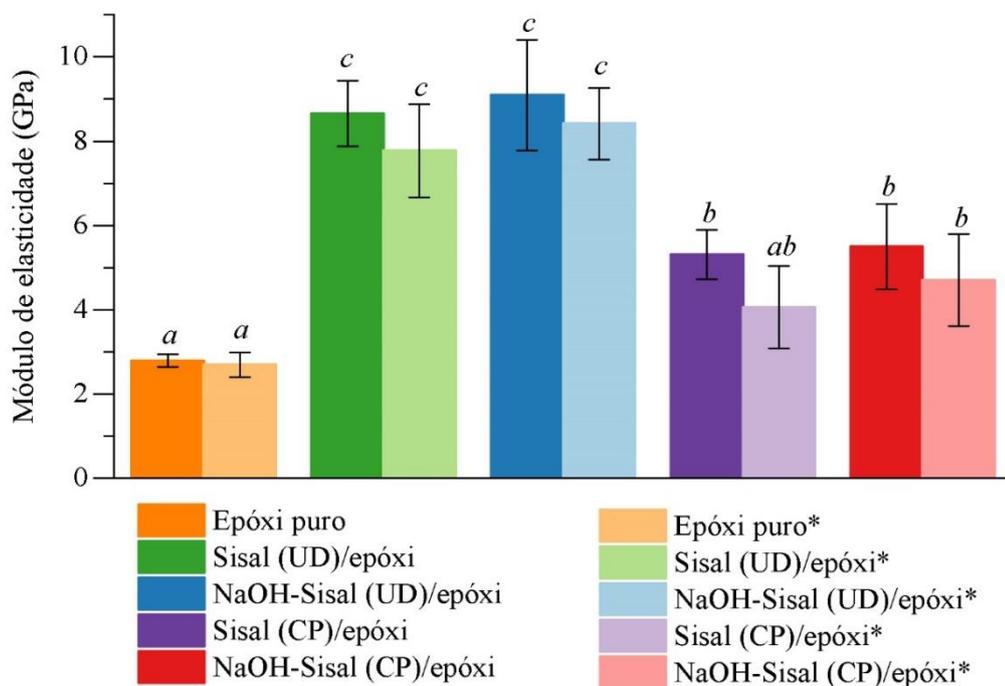


Figura 23 – Módulo de elasticidade dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.

*: Amostra após exposição higrotérmica; *a, ab, b, c*: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

Tabela 7 – Módulo de elasticidade dos materiais antes e após a exposição higrotérmica.

Amostra	Módulo de elasticidade (GPa)	Desvio Padrão (GPa)
Epóxi puro	2,79 ^a	0,15
Epóxi puro*	2,70 ^a	0,30
Sisal (UD)/epóxi	8,65 ^c	0,78
Sisal (UD)/epóxi*	7,78 ^c	1,11
NaOH-Sisal (UD)/epóxi	9,09 ^c	1,31
NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	8,42 ^c	0,85
Sisal (CP)/epóxi	5,31 ^b	0,59
Sisal (CP)/epóxi*	4,06 ^{ab}	0,97
NaOH-Sisal (CP)/epóxi	5,50 ^b	1,02
NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	4,70 ^b	1,09

*: Amostra após exposição higrotérmica; ^{a, ab, b, c}: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

Observa-se que a presença de fibras acarretou no aumento do módulo de elasticidade dos respectivos compósitos em relação ao epóxi puro. Como as fibras de sisal possuem módulo de elasticidade de 9 até 38 GPa e resistência à tração de 400 até 700 MPa (NAVEEN et al., 2019), essas propriedades foram refletidas no módulo de elasticidade dos compósitos. O teste de Dunnett indica a diferença estatística entre o módulo do epóxi puro e dos compósitos, indicando o efeito da presença da fibra nos materiais.

As configurações de fibras unidirecionais, Sisal (UD)/Epóxi e NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, apresentaram maior módulo de elasticidade que as configurações de fibras cruzadas. Pois, como reportado, o ângulo entre a direção de aplicação de forças e o eixo longitudinal das fibras influencia o módulo de elasticidade, de forma que as fibras orientadas a 0° apresentam maior módulo de elasticidade (MACIEL et al., 2018a).

Os valores encontrados para o módulo de elasticidade dos compósitos unidirecionais e cruzados deste trabalho estão acima do reportado para compósitos de resina epóxi reforçados com fibras curtas de sisal (cerca de 3 GPa), assim como os compósitos unidirecionais atingiram módulo de elasticidade equiparável à compósitos híbridos de resina epóxi reforçados com fibras de sisal e vidro (cerca de 9 GPa) (FERREIRA et al., 2019).

Cabe destacar que o módulo de elasticidade é reduzido após a exposição higrotérmica devido a plasticidade da resina epóxi, porém a etapa de secagem dos corpos de prova restaura essa propriedade mecânica (MOUDOOD et al., 2019), por isso o módulo de elasticidade dos compósitos foi elevado mesmo após a exposição higrotérmica. Dessa forma, o teste de Tukey aponta grupos iguais para os compósitos mesmo após a exposição higrotérmica.

A redução na média do módulo de elasticidade observada para os compósitos reforçados com fibras cruzadas em relação aos reforçados com fibras unidirecionais está de acordo com o reportado para compósitos reforçados com fibras de linho, atingindo valores até 50% menores para o módulo de elasticidade quando as fibras são cruzadas (SY; FAWAZ; BOUGHERARA, 2018). O módulo de elasticidade para a resina epóxi pura encontrado também está de acordo com o reportado na literatura, atingindo cerca de 3 GPa (YAO; HAWKINS; SUE, 2017).

Vale ressaltar que, para as condições de exposição higrotérmica que os materiais foram submetidos, praticamente não ocorreu variações nas propriedades mecânicas do epóxi puro. Entretanto, foi reportada a degradação da estrutura química da resina epóxi para compósitos epóxi reforçados com fibras de carbono de parte da estrutura de um Boeing utilizado por cerca de 59 mil horas sob intempéries (TIAN; HODGKIN, 2010). Os autores constataram uma oxidação na resina através de FTIR, especificamente nas bandas entre 1660 e 1735 cm^{-1} , referente a oxidação de estruturas suscetíveis a grupos carbonila, como hidroxilas, que reduziram suas propriedades dinâmico-mecânicas. Logo, maiores períodos de exposição higrotérmica podem danificar a resina pura.

4.4 – RESISTÊNCIA RESIDUAL APÓS CARREGAMENTOS CÍCLICOS

Para avaliar o efeito dos carregamentos cíclicos na resistência da resina epóxi pura e dos compósitos reforçados com fibras de sisal tratadas e não tratadas, foram aplicados carregamentos cíclicos nas amostras dos materiais.

Primeiramente, foram realizados testes de tração para basear e selecionar os níveis de força máxima a ser aplicada nos carregamentos cíclicos. Em seguida, foram realizados testes com carregamentos cíclicos até a ruptura ou atingir o *run-out* de 1 milhão de ciclos para o epóxi puro e para os compósitos reforçados com fibras unidirecionais e cruzadas de sisal tratadas, NaOH-Sisal (UD)/epóxi e NaOH-Sisal (CP)/epóxi, respectivamente. Esses testes foram feitos a fim de determinar a máxima força a ser aplicada nos testes de resistência residual à tração

após os carregamentos cíclicos.

A Figura 24 possui o diagrama de tensão máxima, $\sigma_{m\acute{a}x}$ versus vida em fadiga dos materiais.

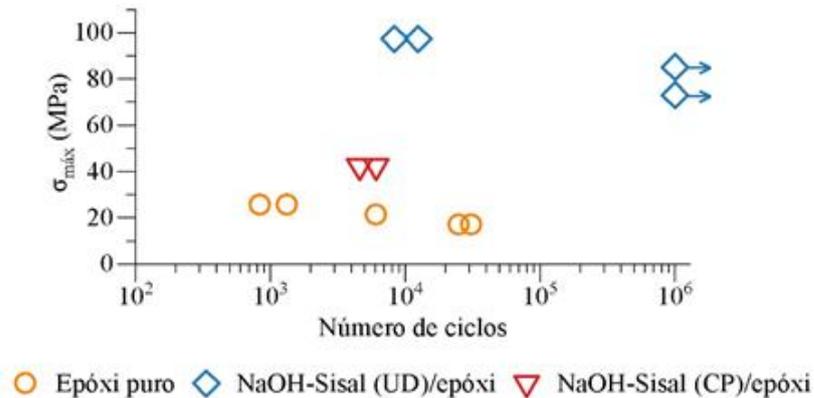


Figura 24 – Tensão versus número de ciclos para ruptura por fadiga, as setas indicam *run-out*.

A tensão equivalente a 80% da resistência à tração do compósito unidirecional reforçado com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, (97 MPa) leva à falha por fadiga após dez mil ciclos em média. Para os níveis de tensões de 70 e 60% da resistência de tração (85 e 73 MPa, respectivamente), o material não apresenta falha por fadiga até 1 milhão de ciclos. A nível de comparação, compósitos epóxi reforçados com fibras unidirecionais de linho atingem 1 milhão de ciclos sem ruptura para carregamentos com 60% da sua resistência à tração (BENSADOUN et al., 2016).

Diante disso, a força aplicada nos carregamentos cíclicos dos compósitos unidirecionais, Sisal (UD)/Epóxi e NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, antes e após a exposição higrotérmica, foi equivalente à tensão de 70% da sua resistência à tração. Entretanto, a mesma tensão de 70% da tração nos compósitos reforçados com fibras cruzadas tratadas, NaOH-Sisal (CP)/Epóxi, equivale a cerca de 42 MPa, e leva a ruptura do material por fadiga após cinco mil ciclos em média. Por isso, a força aplicada nos carregamentos cíclicos dos compósitos reforçados com fibras cruzadas, Sisal (CP)/Epóxi e NaOH-Sisal (CP)/Epóxi, antes e após a exposição higrotérmica, foi equivalente a 60% da sua resistência à tração.

Quando submetida a carregamentos cíclicos, a resina epóxi pura foi resistente que os materiais compósitos. Carregamentos com forças equivalentes a 60% e 50% da sua resistência

à tração (26 MPa e 21 MPa, respectivamente), levam à ruptura por fadiga após mil ciclos e seis mil ciclos, respectivamente. Diante disso, a força aplicada nos carregamentos cíclicos do material foi de 40% da sua resistência à tração (17 MPa). A resistência à fadiga do epóxi puro concorda com o reportado na literatura, atingindo a ruptura por fadiga entre 20 mil e 30 mil ciclos de carregamento com 40% da tensão de resistência à tração (ZHOU et al., 2016).

Em suma, os compósitos unidirecionais reforçados com fibras de sisal tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, apresentaram elevada resistência à fadiga e atingiram 1 milhão de ciclos sem falhar quando para carregamentos cíclicos com máxima força aplicada equivalente a 70% da sua resistência à tração. Isso acontece devido à presença das fibras de sisal no compósito, que resistem às forças aplicadas no material. O epóxi puro não contém fibras na sua estrutura e resiste a forças menores nos carregamentos cíclicos.

A resistência residual à tração após carregamentos cíclicos dos materiais estão expressos na Figura 25. Observa-se na Figura 25 (a) os resultados para o epóxi puro. A média da resistência à tração do material é reduzido após os ciclos de carregamento. A redução foi cerca de 8% após 10 mil ciclos (39,6 MPa), e 19% após 20 mil ciclos (35,1 MPa). Após a exposição higrotérmica, também houve variação na resistência à tração do epóxi puro. Reduzindo cerca de 4% após 10 mil ciclos (40,3 MPa), e 17% após 20 mil ciclos (34,5 MPa).

O epóxi puro apresentou comportamento similar frente aos danos por carregamentos cíclicos antes e após a exposição higrotérmica. Entretanto, para maiores períodos de exposição, cerca de 60 dias, foi reportada uma redução de 15% na resistência à fadiga de amostras de epóxi puro em relação à amostra antes da exposição higrotérmica (FERREIRA et al., 2013).

Para o epóxi puro, antes e após a exposição higrotérmica, a análise estatística, feita entre o material não ciclado e após os carregamentos cíclicos, aponta a diferença estatística após 20 mil ciclos por Dunnett e dois grupos estatisticamente iguais por Tukey, conforme os índices na Figura 25 (a). Isso corrobora o efeito dos carregamentos cíclicos na resistência à tração do material.

Na Figura 25 (b) estão os resultados dos compósitos reforçados com fibras unidirecionais sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi. A resistência à tração do material é reduzida em 10,1% (78,4 MPa) após 50 mil ciclos, e 20,8% (69,0 MPa) após 100 mil ciclos. Após a exposição higrotérmica a foi de 13,7% (66,8 MPa) após 50 mil ciclos, e 18,2% (63,3 MPa) após 100 mil ciclos. Para esse compósito, houve diferença estatística por Dunnett após os ciclos de carregamento, e por Tukey grupos estatisticamente iguais foram identificados entre as amostras

testadas, conforme os índices da Figura 25 (b). Isso corrobora a redução da resistência à tração após os carregamentos cíclicos.

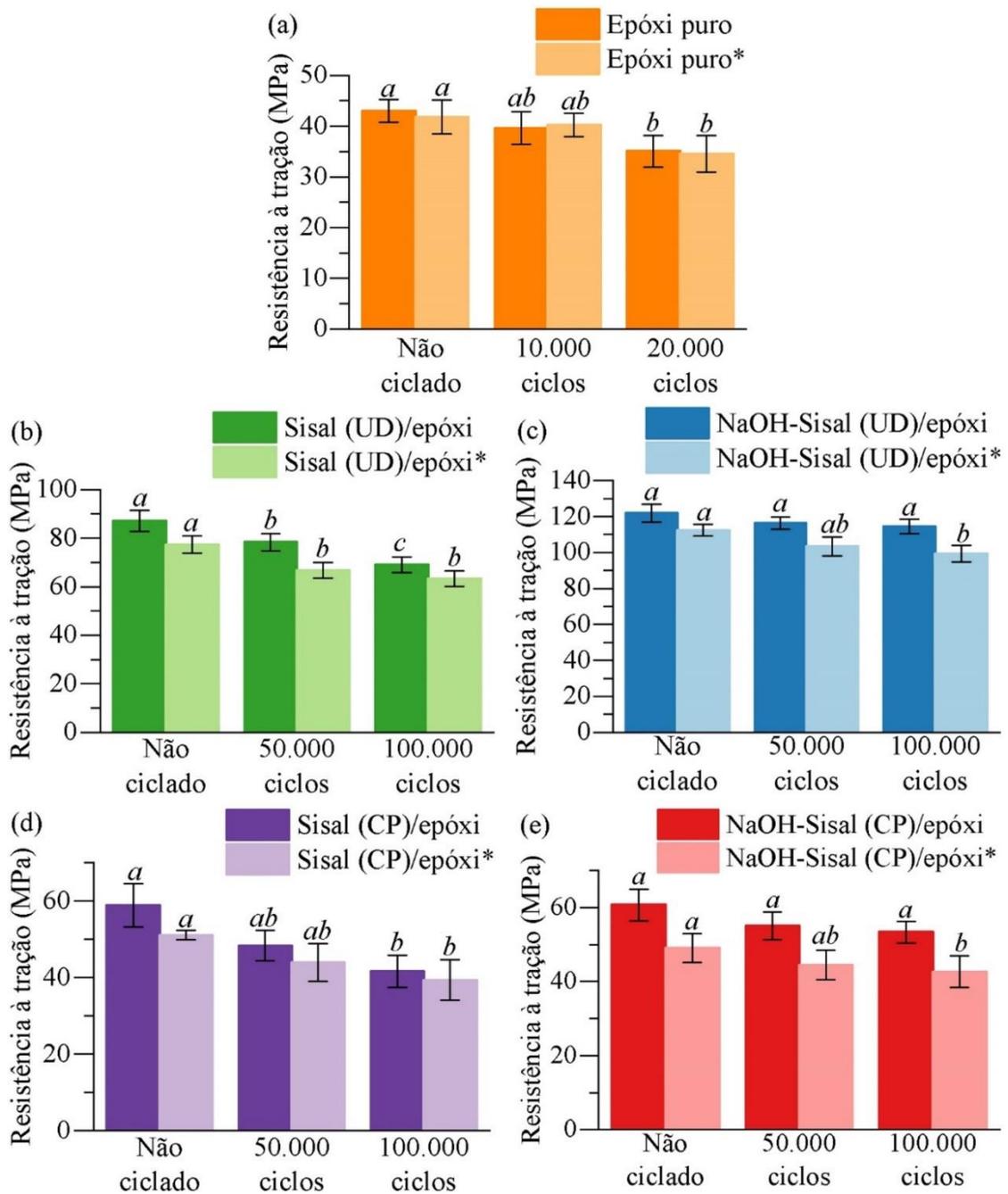


Figura 25 – Resistência residual de tração para a resina epóxi pura (a); do compósito epóxi/sisal unidirecional sem tratamento (b); do compósito epóxi/sisal unidirecional tratado com NaOH (c); do compósito epóxi/sisal cruzado sem tratamento (d); e do compósito epóxi/sisal cruzado tratado com NaOH (e). *: Após exposição higrotérmica; *a, ab, b, c*: Cada conjunto de letras representa valores estatisticamente iguais.

É importante ressaltar que a redução na resistência à tração desses compósitos, Sisal (UD)/Epóxi, após os carregamentos cíclicos é intensificada após a exposição higrotérmica, pois as fibras naturais causam microtrincas na matriz quando a fibra incha após absorver água (JUDAWISASTRA; SITO HANG; ROSADI, 2017). Esse fenômeno acontece para os compósitos que possuem fibras orientadas unidirecionais ou cruzadas.

Na Figura 25 (c) estão os resultados dos compósitos reforçados com fibras unidirecionais tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi. É possível observar uma pequena redução na sua resistência à tração após os carregamentos cíclicos, cerca de 4% (116,4 MPa) após 50 mil ciclos e 6% (114,4 MPa) após 100 mil ciclos. Nesse caso, não houve diferença estatística entre as amostras não cicladas e as cicladas por Dunnett, nem grupos diferentes por Tukey, o que indica a elevada resistência aos danos por carregamentos cíclicos do compósito, o qual apresentou 8% de redução na resistência à tração após 50 mil ciclos (103,3 MPa) e 12% após 100 mil ciclos.

O desempenho frente aos danos por carregamentos cíclicos dos compósitos unidirecionais reforçados com fibras tratadas com NaOH foi o melhor entre os compósitos. Isso ocorre devido às fibras orientadas na direção de aplicação das forças durante os testes mecânicos, além disso, as fibras tratadas possuem melhor adesão com a resina epóxi, com isso as fibras resistem a níveis de tensão mais elevados (SHAHZAD, 2018). O mesmo autor reporta que essa melhoria na adesão entre a fibra e a matriz causada pelo tratamento químico reduz a entrada de água no material e por isso suas propriedades mecânicas são preservadas após a exposição higrotérmica.

Na Figura 25 (d) estão os resultados dos compósitos reforçados com fibras cruzadas sem tratamento, Sisal (CP)/Epóxi. Sua resistência à tração é reduzida cerca de 17,9% após 50 mil ciclos (48,4 MPa), e 29,3% após 100 mil ciclos. Isso indica sua menor resistência aos danos causados pelos carregamentos cíclicos em relação aos compósitos reforçados com fibras unidirecionais. Após a exposição higrotérmica, sua resistência residual diminui cerca de 14,1% após 50 mil ciclos (43,9 MPa), e 22,9% após 100 mil ciclos (39,4 MPa). As análises por Dunnett e Tukey apontam a diferença estatística para o material antes e após os carregamentos cíclicos, o que indica seu efeito na redução da sua resistência à tração.

Na Figura 25 (e) estão os resultados dos compósitos reforçado com fibras cruzadas tratadas, NaOH-Sisal (CP)/Epóxi. A redução na sua resistência à tração é de 9,3% após 50 mil ciclos (55,1 MPa), e 12,1% após 100 mil ciclos (53,3 MPa). Após a exposição higrotérmica sua

resistência à tração é reduzida em 9,4% após 50 mil ciclos, e 13% após 100 mil ciclos (42,7 MPa). Novamente as análises por Dunnett e Tukey apontam a diferença estatística para o material antes e após os carregamentos cíclicos, o que indica seu efeito na redução da sua resistência à tração.

Assim como reportado para o desempenho de compósitos híbridos reforçados com fibras cruzadas de juta e carbono frente aos testes de fadiga (SUJON; HABIB; ABEDIN, 2020), a redução na resistência à tração por danos causados por carregamentos cíclicos foi maior para os compósitos cruzados em relação aos compósitos unidirecionais. Isso acontece pela presença de fibras orientadas a 90° em relação ao eixo de aplicação da carga, que propagam trincas na direção entre as camadas orientadas a 0° e 90° e causa a delaminação nessa região (BENSADOUN et al., 2016).

Mediante o exposto, o epóxi puro foi o material menos resistente aos danos por carregamentos cíclicos e seu comportamento foi similar antes e após a exposição higrotérmica, pois o material absorveu pouca água durante o período de exposição e conseqüentemente suas propriedades mecânicas foram pouco afetadas. Os compósitos, por outro lado, apresentaram maior resistência aos danos por carregamentos cíclicos em relação ao epóxi puro, principalmente quando reforçados com fibras tratadas com NaOH. Em adição, o compósito unidirecional reforçado com fibras tratadas, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi, apresentou o melhor desempenho frente aos carregamentos cíclicos, e suas propriedades foram preservadas mesmo após a exposição higrotérmica. Por fim, as fibras orientadas a 90° nos compósitos reforçados com fibras cruzadas atuam reduzindo sua resistência aos carregamentos cíclicos devido a trincas prematuras causadas nessas camadas.

4.5 – MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE DE FRATURA APÓS ENSAIOS DE TRAÇÃO

A superfície da fratura após os testes de tração na resina pura e nos materiais compósitos, que foram submetidos a carregamentos cíclicos, foi analisada através da microscopia eletrônica de varredura.

A Figura 26 possui as micrografias da fratura das amostras de epóxi puro, observa-se que não há presença de vazios nas amostras, indicando a eficiência do banho ultrassônico na retirada de ar do material durante sua obtenção.

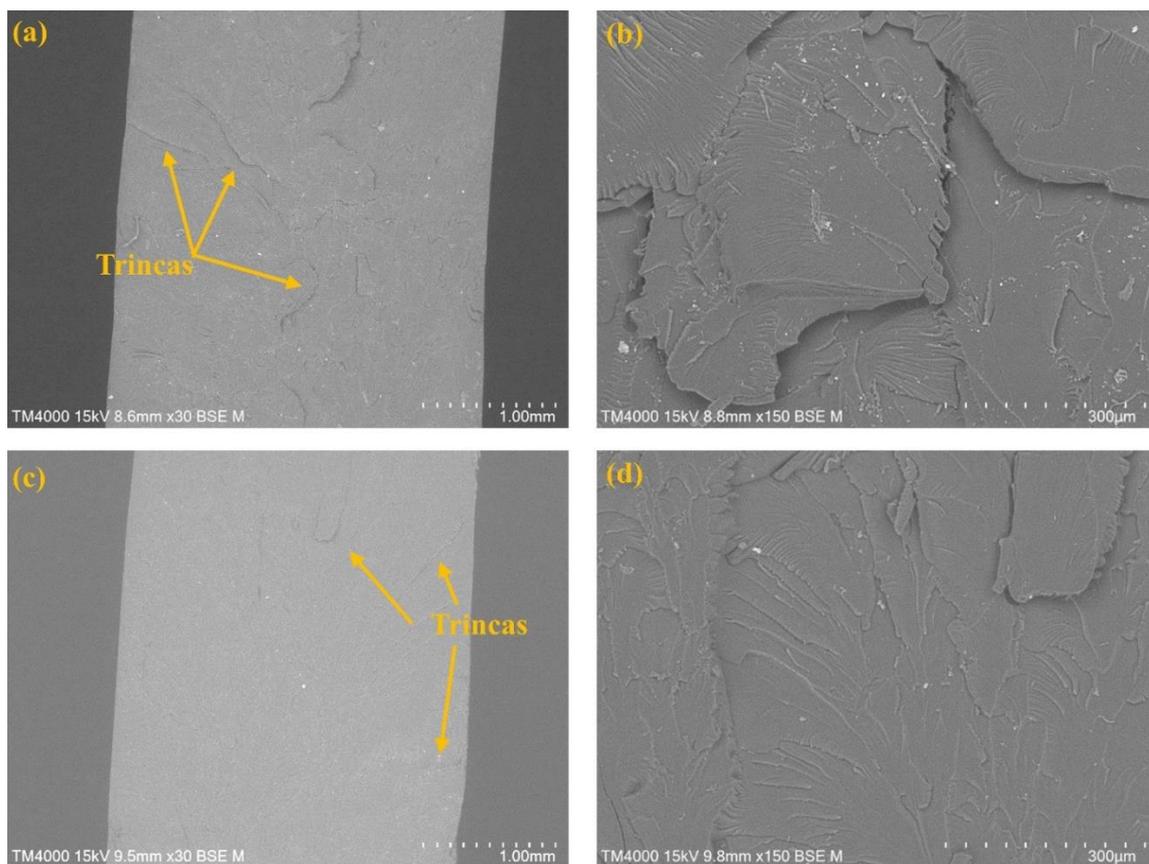


Figura 26 – Microscopia da superfície de fratura da resina epóxi pura 30x (a) e 150x (b), e da resina epóxi após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).

Nas Figuras 26 (a) e (b) a resina não foi submetida à exposição higrotérmica, observa-se que a superfície é plana com trincas que se propagam em um padrão semelhante ao percurso de rios, como indicado nas figuras pelas setas, esse comportamento é típico de fratura frágil (GURUSIDESWAR; VELMURUGAN; GUPTA, 2016).

O mesmo padrão ocorre na resina após exposição higrotérmica, Figuras 26 (c) e (d), isso indica que não ocorreu um aumento na tenacidade à fratura devido ao relaxamento das cadeias do material causado pela água, como o reportado para a resina epóxi (STARKOVA et al., 2021).

O comportamento da superfície de fratura dos materiais compósitos é diferente do observado para o epóxi puro, devido à presença de fibras. Como exemplo, na Figura 27, são observadas as superfícies da fratura de compósitos reforçados com fibras unidirecionais sem tratamento, Sisal (UD)/Epóxi.

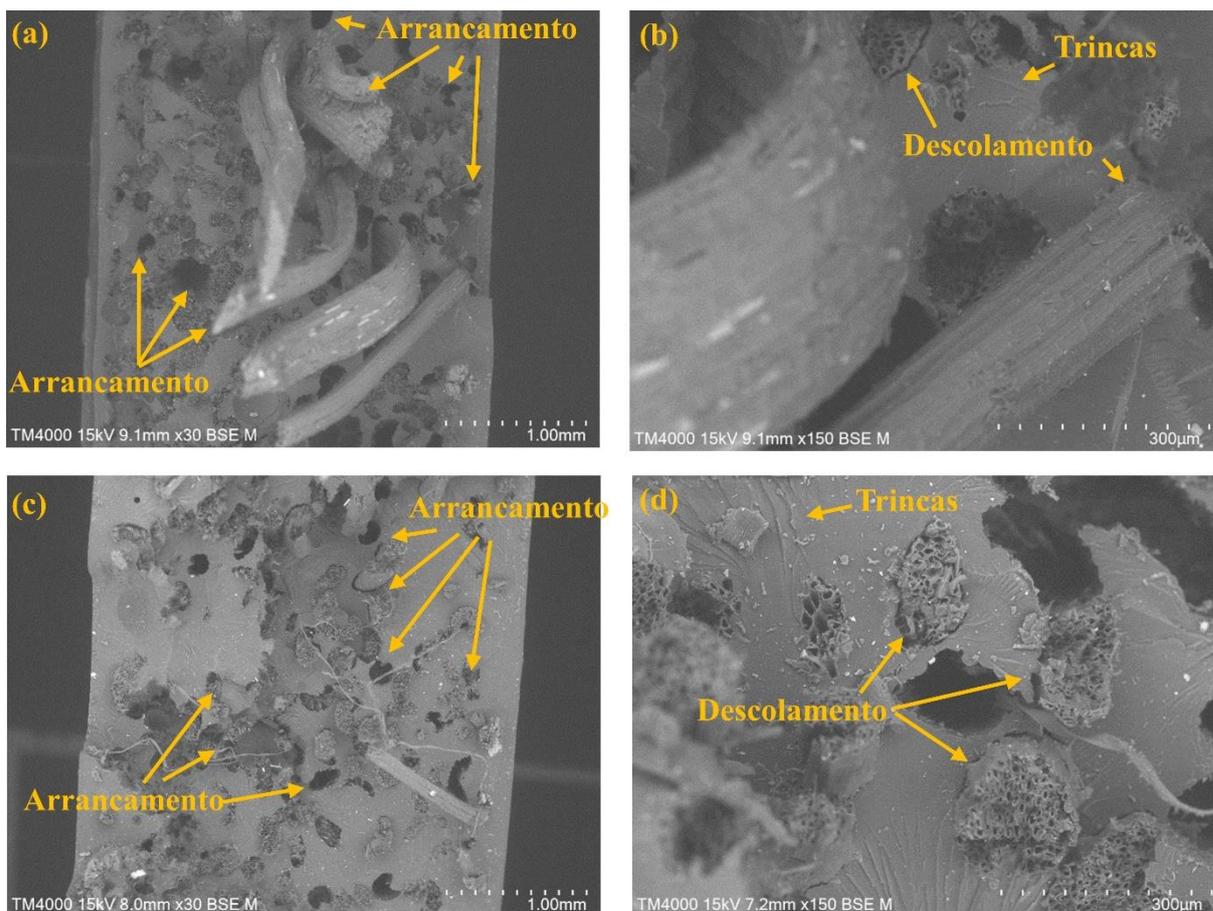


Figura 27 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras unidirecionais sem tratamento 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).

Observa-se nas Figuras 27 (a) e (b) as amostras antes da exposição higrotérmica, nas quais são observados os mecanismos de falha como o trincamento da matriz, o descolamento entre a fibra e a matriz, arrancamento de fibras (do inglês, *pull-out*) da matriz, como indicado pelas setas nas figuras. Isso demonstra a baixa adesão entre a fibra e a matriz, e corrobora a redução na resistência à tração e a carregamentos cíclicos do material em relação ao compósito reforçado com fibras tratadas.

Além disso, o descolamento entre a fibra e a matriz foi observado mesmo antes da exposição higrotérmica, o que permite a entrada de água nesses vazios da interface e atinge maior absorção de água em relação ao material reforçado com fibras tratadas. Ademais, os mesmos mecanismos de falha foram observados para o material após à exposição higrotérmica, Figuras 27 (c) e (d).

A Figura 28 contém as micrografias do compósito reforçado com fibras unidirecionais de sisal que receberam o tratamento, NaOH-Sisal (UD)/Epóxi. Entre os mecanismos de falha observados na superfície da fratura do material, é observado a ruptura das fibras, o trincamento da matriz, e algumas regiões com *pull-out* e descolamento entre as fibras e a matriz, como indicado pelas setas nas Figuras 28 (a) e (b).

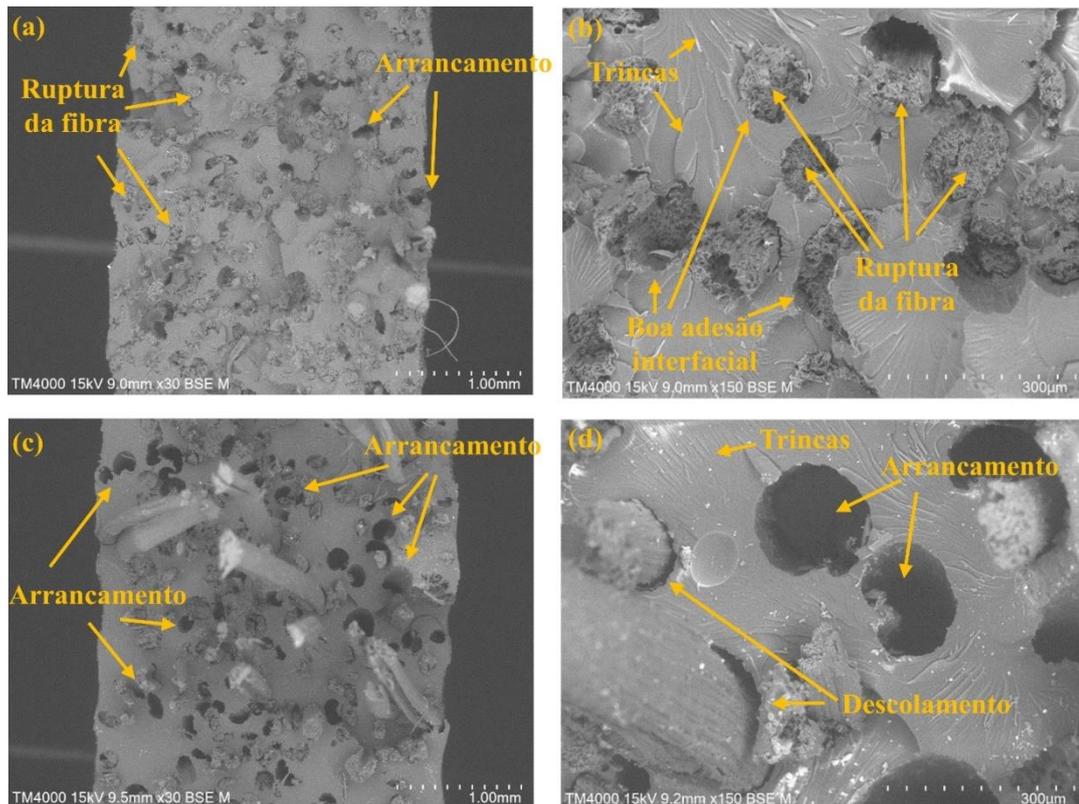


Figura 28 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras unidirecionais tratadas com NaOH 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).

A adesão entre as fibras e a matriz foi a melhor em relação aos compósitos reforçados com fibras sem tratamento, por isso o principal mecanismo de falha foi o de ruptura das fibras (WANG; PETRŮ, 2020). Isso justifica a maior resistência mecânica observada para o material em relação aos demais materiais testados, além da menor absorção de água após exposição higrotérmica.

Ademais, a movimentação de entrada e saída de água nas fibras durante a exposição higrotérmica afetou a interface entre as fibras e a matriz, modificando os mecanismos de falha,

nos quais o descolamento e o *pull-out* das fibras foram os mais observados, conforme as Figuras 28 (c) e (d). A resistência do material é reduzida após o envelhecimento acelerado por exposição higrotérmica, pois a água rompe as ligações entre a fibra e a matriz e impede que as tensões sejam transferidas pelas fibras (SAHA; KUMAR; ZINDANI, 2021).

A resistência mecânica dos laminados compósitos reforçados com fibras cruzadas, Sisal (CP)/Epóxi, (Figura 29) depende, principalmente, das lâminas que possuem fibras orientadas a 0° do eixo em que a tensão é aplicada no material. Pois, o trincamento da matriz se inicia nas fibras orientadas a 90° e desencadeia o processo em fibras orientadas a 0° resistem às tensões até a ruptura dessas fibras e à falha do material (CARRARO; MARAGONI; QUARESIMIN, 2019).

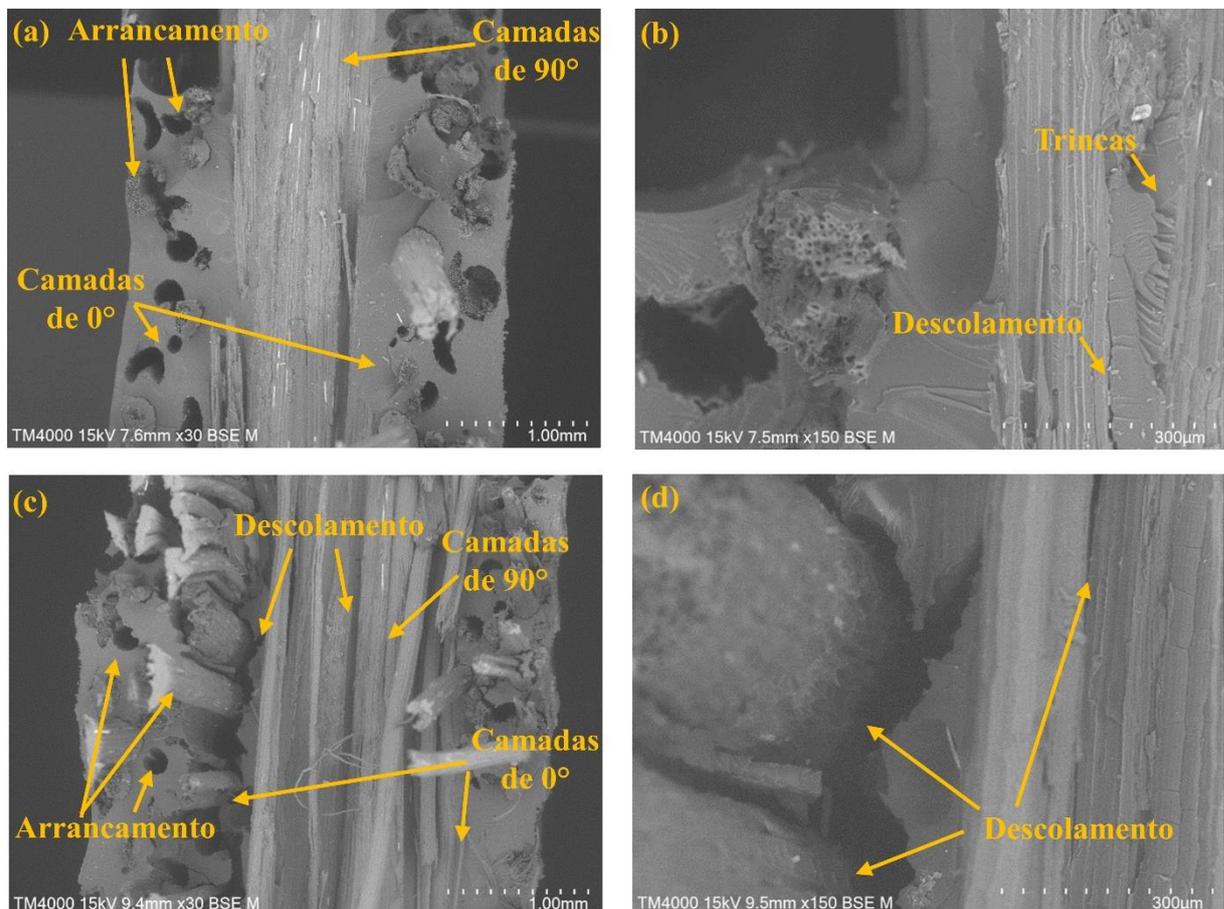


Figura 29 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras cruzadas sem tratamento 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).

Observa-se que as fibras orientadas a 90° do eixo em que a tensão é aplicada no material são mantidas praticamente intactas, e apenas o trincamento da matriz é observado, conforme as Figuras 29 (a) e (b). Entretanto, nas fibras orientadas a 0°, os mecanismos de falha são similares aos dos compósitos reforçados com fibras unidirecionais sem tratamento, apresentando trincamento da matriz, *pull-out* e descolamento entre a fibra e a matriz.

Após a exposição higrotérmica o descolamento entre as fibras e a matriz foi maior, inclusive nas fibras orientadas a 90°, como indicado nas Figuras 29 (c) e (d). A delaminação é um mecanismo de falha comum em compósitos reforçados com fibras cruzadas, no qual ocorre a separação entre camadas de um laminado. Entretanto, para os compósitos cruzados reforçados com fibras sem tratamento, ou tratadas com NaOH (Figura 30), a adesão entre as camadas foi eficiente de forma que não foi observada a delaminação.

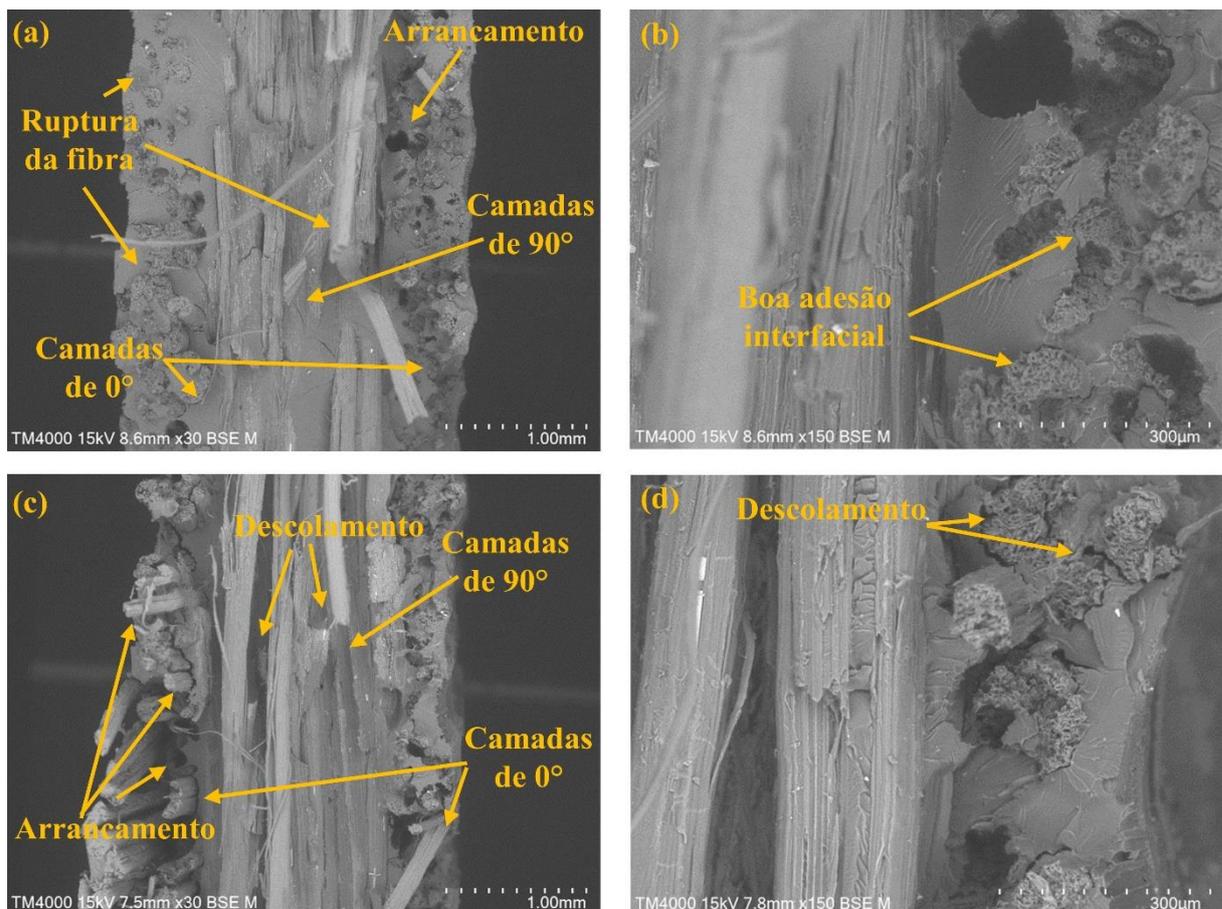


Figura 30 – Microscopia da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras cruzadas tratadas com NaOH 30x (a) e 150x (b), e para o material após exposição higrotérmica 30x (c) e 150x (d).

As microscopias da superfície de fratura de amostras de compósitos reforçados com fibras cruzadas tratadas, NaOH-Sisal (CP)/Epóxi, estão na Figura 30. Nesse caso, as fibras possuem melhor adesão à matriz polimérica e as camadas do laminado reforçadas com fibras a 90° atuam de forma mais efetiva na resistência às tensões aplicadas no material.

Como observado nas Figuras 30 (a) e (b), além do trincamento da matriz há o rompimento de fibras, concordando com o observado para compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de carbono cruzadas (VISHWAKARMA et al., 2019). Na região das fibras orientadas a 0° , é observada a ruptura das fibras, assim como o arrancamento de fibras e algumas regiões de descolamento entre as fibras e a matriz, o que colaborou para o aumento na resistência do material em relação ao compósito reforçado com fibras cruzadas sem tratamento. Após a exposição higrotérmica o descolamento das fibras é maior, tanto para as fibras orientadas a 0° , quanto a 90° , assim como o arrancamento das fibras, Figuras 30 (c) e (d), o que acarretou na redução da resistência mecânica do material após essa exposição.

5 – CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

Como o objetivo da pesquisa era promover o uso de fibras naturais em compósitos poliméricos através da obtenção de materiais resistentes aos efeitos da exposição higrotérmica e dos carregamentos cíclicos. Então, amostras de resina epóxi pura curada e de compósitos reforçados com fibras de sisal foram avaliadas através de testes de absorção de água, de dureza, de tração, e de resistência residual após carregamentos cíclicos. Tais testes foram realizados de forma que as variações na orientação e no tratamento das fibras de sisal com NaOH também fossem avaliadas com relação ao desempenho dos materiais compósitos.

Como apresentado e discutido na seção dos resultados, o tratamento superficial das fibras de sisal desempenhou um papel primordial na resistência à exposição higrotérmica. Isso ocorre devido a melhoria da adesão na interface entre a fibra e a matriz que o tratamento proporciona. Dessa forma, os compósitos reforçados com fibras tratadas possuem menos vazios e absorvem menos água em relação aos reforçados com fibras não tratadas. A orientação das fibras também influenciou a absorção de água dos compósitos, pois quando cruzadas as fibras formam uma rede que dificulta a entrada da água nos materiais.

A melhoria na interface dos compósitos também colabora na preservação de sua dureza superficial após a exposição higrotérmica. Além disso, a resistência mecânica dos compósitos também foi influenciada pelo tratamento das fibras, pois a adesão eficiente entre as fibras e a matriz permite que as fibras transportem as tensões sofridas sem a falha do material. Assim, a resistência à tração e a carregamentos cíclicos foi maior para os compósitos reforçados com fibras tratadas. Ademais, mesmo que os compósitos apresentaram uma redução na resistência mecânica após a exposição higrotérmica, os materiais reforçados com fibras tratadas foram mais resistentes aos seus efeitos.

Portanto, o trabalho fornece dados que promovem o uso de fibras naturais como reforço em compósitos poliméricos devido a sua resistência à tração atingida, principalmente na configuração de laminados reforçados com fibras unidirecionais orientadas a 0° do eixo de aplicação das tensões tratadas com NaOH. Em adição, o desempenho desses compósitos quando submetidos a carregamentos cíclicos foi favorável, de forma que a resistência residual nesses materiais foi praticamente mantida após os danos por carregamentos cíclicos com tensões equivalentes à 70% da sua máxima tensão de tração.

Como recomendações para trabalhos futuros, a fim de comprovar sua resistência às intempéries é válido estudar métodos de envelhecimento que sejam mais nocivos aos materiais,

e simulem o que eles podem ser expostos no seu uso, como radiação ultravioleta, água da chuva, ozônio e microrganismos. Além disso, é importante testar diferentes níveis de tensões nos testes com carregamentos cíclicos, e estudar a resistência à fadiga do material, construindo uma curva S-N. Ademais, ainda é importante otimizar a obtenção de compósitos reforçados com fibras de sisal, padronizando as fibras, e controlando a pressão e temperatura da resina aplicada através de métodos como a infusão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKAMPUMUZA, O.; WAMBUA, P. M.; AHMED, A.; LI, W.; QIN, X. Review of the applications of biocomposites in the automotive industry. **Polymer Composites**, [S. l.], v. 38, n. 11, p. 2553–2569, 2017. DOI: 10.1002/pc.23847.

ALBINANTE, S. R.; PACHECO, É. B. A. V.; VISCONTE, L. L. Y. Revisão dos tratamentos químicos da fibra natural para mistura com poliolefinas. **Química Nova**, [S. l.], v. 36, n. 1, p. 114–122, 2013. DOI: 10.1590/S0100-40422013000100021.

ALI, D.; SHAHZAD, A.; KHAN, T. A. Development of Fatigue Loading Spectra from Flight Test Data. **Procedia Structural Integrity**, [S. l.], v. 2, p. 3296–3304, 2016. DOI: 10.1016/j.prostr.2016.06.411.

ALSINA, O. L. S.; CARVALHO, L. H.; RAMOS FILHO, F. G.; D'ALMEIDA, J. R. M. Immersion Temperature Effects on the Water Absorption Behavior of Hybrid Lignocellulosic Fiber Reinforced-Polyester Matrix Composites. **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, [S. l.], v. 46, n. 5, p. 515–520, 2007. DOI: 10.1080/03602550701297244.

AMROUNE, S.; BEZAZI, A.; DUFRESNE, A.; SCARPA, F.; IMAD, A. Investigation of the Date Palm Fiber for Green Composites Reinforcement: Thermo-physical and Mechanical Properties of the Fiber. **Journal of Natural Fibers**, [S. l.], v. 18, n. 5, p. 717–734, 2021. DOI: 10.1080/15440478.2019.1645791.

ARUMUGAM, S.; KANDASAMY, J.; SHAH, A. U. M.; SULTAN, M. T. H.; SAFRI, S. N. A.; MAJID, M. S. A.; BASRI, A. A.; MUSTAPHA, F. Investigations on the Mechanical Properties of Glass Fiber/Sisal Fiber/Chitosan Reinforced Hybrid Polymer Sandwich Composite Scaffolds for Bone Fracture Fixation Applications. **Polymers**, [S. l.], v. 12, n. 7, p. 1501, 2020. DOI: 10.3390/polym12071501.

ASTM. D 729 – Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement. **ASTM International**, [S. l.], p. 6, 2008. DOI: 10.1520/D0792-20.2.

ASTM. D 3479/D 3479M – Standard Test Method for Tension-Tension Fatigue of Polymer Matrix Composite Materials. **ASTM International**, [S. l.], v. 96, n. August, p. 6, 2012. DOI: 10.1520/D3479_D3479M-19.

ASTM. D 570 – Standard Test Method for Water Absorption of Plastics. **ASTM International**, [S. l.], v. 98, n. Reapproved 2010, p. 25–28, 2014. DOI: 10.1520/D0570-98R18.2.

ASTM. D 3039/D 3039M – Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. **ASTM International**, [S. l.], p. 1–13, 2017. DOI: 10.1520/D3039_D3039M-17.

BENSADOUN, F.; VALLONS, K. A. M.; LESSARD, L. B.; VERPOEST, I.; VUURE, A. W. V. Fatigue behaviour assessment of flax–epoxy composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S. l.], v. 82, p. 253–266, 2016. DOI: 10.1016/j.compositesa.2015.11.003.

BERGES, M. et al. Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S. l.], v. 88, p. 165–177, 2016. DOI: 10.1016/j.compositesa.2016.05.029.

BRAUN, U.; BRADEMANN-JOCK, K.; STARK, W. Cure monitoring of epoxy films by heatable in situ FTIR analysis: Correlation to composite parts. **Journal of Applied Polymer Science**, [S. l.], v. 131, n. 3, p. 1–10, 2014. DOI: 10.1002/app.39832.

CAPELA, C.; OLIVEIRA, S. E.; FERREIRA, J. A. M. Fatigue behavior of short carbon fiber reinforced epoxy composites. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 164, n. June 2018, p. 191–197, 2019. DOI: 10.1016/j.compositesb.2018.11.035.

CARRARO, P. A.; MARAGONI, L.; QUARESIMIN, M. Characterisation and analysis of transverse crack-induced delamination in cross-ply composite laminates under fatigue loadings. **International Journal of Fatigue**, [S. l.], v. 129, n. April, 2019. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2019.105217.

CAVALCANTI, D. K. K.; BANEJA, M. D.; NETO, J. S. S.; LIMA, R. A. A. Comparative analysis of the mechanical and thermal properties of polyester and epoxy natural fibre-reinforced hybrid composites. **Journal of Composite Materials**, [S. l.], v. 55, n. 12, p. 1683–1692, 2021. DOI: 10.1177/0021998320976811.

CAVALCANTI, D. K. K.; BANEJA, M. D.; NETO, J. S. S.; LIMA, R. A. A.; DA SILVA, L. F. M.; CARBAS, R. J. C. Mechanical characterization of intralaminar natural fibre-reinforced hybrid composites. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 175, n. June, p. 107149,

2019. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.107149.

CHAITANYA, S.; SINGH, I. Sisal fiber-reinforced green composites: Effect of ecofriendly fiber treatment. **Polymer Composites**, [*S. l.*], v. 39, n. 12, p. 4310–4321, 2018. DOI: 10.1002/pc.24511.

CHAUDHARY, V.; BAJPAI, P. K.; MAHESHWARI, S. Studies on Mechanical and Morphological Characterization of Developed Jute/Hemp/Flax Reinforced Hybrid Composites for Structural Applications. **Journal of Natural Fibers**, [*S. l.*], v. 15, n. 1, p. 80–97, 2018. DOI: 10.1080/15440478.2017.1320260.

CHAWLA, Krishan K. **Composite Materials**. 4. ed. Switzerland, AG: Springer International Publishing, 2019. DOI: 10.1007/978-3-030-28983-6.

CHIZYUKA, Chizyuka; MUNAKAAMPE, Grain M. Effects of Hydrothermal Ageing on the Microbond Interfacial Shear Strength of NaOH Treated Sisal Fibre Reinforced Polyester Composites . [*S. l.*], n. December 2016, p. 39–54, 2017.

CHOWDHURY, A. M. S.; SCHMIDT, C.; NEUKING, K.; EGGELER, G. Comparative studies on the accumulation of strain and recovery ratio of Veriflex®, a shape-memory polymer for a high strain ($E_m = 210\%$): Atomic force microscopic experiments. **High Performance Polymers**, [*S. l.*], v. 26, n. 1, p. 20–26, 2014. DOI: 10.1177/0954008313494907.

DAMASCENO, C. L.; SÁ, J. O.; SILVA, R. M.; CARMO, C. O.; HADDAD, L. S. M.; SOARES, A. C. F.; DUARTE, E. A. A. Penicillium citrinum as a Potential Biocontrol Agent for Sisal Bole Rot Disease. **Journal of Agricultural Science**, [*S. l.*], v. 11, n. 10, p. 206, 2019. DOI: 10.5539/jas.v11n10p206.

DEEPA, A.; JAYAKRISHNA, K.; RAJIYALAKSHMI, G. **Fracture surface morphologies in understanding of composite structural behavior**. [*s.l.*] : Elsevier, 2018. DOI: 10.1016/B978-0-08-102291-7.00012-5.

DOWLING, N. E. **Mechanical Behavior of Materials: Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue**. 4. ed. Harlow, UK: Pearson Education Limited, 2012.

FENG, N. L.; DHARMALINGAM, S.; ZAKARIA, K. A.; SELAMAT, M. Z. Investigation on the fatigue life characteristic of kenaf/glass woven-ply reinforced metal sandwich materials. **Journal of Sandwich Structures & Materials**, [*S. l.*], v. 21, n. 7, p. 2440–2455, 2019. DOI: 10.1177/1099636217729910.

- FERREIRA, B. T.; DA SILVA, L. J.; PANZERA, T. H.; SANTOS, J. C.; FREIRE, R. T. S.; SCARPA, F. Sisal-glass hybrid composites reinforced with silica microparticles. **Polymer Testing**, [S. l.], v. 74, n. November 2018, p. 57–62, 2019. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2018.12.026.
- FERREIRA, J. A. M.; BORREGO, L. P.; COSTA, J. D. M.; CAPELA, C. Fatigue behaviour of nanoclay reinforced epoxy resin composites. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 52, p. 286–291, 2013. DOI: 10.1016/j.compositesb.2013.04.003. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.04.003>.
- FULCO, A. P. P.; MEDEIROS, A. M.; TONATTO, M. L. P.; AMICO, S. C.; TALREJA, R.; MELO, J. D. D. Fatigue damage and fatigue life diagrams of a carbon/epoxy cross ply laminate aged by hygrothermal exposure. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S. l.], v. 127, n. September, p. 105628, 2019. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.105628.
- GANESAN, C.; JOANNA, P. S. Modeling the residual strength and fatigue life of carbon fiber composites under constant amplitude loading. **Mechanics of Advanced Materials and Structures**, [S. l.], v. 27, n. 21, p. 1840–1848, 2020. DOI: 10.1080/15376494.2018.1526353.
- GHOBADI, A. Common Type of Damages in Composites and Their Inspections. **World Journal of Mechanics**, [S. l.], v. 07, n. 02, p. 24–33, 2017. DOI: 10.4236/wjm.2017.72003.
- GUDAYU, A. D.; STEUERNAGEL, L.; MEINERS, D.; GIDEON, R. Effect of surface treatment on moisture absorption, thermal, and mechanical properties of sisal fiber. **Journal of Industrial Textiles**, [S. l.], p. 152808372092477, 2020. DOI: 10.1177/1528083720924774.
- GUO, W.; CAO, H. R.; ZI, Y. Y.; HE, Z. J. Material analysis of the fatigue mechanism of rollers in tapered roller bearings. **Science China Technological Sciences**, [S. l.], v. 61, n. 7, p. 1003–1011, 2018. DOI: 10.1007/s11431-017-9249-2.
- GURUSIDESWAR, S.; VELMURUGAN, R.; GUPTA, N. K. High strain rate sensitivity of epoxy/clay nanocomposites using non-contact strain measurement. **Polymer**, [S. l.], v. 86, p. 197–207, 2016. DOI: 10.1016/j.polymer.2015.12.054.
- HALUZA, R. T.; BAKIS, C. E.; KOUDELA, K. L. Comparison of woven and stitched out-of-autoclave E-glass/epoxy composites subjected to quasi-static and cyclic tensile loads. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, [S. l.], v. 40, n. 19–20, p. 714–725, 2021.

DOI: 10.1177/0731684420959452.

HAMM, K.; IMTIAZ, K. S.; RAJU, I. S. Some Remaining Challenges in Aerospace Structures. *In: AIAA SCITECH 2021 FORUM 2021*, Reston, Virginia. **Anais [...]**. Reston, Virginia: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2021. p. 1–12. DOI: 10.2514/6.2021-0574.

HASHIM, N.; LAILA, D.; MAJID, A.; MAHDI, E.; ZAHARI, R.; YIDRIS, N. Effect of fiber loading directions on the low cycle fatigue of intraply carbon- Kevlar reinforced epoxy hybrid composites. **Composite Structures**, [S. l.], v. 212, n. December 2018, p. 476–483, 2019. DOI: 10.1016/j.compstruct.2019.01.036.

HODZIC, A.; SHANKS, R. A. **Natural Fibre Composites: Materials, Processes and Applications**. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited, 2013. DOI: 10.1533/9780857099228.

HUANG, J. K.; YOUNG, W. B. The mechanical, hygral, and interfacial strength of continuous bamboo fiber reinforced epoxy composites. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 166, n. November 2018, p. 272–283, 2019. DOI: 10.1016/j.compositesb.2018.12.013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.013>.

JAGADEESH, P.; NINGAPPA, V. S. H.; PUTTEGOWDA, M.; GIRIJAPPA, Y. G. T.; RANGAPPA, S. M.; KHAN, M. R.; KHAN, I.; SIENGCHIN, S. Pongamia pinnata shell powder filled sisal/kevlar hybrid composites: Physicomechanical and morphological characteristics. **Polymer Composites**, [S. l.], v. 42, n. 9, p. 4434–4447, 2021. DOI: 10.1002/pc.26160.

JANKOVIĆ, B. Kinetic and reactivity distribution behaviors during curing process of carbon/epoxy composite with thermoplastic interface coatings (T800/3900-2 prepreg) under the nonisothermal conditions. **Polymer Composites**, [S. l.], v. 39, n. 1, p. 201–220, 2018. DOI: 10.1002/pc.23920.

JASSO-GASTINEL, C. F. Gradients in Homopolymers, Blends, and Copolymers. *In: Modification of Polymer Properties*. [s.l.] : Elsevier, 2017. p. 185–210. DOI: 10.1016/B978-0-323-44353-1.00008-7.

JEANNIN, T.; GABRION, X.; RAMASSO, E.; PLACET, V. About the fatigue endurance of unidirectional fl ax-epoxy composite laminates. **Composites Part B**, [S. l.], v. 165, n. October 2018, p. 690–701, 2019. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.02.009.

- JOSEPH, K.; TOLÊDO FILHO, R. D.; JAMES, B.; THOMAS, S.; CARVALHO, L. H. A review on sisal fiber reinforced polymer composites. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, [S. l.], v. 3, n. 3, p. 367–379, 1999. DOI: 10.1590/1807-1929/agriambi.v3n3p367-379.
- JUDAWISASTRA, H.; SITOANG, R. D. R.; ROSADI, M. S. Water absorption and tensile strength degradation of Petung bamboo (*Dendrocalamus asper*) fiber-reinforced polymeric composites. **Materials Research Express**, [S. l.], v. 4, n. 9, 2017. DOI: 10.1088/2053-1591/aa8a0d.
- KANNY, K.; MOHAN, T. P. Surface treatment of sisal fiber composites for improved moisture and fatigue properties. **Composite Interfaces**, [S. l.], v. 20, n. 9, p. 783–797, 2013. DOI: 10.1080/15685543.2013.819699.
- KHANAM, P. N.; KHALIL, H. P. S. A.; REDDY, G. R.; NAIDU, S. V. Tensile, Flexural and Chemical Resistance Properties of Sisal Fibre Reinforced Polymer Composites: Effect of Fibre Surface Treatment. **Journal of Polymers and the Environment**, [S. l.], v. 19, n. 1, p. 115–119, 2011. DOI: 10.1007/s10924-010-0219-7.
- KIM, H. J.; SEO, D. W. Effect of water absorption fatigue on mechanical properties of sisal textile-reinforced composites. **International Journal of Fatigue**, [S. l.], v. 28, n. 10 SPEC. ISS., p. 1307–1314, 2006. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2006.02.018.
- KUMAR, S.; SAHA, A.; BHOWMIK, S. Accelerated weathering effects on mechanical, thermal and viscoelastic properties of kenaf/pineapple biocomposite laminates for load bearing structural applications. **Journal of Applied Polymer Science**, [S. l.], v. 139, n. 2, p. 1–16, 2022. DOI: 10.1002/app.51465.
- KUMARI, Y. R.; RAMANAIAH, K.; PRASAD, A. V. R.; REDDY, K. H.; SANAKA, S. P.; PRUDHVI, A. K. Experimental investigation of water absorption behaviour of sisal fiber reinforced polyester and sisal fiber reinforced poly lactic acid composites. **Materials Today: Proceedings**, [S. l.], v. 44, p. 935–940, 2021. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.11.002.
- LEE, Y.; PAN, J.; HATHAWAY, R.; BARKEY, M. **Fatigue Testing and Analysis: Theory and Practice**. 1. ed. Oxford, UK: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005.
- LI, Y.; MA, H.; SHEN, Y.; LI, Q.; ZHENG, Z. Effects of resin inside fiber lumen on the mechanical properties of sisal fiber reinforced composites. **Composites Science and Technology**, [S. l.], v. 108, p. 32–40, 2015. DOI: 10.1016/j.compscitech.2015.01.003.

- LI, Y.; XUE, B. Hydrothermal ageing mechanisms of unidirectional flax fabric reinforced epoxy composites. **Polymer Degradation and Stability**, [S. l.], v. 126, p. 144–158, 2016. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2016.02.004.
- LIANG, S.; GNING, P. B.; GUILLAUMAT, L. A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. **Composites Science and Technology**, [S. l.], v. 72, n. 5, p. 535–543, 2012. DOI: 10.1016/j.compscitech.2012.01.011.
- LIANG, S.; GNING, P. B.; GUILLAUMAT, L. Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading. **International Journal of Fatigue**, [S. l.], v. 63, p. 36–45, 2014. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2014.01.003.
- MA, Y.; YOKOZEKI, T.; UEDA, M.; YANG, Y.; SUGAHARA, T.; HAMADA, H. Study on the mechanical properties and failure behavior of 0 degree unidirectional fiber reinforced thermosetting and thermoplastic composite laminates. **CAMX 2016 - Composites and Advanced Materials Expo**, [S. l.], v. 99, p. 162–172, 2016.
- MACIEL, M. M.; RIBEIRO, S.; RIBEIRO, C.; FRANCESKO, A.; MACEIRAS, A.; VILAS, J. L.; LANCEROS-MÉNDEZ, S. Relation between fiber orientation and mechanical properties of nano-engineered poly(vinylidene fluoride) electrospun composite fiber mats. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 139, n. November 2017, p. 146–154, 2018. a. DOI: 10.1016/j.compositesb.2017.11.065.
- MACIEL, N. O. R.; FERREIRA, J. B.; VIEIRA, J. S.; RIBEIRO, C. G. D.; LOPES, F. P. D.; MARGEM, F. M.; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F.; SILVA, L. C. Comparative tensile strength analysis between epoxy composites reinforced with curaua fiber and glass fiber. **Journal of Materials Research and Technology**, [S. l.], v. 7, n. 4, p. 561–565, 2018. b. DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.03.009.
- MAHBOOB, Z.; BOUGHERARA, H. Strain amplitude controlled fatigue of Flax-epoxy laminates. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 186, n. January, p. 107769, 2020. DOI: 10.1016/j.compositesb.2020.107769.
- MAKI, H. **Recent Trends in Engineering Design**. 1. ed. Singapore: Springer Singapore, 2021. v. 70 DOI: 10.1007/978-981-16-1079-0.
- MALLICK, P. K. **Fiber-Reinforced Composites**. 3. ed. [s.l.] : CRC Press, 2007. DOI: 10.1201/9781420005981. Disponível em:
<https://www.taylorfrancis.com/books/9781420005981>.

- MANAP, N.; JUMAHAT, A.; SAPIAI, N. Effect of fibre treatment on longitudinal and transverse tensile properties of unidirectional kenaf composite. **Jurnal Teknologi**, [S. l.], v. 76, n. 11, p. 87–95, 2015. DOI: 10.11113/jt.v76.5918.
- MARIN, J. C.; JUSTO, J.; PARÍS, F.; CAÑAS, J. The effect of frequency on tension-tension fatigue behavior of unidirectional and woven fabric graphite-epoxy composites. **Mechanics of Advanced Materials and Structures**, [S. l.], v. 26, n. 17, p. 1430–1436, 2019. DOI: 10.1080/15376494.2018.1432814.
- MBECHE, S. M.; OMARA, T. Effects of alkali treatment on the mechanical and thermal properties of sisal/cattail polyester commingled composites. **PeerJ Materials Science**, [S. l.], v. 2, p. e5, 2020. DOI: 10.7717/peerj-matsci.5.
- MEHDIKHANI, M.; GORBATIKH, L.; VERPOEST, I.; LOMOV, S. V. Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance. **Journal of Composite Materials**, [S. l.], v. 53, n. 12, p. 1579–1669, 2019. DOI: 10.1177/0021998318772152.
- MEJRI, M.; TOUBAL, L.; CUILLIÈRE, J. C.; FRANÇOIS, V. Fatigue life and residual strength of a short- natural-fiber-reinforced plastic vs Nylon. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 110, p. 429–441, 2017. DOI: 10.1016/j.compositesb.2016.11.036.
- MENDES, S.; HUGEN, L. N.; SANTOS, R. D.; TOLEDO FILHO, R. D.; SAULO, R. F. Influence of Water Amount and Immersion Time on the Sisal Fibers Hornification Process. **Journal of Natural Fibers**, [S. l.], v. 00, n. 00, p. 1–10, 2019. DOI: 10.1080/15440478.2019.1697990.
- MOHAN, H. K. G.; DEVARAJ, S.; RANGANATHA, R.; SWAMY, K. S. N. Mechanical and Moisture Absorption Behaviour of Alkali Treated Sida Acuta Composite. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, [S. l.], v. 74, n. 12, p. 3001–3011, 2021. DOI: 10.1007/s12666-021-02360-0.
- MOHAN, T. P.; KANNY, K. Water barrier properties of nanoclay filled sisal fibre reinforced epoxy composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S. l.], v. 42, n. 4, p. 385–393, 2011. DOI: 10.1016/j.compositesa.2010.12.010.
- MORTAZAVIAN, S.; FATEMI, A. Effects of mean stress and stress concentration on fatigue behavior of short fiber reinforced polymer composites. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, [S. l.], v. 39, n. 2, p. 149–166, 2016. DOI: 10.1111/ffe.12341.

MOUDOOD, A.; RAHMAN, A.; KHANLOU, H. M.; HALL, W.; ÖCHSNER, A.; FRANCUCCI, G. Environmental effects on the durability and the mechanical performance of flax fiber/bio-epoxy composites. **Composites Part B: Engineering**, [*S. l.*], v. 171, n. March, p. 284–293, 2019. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.05.032.

MOUHOUBI, S.; AZOUAOUI, K. Residual properties of composite plates subjected to impact fatigue. **Journal of Composite Materials**, [*S. l.*], v. 53, n. 6, p. 799–817, 2019. DOI: 10.1177/0021998318791324.

MURUGAN, M. A.; JAYASEELAN, V.; JAYABALAKRISHNAN, D.; MARIDURAI, T.; KUMAR, S. S.; RAMESH, G.; PRAKASH, V. R. A. Low Velocity Impact and Mechanical Behaviour of Shot Blasted SiC Wire-Mesh and Silane-Treated Aloevera/Hemp/Flax-Reinforced SiC Whisker Modified Epoxy Resin Composites. **Silicon**, [*S. l.*], v. 12, n. 8, p. 1847–1856, 2020. DOI: 10.1007/s12633-019-00297-0.

NAVEEN, J.; JAWAID, M.; AMUTHAKKANNAN, P.; CHANDRASEKAR, M. Mechanical and physical properties of sisal and hybrid sisal fiber-reinforced polymer composites. *In: Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2019. p. 427–440. DOI: 10.1016/B978-0-08-102292-4.00021-7.

NIXON-PEARSON, O. J.; HALLETT, S. R. An investigation into the damage development and residual strengths of open-hole specimens in fatigue. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [*S. l.*], v. 69, p. 266–278, 2015. DOI: 10.1016/j.compositesa.2014.11.013.

OKAFOR, C. E.; KEBODI, L. C.; KANDASAMY, J.; MAY, M.; EKENGWU, I. E. Properties and performance index of natural fiber reinforced cross-ply composites made from Dioscorea alata stem fibers. **Composites Part C: Open Access**, [*S. l.*], v. 7, n. November 2021, p. 100213, 2022. DOI: 10.1016/j.jcomc.2021.100213.

PAVAN, A.; DAYANANDA, P.; VIJAYA, K. M.; HEGDE, S.; HOSAGADE, P. N. Influence of seawater absorption on vibrational and tensile characteristics of quasi-isotropic glass/epoxy composites. **Journal of Materials Research and Technology**, [*S. l.*], v. 8, n. 1, p. 1427–1433, 2019. DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.10.008.

PICKERING, K. L.; EFENDY, M. G. A.; LE, T. M. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. **Composites Part A: Applied**

Science and Manufacturing, [S. l.], v. 83, p. 98–112, 2016. DOI: 10.1016/j.compositesa.2015.08.038.

PIRES, E. N.; MERLINI, C.; AL-QURESHI, H. A.; SALMÓRIA, G. V.; BARRA, G. M. O. Efeito do tratamento alcalino de fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi. **Polímeros**, [S. l.], v. 22, n. 4, p. 339–344, 2012. DOI: 10.1590/S0104-14282012005000053.

RAJESHKUMAR, G. Effect of sodium hydroxide treatment on dry sliding wear behavior of Phoenix sp. fiber reinforced polymer composites. **Journal of Industrial Textiles**, [S. l.], 2020. DOI: 10.1177/1528083720918948.

RAJI, M.; ZARI, N.; BOUHFID, R.; QAISS, Abou E. K. Durability of composite materials during hydrothermal and environmental aging. *In: Durability and Life Prediction in Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2019. p. 83–119. DOI: 10.1016/B978-0-08-102290-0.00005-2.

RAJKUMAR, S.; TJONG, J.; NAYAK, S. K.; SAIN, M. Permeability and mechanical property correlation of bio based epoxy reinforced with unidirectional sisal fiber mat through vacuum infusion molding technique. **Polymer Composites**, [S. l.], v. 38, n. 10, p. 2192–2200, 2017. DOI: 10.1002/pc.23797.

ROCHA, I. B. C. M.; RAIJMAEKERS, S.; NIJSSEN, R. P. L.; MEER, F. P. V. D.; SLUYS, L. J. Hygrothermal ageing behaviour of a glass / epoxy composite used in wind turbine blades. **Composite Structures**, [S. l.], v. 174, p. 110–122, 2017. DOI: 10.1016/j.compstruct.2017.04.028.

RODRIGUES, G. G. M.; PAIVA, J. M. F.; CARMO, J. B.; BOTARO, V. R. Recycling of carbon fibers inserted in composite of DGEBA epoxy matrix by thermal degradation. **Polymer Degradation and Stability**, [S. l.], v. 109, p. 50–58, 2014. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2014.07.005.

SAHA, A.; KUMAR, S.; ZINDANI, D. Investigation of the effect of water absorption on thermomechanical and viscoelastic properties of flax-hemp-reinforced hybrid composite. **Polymer Composites**, [S. l.], v. 42, n. 9, p. 4497–4516, 2021. DOI: 10.1002/pc.26164.

SALASINSKA, K.; BARCZEWSKI, M.; ANIŚKO, J.; HEJNA, A.; CELIŃSKI, M. Comparative Study of the Reinforcement Type Effect on the Thermomechanical Properties and Burning of Epoxy-Based Composites. **Journal of Composites Science**, [S. l.], v. 5, n. 3,

p. 89, 2021. DOI: 10.3390/jcs5030089.

SALEH, M. A.; HARON, M. H.; SALEH, A. A.; FARAG, M. Fatigue behavior and life prediction of biodegradable composites of starch reinforced with date palm fibers.

International Journal of Fatigue, [*S. l.*], v. 103, p. 216–222, 2017. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.06.005.

SAPIAI, N.; JUMAHAT, A.; SHAARI, N.; TAHIR, A. Mechanical properties of nanoclay-filled kenaf and hybrid glass/kenaf fiber composites. **Materials Today: Proceedings**, [*S. l.*], v. 46, p. 1787–1791, 2020. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.08.025.

SARATH, P. S.; REGHUNATH, R.; HAPONIUK, J. T.; THOMAS, S.; GEORGE, S. C. Tribology of Fiber Reinforced Polymer Composites: Effect of Fiber Length, Fiber Orientation, and Fiber Size. *In*: HAMEED SULTAN, Mohamed Thariq; MOHD JAMIR, Mohd Ridzuan; ABDUL MAJID, Mohd Shukry; AZMI, Azwan Iskandar; SABA, Naheed (org.). **Tribological Applications of Composite Materials**. Composites Science and Technology Singapore: Springer Singapore, 2021. p. 99–117. DOI: 10.1007/978-981-15-9635-3_4.

SCIDA, D.; ASSARAR, M.; POILÂNE, C.; AYAD, R. Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. **Composites Part B: Engineering**, [*S. l.*], v. 48, p. 51–58, 2013. DOI: 10.1016/j.compositesb.2012.12.010.

SEPETCIOGLU, H.; GUNOZ, A.; KARA, M. Effect of hydrothermal ageing on the mechanical behaviour of graphene nanoplatelets reinforced basalt fibre epoxy composite pipes. **Polymers and Polymer Composites**, [*S. l.*], v. 29, n. 9_suppl, p. S166–S177, 2021. DOI: 10.1177/0967391121992939.

SHAH, D. U.; SCHUBEL, P. J.; CLIFFORD, M. J.; LICENCE, P. Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S–N curves and constant-life diagrams. **Composites Science and Technology**, [*S. l.*], v. 74, p. 139–149, 2013. DOI: 10.1016/j.compscitech.2012.10.015.

SHAHZAD, A. **Investigation into fatigue strength of natural/synthetic fiber-based composite materials**. [s.l.] : Elsevier Ltd, 2018. DOI: 10.1016/B978-0-08-102292-4.00012-6. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-102292-4.00012-6>.

SHANMUGAM, V. et al. Fatigue behaviour of FDM-3D printed polymers, polymeric composites and architected cellular materials. **International Journal of Fatigue**, [*S. l.*], v.

143, n. October 2020, p. 106007, 2021. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2020.106007.

SILVA, F. A.; CHAWLA, N.; TOLEDO FILHO, R. D. An experimental investigation of the fatigue behavior of sisal fibers. **Materials Science and Engineering A**, [S. l.], v. 516, n. 1–2, p. 90–95, 2009. DOI: 10.1016/j.msea.2009.03.026.

SILVA, M. F. E. **Sorção de água em compósitos de poliéster reforçados com fibras de sisal tratadas com líquidos iônicos**. 2017. Universidade Federal da Bahia, [S. l.], 2017.

SILVA, S. O.; TEIXEIRA, L. A.; GONTIJO, A. B.; LUZ, S. M. Processing Characterization of Sisal/Epoxy Prepregs. **Journal of Research Updates in Polymer Science**, [S. l.], v. 10, p. 42–50, 2021. DOI: 10.6000/1929-5995.2021.10.6.

SINGH, B.; GUPTA, M.; VERMA, A. The durability of jute fibre-reinforced phenolic composites. **Composites Science and Technology**, [S. l.], v. 60, n. 4, p. 581–589, 2000. DOI: 10.1016/S0266-3538(99)00172-4.

SLISERIS, J.; YAN, L.; KASAL, B. Numerical modelling of flax short fibre reinforced and flax fibre fabric reinforced polymer composites. **Composites Part B: Engineering**, [S. l.], v. 89, p. 143–154, 2016. DOI: 10.1016/j.compositesb.2015.11.038.

SODOKE, F. K.; TOUBAL, L.; LAPERRIÈRE, L. Hygrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis. **Journal of Materials Science**, [S. l.], v. 51, n. 24, p. 10793–10805, 2016. DOI: 10.1007/s10853-016-0291-z.

SODOKE, F. K.; TOUBAL, L.; LAPERRIÈRE, L. Wetting/drying cyclic effects on mechanical and physicochemical properties of quasi-isotropic flax/epoxy composites. **Polymer Degradation and Stability**, [S. l.], v. 161, p. 121–130, 2019. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2019.01.014.

SONG, W. et al. Flexural fatigue properties and failure propagation of 3D stitched composites under 3-point bending loading. **International Journal of Fatigue**, [S. l.], v. 153, n. July, p. 106507, 2021. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2021.106507.

STARKOVA, O.; GAIDUKOVŠ, S.; PLATNIEKS, O.; BARKANE, A.; GARKUSINA, K.; PALITIS, E.; GRASE, L. Water absorption and hydrothermal ageing of epoxy adhesives reinforced with amino-functionalized graphene oxide nanoparticles. **Polymer Degradation and Stability**, [S. l.], v. 191, p. 109670, 2021. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2021.109670.

SUJON, M. A. S.; HABIB, M. A.; ABEDIN, M. Z. Experimental investigation of the mechanical and water absorption properties on fiber stacking sequence and orientation of jute/carbon epoxy hybrid composites. **Journal of Materials Research and Technology**, [S. l.], v. 9, n. 5, p. 10970–10981, 2020. DOI: 10.1016/j.jmrt.2020.07.079.

SY, B. L.; FAWAZ, Z.; BOUGHERARA, H. Damage evolution in unidirectional and cross-ply flax/epoxy laminates subjected to low velocity impact loading. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S. l.], v. 112, n. June, p. 452–467, 2018. DOI: 10.1016/j.compositesa.2018.06.032.

SZEBÉNYI, G.; BLÖSSL, Y.; HEGEDÜS, G.; TÁBI, T.; CZIGANY, T.; SCHLEDJEWSKI, R. Fatigue monitoring of flax fibre reinforced epoxy composites using integrated fibre-optical FBG sensors. **Composites Science and Technology**, [S. l.], v. 199, p. 108317, 2020. DOI: 10.1016/j.compscitech.2020.108317.

TATE, J. S.; AKINOLA, A. T.; ESPINOZA, S.; GAIKWAD, S.; VASUDEVAN, D. K. K.; SPRENGER, S.; KUMAR, K. Tension–tension fatigue performance and stiffness degradation of nanosilica-modified glass fiber-reinforced composites. **Journal of Composite Materials**, [S. l.], v. 52, n. 6, p. 823–834, 2018. DOI: 10.1177/0021998317714855.

TAVARES, S. M. O.; CASTRO, P. M. S. T. An overview of fatigue in aircraft structures. **Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures**, [S. l.], v. 40, n. 10, p. 1510–1529, 2017. DOI: 10.1111/ffe.12631.

TEIXEIRA, L. A.; LIBERA JUNIOR, V. D.; LUZ, S. M. Chemical treatment of curaua fibres and its effect on the mechanical performance of fibre/polyester composites. **Plastics, Rubber and Composites**, [S. l.], v. 50, n. 4, p. 189–199, 2021. DOI: 10.1080/14658011.2020.1862978.

TIAN, W.; HODGKIN, J. Long-term aging in a commercial aerospace composite sample: Chemical and physical changes. **Journal of Applied Polymer Science**, [S. l.], v. 115, n. 5, p. 2981–2985, 2010. DOI: 10.1002/app.31394. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/app.31394>.

TOWO, A. N.; ANSELL, M. P. Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre-thermosetting resin composites. **Composites Science and Technology**, [S. l.], v. 68, n. 3–4, p. 925–932, 2008. DOI: 10.1016/j.compscitech.2007.08.022.

VASIUKOV, D.; PANIER, S.; HACHEMI, A. Direct method for life prediction of fibre

reinforced polymer composites based on kinematic of damage potential. **International Journal of Fatigue**, [S. l.], v. 70, p. 289–296, 2015. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2014.10.004.

VASSILOPOULOS, A. P. The history of fiber-reinforced polymer composite laminate fatigue. **International Journal of Fatigue**, [S. l.], v. 134, n. November 2019, p. 105512, 2020. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2020.105512.

VISHWAKARMA, A.; BEHERA, A.; THAWRE, M. M.; BALLAL, A. R. Effect of thickness variation on static behaviour of carbon fiber reinforced polymer multidirectional laminated composite. **Materials Research Express**, [S. l.], v. 6, n. 11, 2019. DOI: 10.1088/2053-1591/ab44fa.

WANG, H.; MEMON, H.; A. M. HASSAN, Elwathig; MIAH, Md. Sohag; ALI, Md. Arshad. Effect of Jute Fiber Modification on Mechanical Properties of Jute Fiber Composite. **Materials**, [S. l.], v. 12, n. 8, p. 1226, 2019. DOI: 10.3390/ma12081226. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/12/8/1226>.

WANG, X.; PETRŮ, M. Degradation of bending properties of flax fiber reinforced polymer after natural aging and accelerated aging. **Construction and Building Materials**, [S. l.], v. 240, 2020. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117909.

WANG, Y.; ZHU, W.; WAN, B.; MENG, Z.; HAN, B. Hygrothermal ageing behavior and mechanism of carbon nanofibers modified flax fiber-reinforced epoxy laminates. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S. l.], v. 140, n. June 2020, 2021. DOI: 10.1016/j.compositesa.2020.106142.

WITHEY, P. A. Fatigue failure of the de Havilland Comet I. **Engineering Failure Analysis**, [S. l.], v. 4, n. 2, p. 147–154, 1997. DOI: 10.1016/S1350-6307(97)00005-8.

YAO, H.; HAWKINS, S. A.; SUE, H. J. Preparation of epoxy nanocomposites containing well-dispersed graphene nanosheets. **Composites Science and Technology**, [S. l.], v. 146, p. 161–168, 2017. DOI: 10.1016/j.compscitech.2017.04.026.

ZENNER, H.; HINKELMANN, K. August Wöhler – founder of fatigue strength research : On the 200th anniversary of August Wöhler’s birth. **Steel Construction**, [S. l.], v. 12, n. 2, p. 156–162, 2019. DOI: 10.1002/stco.201900011.

ZHANG, M.; LV, H.; KANG, H.; ZHOU, W.; ZHANG, C. A literature review of failure prediction and analysis methods for composite high-pressure hydrogen storage tanks. **International Journal of Hydrogen Energy**, [S. l.], v. 44, n. 47, p. 25777–25799, 2019.

DOI: 10.1016/j.ijhydene.2019.08.001.

ZHENG, T. et al. The curing kinetics and mechanical properties of epoxy resin composites reinforced by PEEK microparticles. **Polymer Testing**, [S. l.], v. 91, n. July, p. 106781, 2020.

DOI: 10.1016/j.polymertesting.2020.106781.

ZHOU, H.; LIU, H. Y.; ZHOU, H.; ZHANG, Y.; GAO, X.; MAI, Y. W. On adhesive properties of nano-silica/epoxy bonded single-lap joints. **Materials and Design**, [S. l.], v. 95, p. 212–218, 2016. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.01.055.

APÊNDICES

A – CONFIGURAÇÕES DE CARREGAMENTOS CÍCLICOS

O objetivo deste tutorial é mostrar o passo a passo de como realizar um ensaio com carregamentos cíclicos na máquina servo-hidráulica Instron modelo 8801, que pertence ao laboratório de materiais da FGA-UnB. Esse tutorial não isenta a importância de realizar qualquer ensaio na presença do técnico responsável pelo laboratório. Também é importante consultar os manuais do fabricante e utilizar o equipamento de proteção, como luvas, óculos e protetor auricular.

A Figura 31 mostra o equipamento da Instron 8801 do laboratório de materiais da FGA-UnB, que possui célula de carga de 100 kN e funciona com um controlador ligado a um computador e à bomba hidráulica para a programação dos testes desejados, os quais podem ser quase estáticos ou dinâmicos, com o uso, ou não, de extensômetro. Abaixo cada número indicado na figura é descrito:

- (1) e (2) Colunas de sustentação da travessa superior que seguram a célula de carga superior e permitem sua locomoção para cima ou para baixo;
- (3) Célula de carga responsável por aplicar a força programada nos testes;
- (4) Cabos de controle da pressão que atua nas garras;
- (5) e (6) Garras que comportam e controlam os mordedores;
- (7) Mordedores fixados nas garras responsáveis por prenderem os corpos de prova durante os testes;
- (8) Exemplo de corpo de prova feito de material compósito de matriz polimérica;
- (9) Controlador da garra inferior, que permite subir ou descer a garra e realizar o ajuste fino da sua altura;
- (10) Controlador de abrir ou fechar os mordedores, em que os botões inferiores controlam a garra inferior e os botões superiores controlam a garra superior, os botões que contêm as setas para fora (< >) abrem os mordedores, e os botões com as setas para dentro (><) fecham os mordedores;
- (11) Controlador da bomba hidráulica, o botão I é usado para ligar a bomba hidráulica, o botão II fornece a máxima pressão ao sistema hidráulico para realizar os testes mecânicos, e o botão 0 desliga o sistema;
- (12) Botão de parada para o caso de emergências;
- (13) Controles para subir ou descer a travessa que contém a garra superior, primeiro o mecanismo deve ser destravado girando a válvula para no sentido de *unclamp*, em

seguida a subida ou descida é controlada ao girar as válvulas no sentido de *raise* e *lower*, respectivamente.

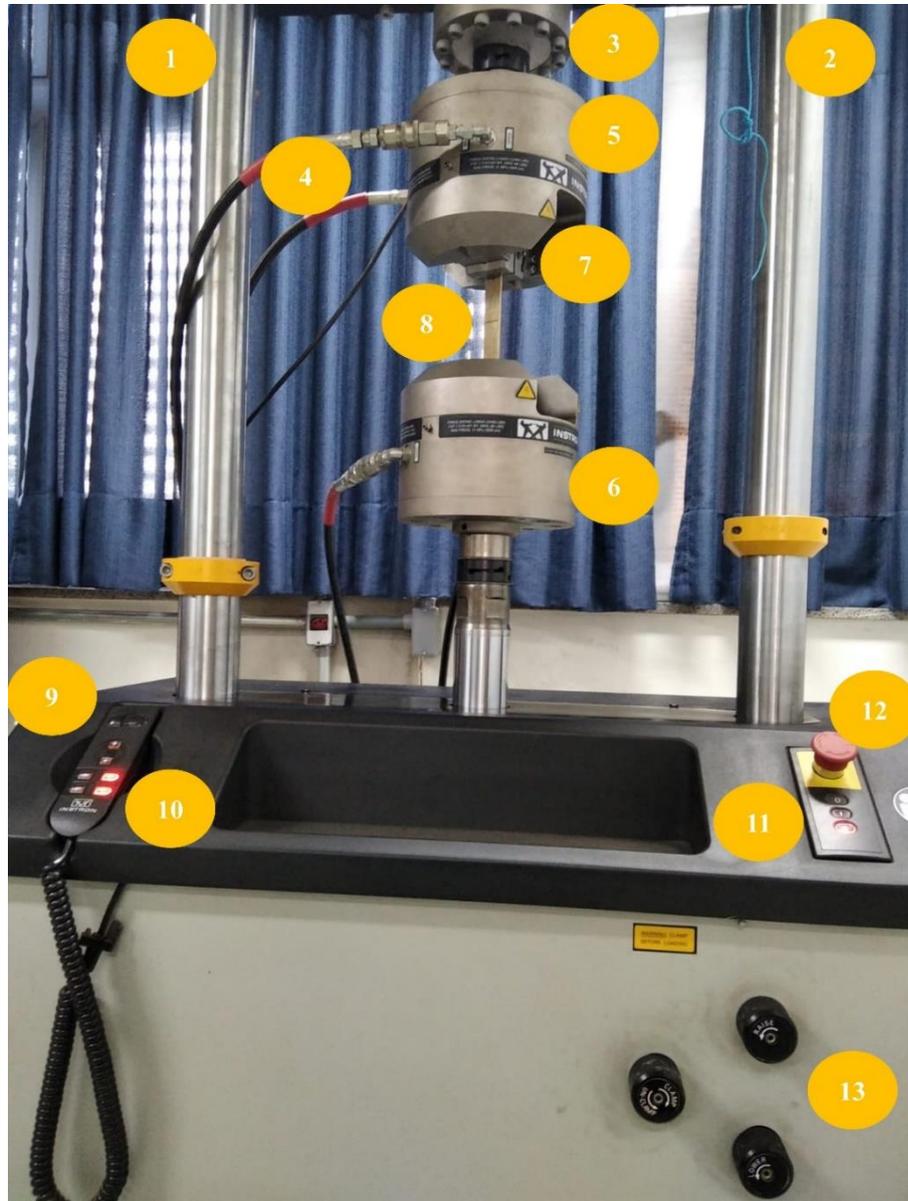


Figura 31 – Instron 8801 do laboratório de materiais da FGA-UnB.

Para dar início a um teste na máquina é necessário abrir o software Instron Console, que indica o *status* atual da máquina e permite controlar algumas configurações, porém, antes disso é necessário seguir o passo a passo da Figura 32, no qual primeiro é ligado o estabilizador (1), em seguida o controlador (2) é ligado em conjunto com o computador, por último a chave da bomba hidráulica (3) é acionada.



Figura 32 – Controlador da Instron 8801.

Após concluir a etapa anterior, o Instron Console pode ser aberto na Área de Trabalho do computador, e quando aberto o software cria uma interface na lateral esquerda da tela conforme a Figura 33. Esse menu possui um fundo que indica o nível de pressão de operação durante o manuseio da máquina, antes de acionar o sistema hidráulico, conforme o item 11 da Figura 31, o fundo da barra fica na cor amarela, mas assim que o sistema hidráulico é ligado o fundo fica verde piscando até que o botão de máxima pressão hidráulica seja acionado para que o fundo fique estático na cor verde e o teste possa ser iniciado. No menu os quatro ícones numerados são os principais, e abaixo são descritos:

- (1) Botão STOP, permite paralisar a operação da máquina durante um teste, sem desligar o sistema hidráulico;
- (2) permite configurar a célula de carga, ativando limites de segurança em deslocamento superior e inferior, assim como limites superior e inferior para a força aplicada;
- (3) Set point, mostra o valor da posição da garra inferior, útil para a realização de testes dinâmicos, pois nesses testes o dispositivo utiliza esse valor como referência para registrar o deslocamento durante os testes;
- (4) Esse ícone contém o registro de ações sofridas durante o manuseio do dispositivo, assim como alertas acerca do nível de pressão de operação durante os testes mecânicos.



Figura 33 – Menu do Instron Console.

A programação de um teste dinâmico é realizada utilizando o software Wavematrix, que também está disponível na área de trabalho do computador e permite configurar testes de carregamentos cíclicos controlados por deformação ou por tensão (força). Neste passo a passo é feito como exemplo um teste de carregamentos cíclicos com cargas trativas sem compressão do corpo de prova. Na tela inicial do programa, Figura 34, primeiro é necessário configurar o teste, então basta clicar em “Method” para então selecionar algum modelo de teste, conforme a Figura 35.



Figura 34 – Tela inicial do Wavematrix.

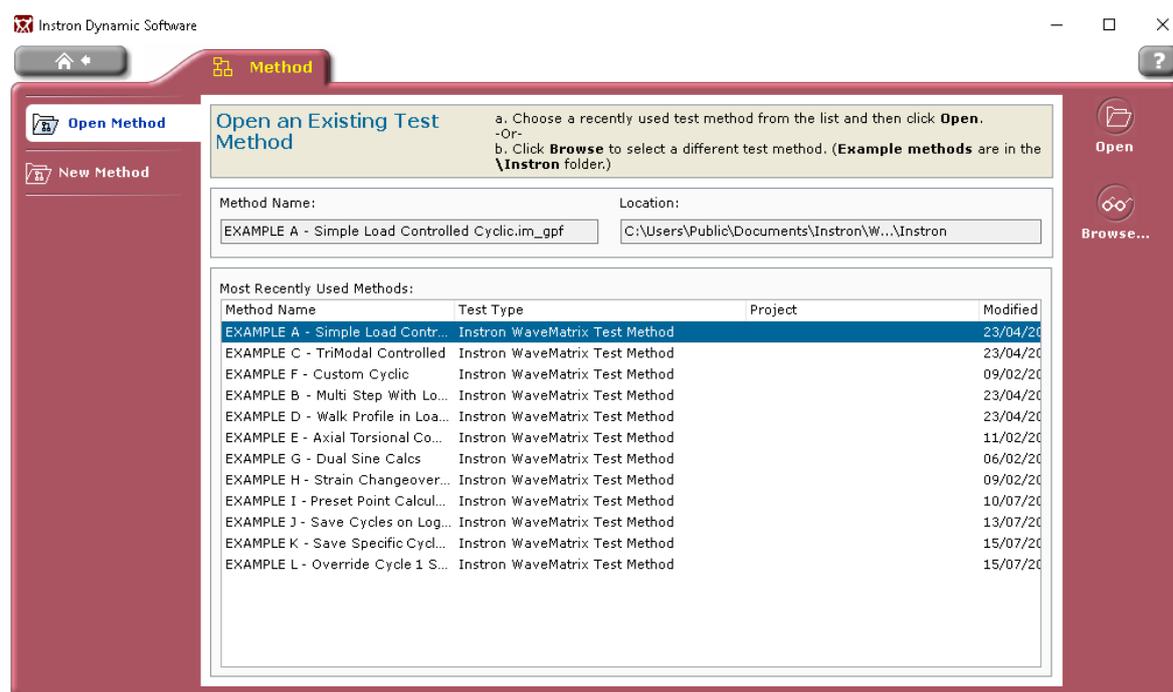


Figura 35 – Modelos de testes dinâmicos disponíveis no Wavematrix.

Em seguida é feita a configuração do teste conforme a necessidade, alterando os itens do menu “Test → Sequence”, conforme a Figura 36, no qual é necessário criar uma etapa de rampa que parte do zero, de acordo com o modo de controle desejado, indicada pela seta

vermelha em “Ramp to Mean”, que tem o modo de controle configurado para força em “Control Mode”. A forma com que a força aumenta de zero até a força média pode ser feita por uma taxa de força por segundo, e deve ser configurada na intensidade que o material suporta, para isso basta inserir o valor da taxa de carregamento em “Ramp Rate”. A força média a fim de provocar a tensão média desejada no corpo de prova, a força média deve ser inserida em “End Point (absolute value)”, a partir dessa força que a amplitude será aplicada durante o teste.

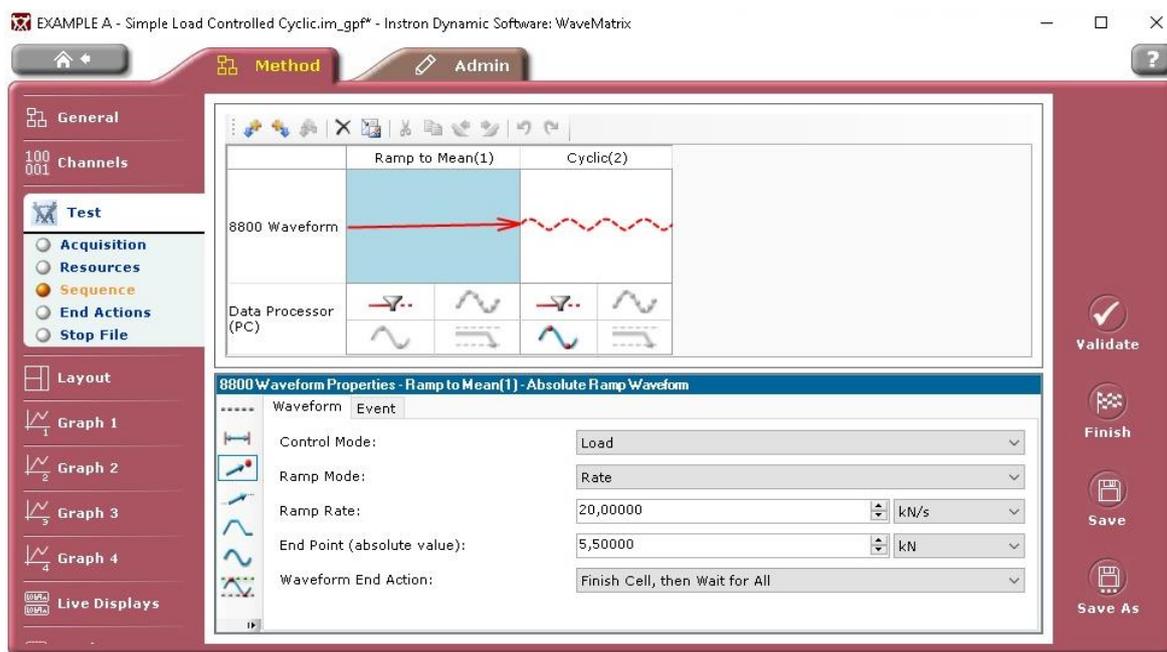


Figura 36 – Configuração da etapa da rampa inicial para testes dinâmicos.

Concluída a etapa da rampa de carregamento, é possível configurar a etapa dos carregamentos cíclicos, que também é controlada por força em “Control Mode”, conforme a Figura 37. É possível inserir a amplitude de força que será aplicada no material durante os testes. O valor da amplitude será ora somado, ora subtraído do valor da força média definido na etapa de rampa para completar os ciclos de carregamento. Além disso, nessa etapa é definida a frequência, em Hertz, utilizada durante os testes, alterando o valor em “Amplitude”. O formato da onda que os ciclos de carregamento terão também pode ser alterado em “Shape”, que é comum ser aplicado no formato de seno. E para determinar o número máximo de ciclos que o material será submetido basta alterar o valor em “Number of Cycles”.

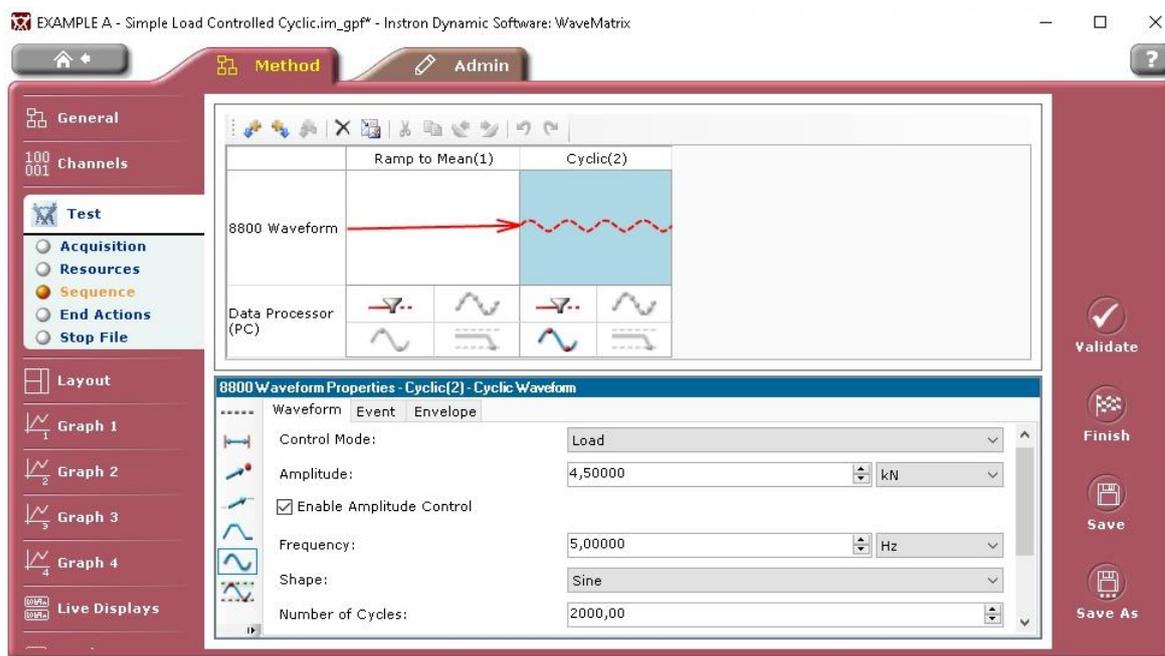


Figura 37 – Configuração da etapa de carregamentos cíclicos.

Na finalização da configuração dos testes cíclicos é necessário criar uma etapa de rampa que descarrega a força aplicada durante o teste. Para isso basta clicar no ícone de +, indicado na Figura 38, e alterar o “End Point” para o valor 0.

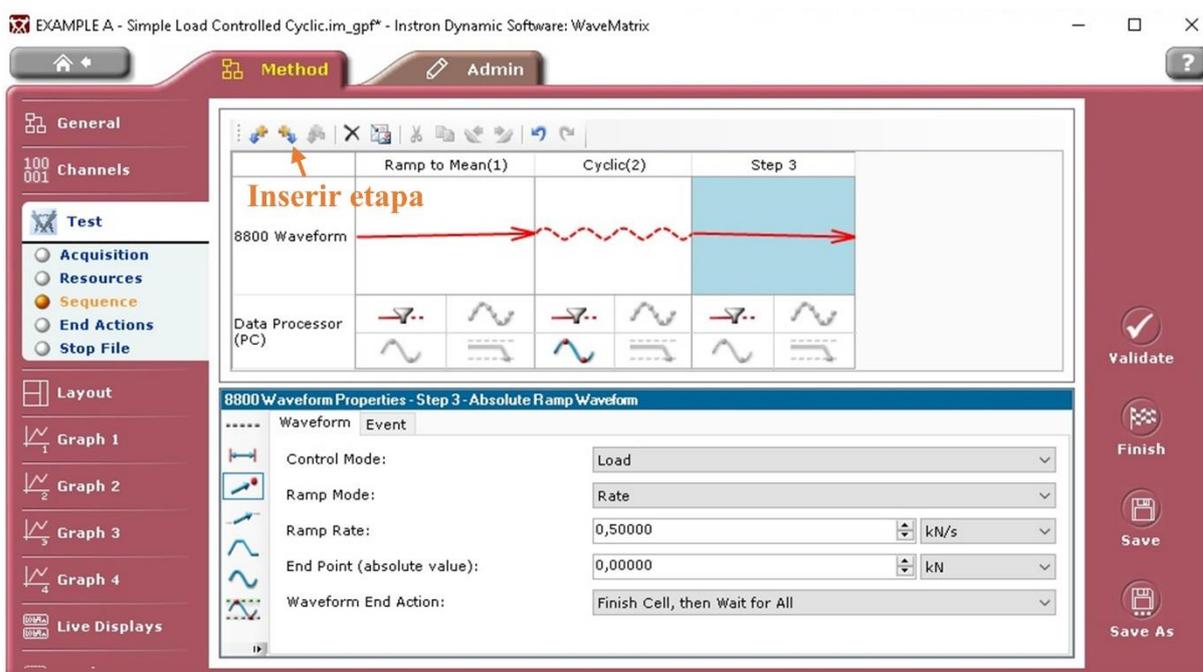


Figura 38 – Configuração da rampa de descarregamento para testes dinâmicos.

Para acompanhar a força aplicada durante os ciclos programados, assim como o deslocamento sofrido no corpo de prova, é necessário configurar o gráfico que é mostrado durante os testes. Para isso basta clicar no menu “Graph 1 → General”, conforme a Figura 39 e alterar o tipo de gráfico em “Graph Type” para “Double Y”. No eixo X do menu “Graph 1 → X Axis” é importante escolher o “Cycle Elapsed Time” para acompanhar o progresso durante um ciclo de carregamento completo. No eixo Y do menu “Graph 1 → Y Axis” basta configurar para que o gráfico plote a força aplicada e o deslocamento em função do ciclo programado.

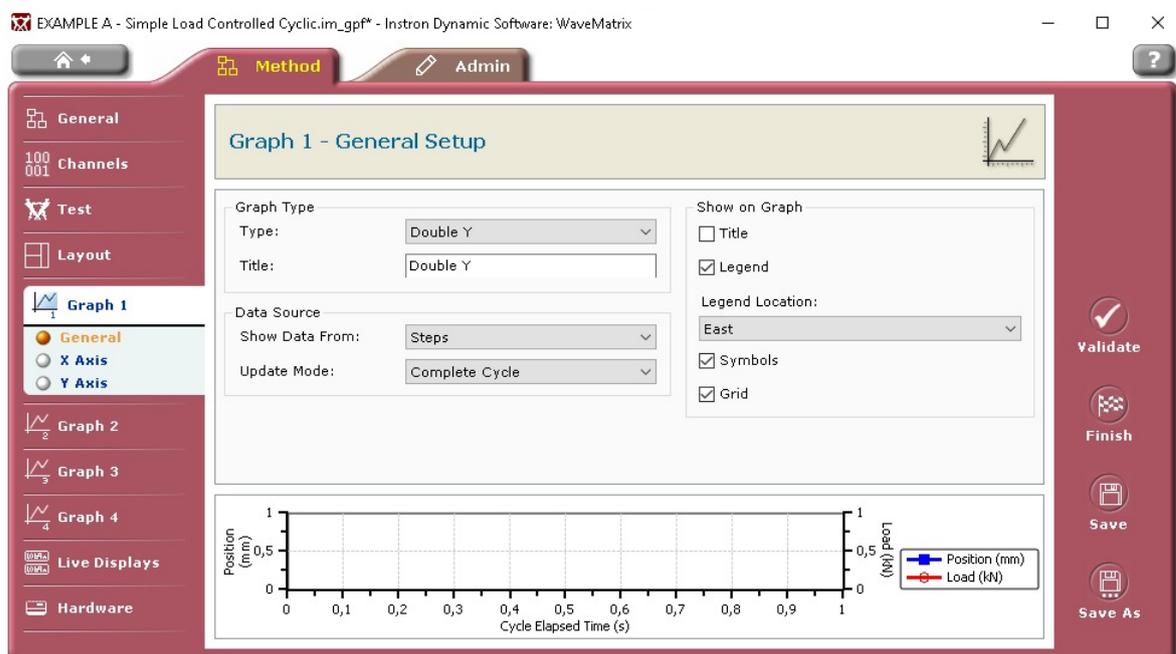


Figura 39 – Configuração do gráfico de acompanhamento dos testes.

B – ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Tabela 8 – Densidade dos materiais (Dunnett)

			Mean Difference (I-J)	Std, Error	Sig,	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Dunnett t (2-sided) ^b	Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	-,04240	,02072	,306	-,1096	,0248
	Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	-,06035	,02072	,084	-,1276	,0069
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	,07880*	,02072	,021	,0116	,1460
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	,07835*	,02072	,021	,0111	,1456
	Epóxi puro (A)	Epóxi puro	,01010	,02072	,998	-,0571	,0773
	Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	-,06030	,02072	,084	-,1275	,0069
	Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	-,05150	,02072	,162	-,1187	,0157
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	,07205*	,02072	,035	,0048	,1393
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	,07615*	,02072	,025	,0089	,1434

* Diferença média é significante no nível de 0,05,

^b Dunnett t-tests trata um grupo como controle e compara com os outros grupos,

(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 9 – Densidade dos materiais (Tukey)

AMOSTRA		N	Subgrupos	
			1	2
Tukey HSD ^a	Sisal (CP)/epóxi	2	1,0847	
	Sisal (UD)/epóxi (A)	2	1,0947	
	Sisal (CP)/epóxi (A)	2	1,0835	
	Sisal (UD)/epóxi	2	1,0926	
	Epóxi puro	2	1,0750	1,0750
	Epóxi puro (A)	2	1,0851	1,0851
	NaOH- Sisal (UD)/epóxi (A)	2		1,1471
	NaOH- Sisal (CP)/epóxi (A)	2		1,1512
	NaOH- Sisal (CP)/epóxi	2		1,1534
	NaOH- Sisal (UD)/epóxi	2		1,1538
	Sig,		,111	,062

a, Usa o tamanho da média harmônica = 2,
(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 10 – Dureza dos materiais (Dunnett)

			Mean Difference (I-J)	Std, Error	Sig,	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Dunnett t (2-sided) ^b	Epóxi puro (A)	Epóxi puro	-,06000	,20331	1,000	-,6172	,4972
	Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	-,43000	,20331	,208	-,9872	,1272
	Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	-1,40000*	,20331	,000	-1,9572	-,8428
	Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	-,53000	,20331	,070	-1,0872	,0272
	Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	-1,35000*	,20331	,000	-1,9072	-,7928
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	-,18000	,20331	,950	-,7372	,3772
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	-,83000*	,20331	,001	-1,3872	-,2728
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	-,35000	,20331	,418	-,9072	,2072
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	-,98000*	,20331	,000	-1,5372	-,4228

* Diferença média é significante no nível de 0,05,

^b Dunnett t-tests trata um grupo como controle e compara com os outros grupos,

(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 11 – Dureza dos materiais (Tukey)

	AMOSTRA		Subgrupos			
			1	2	3	4
Tukey HSD ^a	Sisal (UD)/epóxi (A)	10	15,1800			
	Sisal (CP)/epóxi (A)	10	15,2300			
	NaOH- Sisal (CP)/epóxi (A)	10	15,6000	15,6000		
	NaOH- Sisal (UD)/epóxi (A)	10	15,7500	15,7500	15,7500	
	Sisal (CP)/epóxi	10		16,0500	16,0500	16,0500
	Sisal (UD)/epóxi	10		16,1500	16,1500	16,1500
	NaOH- Sisal (CP)/epóxi	10		16,2300	16,2300	16,2300
	NaOH- Sisal (UD)/epóxi	10			16,4000	16,4000
	Epóxi puro (A)	10				16,5200
	Epóxi puro	10				16,5800
	Sig,		,151	,074	,057	,230

a, Usa o tamanho da média harmônica = 10,
(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 12 – Resistência à tração dos materiais (Dunnett)

			Mean Difference (I-J)	Std, Error	Sig,	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Dunnett t (2-sided) ^b	Epóxi puro (A)	Epóxi puro	-1,23800	2,33097	,998	-7,7921	5,3161
	Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	44,18000*	2,33097	,000	37,6259	50,7341
	Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	34,34200*	2,33097	,000	27,7879	40,8961
	Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	15,85200*	2,33097	,000	9,2979	22,4061
	Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	8,05600*	2,33097	,010	1,5019	14,6101
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	78,79800*	2,33097	,000	72,2439	85,3521
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	69,36600*	2,33097	,000	62,8119	75,9201
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	17,68200*	2,33097	,000	11,1279	24,2361
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	7,23200*	2,33097	,024	,6779	13,7861

* Diferença média é significativa no nível de 0,05,

^b Dunnett t-tests trata um grupo como controle e compara com os outros grupos,

(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 13 – Resistência à tração dos materiais (Tukey)

AMOSTRA		Subgrupos								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
Tukey HSD ^a	Epóxi puro (A)	5	41,7840							
	Epóxi puro	5	43,0220	43,0220						
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi (A)	5		50,2540	50,2540					
	Sisal (CP)/epóxi (A)	5			51,0780	51,0780				
	Sisal (CP)/epóxi	5				58,8740	58,8740			
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	5					60,7040			
	Sisal (UD)/epóxi (A)	5						77,3640		
	Sisal (UD)/epóxi	5							87,2020	
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi (A)	5								112,3880
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	5								
Sig,		1,000	,089	1,000	,050	,998	1,000	1,000	1,000	1,000

a, Usa o tamanho da média harmônica = 5,
(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 14 – Módulo de Elasticidade dos materiais (Dunnett)

			Mean Difference (I-J)	Std, Error	Sig,	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Dunnett t (2-sided) ^b	Epóxi puro (A)	Epóxi puro	-,09340	,55350	1,000	-1,6497	1,4629
	Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	5,86333*	,55350	,000	4,3070	7,4196
	Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	4,98830*	,55350	,000	3,4320	6,5446
	Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	2,51724*	,55350	,000	,9609	4,0735
	Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	1,27336	,55350	,154	-,2829	2,8296
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	Epóxi puro	6,30303*	,55350	,000	4,7467	7,8593
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi (A)	Epóxi puro	5,62990*	,55350	,000	4,0736	7,1862
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	Epóxi puro	2,62722*	,55350	,000	1,0709	4,1835
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi (A)	Epóxi puro	1,91043*	,55350	,010	,3541	3,4667

* Diferença média é significativa no nível de 0,05,

^b Dunnett t-tests trata um grupo como controle e compara com os outros grupos,

(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 15 – Módulo de Elasticidade dos materiais (Tukey)

	Amostra	N	Subgrupos		
			1	2	3
Tukey HSD ^a	Epóxi puro (A)	5	2,6958		
	Epóxi puro	5	2,7892		
	Sisal (CP)/epóxi (A)	5	4,0626	4,0626	
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi (A)	5		4,6996	
	Sisal (CP)/epóxi	5		5,3064	
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	5		5,4164	
	Sisal (UD)/epóxi (A)	5			7,7775
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	5			8,4191
	Sisal (UD)/epóxi	5			8,6525
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	5			9,0922
	Sig,			,315	,327

a, Usa o tamanho da média harmônica = 5,
(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 16 – Resistência específica dos materiais (Dunnett)

			Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Dunnett t (2-sided) ^b	Puro epóxi*	Puro epóxi	-1.51596	2.17613	.987	-7.6347	4.6028
	Sisal (UD)/epóxi	Puro epóxi	44,45080*	2.17613	.000	38.3321	50.5695
	Sisal (UD)/epóxi*	Puro epóxi	36,39130*	2.17613	.000	30.2726	42.5100
	Sisal (CP)/epóxi	Puro epóxi	18,08272*	2.17613	.000	11.9640	24.2015
	Sisal (CP)/epóxi*	Puro epóxi	9,86841*	2.17613	.000	3.7497	15.9871
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	Puro epóxi	65,71939*	2.17613	.000	59.6007	71.8381
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	Puro epóxi	57,51997*	2.17613	.000	51.4012	63.6387
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	Puro epóxi	13,04200*	2.17613	.000	6.9233	19.1607
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	Puro epóxi	4.26502	2.17613	.291	-1.8537	10.3837

* Diferença média é significativa no nível de 0,05.

^b Dunnett t-tests trata um grupo como controle e compara com os outros grupos.

(A) Material após exposição higrotérmica.

Tabela 17 – Resistência específica dos materiais (Tukey)

	Amostra	N	Subgrupos							
			1	2	3	4	5	6	7	8
Tukey HSD ^a	Epóxi puro*	5	38,6920							
	Epóxi puro	5	40,2080							
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi*	5	44,4730	44,4730						
	Sisal (CP)/epóxi*	5		50,0764	50,0764					
	NaOH-Sisal (CP)/epóxi	5			53,2500	53,2500				
	Sisal (CP)/epóxi	5				58,2907				
	Sisal (UD)/epóxi*	5					76,5993			
	Sisal (UD)/epóxi	5						84,6588		
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi*	5							97,7280	
	NaOH-Sisal (UD)/epóxi	5								105,9274
	Sig,			,226	,263	,900	,401	1,000	1,000	1,000

a, Usa o tamanho da média harmônica = 5,
(A) Material após exposição higrotérmica,

Tabela 18 – Resistência residual à tração após carregamentos cíclicos (Dunnett)

			Valor comparado	Mean Difference (I-J)	Std, Error	Sig,	95% Confidence Interval	
							Lower Bound	Upper Bound
Epóxi puro	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-3,41080	2,02747	,226	-8,8722	2,0506
		100 mil ciclos	Não ciclado	-7,97080*	2,02747	,008	-13,4322	-2,5094
Epóxi puro (Exposição Higrotérmica)	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-1,53067	2,32516	,755	-7,7940	4,7326
		100 mil ciclos	Não ciclado	-7,26067*	2,32516	,026	-13,5240	-,9974
NaOH-Sisal (UD)/Epóxi	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-8,81867*	2,84434	,027	-16,4804	-1,1569
		100 mil ciclos	Não ciclado	-18,15867*	2,84434	,000	-25,8204	-10,4969
NaOH-Sisal (UD)/Epóxi (Exposição Higrotérmica)	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-10,60733*	2,41944	,004	-17,1246	-4,0901
		100 mil ciclos	Não ciclado	-14,08067*	2,41944	,001	-20,5979	-7,5634
Sisal (UD)/Epóxi	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-5,44667	3,21618	,223	-14,1101	3,2167

		100 mil ciclos	Não ciclado	-7,46333	3,21618	,088	-16,1267	1,2001
Sisal (UD)/Epóxi (Exposição Higrotérmica)	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-5,42133	3,11517	,208	-13,8127	2,9700
		100 mil ciclos	Não ciclado	-9,52133*	3,11517	,029	-17,9127	-1,1300
NaOH-Sisal (CP)/Epóxi	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-5,63733	2,81227	,142	-13,2127	1,9381
		100 mil ciclos	Não ciclado	-7,37067	2,81227	,056	-14,9461	,2047
NaOH-Sisal (CP)/Epóxi (Exposição Higrotérmica)	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-5,83400	2,25634	,059	-11,9119	,2439
		100 mil ciclos	Não ciclado	-7,59400*	2,25634	,018	-13,6719	-1,5161
Sisal (CP)/Epóxi	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-10,52067*	3,58559	,035	-20,1792	-,8622
		100 mil ciclos	Não ciclado	-17,22400*	3,58559	,003	-26,8825	-7,5655
Sisal (CP)/Epóxi (Exposição Higrotérmica)	Dunnett t (2-sided) ^b	50 mil ciclos	Não ciclado	-7,18467	2,71584	,054	-14,5003	,1310
		100 mil ciclos	Não ciclado	-11,71800*	2,71584	,005	-19,0337	-4,4023

* Diferença média é significante no nível de 0,05,

^b Dunnett t-tests trata um grupo como controle e compara com os outros grupos,

Tabela 19 – Resistência residual à tração para o epóxi puro (Tukey)

Antes da exposição higrotérmica					Após a exposição higrotérmica				
AMOSTRA		N	Subgrupos		AMOSTRA		N	Subgrupos	
			1	2				1	2
Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	350,500		Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	345,233	
	50 mil ciclos	3	396,100	396,100		50 mil ciclos	3	402,533	402,533
	Não ciclado	5		430,208		Não ciclado	5		417,840
	Sig,		,139	,294		Sig,		,103	,807

Tabela 20 – Resistência residual à tração para o Sisal (UD)/Epóxi (Tukey)

Antes da exposição higrotérmica					Após a exposição higrotérmica					
AMOSTRA		N	Subgrupos			AMOSTRA		N	Subgrupos	
			1	2	3				1	2
Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	690,43 3			Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	632,83 3	
	50 mil ciclos	3		783,83 3			50 mil ciclos	3	667,56 7	
	Não ciclado	5			872,02 0		Não ciclado	5		773,64 0
	Sig,		1,000	1,000	1,000		Sig,		,395	1,000

Tabela 21 – Resistência residual à tração para o NaOH-Sisal (UD)/Epóxi (Tukey)

Antes da exposição higrotérmica				Após a exposição higrotérmica					
AMOSTRA		N	Subgrupos		AMOSTRA		N	Subgrupos	
			1					1	2
Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	1,143,567		Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	1,028,667	
	50 mil ciclos	3	1,163,733			50 mil ciclos	3	1,069,667	1,069,667
	Não ciclado	5	1,218,200			Não ciclado	5		1,123,880
	Sig,		,126			Sig,		,452	,273

Tabela 22 – Resistência residual à tração para o Sisal (CP)/Epóxi (Tukey)

Antes da exposição higrotérmica				Após a exposição higrotérmica					
AMOSTRA		N	Subgrupos		AMOSTRA		N	Subgrupos	
			1	2				1	2
Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	416,500		Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	393,600	
	50 mil ciclos	3	483,533	483,533		50 mil ciclos	3	438,933	438,933
	Não ciclado	5		588,740		Não ciclado	5		510,780
	Sig,		,231	,053		Sig,		,299	,080

Tabela 23 – Resistência residual à tração para o NaOH-Sisal (CP)/Epóxi (Tukey)

Antes da exposição higrotérmica				Após a exposição higrotérmica				
AMOSTRA		N	Subgrupos	AMOSTRA		N	Subgrupos	
			1				1	2
Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	533,333	Tukey HSD ^{a,b}	100 mil ciclos	3	426,600	
	50 mil ciclos	3	550,667		50 mil ciclos	3	444,200	444,200
	Não ciclado	5	607,040		Não ciclado	5		502,540
	Sig,		,082		Sig,		,742	,087