

MARIA ODILA HILARIO CIOFFI

RESINA EPÓXI REFORÇADA COM TECIDO DE CARBONO NÃO DOBRÁVEL  
POR PROCESSO RTM

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de livre docente em processamento de polímeros.

Maria Odila Hilário Cioffi

Guaratinguetá  
2011

Cioffi, Maria Odila Hilário

C576r      Resina epóxi reforçada com tecido de carbono não dobrável por processo RTM / Maria Odila Hilário Cioffi.- Guaratinguetá : [s.n.], 2011

89 f.: il.

Bibliografia: f. 80-89

Tese (Livre-Docência) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2011

1. Materiais compostos 2. Resinas epóxi I. Título

CDU 620.168

## **DADOS CURRICULARES**

### **MARIA ODILA HILÁRIO CIOFFI**

NASCIMENTO	21 de julho de 1969 – CAÇAPAVA / SP
FILIAÇÃO	Terezinha de Jesus Hilário Cioffi Joaquim Raphael de Almeida Cioffi
1997/2001	Doutorado em Engenharia Mecânica Universidade Estadual Paulista – Guaratinguetá/SP
1994/1996	Mestrado em Engenharia Mecânica Universidade Estadual Paulista – Guaratinguetá/SP
1988/1992	Curso de Graduação em Engenharia Química Faculdade de Engenharia Química de Lorena

...à minha querida mãe Terezinha de Jesus Hilário Cioffi, que  
foi completamente fiel ao título de Professora.

## AGRADECIMENTOS

a Deus, por guiar meus passos e por me mostrar a verdade - Jesus;

a minha mãe, meu amor, que foi a primeira a me dar o título de professora;

ao meu eterno orientador Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald, por me ter acreditado em mim, ter me ajudado a crescer profissionalmente, e por ser um amigo verdadeiro;

à minha amiga Tessie Gouvêa da Cruz, que me apoiou sempre para que eu pudesse estar aqui hoje;

à minha aluna, agora pesquisadora, Midori Yoshikawa Pitanga Costa, minha primeira, minha querida, que faz parte da história do grupo de pesquisa;

à minha aluna Andressa Cecília Milanesa que chegando por acaso passou a fazer parte do grupo de pesquisa, acreditou nele e mora no meu coração;

ao meu aluno Paulo Henrique Fernandes Pereira, adotivo, porém igualmente querido, pela ajuda, e por ser perseverante e sempre acreditar que tudo é possível;

ao meu querido aluno Marcos Yutaka Shiino, que tem traçado uma história do meu lado e que assumiu a linha da pesquisa que eu iniciei como sua;

à minha aluna querida Thatiane Brocks que chegando de mansinho, mostrou que veio pra ficar e passou a amar a pesquisa como é característico deste grupo;

à querida Kelly Cristina Coelho Carvalho Benini, minha co-orientada, que vem fazendo sua própria história, criando sua linha, mas sempre com o grupo em mente;

ao meu querido aluno Sérgio Roberto Montoro, por acreditar nesse trabalho e ter tido coragem de abandonar o que seria cômodo;

ao aluno Rafael Bonora, meu co-orientado, por levar a linha de metais adiante;

ao Manoel Francisco dos Santos, amigo, por trabalhar incondicionalmente para o sucesso deste grupo de pesquisa;

a minha querida amiga Mirabel Cerqueira Rezende, por ter me apoiado esses anos todos e ter sido a primeira a acreditar que eu teria sucesso com o RTM;

à minha família, em especial à minha irmã Ana Maria Hilário Cioffi, meu irmão João Batista Hilário Cioffi e minhas sobrinhas Isabela Cioffi Nascimento e Giovana Cioffi Nascimento, por estarem sempre ao meu lado me apoiando nas minhas

decisões;

aos amigos do Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos pelo constante apoio e amizade, e todos os alunos de iniciação científica, que estão, que já foram e que, em muitos casos, resolveram ficar;

ao INPE, na pessoa de Maria Lucia Brison de Mattos, pela possibilidade de realizar as análises por microscopia eletrônica de varredura.

Este trabalho contou com apoio da seguinte entidade:

- FAPESP – através do contrato nº 2006/02121-6.
- CNPq – através do contrato nº 472570/2006-4

“E ainda que eu tivesse o dom da profecia, e conhecesse todos os mistérios e toda a ciência, e ainda que tivesse toda a fé, de maneira tal que transportasse os montes, e não tivesse amor, nada seria”.

1 Coríntios 13:2



CIOFFI, M. H. C. Resina epóxi reforçada com tecido de carbono não dobrável por processo RTM. 2011. 78f. Tese (Livre docência) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

## RESUMO

Com o objetivo de ganhar competitividade no mercado internacional e contribuir para o desenvolvimento tecnológico no país, o presente trabalho apresenta a técnica de processamento de moldagem por transferência de resina (RTM), utilizada na fabricação de materiais compósitos estruturais e ainda pouco estudada no Brasil. Os compósitos processados por essa técnica apresentam maior fração volumétrica de fibras, melhor acabamento superficial e pouca ou nenhuma necessidade de acabamento do componente produzido. Este trabalho compreende a caracterização de compósitos produzidos com resina epóxi monocomponente RTM6 e o tecido não dobrável de fibra de carbono. Os compósitos produzidos pela Hexcel Composites foram analisados pela técnica de ultrassom *C-Scan* e os resultados mostraram que os laminados processados estão homogêneos quanto à impregnação. Ensaios mecânicos mostram que os laminados com tecido apresentam características comparáveis à dos compósitos produzidos em autoclave com maiores porcentagens de reforço. Em fadiga, os laminados apresentaram um alto e curto intervalo, com tensões próximas à de tração. Quanto ao comportamento térmico observou-se melhora nas propriedades com a adição do reforço de fibras de carbono, que promoveram o aumento da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Quanto ao comportamento viscoelástico, foi observado a influencia da temperatura e frequência no material. Considerando as propriedades mecânicas e térmicas, ambos os compósitos foram classificados como adequados à aplicação proposta.

**PALAVRAS-CHAVE:** moldagem por transferência de resina (RTM), compósito estrutural, comportamento mecânico, comportamento térmico.

CIOFFI, M. O. H. **Epoxy resin reinforced with carbon non-crimp fabric processed by RTM**. 2011. 78f. Thesis (Livre docência) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

### **ABSTRACT**

Aiming at gaining competitiveness on international market and contribute with technological development in the country, this work presents a processing technique of resin transfer molding (RTM), used to manufacture structural composites that Brazilian researches have yet few background. Composites processed by this method have a higher volume fraction of fibers, better surface finish, and requires little or none surface finish of the final component. This work includes the characterization of composites made with RTM6 monocomponent epoxy resin and carbon non-crimp fabric (NCF). Composites produced by Hexcel Composites were analyzed by C-scan ultrasound technique, which showed a homogeneous impregnation of the processed panels. Mechanical tests showed that RTM composites properties are comparable to those of autoclaving composites with higher fiber volume fraction. In fatigue, composites showed high and short interval, close to ultimate tensile strength (UTS), with an interval between 60-75% of UTS. Regarding the thermal behavior, it was observed an improvement in properties with the addition of carbon fiber reinforcement, which caused an increase in Tg. In regard to the viscoelastic behavior, it was observed the temperature and frequency influence on the material. Considering these mechanical and thermal properties, both composites are considered suitable for the application proposal.

**KEYWORDS:** resin transfer molding (RTM), structural composites, mechanical behavior, thermal behavior.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Exemplo de tecido NCF (VECTORPLY, 2011). .....	11
Figura 3.2 - Aplicação de força na direção de uma das fibras (VECTORPLY, 2011). 12	
Figura 3.3 - Vistas da montagem do tecido NCF (MIKHALUK et al, 2000).....	12
Figura 3.4 - Esquema da onda longitudinal.....	17
Figura 3.5 - Esquema da onda transversal.....	17
Figura 3.6 - O campo sônico nas proximidades do cristal. ....	18
Figura 3.7 - Ensaio dinâmico oscilatório. Materiais 100% elástico e 100% viscoso (TA <i>instruments</i> , 2011). ....	23
Figura 3.8 - Ensaio dinâmico oscilatório. Materiais 100% elásticos e 100% viscosos (TA <i>instruments</i> , 2011). ....	23
Figura 3.9 - Evolução do dano por fadiga em materiais compósitos (WU; YAO, 2010). .....	31
Figura 4.1 - Fluxograma esquemático da metodologia empregada neste trabalho. ....	35
Figura 4.2 - Montagem do processo RTM .....	36
Figura 4.3 - Tecido de carbono não dobrável para RTM .....	37
Figura 4.4 - Compósito NC2/RTM6: a) Laminado; b) Mapa de impregnação .....	38
Figura 4.5 - Ensaio de tração em compósito .....	41
Figura 4.6 - Corpo de prova para ensaio de flexão de acordo com a norma ASTM D790. ....	41
Figura 4.7 - Equipamento de ultrassom C-Scan por imersão em água. ....	43
Figura 5.1 - Curva termogravimétrica do compósito. ....	45
Figura 5.2 - DSC do compósito sob atmosfera de N <sub>2</sub> . ....	46
Figura 5.3 - Análise DMA da resina Cycom 890 RTM. ....	48
Figura 5.4a - DMA do compósito IR 384.....	49
Figura 5.4b - DMA do compósito IR 385.....	50
Figura 5.5a - DMA do compósito IR 386.....	51
Figura 5.5b - DMA do compósito IR 388 .....	52
Figura 5.6a - Curva de TMA do compósito .....	52
Figura 5.6b - Curva de TMA do compósito exposto em água .....	53
Figura 5.7 - Distribuição dos resultados.....	54
Figura 5.8 - Curva tensão deformação da amostra IR388.....	54
Figura 5.9 - Curva SxN para a liga de alumínio 7050 T7451 .....	56
Figura 5.10 - Curva SxN para o compósito NC2/RTM6 .....	56
Figura 5.11 - Curva SxN do compósito NC2/RTM6 e da liga Al 7050-T7451 .....	57
Figura 5.12 - Curva SxN do compósito NC2/RTM6 .....	58
Figura 5.13 - Curva SxN das ligas de alumínio modificadas superficialmente .....	59
Figura 5.14 - Gráfico do IR 384 A representando os dados para as diferentes tensões. .....	60
Figura 5.15 - Gráfico do IR 385 representando os dados para as diferentes tensões....	61
Figura 5.16 - Gráfico do IR 386 representando os dados para as diferentes tensões....	61
Figura 5.17 - Gráfico do IR 388 representando os dados para as diferentes tensões....	62
Figura 5.18 - Gráfico do IR 389 representando os dados para as diferentes tensões....	63
Figura 5.19 - Gráfico do IR 390 representando os dados para as diferentes tensões....	63

Figura 5.19 - Gráfico A-scan.....	65
Figura 5.20 - Placa do compósito NC2/RTM6 analisado. a) compósito laminado b)C-Scan. ....	65
Figura 5.21 - a) Mapa de impregnação do segundo <i>Gap</i> , b) Mapa de impregnação do terceiro <i>Gap</i> .....	66
Figure 5.22 - Visualização dos mapas de impregnação: a)IR 388; b)IR389; c)390 ...	67
Figura 5.23 - Curvas mostrando a influencia dos defeitos na resistência à flexão .....	68
Figura 5.24 - Modelo 3-D a partir dos mapas C-scan: a) IR 386; b) IR387; c) IR388; d) 389; e) 390 .....	69
Figura 5.25 - Imagem da trinca (Ampliação 100x) .....	70
Figura 5.26 - Reconstrução confocal (Ampliação 500x) .....	70
Figura 5.27 - Macrografia da amostra IR387 .....	71
Figura 5.28 - Estereoscopia durante o ensaio de fadiga .....	71
Figura 5.29 - Estereoscopia durante o ensaio de fadiga .....	72
Figura 5.30 - Delaminação com ampliação de 1000X .....	73
Figura 5.31 - Fratura com ampliação de 7500X.....	73
Figura 5.32 - Delaminação com ampliação de 5000 X .....	73
Figura 5.33 - Ruptura com ampliação de 5000 X .....	73
Figura 5.34 - Imagens obtidas em MEV: a) fibra rompida; b) aspecto da delaminação .....	74
Figura 5.35 - Imagem obtidas em MEV: a) formação de cristas de galo; b) formação de escarpas.....	74
Figura 5.36 - Imagens obtidas em MEV a) alinhamento da fibras b) fibra rompida ....	75
Figura 5.37 - Imagem obtida em MEV a)marcas de cristas de galo b)detalhe das cristas de galo .....	75
Figura 5.38 - Imagem obtida em MEV a) marcas de cristas de galo b) Medida das cristas de galo .....	76
Figura 5.39 - Imagem obtida em MEV a) Medida cristas de galo b) Marcas de rio....	76
Figura 5.43 - Gráfico de termografia do compósito com e sem microcápsula .....	78

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Propriedade da liga de alumínio.....	38
Tabela 5.1 - Parâmetros viscoelásticos do compósito NC2/RTM6, molde flexível – lotes IR 384 e 385.....	49
Tabela 5.2 - Parâmetros viscoelásticos do compósito NC2/RTM6, molde rígido – lotes IR de 385 a 390.....	50
Tabela 5.3 - Resultados do Módulo de Elasticidade do compósito e de outros materiais .....	55
Tabela 5.4 - Relação Delaminação/Fratura .....	58
Tabela 5.5 - Resultados obtidos para o lote IR 384 A.....	60
Tabela 5.6 - Resultados obtidos para o lote IR 385.....	60
Tabela 5.7 - Resultados obtidos para o lote IR 386.....	61
Tabela 5.8 - Resultados obtidos para o lote IR 388.....	62
Tabela 5.9 - Resultados obtidos para o lote IR 389.....	62
Tabela 5.10 - Resultados obtidos para o lote IR 390.....	63
Tabela 5.11 - Resultados obtidos para o lote IR 390.....	67
Tabela 5.12 - Resultados obtidos com análise de imagem.....	68
Tabela 5.13 - Dados da análise de digestão ácida .....	77

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
$\Delta H_f$	Calor de fusão
CDP	Corpo de prova
Cp	Calor específico
DMA	Análise Dinâmico Mecânica
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
E'	Módulo elástico
E''	Módulo de perda
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Óptica
NCF	Tecido não tramado
RTM	Moldagem por Transferência de Resina
Tc	Temperatura de cristalização
Tg	Transição Vítreá
TGA	Termogravimetria
Tm	Temperatura de fusão

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2 OBJETIVO.....</b>	<b>2</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>3</b>
3.1 ALUMINIO 7050 t7451 .....	3
3.2 Compósito.....	4
3.2.1 Tribologia .....	4
3.2.2 Processamento por RTM .....	5
3.2.3 Reforço NCF .....	10
3.2.4 Matriz Epóxi .....	13
3.3 CARACTERIZAÇÃO MICROSCÓPICA.....	16
3.3.1 Inspeção acústica .....	16
3.3.2 Eletrônica de varredura.....	19
3.4 ANÁLISE TÉRMICA .....	21
3.5 FADIGA .....	25
3.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DE WEIBULL .....	32
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>35</b>
4.1 O Processo .....	35
4.2 Materiais .....	37
4.3 Caracterização térmica dos compósitos.....	38
4.3.1 Termogravimetria (TGA/DTG).....	39
4.3.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....	39
4.3.3 Análise dinâmico-mecânica (DMA).....	39
4.3.4 Análise Termo-mecânica (TMA) .....	40
4.4 Caracterização mecânica .....	40
4.4.1 Ensaio de resistência à tração .....	40
4.4.2 Ensaio de resistência à flexão em três pontos .....	41
4.4.3 Ensaio de Fadiga.....	42
4.5 Caracterização microscópica .....	42
4.5.1 Microscopia Acústica (A-Scan/ C-Scan) .....	42
4.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	43
4.5.3 Microscopia Óptica (MO) .....	44
4.6 Análise de digestão ácida .....	44
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>45</b>
5.1 Caracterização Térmica .....	45
5.1.1 Termogravimetria do compósito .....	45
5.1.2 DSC do compósito.....	46
5.1.3 DMA do compósito .....	47
5.1.4 TMA do compósito.....	52
5.2 Caracterização Mecânica.....	53
5.2.1 Ensaio de Flexão.....	53
5.2.2 Ensaio de Fadiga.....	55
5.3 Microscopia .....	64

5.3.1 Inspeção Acústica dos Laminados.....	64
5.3.2 Microscopia óptica .....	70
5.3.3 Estereoscopia .....	71
5.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	72
5.4 Análise de Digestão Ácida dos Compósitos.....	77
5.5 Microcapsula Termoreguladora.....	77
<b>6 CONCLUSÃO.....</b>	<b>79</b>
<b>7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>80</b>



## 1 INTRODUÇÃO

Este trabalho teve origem em uma idéia inicial de utilizar laminados de compósitos para substituir uma liga metálica de um componente de trem de pouso por um compósito processado via RTM. O tema do projeto ocorreu em função da colaboração do Grupo de Pesquisa em Fadiga e Materiais Aeronáuticos com a ELEB - Equipamentos S/A da EMBRAER, tomou-se então como base um componente estrutural devido à sua espessura considerável, além da geometria adequada para ser processada pela técnica de processamento em questão.

Inicialmente, foi realizado um estudo comparativo entre o compósito e a liga de alumínio 7050 T7451, a qual vem sendo utilizada na haste de recolhimento do trem de pouso.

Considerando ser um componente engastado, os materiais de reforço e matriz para a produção do compósito foram selecionados juntamente com a *Hexcel Composites*, devido à resistência ao desgaste necessária para a aplicação.

Na seqüência, o laminado de compósito plano processado pela *Hexcel Composites* foi inspecionado por ultrassom e caracterizado térmica, mecânica e microscopicamente.

Este trabalho foi o início de um projeto de pesquisa que se tornaria uma forte linha de pesquisa dentro do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP de Guaratinguetá. Dele foram gerados três pós-doutorados, um projeto Jovem Pesquisador FAPESP, um projeto Universal CNPq, dois projetos de mestrado, três projetos de doutorado, diversos projetos de iniciação científica, muitas publicações e um laboratório de processamento.

## 2 OBJETIVO

O objetivo geral do trabalho é o desenvolvimento de uma metodologia experimental adequada para a utilização do processo RTM, em apoio a projetos futuros de produção de peças de aplicação aeronáutica.

Especificamente foi produzido um compósito plano processado por moldagem por transferência de resina (RTM) e foi caracterizado para o conhecimento das propriedades mecânicas, térmicas e microscópica.

No alcance deste objetivo, a empresa *Hexcel Composites*, que tem sido parceira do grupo, forneceu os laminados planos de compósitos, processados pelo uso de um sistema epóxi denominado de RTM6 como matriz aglutinante, especial para o processo RTM e desenvolvida para cumprir exigências da indústria aeronáutica. Como reforço foi usado o sistema NC2 Hexcel, tecido seco quadriaixial de camadas de fibras de carbono sobrepostas e costuradas umas às outras com fio de poliéster.

Os compósitos foram inspecionados via microscopia de inspeção acústica – C-scan e quanto ao volume de fibra por digestão ácida. Em seguida, foram caracterizados mecanicamente, sendo analisados por stereoscopia, microscopia óptica e, após ensaios mecânicos, foi feita a análise fractográfica por microscopia eletrônica de varredura, associadas à análises de imagem.

Em paralelo, os compósitos foram caracterizados termicamente por análises dinâmico-mecânicas (DMA), por calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise termomecânica (TMA) e termogravimétrica (TGA) para verificação de mudanças físicas e químicas nos materiais em função da temperatura e do tempo.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 ALUMÍNIO 7050 T7451

Considerando-se que elevadas resistências mecânicas e à fadiga são parâmetros fundamentais para o projeto de aeronaves, especialmente no caso de trens de pouso, o qual é carregado ciclicamente durante a operação (CAMARGO et al, 2007; NASCIMENTO, 2001; TORRES, 2002) as ligas de alumínio, por muitos anos, foram uma boa alternativa para a aviação comercial, devido ao baixo custo, facilidade de substituição de peça e possibilidade de uso da infra-estrutura já existente. As séries 7xxx são predominantemente ligas para aplicações onde elevada resistência mecânica é requerida (WILLIAMS; STARKE, 2003; STARKE; STALEY, 1995).

Diversos meios corrosivos e forças de fricção impostos aos trens de pouso causam uma redução da vida em fadiga do componente. Assim, o controle do desgaste e da corrosão de diversos componentes mecânicos se torna efetivo pelo uso de tratamentos superficiais de anodização (SOUZA, 2003).

Resultados experimentais indicam que revestimentos de cromo reduzem a resistência à fadiga, devido à presença de trincas, que durante a operação crescem através da interface revestimento/substrato em direção ao material base (TORRES, 2002).

Revestimentos de carbeto de tungstênio aplicado pelo processo *high velocity oxy fuel* (HVOF) sobre o aço ABNT 4340, resultam em maior resistência à fadiga, quando comparado com o cromo eletrodepositado (VOORWALD, 2005). Um importante fator que influencia a vida em fadiga dos componentes revestidos por aspensão térmica é a tensão residual remanescente no revestimento.

A relação direta entre o aumento da tensão residual compressiva nos revestimentos de carbeto de tungstênio e o aumento da vida em fadiga foi observada para a liga de alumínio 6061 (MC GRANN, 1998). Considerando que a nucleação da trinca em fadiga é um fenômeno superficial associado ao estado de tensão residual na superfície e nas camadas sub-superficiais, as tensões residuais compressivas nas camadas superficiais aumentam o desempenho em fadiga (FARRAHI; LEBRUN; COURATIN, 1995; GUAGLIANO; VERGANI, 2004); tensões residuais resultantes da deformação plástica da camada superficial estão diretamente relacionadas com a

posição da trinca e, conseqüentemente, com o limite de fadiga (WANG, 1998).

Os revestimentos anódicos que crescem sobre a liga de alumínio 7050 T7451 pela anodização sulfúrica, crômica e dura influenciam a resistência à fadiga axial de forma a reduzir a vida em fadiga do material base (CAMARGO et al., 2007).

## 3.2 COMPÓSITO

### 3.2.1 Tribologia

Os materiais alternativos com elevadas resistências à corrosão e ao desgaste apresentam-se adequados para substituir aqueles convencionais, como o alumínio.

Polímeros reforçados por fibras introduzem melhores propriedades específicas, tipicamente, como comportamento mecânico, contudo em muitos casos, a resistência ao desgaste deve ser melhorada. Sabe-se que polímeros apresentam baixo coeficiente de fricção durante o escorregamento, o que confere a este material o papel de lubrificante sólido (LARSEN, 2007).

Compósitos de matrizes poliméricas apresentam baixa resistência térmica quando comparados com materiais metálicos e cerâmicos (LARSEN, 2007), o que poderia ser considerado um problema para o uso em aplicações onde se requer alta resistência à fricção. Por outro lado, compósitos reforçados com fibras de carbono fornecem uma boa condutividade térmica e, em conseqüência, o coeficiente de fricção é menos afetado no processo de escorregamento (CHAND, 2007).

Devido às ligações cruzadas características da resina epóxi, esse material termorrígido é mais resistente mecanicamente quando comparado aos termoplásticos, mas considerando que apresentam baixa resistência ao impacto, este material não deveria ser usado como componente para aplicação em escorregamento, devido à exigência de alta resistência ao desgaste (CHAND, 2007).

Neste caso, os reforços de tecidos apresentam grande vantagem quando o material é submetido ao escorregamento e fricção, em oposição ao mesmo material ou contra um material de outra natureza devido à complexa estrutura característica (MATHEW, 2007). As características de fricção dos compósitos poliméricos reforçados com fibras de carbono dependem do tipo e da resistência da ligação interfacial, do cisalhamento e da ruptura do material dentro do compósito e em torno

da região de contato e finalmente, da área de contato real (MYSHKIN, 2006)

Mathew et al. conduziram uma comparação entre tecidos biaxiais, triaxiais e quadriaxiais usando diferentes tipos de resinas termorrígidas como matrizes, para identificar a melhor composição reforço/matriz considerando propriedades tribológicas (MATHEW, 2007). A resina epóxi apresenta alta capacidade de carregamento atribuído ao baixo coeficiente de fricção e o reforço quadriaxial mostrou baixo coeficiente de fricção e baixo volume de desgaste em comparação com o tecido biaxial não trançado.

### 3.2.2 Processamento por RTM

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras apresentam propriedades específicas melhores, caracteristicamente, como melhor comportamento mecânico podendo ser considerado uma alternativa adequada para substituir materiais convencionais (LARSEN, 2008). Dependendo da aplicação esses materiais oferecem propriedades como baixa densidade, alta resistência mecânica, alta rigidez, capacidade de amortecimento, resistência química, resistência ao choque térmico (MELO; RADFORD, 2005)

A combinação de baixa massa específica com valores elevados de resistência mecânica e rigidez, que os compósitos poliméricos avançados proporcionam, permite que essa classe de materiais seja empregada nas indústrias aeronáutica e espacial em substituição aos materiais metálicos tradicionais. Componentes estruturais de aeronaves para fins civil e militar, tais como: *flapes*, leme, carenagens, empenagens, naceles, aileron, tanques de combustível, profundor e cone de cauda, entre outros, que anteriormente eram fabricados em ligas de alumínio, titânio e aços especiais, estão hoje sendo fabricados na sua grande maioria em estruturas laminadas de compósitos poliméricos avançados (REZENDE; BOTELHO, 2000; RUZEK; LOHONKA; JIRONC, 2006; IMIELINSKA et al, 2004; MCILHAGGER; BROWN; HILL, 2000; LUO et al, 2001; CÂNDIDA; ALMEIDA; REZENDE, 2000; TAN; ROY; PILLAI, 2007)

No entanto, as possíveis aplicações dos compósitos poliméricos avançados não se restringem somente ao setor aeronáutico, podendo-se mencionar aplicações nas áreas espacial, automobilística, náutica e biomédica. Como exemplos podem ser citados: estruturas de satélites e de veículos lançadores de satélites, protetores de Carter, suportes de assentos, cascos de embarcações e próteses ortopédicas, entre outros (Hull; Clyne, 1996; Berins, 1991).

A escolha da composição e da estrutura de um compósito para uma aplicação particular não é uma tarefa simples. A introdução do reforço na matriz pode causar mudanças em todas as suas propriedades. É importante considerar as variações microestruturais da mesma com a presença do reforço, visto que podem ser geradas tensões residuais, devido à contração térmica diferencial durante a manufatura. Deve-se ainda, considerar as combinações de propriedades dos diferentes sistemas oferecidos como matrizes potenciais ou reforços de acordo com um mapa de propriedades (ANTONUCCI, 2000).

Processos de compósitos em geral usam moldes abertos, os quais deveriam ser evitados em virtude da resistência requerida e também devido à contaminação do ambiente de trabalho.

A moldagem por transferência de resina é uma ótima opção como substituto dos métodos tradicionais de processamento de compósito visto que utiliza um sistema de injeção sob pressão em molde fechado que garante tempos de gel e cura rápidos.

Trata-se de um processo de manufatura eficiente e econômico, o qual ganhou popularidade na preparação de compósitos poliméricos reforçados com fibras. No processo RTM, o tecido fibroso é preformado na forma desejada e inserida dentro do molde, o qual é fechado e um fluxo de resina de baixa viscosidade é injetada (YANG et al, 2008)

O grande interesse gerado sobre esse processo pode ser associado à tecnologia de baixo custo efetivo para produção de componentes de compósitos em grande escala (ANTONUCCI, 2000), foi desenvolvido como um método econômico para a produção de compósito de alta qualidade e componentes mais complexos do que aqueles obtidos pelos métodos tradicionais (HILLERMEIER, R. W., SEFERIS, 2001), apresentando um excelente controle mecânico em processo de ciclo curto (LUO et al, 2001), outra

vantagem é a eliminação da autoclave e de reforços com validade de uso como os *prepregs* (BAKER, D. STUART, D. KELLY, 2004)

Trata-se de um processo que não contamina o ambiente de trabalho, além de produzir materiais com alta resistência mecânica, resistentes ao ambiente agressivo e com bom isolamento elétrico (PEARCE; SUMMERSCALES; GUILD, 2000).

Esse método reduz a emissão de monômeros e a insalubridade do ambiente de trabalho. Permite moldar peças grandes com geometria complexa de modo eficiente, a fabricação é econômica e o ciclo de tempo é menor comparado aos métodos convencionais, as peças produzidas possuem alta qualidade de acabamento e boa reprodutibilidade, além do mais, diferentes tipos de reforços podem ser utilizados e (LUO; LIANG; WANG, 2000; STRONG, 1989; HILLERMEIER; SEFERIS, 2001)

O RTM difere dos outros métodos de produção de compósitos, pelo fato de seu fluxo de resina ser de longo alcance através dos poros do reforço seco fibroso (PEARCE; SUMMERSCALES; GUILD, 2000). Durante o processo, a resina pré-polimerizada é injetada no molde sob pressões moderadas, freqüentemente com o auxílio de uma bomba de vácuo ligada aos respiros, para aumentar o fluxo de resina (CAIRNS; HUMBERT; MANDELL, 1999)

O processamento por RTM obedece a seguinte seqüência: colocação da pré-forma no molde; compactação da pré-forma no interior do molde no fechamento do molde; injeção de resina para a cavidade do molde criando um gradiente de pressão na parte impregnada para não impregnada da fibra; e a remoção do compósito após a cura.

A impregnação do reforço seco ocorre através de orifícios pré-selecionados no molde em uma orientação desejada, de acordo com a forma final da peça (LAWRENCE et al, 2002). Após o preenchimento, inicia-se o ciclo de cura no qual o molde é aquecido para a polimerização da resina (BANG et al., 2001). O aumento da temperatura reduz sensivelmente a viscosidade da resina, mas em seguida, a reação de cura é ativada elevando a viscosidade até a polimerização da peça (POTTER, 1999).

Variações mínimas na colocação ou na permeabilidade do reforço podem causar desvios no fluxo de resina (LAWRENCE et al., 2002; YOUNG; LAI, 1997). A velocidade de fluxo através de um meio poroso está relacionada diretamente à redução

de pressão e inversamente ao comprimento, sendo o coeficiente de proporcionalidade conhecido como permeabilidade (LOKAKOU et al., 1996; WEITZENBÖCK; SHENOI; WILSON, 1996).

A otimização do processo de moldagem por transferência de resina (RTM) consiste no estudo de variáveis de processo tais como: geometria da peça, arquitetura da fibra, pressão de injeção, permeabilidade do reforço e posicionamento de válvulas de injeção e saída de resina e de saída de ar (TAN; ROY; PILLAI, 2007; SREEKUMAR, et al, 2007); ANTONUCCI et al., 2002).

O objetivo é minimizar o ciclo de tempo, quantidade de vazios, gradiente de temperatura, pressão da injeção, redução do custo ferramental e da emissão de voláteis (LIN; MURPHY; HAHN, 2000; TUNCOL, 2007).

O ciclo de cura é geralmente o estágio mais crítico e caro na produção de estruturas de compósitos via RTM. Muitas complicações podem ocorrer se o processo não for realizado com precisão, considerando-se a componente geométrica ou os constituintes do material (OPALICKI; KENNY; NICOLAIS, 1996). Geralmente, este estágio é baseado na recomendação do fabricante, o qual toma como referência a resina não reforçada (GOROVAYA; KOROTKOK, 1996). Desvios não especificados para o ciclo de cura, como variações na espessura do laminado causam gradientes de temperatura e, em consequência disso, variações no grau de cura, que podem gerar a introdução de tensões residuais na peça (LIN; MRPHY; HAHN, 2000).

D. Abrahan et al. (1998) analisaram os processos de *wet lay-up* com consolidação por autoclave em comparação com o RTM. Um grau de cura similar foi obtido para laminados produzidos em ambos os processos e maiores valores de resistência à flexão e à tração foram encontrados para os laminados consolidados em autoclave, devido à maior fração volumétrica, a qual está associada à maior pressão de compactação do método. Porém, quando normalizados, tomando-se como base a fração de volume de fibras, os resultados foram similares.

A redução no ciclo de tempo obtida com o processo RTM é devida a uma mais alta temperatura inicial de processo, eliminando o prolongado tempo de aquecimento do molde; trata-se também de um processo menos trabalhoso com duração média de 1,5 h. Estes dados são relativos aos ambientes laboratoriais, para os quais este processo



é muito apropriado, devido ao seu fácil manuseio, ao pequeno porte do equipamento e à habilidade de produção de tipos de peças variados. Porém, certamente, em escala industrial seria muito eficaz devido à alta velocidade de produção e de se usar moldes fechados (MORREN; BOSSUYT; SOL, 2008).

Uma das questões básicas do processo RTM é o conhecimento exato do comportamento do fluxo da resina sobre o reforço (MORREN et al, 2009). Pequenas variações no posicionamento ou na permeabilidade do reforço podem gerar significativos desvios no fluxo de resina resultando na formação de vazios e no preenchimento incompleto do reforço, o que leva à redução das propriedades mecânicas e do acabamento superficial da peça, ocasionando a rejeição da mesma (MAHRHOLZ; STÄNGLE; SINAPIUS, 2009; BHAT et al, 2009; RUIZ et al, 2006).

Como o tecido pré-formado é colocado dentro do molde, a injeção da resina deve ser feita de tal forma que preencha todos os espaços vazios entre as fibras, contudo menores mudanças na colocação da preforma podem causar desvios do fluxo resultando em um processo de preenchimento incompleto com conseqüente rejeição do componente (LAWRENCE et al., 2002). Além disso, para geometrias que exigem ferramentais mais complexos, esse fenômeno é mais efetivo ainda dificultando a previsão do comportamento do fluxo sendo necessário monitoramento rigoroso (LUO et al 2001; NIELSEN; PITCHUMANI, 2001; PADMANABHAN; PITCHUMANI, 1999)

O desenvolvimento de uma metodologia poderia identificar possíveis distúrbios que ocorrem devido à característica do processo, para que isso possa ser alcançado é necessário o uso de sensores que auxiliem no entendimento da conseqüência da presença de cada descontinuidades como nervuras, por exemplo, que causa um fluxo transversal nas dobras do componente (LAWRENCE et al., 2002).

Cada estágio em um ciclo de RTM envolve processos físicos complexos, foco de estudos científicos significativos. Variações do ferramental refletem sensivelmente em fenômenos físicos e por isso tem sido desenvolvida uma serie de simulações para modelagem deste fenômeno em geometrias complexas (BICKERTON et al., 2001)

Fatores como pressão de injeção, temperatura de injeção e posição de entrada e saída da resina influenciam significativamente a qualidade final e propriedades

mecânicas do compósito e variam com a geometria da peça fabricada e tipo de resina (RESTREPO et al., 2007; PALARDY et al., 2008). Esses mesmos fatores aliados ao projeto do molde afetam também a distribuição uniforme da resina e posicionamento do reforço durante sua injeção, podendo prejudicar os bons resultados e causar rejeição do produto final (LUO; LIANG; WANG, 2001; LAWRENCE et al., 2002; BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

O preenchimento inadequado do molde/preforma também pode ser função da pressão e velocidade de injeção de resina. Esses parâmetros podem induzir a falhas como dobramento do tecido no momento da injeção e formação de pontos secos em locais imprevisíveis. Os microvazios são outro tipo de defeito, ocorrendo geralmente pela baixa permeabilidade no interior dos cabos de fibras. Diferentemente da superfície e região entre os cabos de fibras, a região interna dos cabos tem sua permeabilidade regida pela pressão de capilaridade e deve ser alcançada pela resina (LEE; LEE; KANG, 2006).

O ferramental rígido do processo RTM é em geral dividido em 4 fases: preparação da preforma, fechamento do molde, injeção da resina e cura final da resina [26]. A predição das forças que atuarão no ferramental durante o ciclo de processo de produção de compósito de mesma natureza do RTM garante uma redução no tempo de processo e do custo de montagem em relação ao custo efetivo do molde permitindo uma especificação apropriada (BICKERTON et al, 2001; WALBRAN; BICKERTON; Kelly, 2009).

### 3.2.3 Reforço NCF

Na confecção de componentes de compósitos, as fibras são predominantemente utilizadas sob a forma de tecidos. Estes materiais recebem freqüentemente uma pré-impregnação, geralmente de resina epóxi, para formar os pré-impregnados (Reihart, 1989). Quando curados a alta temperatura e pressão, são atingidas propriedades estruturais excepcionais. Contudo, na maioria das aplicações de uso de pré-impregnados estão envolvidos altos custos e limitações quanto à complexidade

geométrica de alguns artefatos, tornando a sua utilização limitada quando comparada à utilização de tecidos secos que são geralmente utilizados no processo de moldagem por injeção de resina (RUDD et al., 1999).

Os tecidos de fibra de carbono do tipo tecido NCF são pré-formas com fibras orientadas em direções definidas e mantidas juntas por fios de poliéster, esse método de obtenção do tecido por costura aumenta a performance do compósito, pois evita o aparecimento de ondulações, local de concentração de tensões, que aparecem nos tecidos convencionais. Nessas ondulações são constatados excessos de resina que influenciam o comportamento mecânico do compósito (MIKHALUK et al., 2000).

Os tecidos NCF utilizados em processamento RTM tem grande vantagem sobre os tecidos convencionais, estes são limitados na obtenção de pré-formas espessas, limitações no tamanho das peças e peças com geometrias complexas utilizadas principalmente nas indústrias aeronáutica e automotiva. Outras vantagens sobre o tecido unidirecional são as melhores propriedades mecânicas, o baixo custo de processamento, devido ao processo ocorrer em uma única etapa exigindo menos tempo e operador (MIKHALUK et al., 2000).

Os tecidos NCF consistem em camadas unidirecionais arranjadas em diferentes orientações e mantidas juntas por fios de poliéster (Figura 3.1), sendo do tipo quadriaxial, biaxial e unidirecional. Estes tecidos têm rendimento 30% superior aos tecidos que formam ondulações com relação ao ensaio de tração (VECTORPLY, 2011).

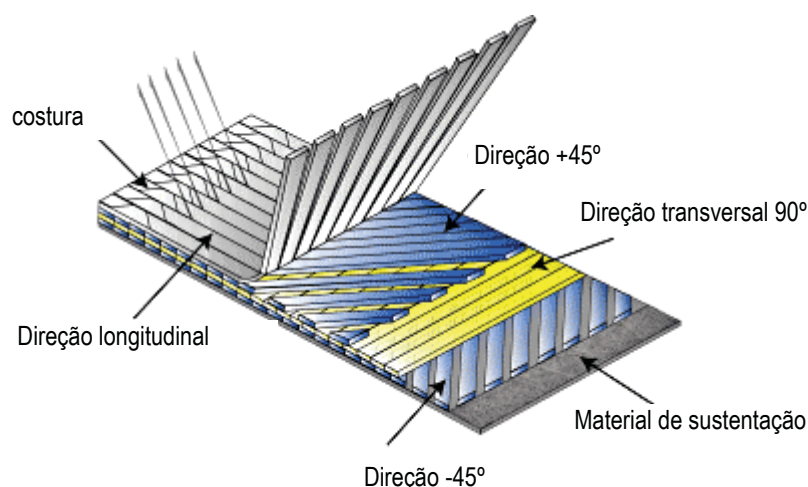


Figura 3.1 - Exemplo de tecido NCF (VECTORPLY, 2011).

Na Figura 3.2 consegue-se visualizar o efeito da ondulação, causadas pelo entrelaçamento das fibras nas direções de  $0^\circ/90^\circ$ , na concentração de tensões ao aplicar uma força na direção de uma das fibras.

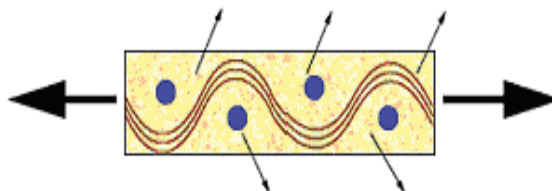


Figura 3.2 - Aplicação de força na direção de uma das fibras (VECTORPLY, 2011).

Os tecidos NCF têm ainda desvantagens em relação ao tecido unidirecional pois mesmo com costuras em poliéster esses tecidos apresentam uma certa ondulação em menor intensidade e portanto pontos de concentrações de tensão podem causar danos mecânicos e diminuição das propriedades mecânicas (VECTORPLY, 2011).

A construção do tecido NCF feita por fibras paralelas montadas em camadas e unidas por fios de poliéster em forma de costura, as costuras causam distúrbio na uniformidade e paralelismo na disposição das fibras (Figura 3.3) (VECTORPLY, 2011).

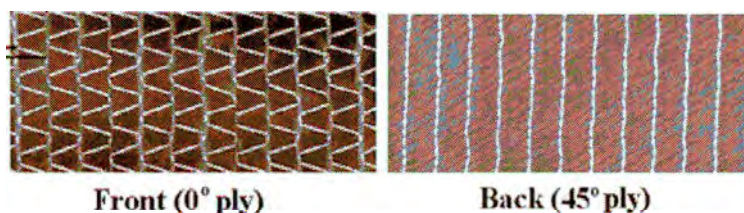


Figura 3.3 - Vistas da montagem do tecido NCF (MIKHALUK et al, 2000)

Uma das questões básicas do processo RTM é o conhecimento exato do comportamento do fluxo da resina sobre o reforço (MORREN; BOSSUYT; SOL, 2008). Pequenas variações no posicionamento ou na permeabilidade do reforço podem gerar significativos desvios no fluxo de resina resultando na formação de vazios e no preenchimento incompleto do reforço, o que leva à redução das propriedades mecânicas e do acabamento superficial da peça, ocasionando a rejeição da mesma (LAWRENCE et al., 2002; YANG, et al., 2008; RUIZ et al., 2006).

Muitos estudos foram desenvolvidos para a compreensão do fluxo do processo.

Tanto por modelos básicos, quanto por métodos computacionais, sendo o modelo de Darcy o mais utilizado para a modelagem do processo (WEITZENBOCK; SHENOI; WILSON, 1999; NORDLUND et al, 2006; LUNDSTROM, 2000). O modelo de Darcy assume que a velocidade do fluxo em um meio poroso é proporcional à redução de pressão e inversamente proporcional ao comprimento (KAS; KAYNAK, 2005).

Este modelo considera o comprimento imediato de escala média de poros, a qual é suficientemente pequena para uma informação e, ao mesmo tempo, suficientemente grande para eliminar a complexidade geométrica, sendo a relação (1) (HILLERMEIER; SEFERIS, 2001).

$$\langle v \rangle = -\frac{K}{\mu} \cdot \langle \nabla P \rangle \quad (1)$$

Na qual:

K ... tensor de permeabilidade

Um preforma precisa e livre de defeitos ou distorções apresenta uma permeabilidade uniforme, o que evitaria seções insaturadas de resina no molde. Defeitos e distorções funcionam como concentradores de tensão em preformas gerando tensões residuais nos compósitos submetidos a tensões mecânicas (HILLERMEIER; SEFERIS, 2001).

### 3.2.4 Matriz Epóxi

Matriz é a fase responsável pela união das fibras e definição do formato da peça, distribuição das tensões aplicadas no compósito, além de ser a fase que determina os parâmetros de processamento (VASILIEV; MOROZOV, 2001).

A matriz ideal deve ser capaz de redistribuir constantemente a carga aplicada, ou seja, se uma fibra se romper, a carga anteriormente suportada por ela deve ser imediatamente transferida para as fibras adjacentes. Por isso, é essencial que a matriz possua boa tenacidade e dureza suficientemente baixa para evitar que a capacidade de distribuição de carga seja prejudicada (VASILIEV; MOROZOV, 2001).

Para a indústria aeronáutica, o bom desempenho das funções da matriz é tão

importante quanto a baixa densidade, isso motiva o uso de matrizes poliméricas na fabricação de materiais compósitos que, quando reforçados com fibras de vidro e de carbono, por exemplo, apresentam boas características para aplicação estrutural e baixo peso (REZENDE; BOTELHO, 2000).

As matrizes poliméricas, especialmente as termorrígidas, são as mais usadas na fabricação de materiais avançados. No entanto, essa opção deve vir acompanhada pelo cuidadoso estudo térmico das matrizes, visto que a temperatura de operação da peça fabricada será limitada pela matriz. Nos termorrígidos o aquecimento além do limite de estabilidade térmica promove sua degradação, com a perda de suas propriedades mecânicas (VASILIEV; MOROZOV, 2001).

Em função disso, é importante determinar, por meio de ensaios térmicos, as temperaturas limites de trabalho que, por questões de segurança, não devem exceder a Temperatura de Transição Vítrea ( $T_g$ ), a partir da qual as propriedades mecânicas do polímero sofrem redução acentuada.

As resinas epóxi, classificadas como termorrígidas, são as de maior destaque para o uso estrutural por apresentarem excelentes propriedades térmicas e mecânicas em relação a outras matrizes poliméricas, como bom módulo e resistência à tração, além de excelente resistência química e propriedades elétricas, mantidas em uma faixa de  $-60^{\circ}\text{C}$  a  $180^{\circ}\text{C}$  (TSANZALIS, et al., 2007).

Considerando-se as características e parâmetros do processo RTM, foram desenvolvidos sistemas epóxi específicos para esta finalidade. São resinas com viscosidades reduzidas para permitir a impregnação da pré-forma. Com aplicação de temperatura há um aumento da viscosidade e a cura do polímero.

Os sistemas epóxi para RTM podem ser mono ou bicomponente, os monocomponentes são aqueles em que o polímero e o agente de cura coexistem, de maneira pré-estabelecida, desde a síntese da resina, o que exige refrigeração constante para prolongar sua vida útil. Os bicomponentes são aqueles em que o agente de cura é adicionado ao polímero no momento da injeção da resina.

Mesmo que a matriz seja próxima do ideal (com relação linear entre tensão e deformação e elevado módulo de elasticidade) e tenha ótima compatibilidade com as fibras escolhidas, suas propriedades não serão demonstradas se a adesão entre essas

fases não for boa o suficiente. A adesão promove a integridade necessária para o elevado desempenho do compósito (VASILIEV; MOROZOV, 2001).

As condições para uma boa interface são:

- baixa viscosidade da matriz para o preenchimento adequado do tecido, inclusive os cabos de fibras;

- boa molhabilidade da superfície do tecido;

- fibras de carbono com alta energia superficial para que a resina se mantenha na superfície, no tecido já impregnado;

- parâmetros de processamento bem definidos em função das características da matriz.

Ainda de acordo com Vasiliev e Morozov (2001), a boa parametrização no processamento RTM não requerem altas temperaturas e pressão de injeção.

O aparecimento de vazios também pode estar relacionado à natureza da matriz polimérica utilizada ou por eventuais problemas durante o processamento do compósito, tais como: umidade excessiva, controle inadequado das taxas de aquecimento e resfriamento durante o processamento, pressões inadequadas, liberação de voláteis durante a cura da resina e impurezas existentes na matriz polimérica (KAS; KAYNAK, 2005; BOTELHO; REZENDE, 2002).

Em geral, a porosidade diminui a resistência à compressão estática e a vida em fadiga de laminados (BOTELHO; REZENDE, 2002; COSTA; ALMEIDA; REZENDE, 2001). Essa influência é bastante pronunciada nas resistências ao cisalhamento interlaminar, à compressão e à tração transversal, na qual as propriedades mecânicas da matriz exercem maior influência sobre o compósito (KAS; KAYNAK, 2005; YANG et al, 2006).

A influência dos vazios sobre o comportamento mecânico de compósitos laminados é um problema complexo devido ao grande número de variáveis envolvidas. Dentre esses fatores estão: forma, dimensão e localização dos vazios; interface entre as propriedades mecânicas da fibra e da matriz; cargas mecânicas presentes e sua natureza (estática ou cíclica). Além disso, fatores ambientais devem ser contabilizados, absorção de umidade e temperatura pode afetar o comportamento mecânico do compósito. A presença de vazios favorece a absorção de umidade e contribui para o

aumento dos seus efeitos (COSTA; ALMEIDA; REZENDE, 2001). Devido a isso, o controle da presença de vazios se faz necessário para a obtenção de compósitos de uso estrutural (KAS; KAYNAK, 2005; BOTELHO; REZENDE, 2002).

Visando detectar e caracterizar essas descontinuidades, são utilizadas pela indústria aeronáutica técnicas de inspeção não-destrutivas, tais como: ensaio ultrassônico e microscopia eletrônica de varredura (KAS; KAYNAK, 2005; BOTELHO; REZENDE, 2002).

### 3.3 CARACTERIZAÇÃO MICROSCÓPICA

#### 3.3.1 Inspeção acústica

A MICROSCOPIA POR INSPEÇÃO ACÚSTICA, também conhecida por Ultrassom *C-Scan*, é uma técnica não-destrutiva que tem por objetivo detectar descontinuidades e defeitos provenientes do processo de fabricação, como trincas devido a tratamento térmico e fissuras. Com esta técnica é possível avaliar o tamanho e a profundidade da falha, fator importante para realizar um reparo (KAS; KAYNAK, 2005).

O ensaio apresenta vantagens como sensibilidade para detectar pequenas descontinuidades internas, além de não requerer equipamentos e planos de segurança. A desvantagem está na dificuldade de aplicar o método em peças de espessura muito fina (ANDREUCCI, 2003).

O princípio de funcionamento baseia-se na formação de ondas mecânicas a partir da oscilação de partículas discretas em um determinado meio de inspeção, pois sob a ação de vibração mecânica as moléculas ou partículas são levadas de um lugar a outro, voltando em seguida à sua posição de equilíbrio (ANDREUCCI, 2003; NEPOMUCENO, 1980; YOUNG; FREEDMAN, 2008).

No caso de meios elásticos o tipo de onda pode ser classificado em:

1. *Ondas longitudinais*: são aquelas em que as partículas se propagam na direção de propagação da onda, Figura 3.4. Também são conhecidas como compressional ou irrotacional.



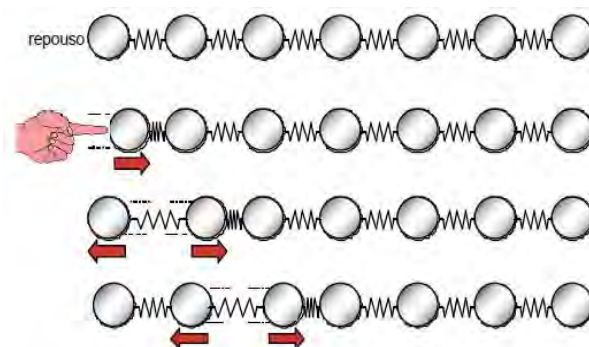


Figura 3.4 - Esquema da onda longitudinal.

2. *Ondas transversais*: o movimento das partículas ocorre na direção perpendicular ao movimento da onda, Figura 3.5, sendo que a distância entre as partículas permanece constante ocorrendo movimento apenas na vertical (KRAUTKRÄMER; KRAUTKRÄMER, 1977; FILIPCKYNSKI; PAWLOWSKI; WEHR, 1966; YAMANI, 2008).

3. Ondas superficiais: propagam-se na superfície dos materiais e podem ser classificadas em ondas de Rayleigh, ondas de “Love” ou ondas tipo “Lamb”, cuja principal diferença está na espessura do material e no sentido e movimento de propagação das ondas (FILIPCKYNSKI; PAWLOWSKI; WEHR, 1966; KRAUTKRÄMER, KRAUTKRÄMER 1977).

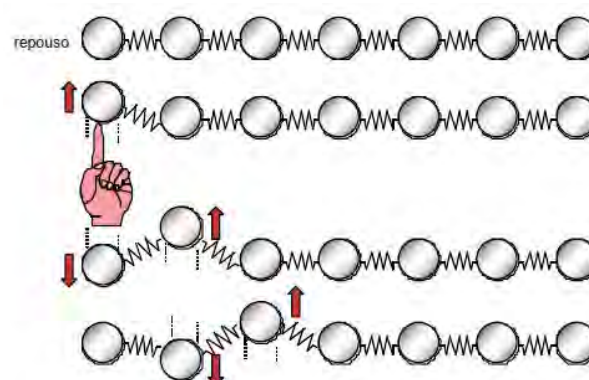


Figura 3.5 - Esquema da onda transversal.

As ondas ultrassônicas são geradas ou introduzidas no material através de um elemento emissor com uma determinada dimensão e que vibra com uma certa frequência. Tanto o elemento emissor quanto o receptor recebem o nome de transdutor (ANDREUCCI, 2003).

Há um tipo especial de análise em que a inspeção é feita por imersão, fazendo uso de um meio acoplante (geralmente a água) e um transdutor piezoelétrico. Dessa maneira a atenuação do sinal emitido é reduzida permitindo que as ondas se propaguem com maior energia, podendo assim receber sinais mais fortes, melhorando significativamente os resultados obtidos por tal análise (FILIPCKYNSKI; PAWLOWSKI; WEHR, 1966; KRAUTKRÄMER; KRAUTKRÄMER, 1977).

Na região próxima à superfície do transdutor, há interferência destrutiva e construtiva entre diversas frentes de ondas, Figura 3.6, dando como consequência zonas de maior intensidade, junto com zonas de intensidade reduzida. Nessas condições, o feixe sônico pode ser dividido em duas zonas: o campo próximo ou zona de Fresnel e o campo distante ou região de Fraunhofer (FILIPCKYNSKI; PAWLOWSKI; WEHR, 1966).

A região próxima ao cristal onde existe uma interferência de ondas muito intensa denomina-se Campo Próximo ou zona de Fresnel. Este tem uma extensão  $N$  que depende do diâmetro do cristal e do comprimento de onda  $\lambda$  (ANDREUCCI, 2003).

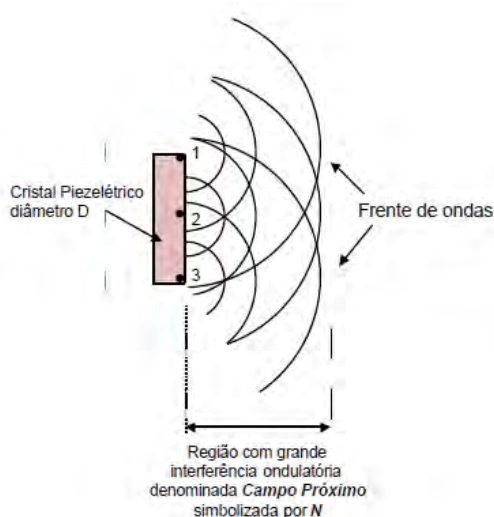


Figura 3.6 - O campo sônico nas proximidades do cristal.

Na inspeção ultrassônica, a distância tem importância fundamental, uma vez que a amplitude do eco recebido varia com a posição do transdutor de maneira brusca e com intensidades que partem de zero e chegam a atingir altos valores. Caso o defeito esteja num ponto de emissão mínima ou nula, o defeito não será detectado e, caso

esteja num ponto de máximo dará origem a um eco exageradamente grande, de difícil interpretação. Nessas condições, a inspeção realizada no campo próximo não é confiável (ANDREUCCI, 2003).

Logo após o campo próximo, existe a zona onde as frentes de ondas são mais bem definidas. Esse campo é chamado Campo Distante ou zona de Fraunhofer. Nesta região, a onda sônica diminui quase que com o quadrado da distância e se diverge igual a um feixe de luz de uma lanterna em relação ao seu eixo central.

Fatores como falha na calibração do equipamento, na seleção do transdutor ou na interpretação dos resultados são algumas das causas que contribuem para a falta de consistência nos resultados e interpretações (YAMANI, 2008).

Cientes da sensibilidade da análise, a calibração do equipamento deve ser realizada minuciosamente para que não ocorram interpretações errôneas.

### 3.3.2 Eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) ultrapassa a barreira imposta pela luz visível, pois utiliza feixe de elétrons para a formação de imagens. Dessa maneira traz vantagens quanto à resolução e visualização de detalhes, que podem ser menores que 1 nanômetro. A técnica é muito utilizada para o estudo de estruturas finas e morfologia de superfícies de materiais (CANEVAROLO, 2004).

A combinação das técnicas de microscopia óptica MO e MEV permite uma investigação detalhada e minuciosa da natureza das falhas em compósitos e a maneira como se iniciam. É útil também na investigação da adesão entre fibras e matriz.

Os materiais compósitos poliméricos para aplicação estrutural em aeronaves de um modo geral utilizam fibras de alta qualidade e resina epóxi de elevada resistência, pertencentes a uma geração de polímeros de alto desempenho, que apresentam maior tolerância a danos, maior resistência ao impacto e, boas propriedades nas condições de temperatura e umidade elevadas (CARG<sup>1</sup>, 1986; CARG<sup>2</sup>, 1989; ABARIS, 1998).

Em serviço, um componente aeronáutico é exposto a uma variedade de condições ambientais e diversos tipos de carregamentos mecânicos. Temperatura, umidade

relativa do ar e radiação ultravioleta (UV) são os principais agentes atmosféricos causadores dos ataques ambientais, enquanto que as tensões mecânicas são originadas dos esforços que atuam na estrutura, de erros de projeto ou no processamento do produto (GUAGLIANO; VERGANI, 2004; CHAWLA, 1998). Esses agentes, isoladamente ou em conjunto, podem ser nucleadores de danos na estrutura, levando-a ao seu colapso total.

Assim, estruturas em materiais compósitos poliméricos podem falhar prematuramente, devido às falhas geradas durante seu processamento, aos erros de projeto ou devido aos danos em serviço. Por isso é necessário um sistema de compilação de técnicas de análise de falhas, um controle de procedimentos e dados de suporte fractográfico, o quais permitem diagnosticar a causa de falhas prematuras dos componentes e gerar recomendações para prevenir futuros danos [FRANCO, 2003; NILSSON, 2001; CARG<sup>2</sup>, 1989).

A fractografia é uma das principais técnicas utilizadas no processo de análise de materiais após falhas. Consiste em identificar aspectos fractográficos e estabelecer as relações entre a presença ou a ausência desses aspectos com a seqüência de eventos da fratura, podendo levar à determinação do carregamento e das condições dos esforços no momento da falha. A fractografia confirma ou remove as suspeitas que possam recair sobre os modos de falha ocorridos (PURSLOW, 1986; SOHN; HU, 1995).

Um tipo de microscopia muito utilizado na análise topográfica de amostras é MEV. Nesta, os elétrons primários, emitidos pela fonte, atingem a amostra, e os mesmos ou diferentes elétrons escapam para formar a imagem. Essa imagem é formada coletando-se um sinal particular em função da posição do feixe sobre a amostra como na detecção de elétrons secundários. Ao mesmo tempo este sinal é varrido através da tela de um tubo de raios catódicos (CRT), enquanto o brilho deste sinal é modulado por um amplificador de corrente do detector. A varredura do feixe de elétrons sobre a amostra é, portanto, sincronizada com a varredura do sinal intensificado no CRT, preservando assim a correspondência espacial entre a amostra e a imagem (CALLISTER, 2005).

A ampliação linear é obtida pela razão entre o comprimento da varredura do sinal gerado na CRT e o comprimento da varredura do feixe sobre a amostra. Assim, uma

área varrida na amostra de 100  $\mu\text{m}$  de comprimento apresentada em uma imagem com 10 cm de comprimento na tela de um monitor, corresponde a uma ampliação de 1.000 vezes (CANEVAOLO, 2004).

A microscopia eletrônica de varredura tem como principal vantagem sua resolução micrométrica, muito superior à microscopia ótica, essa técnica é mais eficiente na observação e no estudo de estruturas superficiais. Suas imagens têm alta profundidade de foco, o que significa obter diferentes relevos da superfície da amostra simultaneamente em foco, sendo imagens tridimensionais e, portanto, mais fáceis de interpretar que as imagens de projeção de microscopia de transmissão (CANEVAOLO, 2004).

### 3.4 ANÁLISE TÉRMICA

O RTM por utilizar um molde fechado e uma resina de baixa viscosidade injetada neste molde, existe o efeito de borda que tem influência e pode promover defeitos como molhamento incompleto do reforço, formação de espaços secos e outros defeitos no compósito final (KAS; KAYNAK, 2005).

A caracterização das propriedades do material é essencial para os projetos de componentes de trens de pouso. Sabe-se que o efeito da frequência de vibração sobre o compósito de matriz polimérica pode afetar o desempenho da estrutura. Então, a análise da dependência da frequência é fundamental para estabelecer o intervalo operacional da estrutura (MELO; RADFORD, 2005).

A caracterização viscoelástica por meio da excitação senoidal foi empregada utilizando a máquina universal de ensaios. Porém, a análise dinâmica-mecânica (DMA) que é uma técnica para determinação de propriedades viscoelásticas de materiais, fornece um controle de temperatura mais acurado e garante rápida caracterização do material em um largo intervalo de temperatura e frequência (ZHANG; RUAN; LI, 2001). Em trabalhos precedentes foi possível desenvolver um sistema de monitoramento de cura para o processo RTM, no qual determinou-se o ponto de gel de uma resina epóxi através desta técnica (McILHAGGER; BROWN, HILL, 2000).

A técnica de DMA é tradicionalmente realizada no cerne da amostra. Porém, sobre misturas de polímeros essa análise é possível se o DMA for aplicado em escala local permitindo uma nova forma de análise microtérmica. Oulevey et al., (2000) colocaram uma amostra em um estágio de aquecimento vibratório observando a amplitude resultante e o movimento da fase através de um microscópio de força atômica acoplado, garantindo o estudo de propriedades elásticas e viscoelásticas locais (McILHAGGER; BROWN, HILL, 2000).

As medidas de DMA fornecem informações sobre propriedades de rigidez e dissipação de energia de materiais ciclicamente carregados, são medidas quantitativas e qualitativas sobre o desempenho do material. É um sistema particularmente útil para os materiais poliméricos que exibem efeitos de tempo, temperatura e frequência sobre suas propriedades mecânicas por causa da sua natureza viscoelástica. Dados considerados essenciais para análise de materiais processados, por exemplo, por RTM (ABRAHAM; MATTHEWS; McLLHAGGER, 1998).

A técnica é atrativa, pois fornece uma detecção sensível e não destrutiva da região da interfase, onde se obtém o módulo elástico e a energia dissipada como resposta do esforço cíclico imposto ao corpo de prova. Considerando a energia dissipada como um indicador de movimentação de moléculas, permite quantificar a adesão interfacial fibra/matriz.

A análise dinâmica-mecânica é uma técnica usada para medir propriedades mecânicas de uma grande variedade de metais. Muitos materiais, incluindo polímeros, têm comportamento como sólido elástico e líquido viscoso, classificado, portanto como viscoelástico.

O DMA é diferente dos outros testes mecânicos. Em primeiro lugar, considerando o dispositivo para teste de tração típico, este foca somente a componente elástica, em muitas aplicações as componentes inelástica ou viscosa são críticas, pois a componente inelástica determina propriedades como a resistência ao impacto, em segundo lugar, esse dispositivo trabalha fora do intervalo viscoelástico linear. Em contraste, o equipamento em questão trabalha primeiramente dentro do intervalo viscoelástico linear e é, portanto, mais sensível para estruturas (TA Instruments, 2011).

O DMA mede as propriedades viscoelásticas usando testes oscilatórios

dinâmicos ou transitórios. Os testes transitórios incluem deformação e tensão de relaxação. Em deformação, a tensão é aplicada na amostra e mantida constante enquanto a deformação é medida *versus* tempo, depois de um tempo a tensão é retirada e a recuperação é medida. Em tensão por relaxação, a tensão é aplicada na amostra e mantida por um tempo, e a degradação da tensão requerida para manter a deformação é medida em relação ao tempo (TA *instruments*, 2011).

O ensaio mais comum é o dinâmico oscilatório, no qual a tensão senoidal (ou deformação) é aplicada aos materiais e a deformação resultante (ou tensão) é medida. São medidos também o ângulo de fase e  $\tan \delta$  entre as duas ondas senoidais. O  $\delta$  será  $0^\circ$  para um material puramente elástico e  $90^\circ$  para um material puramente viscoso, como indica a Figura 3.7 (TA *instruments*, 2011).

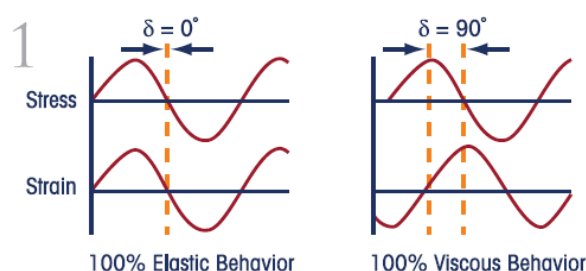


Figura 3.7 - Ensaio dinâmico oscilatório. Materiais 100% elástico e 100% viscoso (TA *instruments*, 2011).

Materiais viscoelásticos, como os polímeros, exibem uma fase intermediária diferente, como mostra a Figura 3.8.

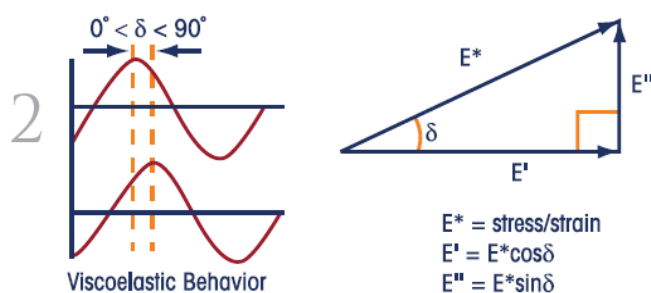


Figura 3.8 - Ensaio dinâmico oscilatório. Materiais 100% elásticos e 100% viscosos (TA *instruments*, 2011).

Desde que o módulo é uma relação de tensão/deformação, o módulo complexo  $E^*$ , pode ser calculado a partir do módulo de armazenamento  $E'$  e do módulo de perda  $E''$ , como também ilustra a Figura 3.8.

O módulo de armazenamento é a componente elástica e relaciona-se à rigidez da amostra, o módulo de perda é a componente viscosa e está relacionado com a habilidade de dissipação de energia mecânica através da movimentação molecular. O ângulo de fase ou  $\tan \delta$  é outro parâmetro comum que fornece a relação entre as componentes elástica e viscosa. Todos estes parâmetros podem ser calculados como função do tempo, da temperatura, da frequência (tensão ou deformação) dependendo da aplicação (TA *instruments*, 2011).

Dependendo do modo de carregamento, o módulo elástico pode representar módulo de cisalhamento, tração ou flexão. Os valores de temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) medidos pelo DMA são reproduzíveis, porém os valores absolutos de módulo elástico apresentam discrepâncias entre amostras e tipos de carregamentos diferentes, com pequenas variações de condições independente do tipo de equipamento. Particularmente, a medida do módulo elástico pelo DMA frequentemente diverge daquele obtido em uma máquina universal de ensaios, contudo o princípio deveria ser o mesmo. Portanto, o uso do DMA para medida de módulo tem propósito de controle de qualidade, pesquisa e desenvolvimento, além de estabelecer condições ótimas de processo (DENG; HOU; YE, 2007; ASTM D5023-99; ASTM D5024-95a).

Parâmetros como temperatura e frequência afetam o desempenho dos compósitos. Um intervalo de temperatura é geralmente considerado para o projeto de estruturas avançadas como componentes aeronáuticos, incluindo alta e baixa temperatura de serviços. Além disso, a frequência é um fator extremamente importante a ser considerado devido à influência da vibração no desempenho de polímeros (Melo; Radford, 2005).

A influência destes parâmetros pode ser perfeitamente conhecida usando o DMA. O DMA fornece um controle de temperatura acurado e garante a caracterização precisa em relação à variação de temperatura e frequência (Melo; Radford, 2005).

Para o controle térmico, o calor latente é um fenômeno muito importante considerando a possibilidade de alta densidade de calor acumulado e temperatura caracteristicamente homogênea (Li J. et al., 2009). Materiais de mudança de fase microencapsulados são uma alternativa para regulação térmica de polímeros



reforçados com fibras (Zhang, Wang, 2009).

A análise térmica mais amplamente usada é a calorimetria exploratória diferencial (DSC), que fornece de forma específica medidas de temperatura e fluxos de calor associados às transições dos materiais, além de informações qualitativas e quantitativas de processos endotérmicos e exotérmicos e de variações na capacidade calorífica dos materiais.

Para trabalhos com desenvolvimentos de materiais poliméricos, essa técnica é essencial, pois, fornece uma variedade de medidas fundamentais para a caracterização dos mesmos. Tais medidas incluem temperatura de transição vítrea, ponto de fusão, temperatura e tempo de cristalização, grau de cristalinidade, velocidade e grau de cura; estabilidade térmica etc (CANEVAOLO, 2004).

Fontana (1998), por exemplo, utilizou o DSC para determinar parâmetros cinéticos de cura de três tipos de resinas termorrígidas. Com esta análise pode ser obtida a velocidade de aquecimento envolvida durante a cura das resinas, e sabendo-se que a partir dessas temperaturas o aumento na viscosidade das mesmas é tão rápido que seu uso seria impossível, pode-se, através da análise calorimétrica, determinar a temperatura limite para a impregnação de fibras na fabricação dos compósitos.

Uma análise por meio da termogravimetria (TGA) mostra que a decomposição ou a estabilidade do polímero depende da estrutura polimérica ou do tipo de iniciador, radicais livres, ligação químicas existentes (PAVLINEC; LAZÁR; CSOMOROVÁ, 1997).

A análise termomecânica mede a mudança dimensional da amostra sob condições controladas de temperatura, tempo, esforço e atmosfera [TA *Instruments*, 2011].

### 3.5 FADIGA

A resina epóxi foi recomendada como apropriada para impregnar fibras secas utilizando o processo RTM (LARSSON, 2002) o desenvolvimento desses sistemas de resina para produção de componentes aeronáuticos tem sido fortemente realizado pela indústria, por exemplo, como é o caso da RTM6 (HEXCEL COMPOSITES, 2011).

Para serem competitivos com os reforços tradicionais, alguns tecidos foram

desenvolvidos para aplicações como preformas no processo RTM, promovendo um menor custo e menor peso para o compósito (JACOB, 1999). Atualmente, pode ser citado o tecido de carbono não dobrável (NCF) que apresenta um custo competitivo e alto desempenho mecânico quando comparado aos metais ou a outros reforços de grande interesse para a indústria (MATERIALS NEW, 2001).

Estruturas de compósitos são geralmente submetidas a carregamentos cíclicos. Danos por fadiga promovem uma redução nas propriedades dos compósitos (PANDITA, 2001).

A fadiga de compósitos reforçados com fibras é um fenômeno muito complexo e diferente daqueles observados para os metais. No compósito, durante o carregamento cíclico as tensões são constantemente redistribuídas nas estrutura, porém devido à degradação das propriedades esse processo é prejudicado (RUGG, 2005). O mecanismo de fadiga no compósito fibroso ocorre em quatro estágios, nucleação do dano local, propagação estável da trinca devido ao carregamento cíclico, propagação local da trinca que depende da orientação das fibras, da ductilidade da matriz e da adesão interfacial e propagação análoga à falha por carregamento em tração (CIOFFI, 2011).

Em outro trabalho, os autores observaram que o compósito reforçado por fibras mostrou uma degradação significativa da rigidez e da resistência mecânica durante o carregamento cíclico e classificaram os danos por fadiga como (CARLSON, KARDOMATEAS, 1996):

- Teoria geral do dano acumulado;
- Teoria da degradação da rigidez e da resistência mecânica;
- Modelo do dano progressivo com nucleação e propagação do dano.

A teoria geral do dano acumulado como a regra de Miner tem sido aplicada para compósitos fibrosos sem sucesso (GUDE; HUFENBACH; KOCH 2010; EPAARACHCHI 2006).

O complexo estudo do dano por fadiga baseia-se em quatro tipos de falhas: falha na matriz, descolamento interfacial, delaminação e ruptura das fibras. Alguns modelos foram definidos com base em um grande trabalho experimental, nos quais foram considerados: a resistência a degradação; a degradação da rigidez e a energia

dissipada. Além disso, alguns modelos são válidos apenas para compósitos específicos, ou seja, o mecanismo de dano por fadiga de compósitos é um assunto a ser extensivamente discutido (Wu, Yao, 2010).

Ao longo dos anos, autores têm proposto modelos para prever o processo de degradação, porém trata-se de modelos especiais, sendo, portanto empregados para uma faixa limitada de laminados. Além disso, a falta de informação sobre o conteúdo de vazios, tem uma forte influência sobre a degradação da rigidez.

Como proposto por Mao e Mahadevan, 2002, plota-se uma curva de degradação pela aplicação da Eq. (2); neste caso o dano por fadiga é calculado pelo módulo de Young ou pela rigidez obtida na inclinação da curva tensão deformação a um ciclo específico.

$$D \equiv 1 - \frac{E}{E_0} \quad (2)$$

Na qual:

D é o dano acumulado por fadiga;

$E_0$  é o módulo de Young inicial (material sem dano)

E é o módulo Young (material com dano)

Experimentalmente foi visto que a rigidez antes da falha final não é zero e, o dano acumulado final é  $1 - E_f = E_0$  em oposição à unidade da falha do material, sendo  $E_f$  o módulo Young quando a fratura ocorre, o que pode ser considerado como um novo parâmetro de dano. De acordo com a Eq. (3), o dano acumulado ocorrerá no intervalo entre 0 e 1.

$$D \equiv \frac{E_0 - E}{E_0 - E_f} \quad (3)$$

Como ocorre nos metais, mas por caminhos imprevistos, o perfil de degradação no compósito também muda com os parâmetros de ensaio, como exemplo, razão de tensão, amplitude, frequência. Combinando as variáveis do material com os parâmetros de ensaio, o modelo que descreve o processo de degradação pode ser usado para uma faixa maior de materiais (DEGRIEK; PAEPEGEM, 2003).

O modelo do dano progressivo é baseado na natureza heterogênea e anisotrópica do compósito. As funções da evolução do dano são constituídas com base em três termos separados: nucleação, propagação e evolução progressiva do dano final como proposto por PAEPEGEM; DEGRIECK, 2003. A evolução do dano é formulada por meio do esforço do material, dada pela falha global de acordo com o critério Tsai/Wu.

Um trabalho recente (WU; YAO, 2010) propõe um modelo de dano por fadiga fenomenológico, fazendo duas importantes considerações: os danos são proporcionais à vida em fadiga dos materiais e inversamente proporcionais ao nível de carregamento em fadiga. De acordo com o trabalho, os autores descrevem o desenvolvimento e o acúmulo do dano no compósito submetido ao carregamento em amplitude variável.

Para o carregamento por fadiga em amplitude constante o dano desenvolvido nos materiais é descrito pela eq. 4.

$$D_n \equiv \frac{E_0 - E_{(n)}}{E_0 - E_f} \equiv 1 - \left( 1 - \left( \frac{n}{N} \right)^B \right)^A \quad (4)$$

Sob amplitude constante, os danos são gerados no estágio inicial e pode afetar o estágio precedente, conseqüentemente, o dano acumulado  $D(n_i)$  no compósito submetido ao carregamento  $i^{\text{th}}$  pode ser calculado pela eq. 5.

$$D_{(n_i)} \equiv 1 - \left( 1 - \left( \frac{n_i + n_{i,i-1}}{N_i} \right)^{B_i} \right)^{A_i} \quad (5)$$

Onde  $n_{i,i-1}$  é especificado na eq. 6

$$n_{i,i-1} \equiv 1 - \left( \left( 1 - \left( \frac{n_{i-1} + n_{i-1,i-2}}{N_{i-1}} \right)^{B_{i-1}} \right)^{\frac{A_{i-1}}{A_i}} \right)^{\frac{1}{B_i}} \quad (6)$$

Onde  $A_i$ ,  $A_{i-1}$ ,  $B_i$ ,  $B_{i-1}$  são parâmetros no carregamento  $i^{\text{th}}$  e  $(i-1)^{\text{th}}$  e, respectivamente,  $n_i$  e  $n_{i-1}$  são os ciclos em  $i^{\text{th}}$  e  $(i-1)^{\text{th}}$ ,  $N_i$  e  $N_{i-1}$  são as vidas em fadiga correspondentes a  $i^{\text{th}}$  e  $(i-1)^{\text{th}}$  e  $n_{i,i-1}$  os ciclos equivalentes.

De acordo com o mesmo dano gerado, os ciclos equivalentes  $n_{i,i-1}$  sob  $i^{\text{th}}$  são calculados pela soma dos ciclos ( $n_{i-1} + n_{i-1,i-2}$ ) sob o carregamento cíclico  $(i-1)^{\text{th}}$  e  $i \geq 2$ ;  $n_{1,0} = 0$ .

Quando a falha por fadiga ocorre durante o carregamento cíclico  $M^{\text{th}}$ , carregamento final, o dano crítico é definido pela eq. 7

$$D_{n_M} \equiv 1 \quad (7)$$

A característica de relaxação torna o compósito polimérico um bom candidato para aplicações que exigem alta energia de dissipação e, neste caso, este fenômeno ocorre durante o desenvolvimento do dano. Na verdade, em contraste com os metais, os compósitos apresentam alta resistência à propagação de dano mesmo para um limite de deformação de 80%, conseqüentemente, uma pequena redução da resistência residual é observada (BAKER, D. STUART, D. KELLY, 2004).

O carregamento cíclico aplicado degrada a resistência mecânica e a rigidez do compósito. Devido à heterogeneidade e anisotropia, sob carregamento em baixo ciclo, as falhas devem ocorrer nas fibras ou na matriz de forma independente ou por influência da interação de defeitos (VANPAEPEGEM, DEGRIECK, 2003). Nesta condição o compósito suporta a carga aplicada desde que a tensão seja redistribuída uniformemente na estrutura do componente (HULL; CLYNE, 1996; PANDITA ET AL., 2001; SALEKEEN, JONES, 2007).

Alguns autores tentaram relacionar a degradação da integridade do material com a densidade de trincas e as cargas cíclicas. Para arranjos multiaxiais de reforço a relação entre os parâmetros muda de camada para camada e a curva se torna não linear, portanto a previsão da degradação da rigidez não coincide com os resultados experimentais (WU; YAO, 2010; ADDEN S; HORST, 2010).

Foi reportado ainda que, independente do descrito sobre a degradação da rigidez (BELINGARDI, G, CAVATORTA, 2006), os laminados multidirecionais raramente

seguem um modelo de tensão residual de uma lamina de alto módulo elástico, devido ao conteúdo significativo de vazios (~ 5 – 10%). A degradação resultante segue um processo aleatório que dificilmente permite prever a falha final ou, neste caso, a falha prematura (Cioffi et al, 2010).

Obviamente a matriz tem um papel muito importante na resistência à fadiga e, para um laminado multiaxial, os danos ocorrem principalmente nesta região (Belingardi; Cavatorta, 2006). Essa observação reforça a influência dos vazios existentes na matriz polimérica, os quais causam uma redução rápida na rigidez do compósito. As trincas iniciais causadas pelos vazios, promovidas pelos primeiros carregamentos cíclicos causam o processo de delaminação sendo a redução da rigidez extremamente severa para laminados multiaxiais como já observado (DUAN X, YAO, 2002).

Materiais reforçados com fibras longas têm uma influência mais efetiva sobre o comportamento em fadiga dos compósitos de matrizes poliméricas. A propagação de trinca na matriz do compósito e, subsequentemente, através da interface controla a fadiga do material, contudo é importante considerar o forte efeito das fibras na redistribuição de tensão no material, sendo a deformação da matriz na ruptura um parâmetro fundamental para a determinação do comportamento em fadiga do material (Hull; Clyne, 1996).

Nos materiais metálicos a fadiga é caracterizada pela nucleação e propagação de trincas que levam à fratura do material. Nos compósitos, a fadiga passa pelos estágios de nucleação, propagação estável da trinca, delaminação e ruptura das fibras e fratura, como ilustrado na Figura 3.9. Trincas na matriz, deslocamento interfacial, delaminação e ruptura das fibras são as principais causas das falhas por fadiga em compósitos (CIOFFI et al., 2011).

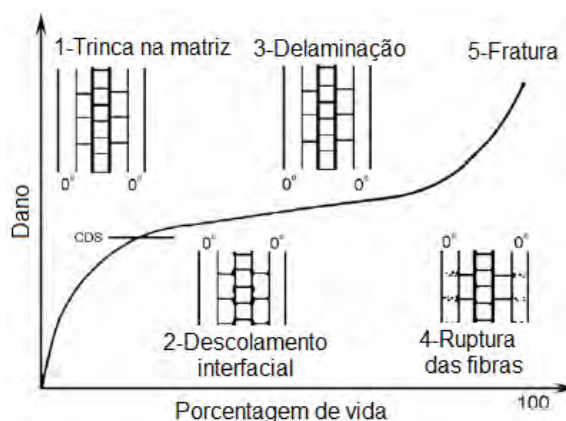


Figura 3.9 - Evolução do dano por fadiga em materiais compósitos (WU; YAO, 2010).

Nos materiais compósitos as inclusões, microfissuras da matriz ou vazios gerados pelo processamento, atuam como concentradores de tensão nucleando trincas durante o carregamento cíclico e exercem forte influência no comportamento mecânico do material. A nucleação é seguida pela propagação estável da trinca, que depende da orientação das fibras, ductilidade da matriz e adesão interfacial, e culmina com falha semelhante à do teste de tração (CIOFFI et al., 2011).

Microtrincas e cisalhamento da matriz são dois modos comuns de falha em compósitos de matriz polimérica, estando associados à estrutura molecular da matriz, técnica de processamento, tipo de reforço, taxa de carregamento e carga aplicada (CIOFFI et al., 2011).

Modo e causa de falhas são frequentemente determinados através da análise de imagens, que pode indicar direção de propagação da trinca, presença ou falta de adesão interfacial, além de permitir a avaliação da deformação da matriz, muito freqüente em matrizes poliméricas submetidas à carregamento cíclico (CIOFFI et al., 2011).

A baixa tenacidade podem levar a falhas coesivas da resina e degradação da interface durante o carregamento cíclico (CIOFFI et al., 2010).

Tecidos com costura (tipo NCF) podem levar a falhas interlaminares ou trincas transversais, devido à concentração de tensões nas regiões próximas à essa costura, as quais induzem a falha da matriz (AONO et al., 2008).

Portanto, as fases da matriz e do reforço têm tanta influência no comportamento do compósito em fadiga quanto à técnica de processamento escolhida. Estudos têm

mostrado que compósitos processados por RTM apresentam maior resistência ao carregamento cíclico que aqueles produzidos por VARTM ou, ainda, por técnicas menos automatizadas, o que pode ser justificado devido à possibilidade de acrescentar maior volume de fibras e reduzir a quantidade de vazios (HIMMEL; BACH, 2006).

### 3.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DE WEIBULL

A ocorrência de vazios é um dos problemas que podem ser gerados durante a fabricação de laminados, pois essas porosidades são difíceis de serem evitadas e podem ocorrer em qualquer região do compósito laminado, sendo mais comum a ocorrência próxima às bordas dos componentes poliméricos. Os vazios são particularmente preocupantes porque são concentradores de tensão e podem ocasionar grandes perdas de resistência mecânica dos compósitos laminados.

É inerente a ocorrência de diferentes tipos de defeitos em materiais compósitos, diversificando os tipos de concentradores de tensões e dificultando o estudo do comportamento mecânico desses tipos de materiais se comparados aos metais. Sendo assim, um evento de fratura dependerá da probabilidade de que um defeito de uma dada dimensão e orientação estejam presentes quando é aplicada uma tensão específica.

A avaliação dos dados de fadiga do compósito pela distribuição de Weibull, além de permitir a previsão de vida segura do material enquanto submetido a esforços cíclicos, também promove por meio dos resultados estatísticos, o entendimento da maneira que ocorre a dispersão dos defeitos e até mesmo quais os tipos de defeitos presentes no compósito.

A obtenção dos parâmetros de Weibull para um determinado material permite aos projetistas o conhecimento prévio do comportamento mecânico em fadiga antes mesmo de sua aplicação, característica importante por tratar-se de um material frágil.

A estatística de Weibull baseia-se na analogia e no fato de uma corrente não ser mais forte que seu elo mais fraco. Nos compósitos, estes elos mais fracos podem ser representados pelos defeitos como vazios, espaços secos e fibras torcidas, ou seja, descontinuidades do material que geram concentradores de tensões .



Weibull (1951) propôs esta distribuição para descrever o tempo de vida de materiais sob cargas que causam fadiga, na forma (WEIBULL, 1951):

$$F(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x - \gamma}{\eta}\right)^\beta\right], \text{ com } x, \beta, \eta > 0 \quad (8)$$

Em que:

$\beta$  = parâmetro de forma ou inclinação de Weibull;

$\eta$  = parâmetro de escala ou vida característica;

$\gamma$  = parâmetro de localização (tempo antes do qual nenhuma falha ocorrerá).

Em ensaios de fadiga, adota-se  $\gamma = 0$ , pois o material estará sujeito a falhar desde o início do teste.

Da expressão de distribuição de Weibull, o parâmetro  $\eta$  indica que, para um valor de  $x = \eta$ , há aproximadamente 63% de probabilidade da falha ocorrer antes deste valor de  $\eta$ . Em termos matemáticos, pode-se escrever (WEIBULL, 1951):

$$F(x) = 1 - \exp\left[\left(\frac{-x}{\eta}\right)^\beta\right] \quad (9)$$

Para  $x = \eta$

$$F(\eta) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{-\eta}{\eta}\right)^\beta\right] \quad (10)$$

$$\text{ou: } F(\eta) = 1 - \exp[-1] \cong 0,63 \quad (11)$$

A probabilidade de falha  $F(\eta)$  para um valor  $x$  pode ser calculada por meio de  $n$  dados medidos e, usando o método proposto por WILKS (1942), pode ser calculado um estimador para  $F(x)$  adotando-se o seguinte procedimento:

Sendo  $n$  o número total de corpos de prova ensaiados e  $i$  o elemento considerado ( $i = 1, 2, \dots, n$ ), tem-se:

$$F(\eta) = \frac{i}{n + 1} \quad (12)$$

Modificando a expressão 3 de distribuição de Weibull obtém-se:

$$\frac{1}{1 - F(\eta)} = \exp\left[\left(\frac{x}{\eta}\right)^\beta\right] \quad (13)$$

Aplicando a função  $\ln$  duas vezes em ambos os termos da expressão chega-se a:

$$\ln \frac{1}{1-F(x)} = \left( \frac{x}{\eta} \right)^\beta \quad (14)$$

$$\ln \ln \frac{1}{1-F(x)} = \beta \ln \left( \frac{x}{\eta} \right) \quad (15)$$

$$\ln \ln \frac{1}{1-F(x)} = \beta \ln x - \beta \ln \eta \quad (16)$$

Esta ultima expressão é a equação de uma reta ( $y = ax + b$ ), na qual:

$$y = \ln \ln \frac{1}{1-F(x)} \quad (17)$$

Arrumar a equação  $\ln \ln$  abaixo tb

Para  $a = \beta$   $x = \ln x$   $b = -\beta \ln \eta$

Tendo-se um conjunto de pontos experimentais, pode-se expressar a função  $F(x)$  por muitos modos, como, por exemplo, pelo método dos mínimos quadrados.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 4.1 descreve de maneira geral todas as etapas de obtenção e caracterização do material desenvolvido.

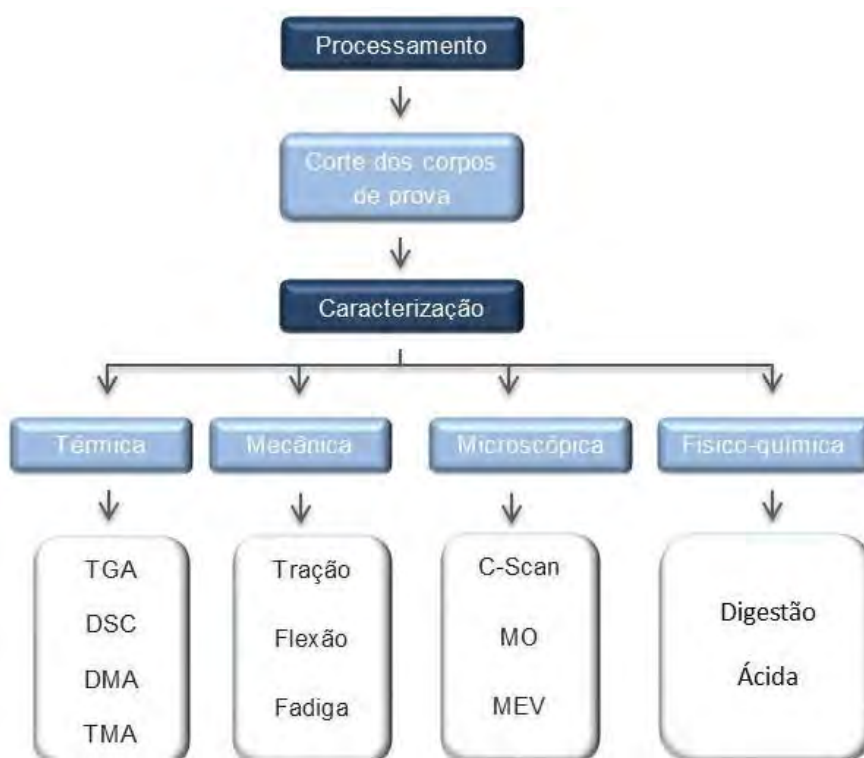


Figura 4.1 - Fluxograma esquemático da metodologia empregada neste trabalho.

### 4.1 O Processo

Na Figura 4.2 está representado a montagem de todos os acessórios do sistema RTM para fabricação dos laminados. Trata-se do sistema RTM instalado no Laboratório de Processos do Grupo de Pesquisa em Fadiga e Materiais Aeronáuticos da FEG/UNESP, como ilustrativo, pois um sistema similar foi utilizado na *Hexcel Composites* detalhado a seguir:

Sistema de bicos injetores para resina termofixa, projetado de forma a garantir a extração após moldagem e fácil limpeza interna com canais cônicos, Figura 4.2 – no detalhe 1. A saída neste esquema é lateral diferentemente do utilizado para os laminados de compósito deste trabalho, no qual os bicos injetores eram centrais;

*Trap* ou armadilha primária para proteção da bomba de vácuo contra resina,

Figura 4.2 - detalhe 2;

*Trap* ou armadilha secundária refrigerada para proteção do ambiente contra voláteis liberados pela resina, Figura 4.2 - detalhe 3;

Sistema de vácuo para direcionar o fluxo de resina, assim como diminuir quantidade de gases que geram bolhas indesejáveis no produto final, Figura 4.2 - detalhe 4;

Molde com um único canal de injeção para criar uma frente de resina perpendicular ao tecido, diminuindo o risco de formação de bolsas de ar aprisionado e aumentando a homogeneidade da distribuição de resina no tecido, Figura 4.2 - detalhe 5;

Sistema de aquecimento composto por resistências superior e inferior e sistema de controle de temperatura independente com aquisição de dados, projetado com intenção de fornecer calor de forma homogênea, pois alguns desvios durante a cura geram mudanças nas propriedades ao longo do compósito, Figura 4.2 - detalhe 6;



Figura 4.2 - Montagem do processo RTM

Sistema de injeção de resina com controle de pressão, volume e temperatura da

resina, Figura 5.4 - detalhe 7, sendo o controle de temperatura um parâmetro de muita importância visto que pode causar variações na viscosidade da resina e assim, comprometer a injeção e seu comportamento diante do tecido.

## 4.2 Materiais

A matriz epóxi usada neste trabalho foi a RTM6. Trata-se de um sistema epóxi produzido para ser utilizado na fabricação de componentes aeronáuticos por RTM, por apresentar boa processabilidade para tecnologias de moldagem líquida de compósitos. O reforço NCF um tecido não dobrável multiaxial, no qual fitas unidirecionais secas são costuradas por uma linha de poliéster, como indicado na Figura 4.3.

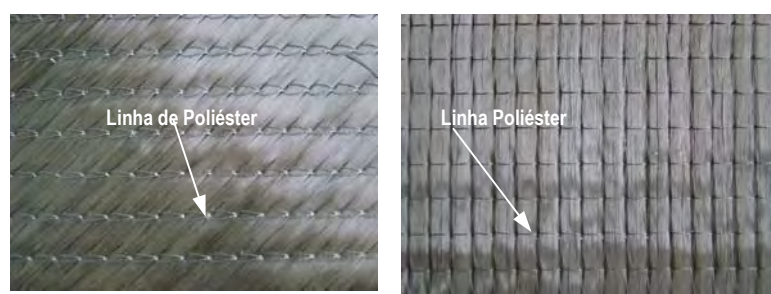


Figura 4.3 - Tecido de carbono não dobrável para RTM

Este reforço apresenta alta flexibilidade considerando a orientação e medida, a qual garantem a produção de um material substancialmente espesso em camadas finas, além de alto módulo que absorve grande quantidade de resina.

Nesta pesquisa sete laminados com seqüência de empilhamento  $[45/0/-45/90]_{2s}$ , e 60% em volume de fibras foram processadas. Foi utilizado uma pressão de injeção de 1 bar durante os 8 primeiros minutos do tempo de processo e 3 bar de pressão de injeção durante o tempo restante. O processo e ciclo de cura foram conduzidos em um intervalo de 80-90°C e 120-160°C, respectivamente.

Dois painéis de compósitos (IR384A e IR385) foram preparados usando ferramental rígido, o que significa que nenhuma influência do ferramental sobre o laminado pode ter ocorrido, como resultado de uma deformação compressiva aplicada durante o resfriamento. Cinco painéis de compósitos (IR386A, IR387, IR388, IR389,

IR390) foram feitos usando molde flexível, o que garante uma diferença do coeficiente de expansão térmica entre os laminados e o ferramental.

A Figura 4.4a ilustra o laminado de NC2/RTM6 produzido e fornecido por *Hexcel Composites*, pode ser observada nessa figura a costura de poliéster do reforço, detalhe. A Figura 4.2b representa o mapa de impregnação obtido através da análise de ultrassom *C-Scan* do laminado, pode ser observada uma boa impregnação do reforço pela matriz. É importante informar que a Figura 4.4b ilustra o laminado do lote IR 386 produzido em molde flexível.

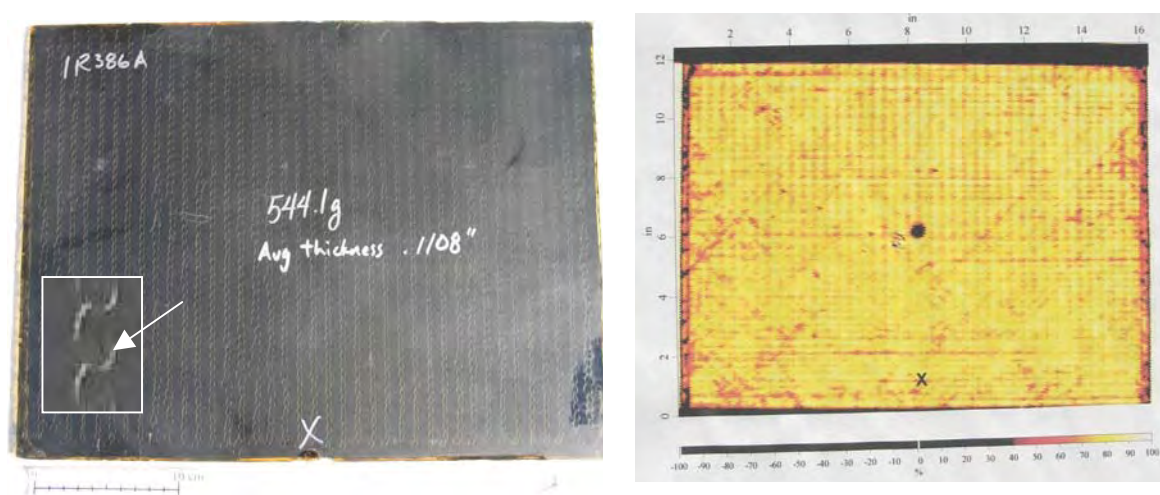


Figura 4.4 - Compósito NC2/RTM6: a) Laminado; b) Mapa de impregnação

A Tabela 4.1 apresenta algumas informações sobre os materiais considerados nesta pesquisa. É possível comparar as propriedades entre a liga de alumínio 7050 T7451 e o compósito NCF/RTM6. Observa-se uma diferença na resistência a tração de 25% entre a liga de alumínio e o compósito, e que o compósito mostra um alongamento igual a 20% do alongamento da liga de alumínio.

Tabela 4.1 - Propriedade da liga de alumínio e do compósito

<i>Propriedades</i>	<i>Materiais</i>	
	<i>Al 7050-T7451</i>	<i>NC2/RTM6</i>
<i>Módulo Elástico</i>	65 GPa	60 GPa
<i>Resistência ao escoamento</i>	429 MPa	530 MPa
<i>Resistência a tração</i>	502 MPa	665 MPa
<i>Alongamento</i>	10 %	2 %

### 4.3 Caracterização térmica dos compósitos

#### 4.3.1 Termogravimetria (TGA/DTG)

Amostras, com massa média de aproximadamente 14 mg foram retiradas dos laminados e analisadas em analisador termogravimétrico Shimadzu TGA-50H, utilizado no Departamento de Química (DEQUI) da Escola de Engenharia de Lorena (EEL/USP), para analisar a resina e os compósitos. Foi então utilizada uma razão de aquecimento de 20°C/min, em atmosfera de nitrogênio com fluxo de 20 ml/min, em um intervalo de temperatura de 25°C a 600°C, A análise foi aplicada a duas amostras de cada laminado, retiradas de regiões diferentes, a fim de determinar a temperatura de degradação e a perda de massa em cada evento.

#### 4.3.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

O DSC foi conduzido em atmosfera dinâmica de nitrogênio, razão de aquecimento de 10°C/min, em um intervalo de 100°C a 210°C; a temperatura e o fluxo de calor associados com as transições do material foram medidos, indicando a evolução do material com a variação na composição, até que o material desejado fosse obtido. Foram obtidas curvas de Fluxo de Calor versus Temperatura, para verificação de mudanças nas transições dos materiais. Um equipamento DSC DuPont, modelo 2910, no Departamento de Engenharia de Materiais e de Produção da Universidade de Nápoles “FedericoII” e um DSC Pirys Perkin Elmer na Divisão de Materiais (AMR) do Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial (CTA) foram usados para realizar as análises de DSC.

As amostras, pesando aproximadamente 6 mg, foram aquecidas a uma taxa de 10°C/min, numa faixa entre 30°C até 240°C. Foram conduzidas duas análises para cada amostra, sendo que a primeira para remoção de histórico térmico e a segunda para verificação da temperatura de transição vítrea.

#### 4.3.3 Análise dinâmico-mecânica (DMA)

No ensaio de DMA a amostra é submetida a uma deformação oscilatória dentro

de um intervalo de temperatura controlado. O equipamento utilizado foi o DMA 2980 DuPont, o qual foi utilizado tanto no Departamento de Engenharia de Materiais e de Produção da Universidade de Nápoles “FedericoII” quanto no AMR/CTA. A análise foi conduzida em uma varredura de 25°C a 400°C, no modo de frequência fixa (1Hz) com amplitude de oscilação de 1,0 mm. Os corpos de prova com dimensões de (40x13x0,3) mm foram colados entre as barras verticais serrilhadas (distância de 8 mm). Foi obtida a tangente  $\delta$ , o módulo de armazenamento  $E'$  e o módulo de perda  $E''$ . Geralmente evidencia-se a  $T_g$  no ponto coincidente da redução do módulo  $E'$  e máximos de  $E''$  e  $\tan \delta$ .

O Equipamento foi também utilizado para analisar a influência da frequência de aplicação de carga nas propriedades viscoelásticas do compósito polimérico.

#### 4.3.4 Análise Termo-mecânica (TMA)

A análise termomecânica mede a mudança dimensional da amostra sob condições controlada de temperatura, tempo, esforço e atmosfera. O equipamento utilizado foi o TMA 22094 DuPont, o qual foi utilizado tanto no Departamento de Engenharia de Materiais e de Produção da Universidade de Nápoles “FedericoII”. A análise foi conduzida em uma varredura de 0°C a 300°C. Os corpos de prova com dimensões de (26x10) mm foram analisados até a mudança dimensional.

### 4.4 Caracterização mecânica

#### 4.4.1 Ensaio de resistência à tração

A Figura 4.5 mostra o corpo de prova de tração produzido a partir dos laminados de compósitos com base na norma ASTM D 3039, o qual indica um comprimento total, onde a garra deve ser de 2 vezes a largura, mais o comprimento da área útil.



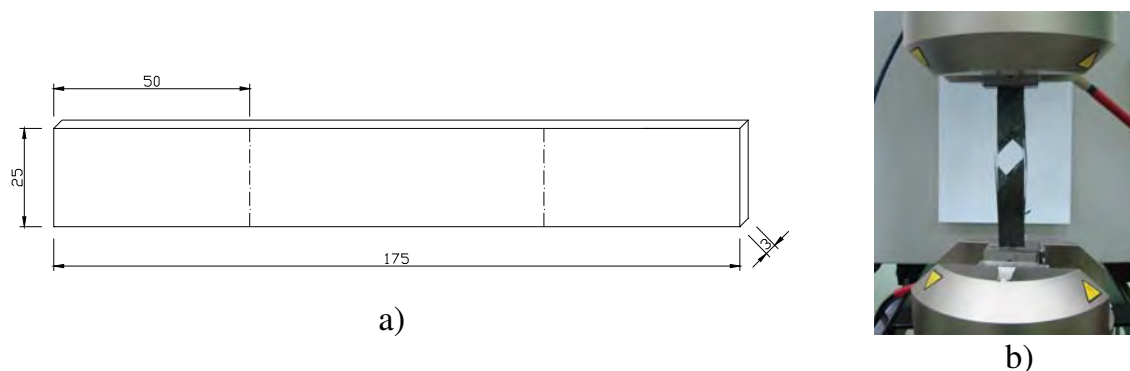


Figura 4.5 - Ensaio de tração em compósito

O uso de *tabs* passou a ser considerado desnecessário devido ao modo e posição da falha ocorrerem em delaminação e explosão e no meio do corpo de prova, respectivamente.

#### 4.4.2 Ensaio de resistência à flexão em três pontos

Os ensaios de flexão foram realizados em uma máquina universal de ensaios INSTRON 880, como indicado na Figura 4.6b, com carregamento em três pontos, segundo a norma ASTM D 790 de 2003, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP. Os corpos de prova foram preparados com 48 mm de comprimento, que atende a razão de 16:1 entre o comprimento e a espessura da amostra estabelecida pela norma.

Foram analisadas 45 amostras de 7 diferentes lotes, IR as análises consistiram em avaliar as propriedades de resistência à flexão e módulo de elasticidade.

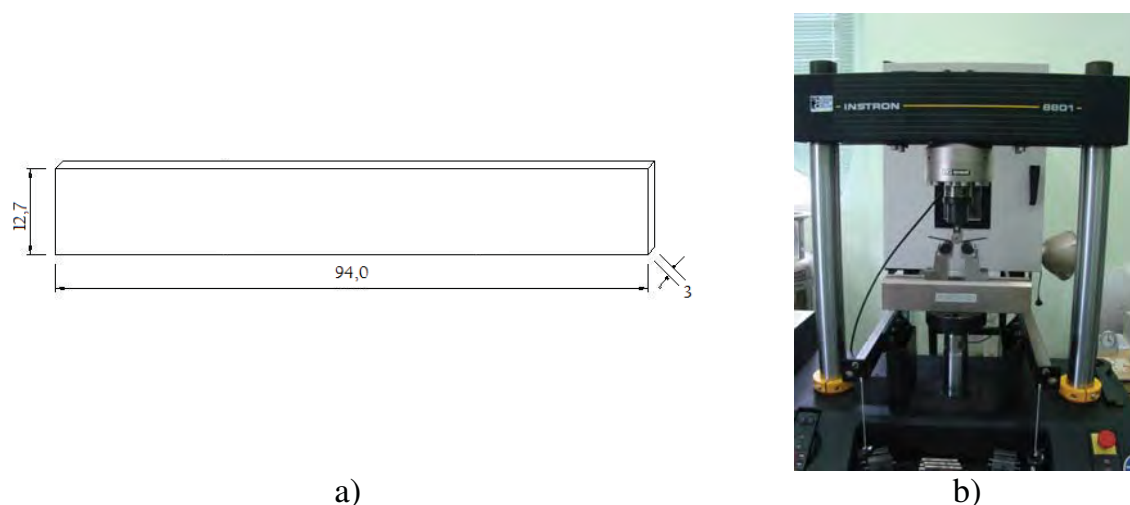


Figura 4.6 - Corpo de prova para ensaio de flexão de acordo com a norma ASTM D790.

A velocidade de avanço do ensaio foi de aproximadamente 1,30 mm/min,

calculado segundo a Eq. 4 (ASTM D 790-03)

$$R = (Z \times L^3) / (6 \times d) \quad (18)$$

Na Eq. 4 tem-se a velocidade(R), o tamanho do vão ( $L^3$ ) e espessura da amostra(d).

#### 4.4.3 Ensaio de Fadiga

Os ensaios de fadiga foram realizados no equipamento INSTRON 8801 disponível no DMT/FEG/UNESP, com célula de carga de 100 kN, razão de carga  $R = 0,1$  e frequência de 9 Hz. Foi utilizada a norma ASTM D3479.

Para os ensaios de fadiga axial foram usados corpos de prova do mesmo modelo indicado na Figura 4.5b, o qual foi ensaiado de acordo com a norma ASTM D 3479, pela qual uma carga cíclica senoidal com frequência de 10 Hz e razão de carga  $R = 0,1$  foi empregada para os ensaios conduzidos em uma máquina universal de ensaios INSTRON 8801.

Os dados de fadiga obtidos foram analisados estatisticamente utilizando a distribuição de Weibull para as diferentes tensões, equivalentes a 67%, 72% e 75% da tensão relativa ao limite máximo de resistência à tração, considerando que o material apresenta intervalo de fadiga de 60% a 72%.

#### 4.5 Caracterização microscópica

##### 4.5.1 Microscopia Acústica (A-Scan/ C-Scan)

A inspeção por ultrassom A-scan e C-scan foi realizada com o microscópio de inspeção acústica, Figura 4.6, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP. O equipamento da marca Matec Ultrasonic Inspection System, utiliza água como meio acoplante, reduzindo o espalhamento das ondas e direcionando-as ao alvo da verificação.

Para a análise foi utilizado o método pulso-eco, transdutor de 10 MHz plano e um ganho entre 18 dB e 20 dB, permitindo a verificação de possíveis discontinuidades no compósito, acúmulo de resina, vazios entre outros.



Figura 4.7 - Equipamento de ultrassom C-Scan por imersão em água.

Esta análise foi aplicada aos laminados após cada ciclo de processamento, permitindo correções nos parâmetros experimentais e avaliação da qualidade do laminado.

Como não existe um padrão de falhas catalogado para este material compósito em estudo, os sinais gerados foram analisados da seguinte maneira:

- havendo ocorrência de sinais de atenuação fora do padrão encontrado na maioria do laminado, este foi tratado como defeito;
- havendo variação significativa do sinal ao longo do laminado, os parâmetros de processamento foram revistos.

Os dados de atenuação foram correlacionados com os resultados de ensaios mecânicos para melhor interpretação dos sinais.

#### 4.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Todas as amostras fraturadas nos ensaios mecânicos de tração, flexão e fadiga tiveram as superfícies de fratura analisadas em um microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM5310, disponível no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais/INPE em São José dos Campos/SP, operando em 15 keV. As amostras foram fixadas em um suporte, com auxílio de uma fita de carbono autocolante dupla

face, e submetidas ao recobrimento metálico com ouro por 2 min em 40 mA.

#### 4.5.3 Microscopia Óptica (MO)

A microscopia óptica foi utilizada para análise das fraturas por cisalhamento e flexão. As imagens foram captadas por uma Câmera Spot Insight QE associada ao microscópio Stereo Zeiss disponível no Departamento de Engenharia de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP. Foram utilizados aumentos de 10X e 40X para análise das regiões fraturadas.

A análise dos danos causados nos ensaios de flexão e cisalhamento auxiliou na determinação do modo de falha e sua extensão. Para esta análise as amostras não foram embutidas ou lixadas.

#### 4.6 Análise de digestão ácida

Seguindo a norma ASTM D 3171, três amostras da região superior e inferior do laminado foram submetidas à análise de digestão ácida para determinação do conteúdo de fibras e vazios.

Para a análise utilizou-se 60 mL de ácido sulfúrico e 30 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 50%. As amostras foram mantidas submersas em ácido sulfúrico por 4 horas a 150°C, em seguida foi adicionada a água oxigenada. As fibras de carbono resultantes foram lavadas com água destilada e acetona, sendo secas a 100°C por 12 horas.

As amostras foram pesadas antes e após o ensaio para posterior cálculo de frações volumétricas de fibras e de vazios.

Para o cálculo de fração volumétrica de fibras e de vazios foi utilizado o valor de densidade aparente dos compósitos, determinado segundo a norma ASTM C830. Para esta medida os corpos de prova foram secados em estufa por 2 horas a 100°C e pesados, em seguida, foram feitas as medidas do peso submerso em água, após 12 horas de imersão. Por último, foram tomadas as medida do peso úmido de cada amostra.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização Térmica

Com as análises térmicas de TGA, DSC, DMA e TMA foram realizadas nos compósitos NCF/RTM para conhecimento da estabilidade térmica, propriedades físico-químicas, propriedades viscoelásticas e influência da frequência e verificação da interface devido à ação da água.

#### 5.1.1 Termogravimetria do compósito

A análise termogravimétrica é muito utilizada para determinar o intervalo de temperaturas no qual um componente de matriz polimérica pode operar sem que haja danos à sua estrutura molecular, com o conseqüente comprometimento de propriedades mecânicas. A Figura 5.1 apresenta a curva termogravimétrica realizada no compósito NC2/RTM6

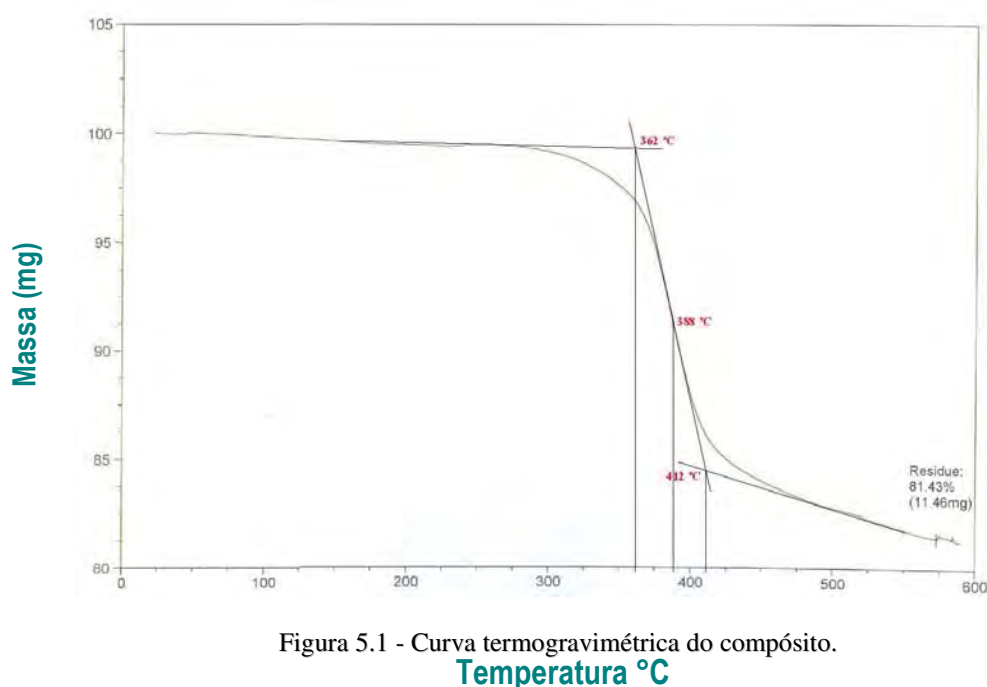


Figura 5.1 - Curva termogravimétrica do compósito.

Para essa análise foi utilizada uma amostra de massa de 14 mg, que foi submetida ao intervalo de temperatura de 30°C a 600°C em atmosfera de nitrogênio. Na curva termogravimétrica pode ser observado que, a 362°C o material começa a perder massa,

sendo esta considerada a temperatura de estabilidade do material e a 412°C observa-se um resíduo de 81% em massa.

### 5.1.2 DSC do compósito

A Figura 5.2 apresenta a curva fluxo de calor por temperatura do compósito NC2/RTM6 obtida a partir da calorimetria exploratória diferencial. Uma massa de 8,5 g foi utilizada sendo a amostra submetida e um fluxo de calor de 10°C/min em um intervalo de temperatura de 25°C a 240°C, sendo a figura 5.2b uma ampliação do intervalo de 160°C a 210°C da Figura 16a.

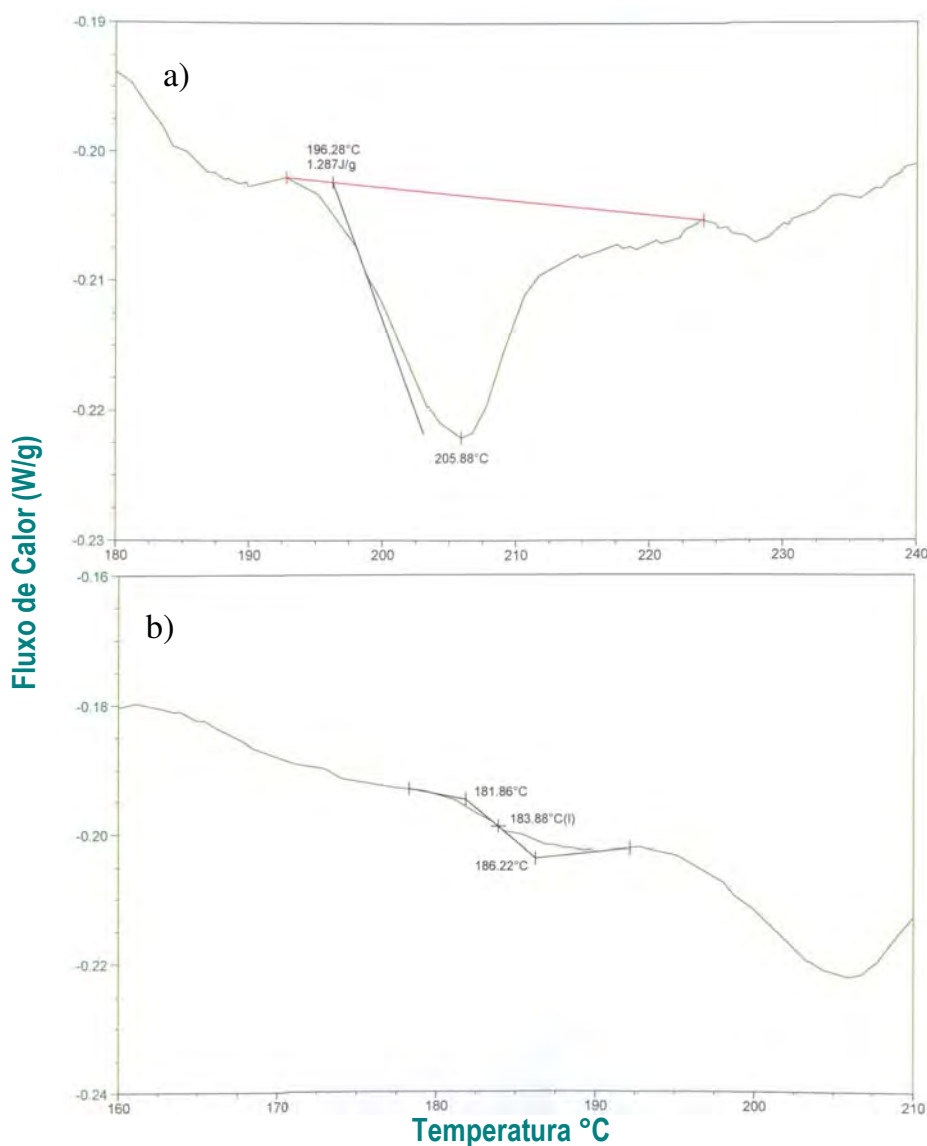


Figura 5.2 - DSC do compósito sob atmosfera de N<sub>2</sub>.

Pode ser observada uma variação na capacidade calorífica, que neste caso, é a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) do compósito, obtida pelo DSC, de 184°C. Observa-se a 196,28°C uma transição de primeira ordem ocorrendo, o que pode significar, por exemplo, que o compósito não foi suficientemente curado.

### 5.1.3 DMA do compósito

A Figura 5.4 apresenta a curva de módulo e  $\tan \delta$  *versus* temperatura obtida na análise dinâmica-mecânica a fim de se determinar as propriedades viscoelásticas do compósito NC2/RTM6. Um corpo de prova de 34x12x3 mm foi utilizado para a análise, a qual foi realizada em um intervalo de -50°C a 300°C em uma frequência de 1 Hz.

O módulo de armazenamento  $E'$  está relacionado à rigidez da amostra e apresenta uma redução acentuada a temperaturas acima de 150°C em 35 GPa, associada a região elástica, Figura 6.4. O componente viscoso  $E''$ , relacionado à dissipação de energia através da movimentação molecular, é igual a 0,27 GPa. O ângulo de fase ou  $\tan \delta$ , parâmetro que fornece a relação entre o componente elástico e viscoso ocorreu a 190°C. Também é possível observar que o comportamento do material é viscoso já que o pico de  $\tan \delta$  e  $E''$  encontram-se defasados (CANEVAROLO, 2004).

Neste estudo, valores de  $T_g$  do compósito obtidas pelas técnicas de DSC (184°C) e DMA (175°C), pelo pico  $\tan \delta$ , diferem em 9°C. Essa divergência ocorre devido às diferenças de cada método de ensaio. No DMA a amostra é solicitada ciclicamente, o que favorece a relaxação das cadeias e confere maior confiabilidade ao dado de temperatura de transição vítrea. No entanto, considerando a aplicação como material aeronáutico estrutural e seguindo instruções do MIL-17-2F Handbook (2002), é mais adequado e conservativo considerar a inflexão da curva de  $E'$  como a temperatura de transição vítrea. Desta maneira nesse trabalho será considerada a  $T_g$  da resina em 175°C.

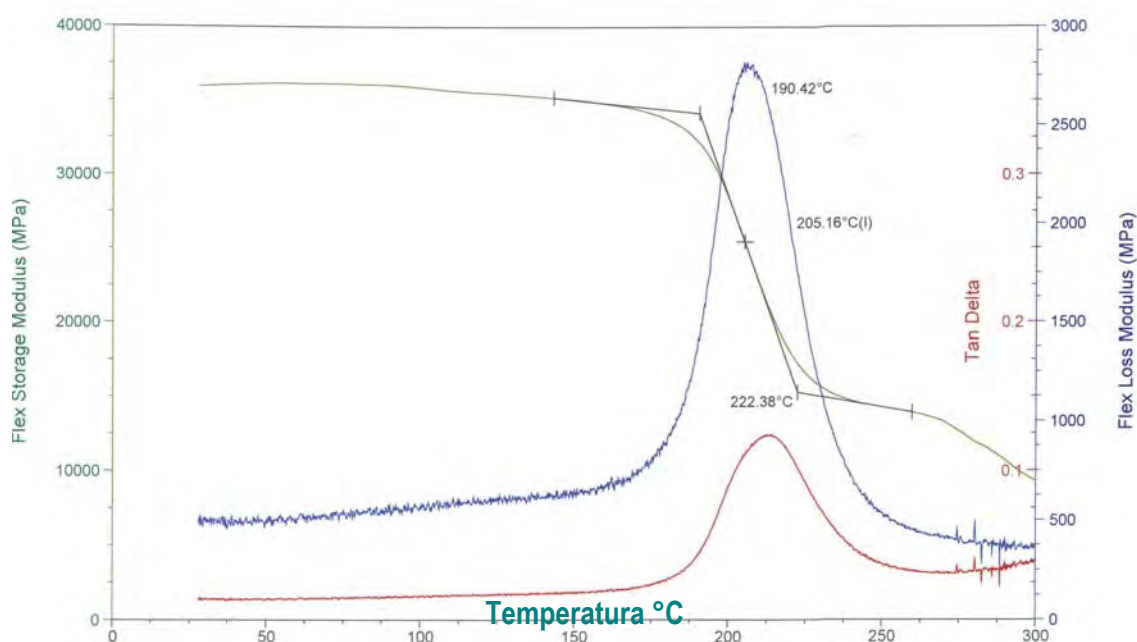


Figura 5.3 - Análise DMA da resina Cycom 890 RTM.

A frequência de vibração afeta o compósito de matriz polimérica com conseqüente influência no desempenho estrutural do eventual componente. Analisar a dependência da frequência sobre o compósito de matriz polimérica é essencial para estabelecer o intervalo operacional da aplicação da estrutura.

O compósito NC2/RTM6 foi processado por RTM e foi caracterizado utilizando o analisador dinâmico mecânico 2980 da TA Instruments. Considerando a energia dissipada durante o carregamento cíclico aplicado, informações sobre os parâmetros viscoelásticos são tão importantes quanto o fenômeno de relaxação apresentado pelo material, por exemplo, quando o compósito polimérico é submetido a frequências variadas, observa-se uma correlação entre os parâmetros viscoelásticos e a variação dessas frequências. Os parâmetros viscoelásticos foram obtidos por meio de uma excitação senoidal em quatro diferentes frequências: 1, 5, 10, 100 Hz em um intervalo de temperatura de 30°C a 280°C, em velocidade de fluxo de 3°C/min.

Os resultados obtidos mostram importante correlação, entre as quais deve-se citar o melhor desempenho do laminado com o aumento da frequência e, neste caso, a temperatura de transição vítrea obtida pela  $\tan \delta$  aumenta como indicado na Tabela 3 para os lotes IR384 e IR385 produzidos em moldes flexíveis como também indicado nas Figuras 31a e 31b.



Tabela 5.1 - Parâmetros viscoelásticos do compósito NC2/RTM6, molde flexível – lotes IR 384 e 385

<b>Análise dinâmica mecânica IR-384</b>				
<b>Parâmetros Viscoelásticos</b>	1 Hz	5 Hz	10 Hz	100 Hz
<b><math>E'</math> (GPa)</b>	44,5 (170°C)	48,5 (170°C)	47,1 (170°C)	48,7 (170°C)
<b><math>E'</math> (GPa) (<math>P_{max}</math>)</b>	48,5 (137°C)	48,9 (137°C)	49,0 (142°C)	49,2 (151°C)
<b><math>E''</math> (MPa)</b>	5656 (184°C)	5571 (191°C)	5637 (194°C)	5916 (204°C)
<b><math>Tan \delta</math></b>	0,1817 (193°C)	0,1805 (199°C)	0,1809 (205°C)	0,1859 (220°C)
<b>Análise dinâmico mecânica IR-385</b>				
<b><math>E'</math> (GPa)</b>	39,6 (168°C)	41, 1 (168°C)	41,6 (168°C)	43,3 (168°C)
<b><math>E'</math> (GPa) (<math>P_{max}</math>)</b>	40,7 (161°C)	41,5 (163°C)	41,8 (163°C)	43,3 (166°C)
<b><math>E''</math> (MPa)</b>	4773 (185°C)	4730 (194°C)	4664 (192°C)	4890 (204°C)
<b><math>Tan \delta</math></b>	0,1702 (192°C)	0,1674 (199°C)	0,1675 (203°C)	0,1721 (216°C)

$E'$  ... modulo de armazenamento;  $E''$  ... modulo de perda

O módulo de armazenamento, relacionado à região elástica do material, apresentou um aumento de 8% de 1 Hz para 5 Hz, 5% de 1 Hz para 10 Hz e 9% de 1 Hz para 100 Hz obtido na mesma temperatura associada ponto de queda da curva. Considerando o ponto máximo, a variação é pequena, mas ocorre um desvio para a direita da curva, aumentando assim a temperatura.

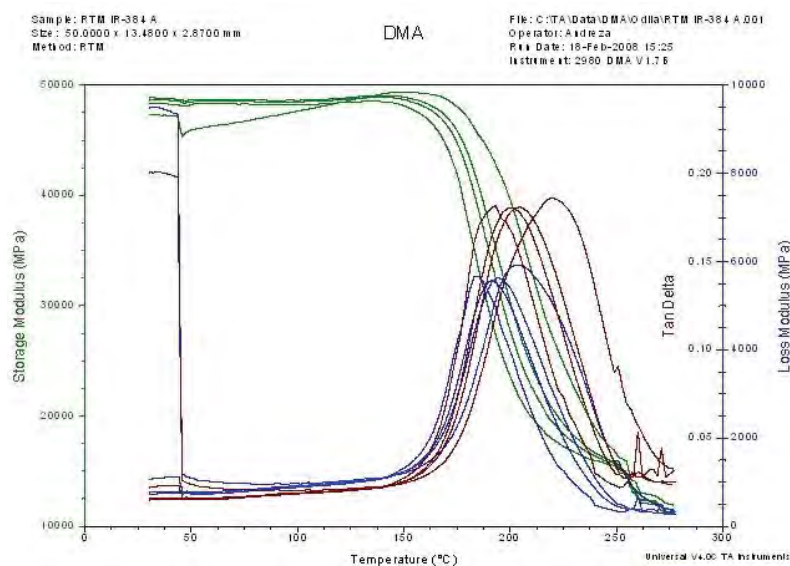


Figura 5.4a - DMA do compósito IR 384

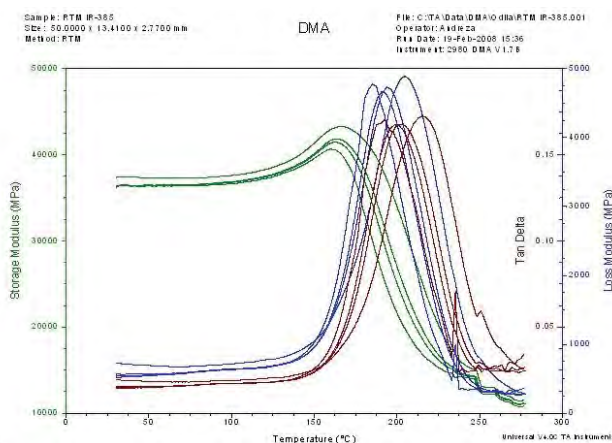


Figura 5.4b - DMA do compósito IR 385

O módulo de perda, associado à dissipação de energia, foi obtido no ponto máximo da curva e pode ser observada uma pequena variação nos valores, porém com o aumento da frequência a temperatura do módulo de perda sofre um desvio para a direita, indicando assim um aumento na transição, como pode ser observado nas Figuras 5.4a e 5.4b.

Cinco outros laminados do compósito NC2/RTM6 foram processados utilizando o RTM, são os lotes: IR 386, IR 387, IR 388, IR 389 e IR 390, porém diferentemente dos dois primeiros, esses laminados foram processados em molde rígido, ou seja, não havia diferença no coeficiente de expansão térmica entre o compósito e o ferramental.

A Tabela 5.2 apresenta os parâmetros viscoelásticos obtidos para os laminados de compósitos obtido em molde rígidos.

Tabela 5.2 - Parâmetros viscoelásticos do compósito NC2/RTM6, molde rígido – lotes IR de 385 a 390

<b>Análise dinâmica mecânica RTM IR-385</b>				
<b>Parâmetros Viscoelásticos</b>	<b>1 Hz</b>	<b>5 Hz</b>	<b>10 Hz</b>	<b>100 Hz</b>
<b>E' (GPa)</b>	39,6 (168°C)	41, 1 (168°C)	41,6 (168°C)	43,2 (168°C)
<b>E' (GPa) (P<sub>max</sub>)</b>	40,6 (161°C)	41,5 (163°C)	41,8 (163°C)	43,3 (166°C)
<b>E'' (MPa)</b>	4773 (185°C)	4730 (194°C)	4664 (192°C)	4890 (204°C)
<b>Tan δ</b>	0,1702 (192°C)	0,1674 (199°C)	0,1675 (203°C)	0,1721 (216°C)
<b>Análise dinâmica mecânica RTM IR-386</b>				
<b>Parâmetros Viscoelásticos</b>	<b>1 Hz</b>	<b>5 Hz</b>	<b>10 Hz</b>	<b>100 Hz</b>
<b>E' (GPa)</b>	49,5 (164°C)	50,5 (164°C)	50,9 (164°C)	50,6 (164°C)
<b>E' (GPa) (P<sub>max</sub>)</b>	50,7 (144°C)	51,2 (151°C)	51,4 (150°C)	50,9 (156°C)
<b>E'' (MPa)</b>	5200 (191°C)	5206 (197°C)	5285 (199°C)	5454 (213°C)
<b>Tan δ</b>	0,1418 (195°C)	0,1387 (203°C)	0,1395 (208°C)	0,1432 (223°C)
<b>Análise dinâmica mecânica RTM IR-387</b>				

<i>Parâmetros Viscoelásticos</i>	1 Hz	5 Hz	10 Hz	100 Hz
<b>E' (GPa)</b>	40,5 (173°C)	42,7 (173°C)	43,5 (173°C)	43,1 (173°C)
<b>E' (GPa) (P<sub>max</sub>)</b>	43,7 (151°C)	44,3 (153°C)	44,6 (154°C)	44,1 (165°C)
<b>E'' (MPa)</b>	5395 (188°C)	5333 (193°C)	5428 (198°C)	5717 (208°C)
<b>Tan δ</b>	0,1848 (193°C)	0,1834 (203°C)	0,1820 (208°C)	0,1827 (225°C)
<b>Análise dinâmica mecânica RTM IR-388</b>				
<i>Parâmetros Viscoelásticos</i>	1 Hz	5 Hz	10 Hz	100 Hz
<b>E' (GPa)</b>	37,9 (177°C)	40,4 (177°C)	41,6 (177°C)	43,0 (177°C)
<b>E' (GPa) (P<sub>max</sub>)</b>	40,4 (166°C)	41,4 (168°C)	41,9 (171°C)	44,0 (165°C)
<b>E'' (MPa)</b>	5144 (186°C)	5148 (193°C)	5323 (197°C)	5663 (208°C)
<b>Tan δ</b>	0,1744 (196°C)	0,1737 (202°C)	0,1741 (206°C)	0,1766 (223°C)
<b>Análise dinâmica mecânica RTM IR-389</b>				
<i>Parâmetros Viscoelásticos</i>	1 Hz	5 Hz	10 Hz	100 Hz
<b>E' (GPa)</b>	41,0 (160°C)	42,9 (160°C)	42,2 (160°C)	42,4 (160°C)
<b>E' (GPa) (P<sub>max</sub>)</b>	42,2 (137°C)	42,4 (146°C)	42,6 (144°C)	42,5 (153°C)
<b>E'' (MPa)</b>	5080 (186°C)	4948 (194°C)	4988 (195°C)	5058 (207°C)
<b>Tan δ</b>	0,1839 (194°C)	0,1766 (198°C)	0,1753 (203°C)	0,1734 (215°C)
<b>Análise dinâmica mecânica RTM IR-390</b>				
<i>Parâmetros Viscoelásticos</i>	1 Hz	5 Hz	10 Hz	100 Hz
<b>E' (GPa)</b>	38,6 (170°C)	40,3 (170°C)	40,9 (170°C)	40,9 (170°C)
<b>E' (GPa) (P<sub>max</sub>)</b>	39,3 (165°C)	40,5 (167°C)	41,0 (169°C)	41,4 (162°C)
<b>E'' (MPa)</b>	5269 (187°C)	5287 (195°C)	5379 (198°C)	5752 (208°C)
<b>Tan δ</b>	0,2037 (197°C)	0,2020 (204°C)	0,1988 (209°C)	0,1990 (226°C)

As Figuras 5.5a e 5.5b são os DMA relativos aos lotes IR 386 e em IR 388, compósitos produzidos usando o molde rígido.

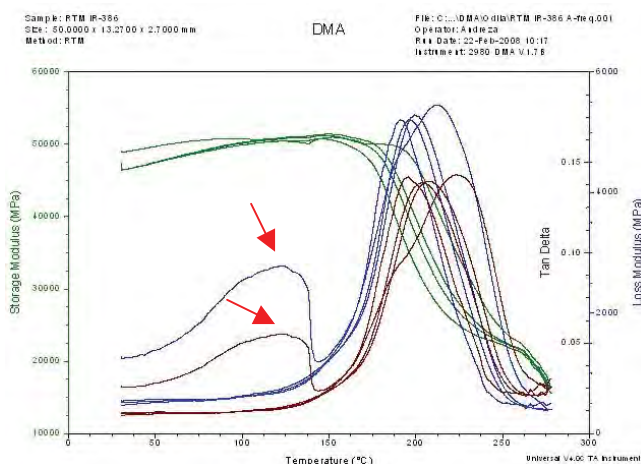


Figura 5.5a - DMA do compósito IR 386

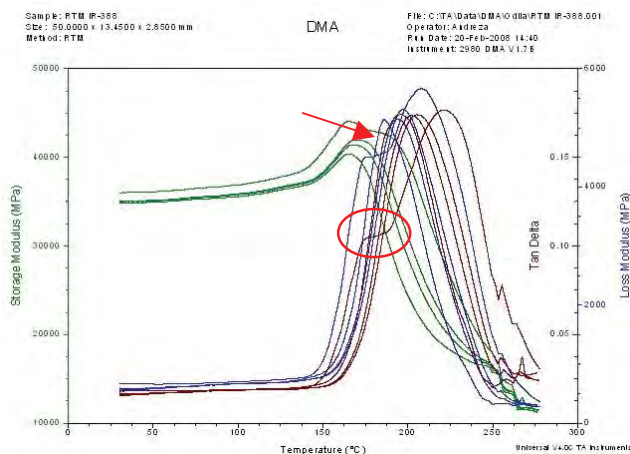


Figura 5.5b - DMA do compósito IR 388

Neste caso, as curvas mostraram anomalias que, na Figura 5.5a, pode ser associada à trincas internas já que são isotermas muito distante do pico das curvas  $E''$  e  $\tan\delta$  em compensação na Figura 5.5b as anomalias podem ser associadas a alívio de tensão já que são apenas leves desvios e no caso de  $E''$ , este desvio está muito próximo do pico da curva.

#### 5.1.4 TMA do compósito

A Figura 5.6 a e b apresentam as curvas da mudança de dimensão x temperatura obtida na análise de TMA de compósitos seco e saturados em água por 8 h.

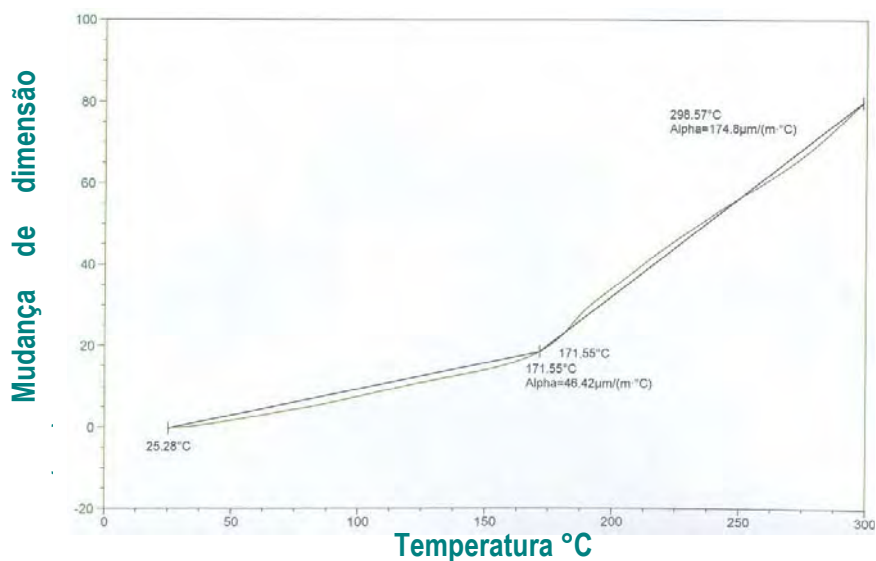


Figura 5.6a - Curva de TMA do compósito

A análise termomecânica apresentada na Figura 5.6a foi realizada em uma

amostra seca e em uma segunda amostra submetida em água por 08 horas, esta análise foi conduzida para verificar o comportamento interfacial da amostra, como mostra a Figura 5.6b.

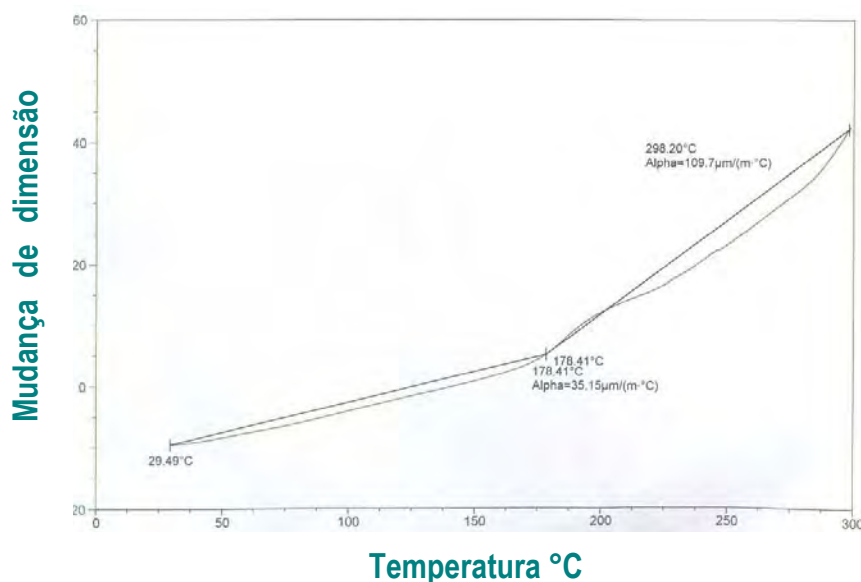


Figura 5.6b - Curva de TMA do compósito exposto em água

Comparando, portanto, as curvas indicadas nas Figuras 5.6a e 5.6b, conclui-se que o coeficiente de expansão térmica para a amostra seca ocorre a 171,6°C e que, após a exposição em água, essa mudança significativa só irá ocorrer a 178,4°C, o que pode ser associado ao fenômeno de plasticização introduzido pela água na resina epóxi, como visto em trabalhos anteriores [55-56].

## 5.2 Caracterização Mecânica

### 5.2.1 Ensaio de Flexão

A Figura 5.7 indica a variação da resistência à flexão para 45 corpos de prova de compósito NC2/RTM6 analisadas. Pode-se observar que na faixa de 650 MPa à 750 MPa os valores são mais representativos em termos de aplicação. Estes resultados de resistência à flexão são bastante expressivos quando comparados a outros materiais utilizados na indústria aeroespacial, como alumínio (DANISMAN et al., 2007; STRONG, 1989).

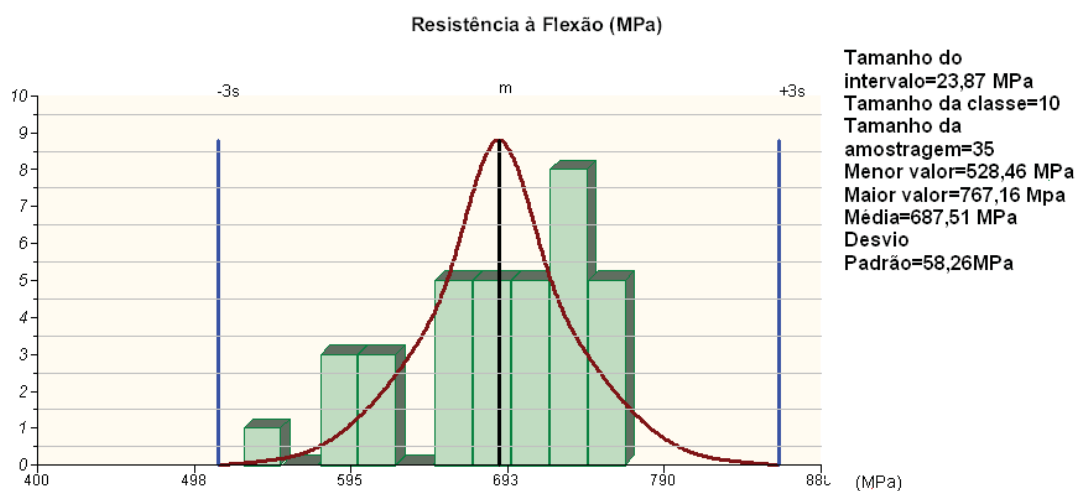


Figura 5.7 - Distribuição dos resultados

Como pode ser observado na Figura 5.8 a curva tensão x deformação obtida para os corpos de prova de compósito ensaiados em flexão apresenta a ruptura da amostra quando a tensão máxima é atingida (ASTM D790 – 03).

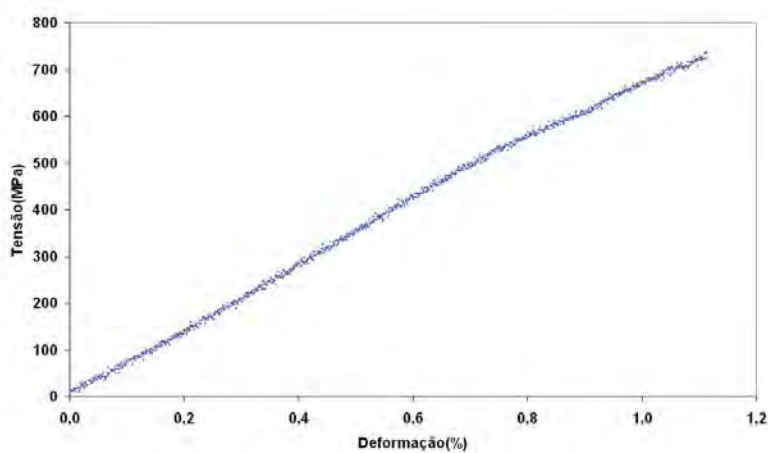


Figura 5.8 - Curva tensão deformação da amostra IR388

Na Tabela 1 encontram-se os valores do módulo de elasticidade dos corpos de prova do compósito. Os valores encontrados para o compósito são mais baixos quando comparados aos valores de módulo de elasticidade de materiais isotrópicos, indicados na Tabela 5, comportamento este associado à disposição e maleabilidade da fibra, tornando o compósito mais flexível em relação aos materiais metálicos.

Em aplicações aeroespaciais leva-se em conta o módulo devido às cargas aerodinâmicas da fuselagem, neste caso o alumínio tem sido empregado por essas

propriedades (WILLIAMS; Starke,2003; STARKE; STALEY, 1995).

Tabela 5.3 - Resultados do Módulo de Elasticidade do compósito e de outros materiais

<i>Amostra</i>	<i>Módulo (GPa)</i>	<i>Liga Metálica</i>	<i>E (GPa)</i>
<i>IR384</i>	31,4	<i>Alumínio</i>	69
<i>IR385</i>	34,0	<i>Latão</i>	97
<i>IR386</i>	29,4	<i>Cobre</i>	110
<i>IR387</i>	28,7	<i>Magnésio</i>	45
<i>IR388</i>	33,3	<i>Níquel</i>	207
<i>IR389</i>	30,0	<i>Aço</i>	207
<i>IR390</i>	38,8	<i>Titânio</i>	107

### 5.2.2 Ensaio de Fadiga

Inicialmente, os materiais foram caracterizados para que a curva SxN fosse estabelecida, tanto para a liga de alumínio 7050 T7451 quanto para o compósito NC2/RTM6. Sendo assim, todas as amostras foram retiradas de um único lote.

Para a liga de alumínio, a Figura 5.9 apresenta a curva SxN para um intervalo de tensão entre 300 MPa e 170 MPa. A partir dos dados experimentais é possível observar um aumento na distribuição de dados com a diminuição da tensão máxima aplicada. Considerando a anodização crômica, aquela menos severa dentre os três tratamentos superficiais apresentados na curva SxN, pode ser observada uma redução de cerca de 50% na vida em fadiga, atribuído ao estado de tensão residual tratativa introduzido pelo tratamento. A fractografia também indicada no detalhe da Figura 5.9 mostra a trinca partindo do revestimento em direção ao substrato.

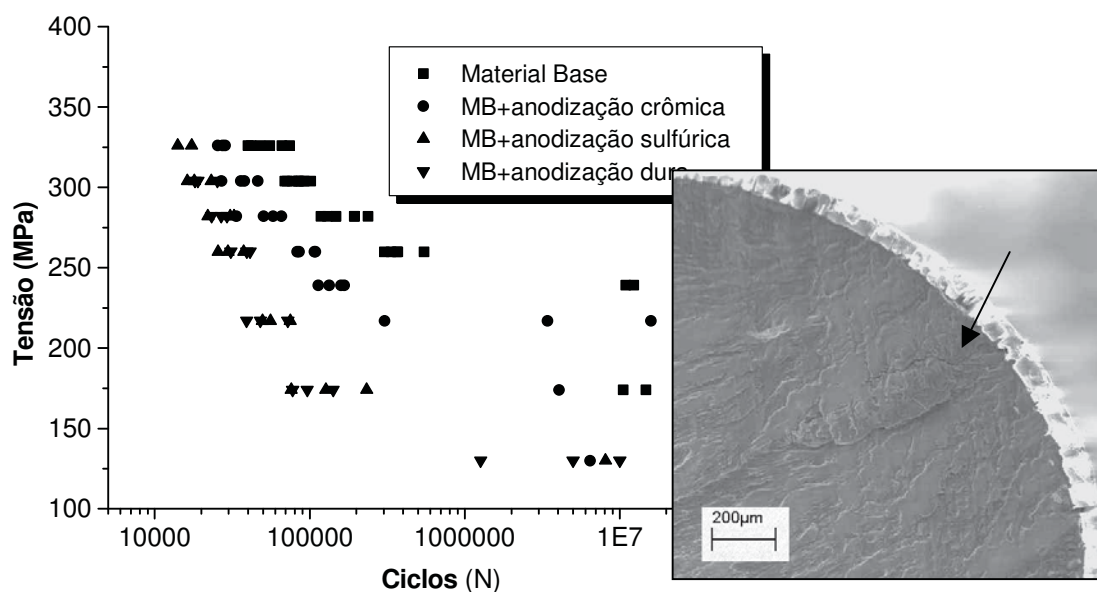


Figura 5.9 - Curva SxN para a liga de alumínio 7050 T7451

No caso do compósito NC2/RTM6 o comportamento em fadiga representado através da curva SxN, indicado na Figura 5.10, mostrou um intervalo de tensão máxima e mínima entre 499 MPa e 400 MPa. Uma larga distribuição de dados pode ser observada nessa Figura, especialmente no intervalo de 400 MPa a 420 MPa.

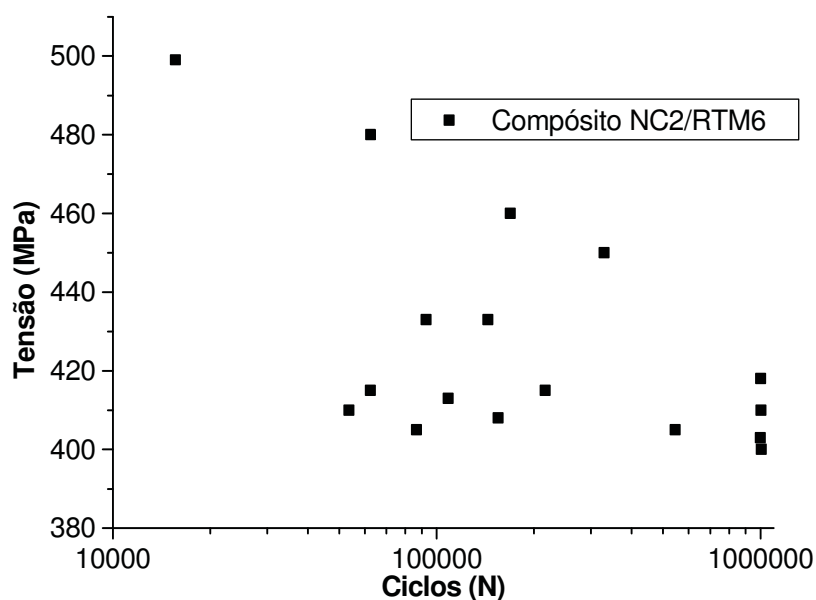


Figura 5.10 - Curva SxN para o compósito NC2/RTM6

Para comparar a resistência à fadiga de ambos os materiais, a Figura 5.11 apresenta as curvas SxN onde é representado o número de ciclos de fadiga como função da razão entre a tensão máxima aplicada e a resistência à tração na ruptura dos



materiais testados. Observa-se a alta resistência à fadiga do compósito NC2/RTM6 em comparação com a liga Al 7050-T7451. Enquanto que, para o compósito a razão de tensão aplicável permanece no intervalo entre 75% a 60%, para o alumínio a mesma análise indicou um intervalo de 60% a 35%. Segundo Kelkar et al. (2006), reforços em forma de tecido apresentam melhores propriedades em fadiga. Tecidos planos submetidos à solicitação cíclica ( $R = 1$ ), podem apresentar  $10^7$  com tensão de até 80% da resistência à tração (PIPES, 1989).

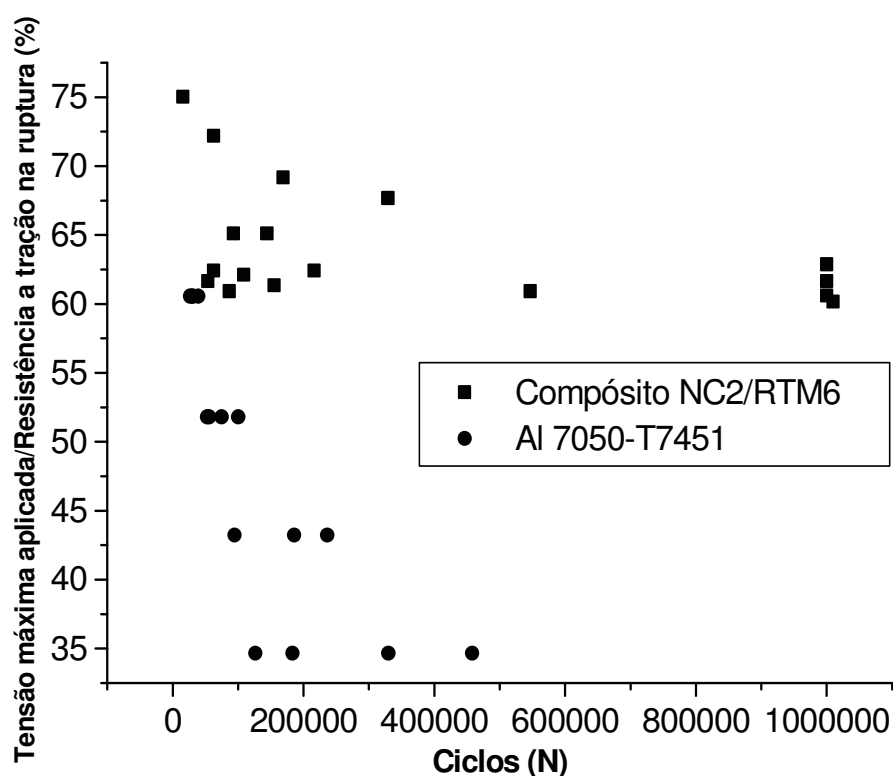


Figura 5.11 - Curva SxN do compósito NC2/RTM6 e da liga Al 7050-T7451

Durante os ensaios de fadiga foi observado o fenômeno de delaminação lateral nos corpos-de-prova. Segundo Cioffi et al. (2010), este processo ocorre quando a energia aplicada excede à capacidade de absorção da matriz, surgindo à necessidade de liberar a tensão acumulada através de sua fratura, sendo portanto caracterizada como falha coesiva do polímero.

Na Figura 5.12, estão representados os números de ciclos associados a delaminação e à fratura. As análises indicaram que, independente da tensão máxima aplicada, o número de ciclos para a delaminação é muito próximo. Este

comportamento é confirmado pelos dados representados na Tabela 5.4. É possível observar que, para a máxima tensão aplicada a partir de 405 MPa a 480 MPa, a razão de ciclos de delaminação/ciclos de fratura indicou um valor entre 2% e 6% com um máximo igual a 8% para 415 MPa.

Tabela 5.4 - Relação Delaminação/Fratura

<i>%</i>	$\sigma$ (MPa)	Delaminação (N)	Fratura (N)	(Delaminação/Fratura) *100 (%)
75	499	4822	15618	31
72	480	3800	62588	6
67	450	112675	329143	4
65	433	6400	144185	4
62	415	17105	216389	8
60	405	9000	546710	2

A partir da Tabela 5.4 é possível concluir que, apesar da ocorrência da delaminação lateral do corpo de prova, o número de ciclos de fratura para seu nível de tensão é significativamente maior do que aquele associado a delaminação.

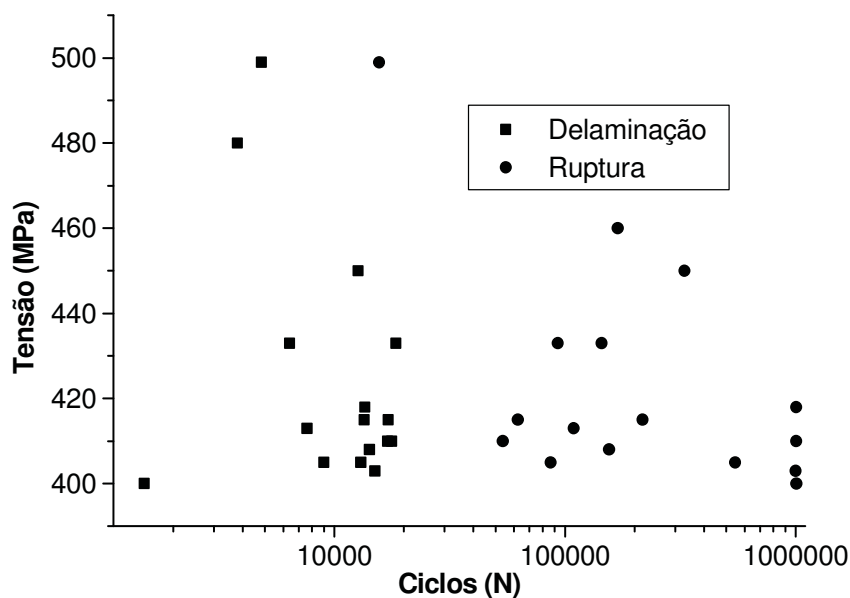


Figura 5.12 - Curva SxN do compósito NC2/RTM6

Para a tensão de 499 MPa, os números de ciclos de delaminação correspondem a 31% do número total de ciclos de fratura. Considerando esta delaminação como uma pré-trinca no material, foi comparado o compósito delaminado com ligas de alumínio modificadas superficialmente por anodização crômica, sulfúrica e dura, Figura 5.13.

Neste caso, a superfície modificada do metal funciona como nucleação de trinca em direção à fratura e a superfície modificada reduz a vida em fadiga em torno de 50%.

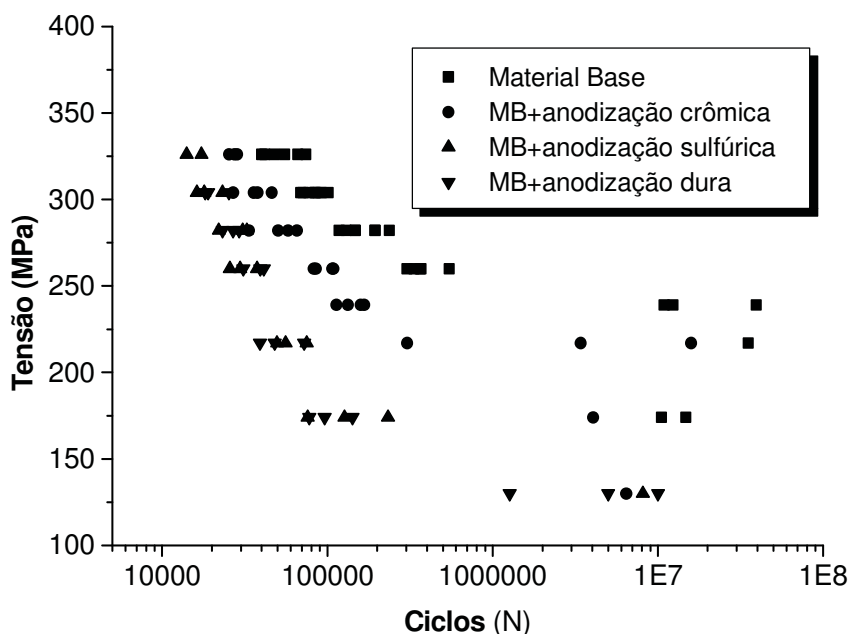


Figura 5.13 - Curva SxN das ligas de alumínio modificadas superficialmente

### 5.2.2.1 Análise Estatística

Com o intuito de transmitir maior confiabilidade e segurança aos projetistas para a aplicação estrutural desses materiais, nesse projeto a análise estatística pela distribuição de Weibull, com dois parâmetros do comportamento mecânico em fadiga do compósito NC2/RTM6, foi realizada.

Os gráficos e tabelas oriundos da análise de Weibull para cada lote são apresentados a Tabela de 5.5 a 5.10 com respectivas Figura de 5.14 a 5.18, contendo os parâmetros de Weibull encontrados e os valores dos ensaios de fadiga.

Para o molde flexível, foram obtidos os dados de distribuição de Weibull dos lotes IR 386, IR 388, IR 389 e IR 390, sendo as tensões impostas (LMRT) equivalentes a 62%, 67% e 72%, (%LMRT), considerando ainda os ciclos na delaminação e os ciclos na ruptura. A partir do molde rígido, foram obtidos os lotes IR 384, IR 385 e IR 387 sendo do mesmo modo considerados 62%, 67% e 72%, (%LMRT).

Cada lote avaliado foi separado por tabela, vindo em seguida a representação gráfica de seus resultados, os gráficos representam a linearização da equação de Weibull, a equação da reta fornece os parâmetros de Weibull.

Tabela 5.5 - Resultados obtidos para o lote IR 384 A

Lote	Tensão (MPa)	%LMRT	Ciclos (N)	Parâmetro de forma, $\beta$	Parâmetro de escala, $\alpha$ (N), 63,2%
IR 384 A	410	57	110639	0,86	2.082.204
			216389		
			575016		
	482	67	1593	0,82	41.425
			5676		
			8933		
	518	72	2410	0,63	101.653
			3501		
			16866		

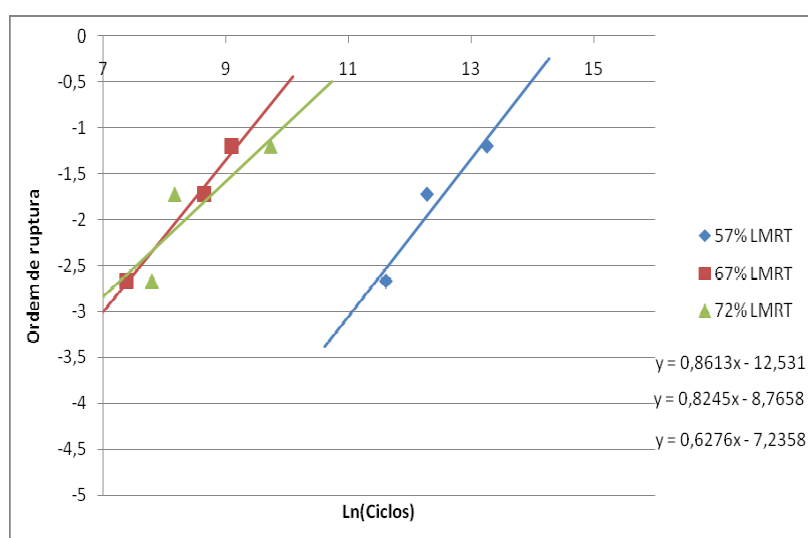


Figura 5.14 - Gráfico do IR 384 A representando os dados para as diferentes tensões.

Tabela 5.6 - Resultados obtidos para o lote IR 385

Lote	Tensão (MPa)	%LMRT	Ciclos (N)	Parâmetro de forma, $\beta$	Parâmetro de escala, $\alpha$ (N), 63,2%
IR 385	410	58	3690	0,33	12.174.000
			125306		
			184550		
	510	72	10408	1,77	37.942
			15618		
			23720		

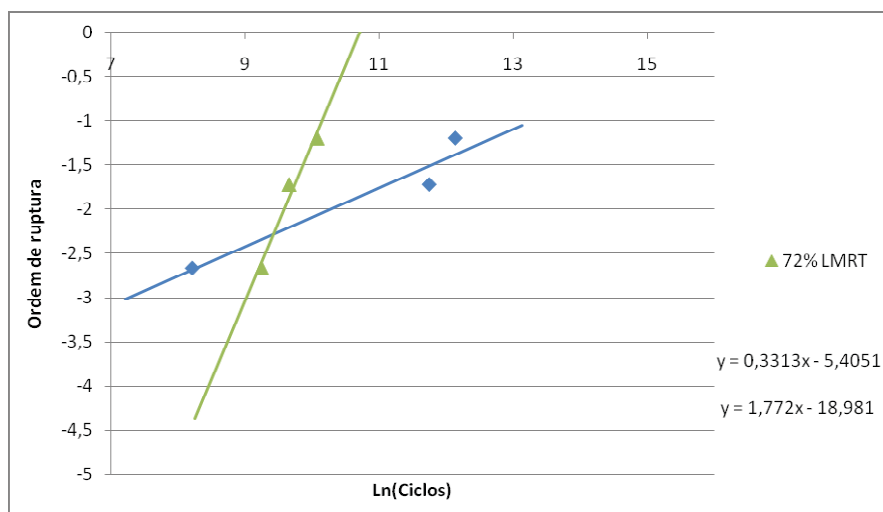


Figura 5.15 - Gráfico do IR 385 representando os dados para as diferentes tensões.

Tabela 5.7 - Resultados obtidos para o lote IR 386

Lote	Tensão (MPa)	%LMRT	Ciclos (N)	Parâmetro de forma, $\beta$	Parâmetro de escala, $\alpha$ (N), 63,2%
IR 386	412	62	217363	0,73	4.874.500
			256366		
			1006370		
	445	67	25321	0,42	4.595.000
			36672		
			38713		
	479	72	17348	3,11	60.030
			32193		
			325492		

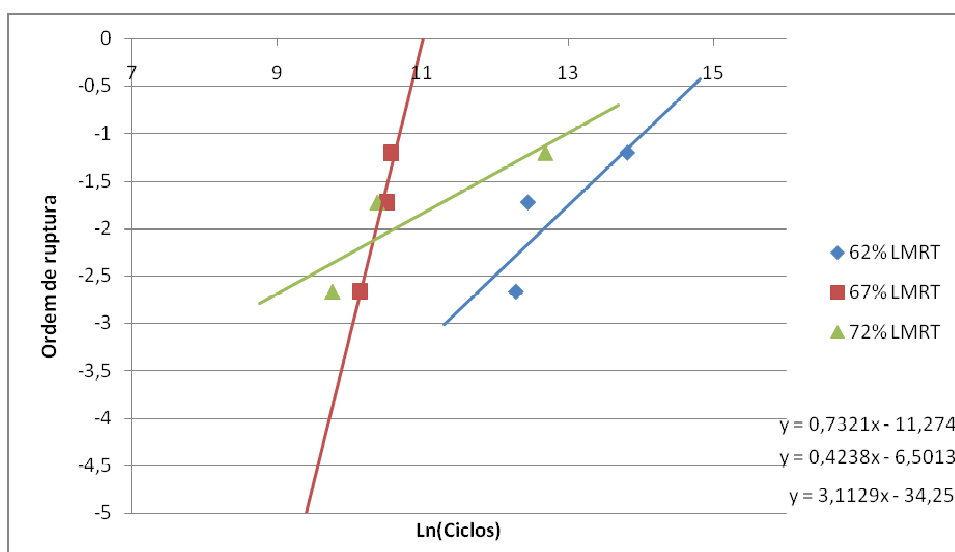


Figura 5.16 - Gráfico do IR 386 representando os dados para as diferentes tensões.

Tabela 5.8 - Resultados obtidos para o lote IR 388

Lote	Tensão (MPa)	%LMRT	Ciclos (N)	Parâmetro de forma, $\beta$	Parâmetro de escala, $\alpha$ (N), 63,2%
IR 388	436	62	14833	0,92	265.000
			40122		
			72787		
	471	67	14096	0,57	1.433.000
			72867		
			185717		
	506	72	4049	1,50	22352
			6226		
			10606		

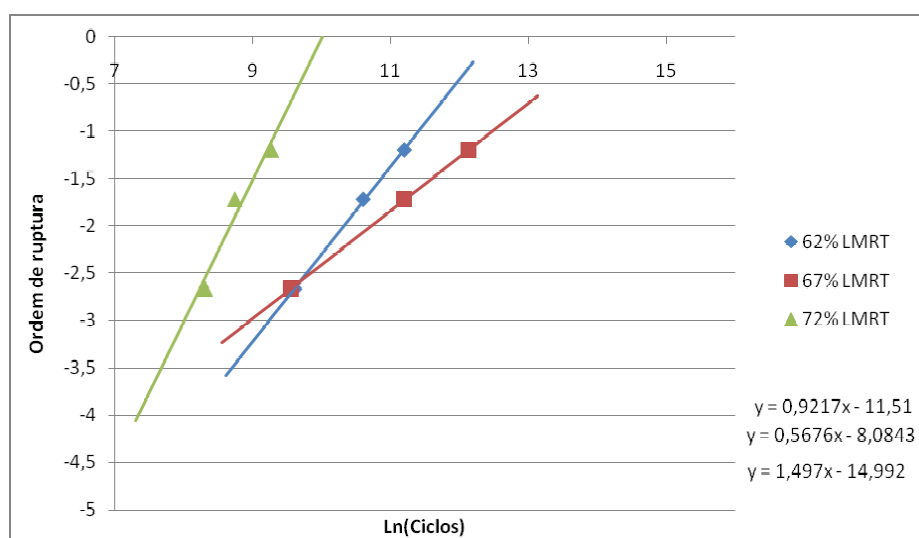


Figura 5.17 - Gráfico do IR 388 representando os dados para as diferentes tensões.

Tabela 5.9 - Resultados obtidos para o lote IR 389

Lote	Tensão (MPa)	%LMRT	Ciclos (N)	Parâmetro de forma, $\beta$	Parâmetro de escala, $\alpha$ (N), 63,2%
IR 389	417	62	25982	1,06	334.000
			68401		
			1000000		
	451	67	33406	0,43	5.566.000
			34958		
			355023		
	484	72	110753	0,94	127000
			12865		
			37397		

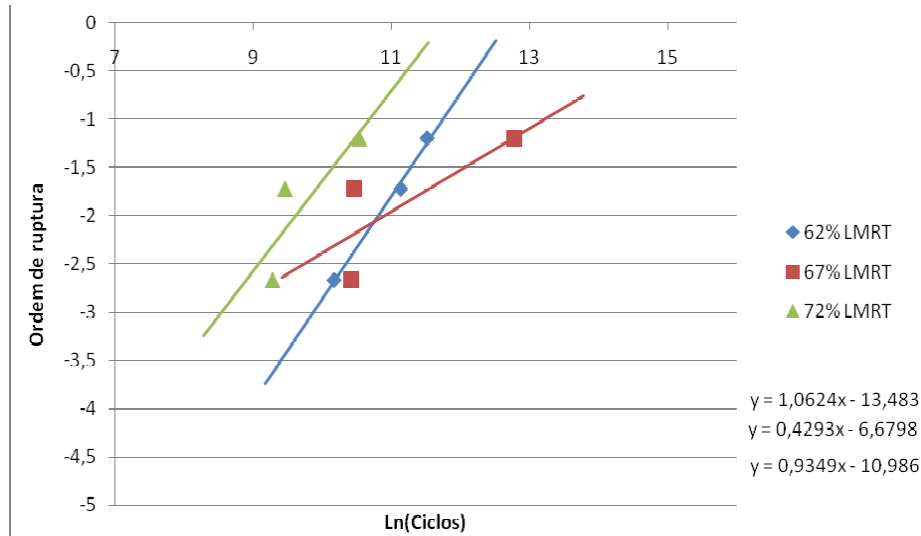


Figura 5.18 - Gráfico do IR 389 representando os dados para as diferentes tensões.

Tabela 5.10 - Resultados obtidos para o lote IR 390

Lote	Tensão (MPa)	%LMRT	Ciclos (N)	Parâmetro de forma, $\beta$	Parâmetro de escala, $\alpha$ (N), 63,2%	Probabilidade de 50% de falha (%)
IR 390	390	62	71405	5,40	116.000	1,82
			85341			
			93544			
	420	67	17663	1,46	107.500	81,62
			31135			
			48370			
	450	72	16800	0,41	3.583.000	52,11
			17229			
			192984			

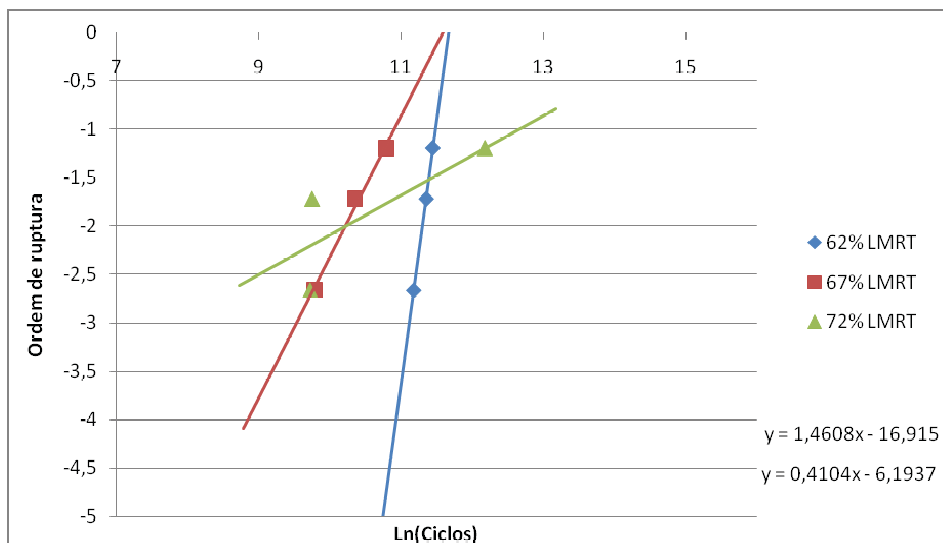


Figura 5.19 - Gráfico do IR 390 representando os dados para as diferentes tensões.

Deve ser informado que, para os níveis de tensão escolhidos, o critério utilizado foi uma tensão máxima, uma mínima e uma média, sendo o limite de fadiga considerado como  $10^6$  ciclos, assim, a tensão mínima escolhida foi um valor imediatamente maior que aquele associado a  $10^6$  ciclos.

Não foi possível estabelecer uma correlação entre lotes para responder se a dispersão de resultados é intensificada ao variar a tensão a valores superiores ou inferiores, porém, grande parcela dos resultados de  $\beta$  apresentaram valores inferiores a 1.

Esses valores indicam uma taxa decrescente de probabilidade de falha, apontando que o material apresenta maior tendência de falha em seu período inicial de vida em fadiga, período denominado *burn in*, cenário típico de falha prematura.

### 5.3 Microscopia

#### 5.3.1 Inspeção Acústica dos Laminados

A inspeção por ultrassom foi realizada com equipamento de microscopia de inspeção acústica – C-scan, Figura 4.7, utilizando o software modelo MUIS32. Trata-se de um equipamento que utiliza a imersão em água do tipo pulso-eco com somente um transdutor, para verificação de possíveis discontinuidades no compósito, acúmulos de resina, vazios dentre outras.

Foi utilizado o transdutor de 5 MHz operando com 3,5 dB e auxílio do A-scan, que separa os níveis ou camadas a serem varridas pelo transdutor, conforme indicado na Figura 5.19 detalhes 1, 2 e 3. Os níveis têm a unidade de tempo e, considerando a velocidade de propagação da onda no material tem-se a espessura varrida pelo C-Scan.

Para uma leitura sem ruídos é importante separar os níveis de modo a não sobrepor a próxima camada ou ler a anterior, pois a leitura sobreposta forneceria um mapa C-scan com cores diferentes e, portanto, uma interpretação errada.



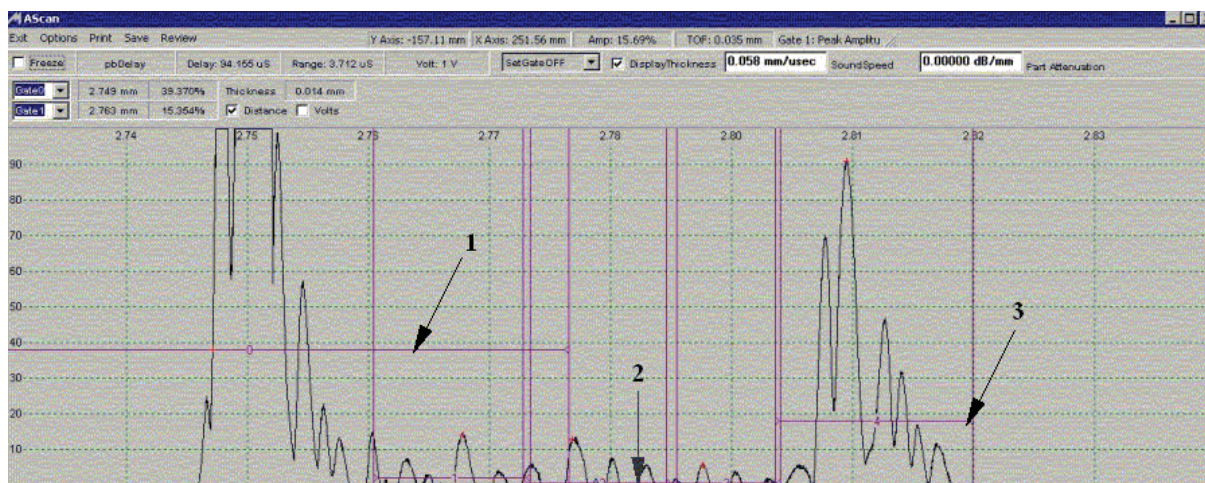


Figura 5.19 - Gráfico A-scan

Foram realizadas as varreduras em três camadas distintas nas amostras referentes aos laminados de compósitos de todos os lotes. A Figura 5.20 mostra o laminado de compósito da amostra IR386 com a respectiva varredura.

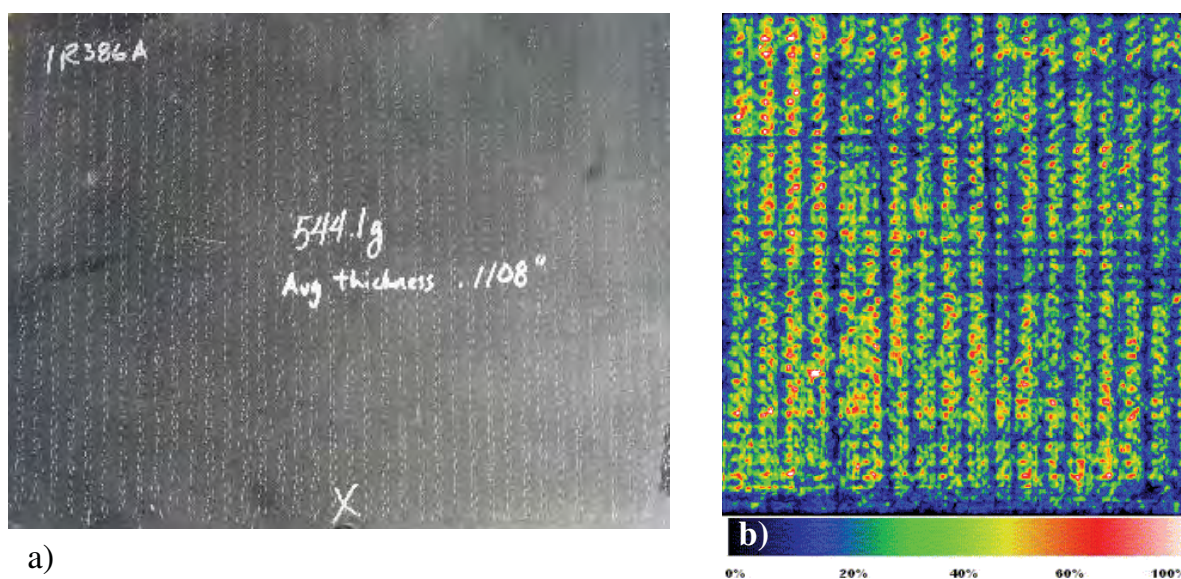


Figura 5.20 - Placa do compósito NC2/RTM6 analisado. a) compósito laminado b)C-Scan.

Na Figura 5.20b tem-se o mapa de impregnação obtido na varredura referente a parte mais superficial da placa, é possível verificar pontos de menor impregnação situado nas cores verde, vermelho e branco, que se refere as costuras em poliéster.

No mapa seguinte, Figura 5.21a, observa-se uma distribuição mais homogênea, representada pela cor azul, e poucas falhas de impregnação, representado pelos pontos verdes.

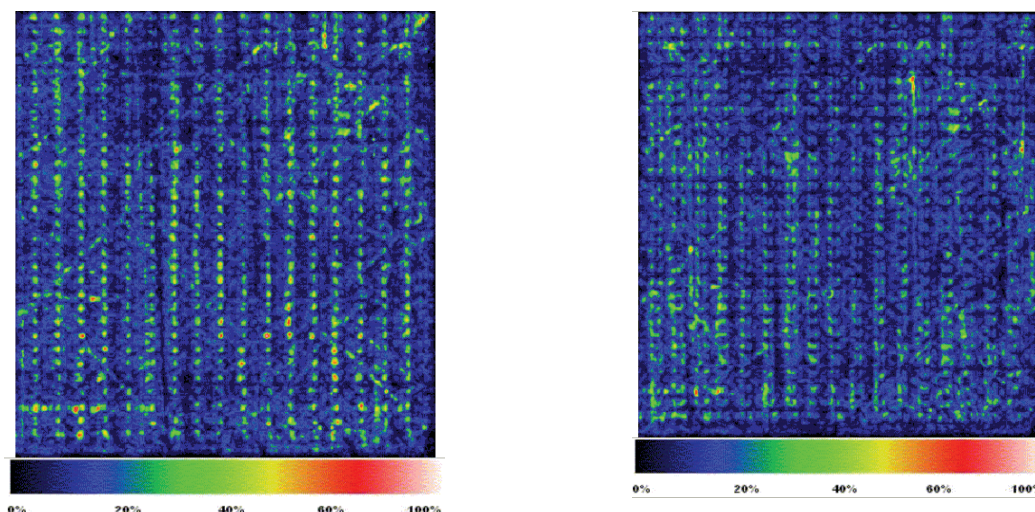


Figura 5.21 - a) Mapa de impregnação do segundo *Gap*, b) Mapa de impregnação do terceiro *Gap*

No terceiro mapa, Figura 5.21b, como no segundo, obteve-se boa impregnação com poucos pontos de falha, esse resultado reflete a boa localização dos pontos de injeção de resina principalmente para os pontos mais internos do molde.

As imagens obtidas são fundamentais em primeiro lugar para se conhecer as falhas na impregnação e diante de uma amostra a ser ensaiada mecanicamente, a falha obtida na imagem explica o comportamento do material como pode ser visto neste trabalho na análise de DMA.

Através da análise de ultrassom foram também observadas diferentes distribuições de resina como mostram as Figuras 5.20a, 5.21a 5.21b. As dispersões observadas na Tabela 1 estão relacionadas à heterogeneidade ao longo das placas. As heterogeneidades podem ser associadas à áreas de região pobre de resina, defeitos introduzidos durante o processo de manufatura e fibras torcidas. A maioria dos pontos em cor verde pode ser relacionada ao desalinhamento das fibras durante o processo ou área pobre em resina e os pontos vermelhos ou brancos devem ser atribuídos aos vazios.

Quando se segregam os pontos pobres em resina, estes ficam mais evidentes, como nos detalhes, assim a possibilidade de se obter resultados mais divergentes aumenta. Alguns baixos valores encontrados na amostra IR389 devem ser explicados com base nas muitas áreas indicadas na Figura 5.22b.

A segregação na amostra IR390 Fig. 5.22c é menos pronunciada do que a dos outros mapas se os resultados de resistência à flexão, Tabela 5.11, forem considerados,

pode ser observado que como consequência da dispersão dos valores obtidos é a menor com relação às outras amostras, neste caso a variação foi 4,9%.

Tabela 5.11 - Resultados obtidos para o lote IR 390

<i>Amostras</i>	<i>IR386</i>	<i>IR387</i>	<i>IR388</i>	<i>IR389</i>	<i>IR390</i>
<i>1</i>	32,9	26,4	32,4	24,4	27,5
<i>2</i>	29,9	27,2	31,7	30,0	29,8
<i>3</i>	30,9	28,2	27,9	26,4	26,9
<i>4</i>	28,6	31,7	31,4	30,9	29,3
<i>média</i>	30,6	28,4	30,9	27,9	28,4
<i>Mínimo</i>	28,6	26,4	27,9	24,4	26,9
<i>Máximo</i>	32,9	31,7	32,4	30,9	29,8
<i>Desvio Padrão</i>	1,85	2,4	1,9	3,0	1,4
<i>Vacância</i>	6,0%	8,3%	6,4%	10,9%	4,9%

Estes mapas mostram que a permeabilidade da preforma NCF pela matriz RTM6 foi boa e regular, indicadas pelas cores em azul, mas um desalinhamento das lâminas demonstra uma instabilidade da preforma durante o processo.

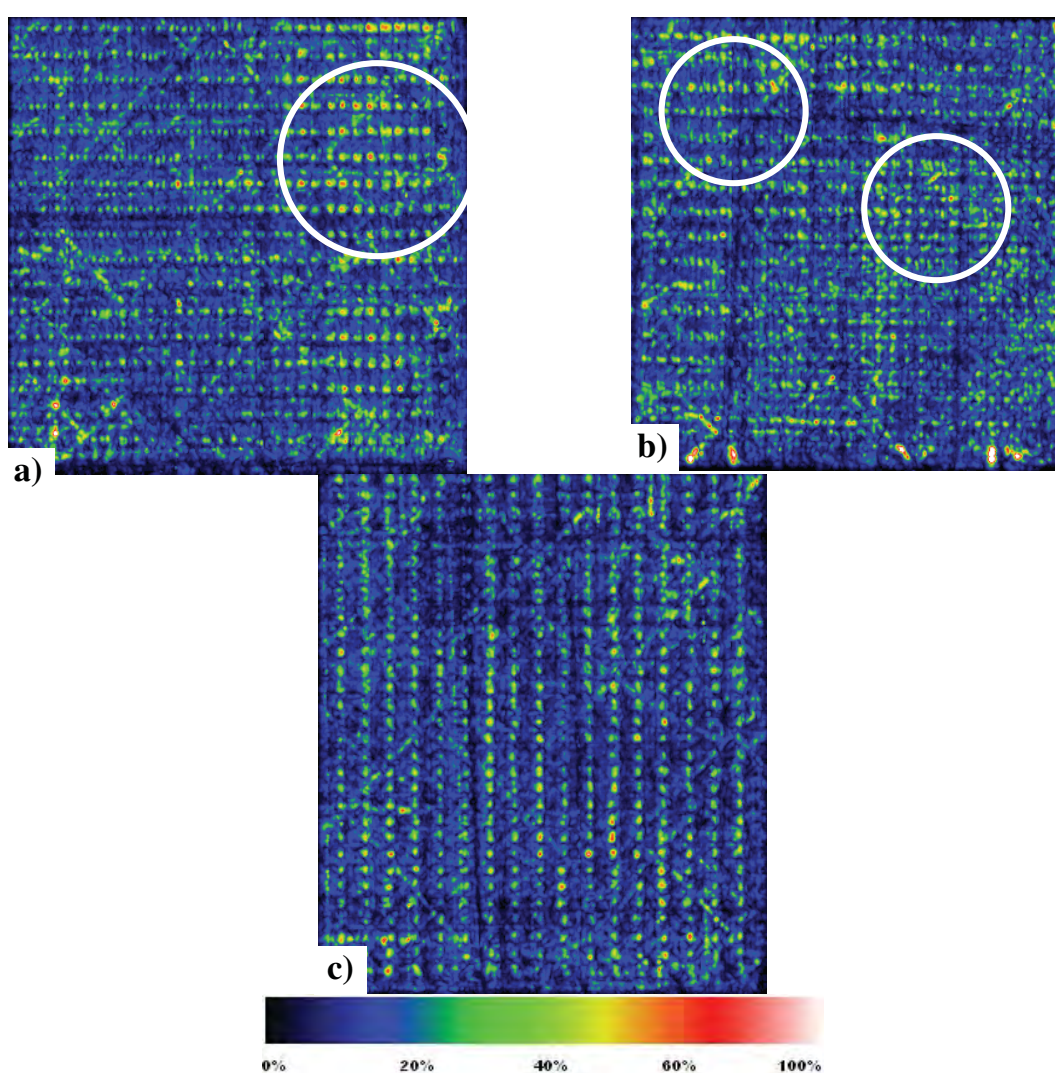


Figure 5.22 - Visualização dos mapas de impregnação: a)IR 388; b)IR389; c)390

### 5.3.1.1 Análise de imagem

Resultados quantitativos obtidos a partir dos mapas de C-scan foram adicionados às áreas de defeitos relativos aos vazios, desalinhamentos das fibras e áreas pobres de resina foram contadas em imagem binária e expressas em porcentagem.

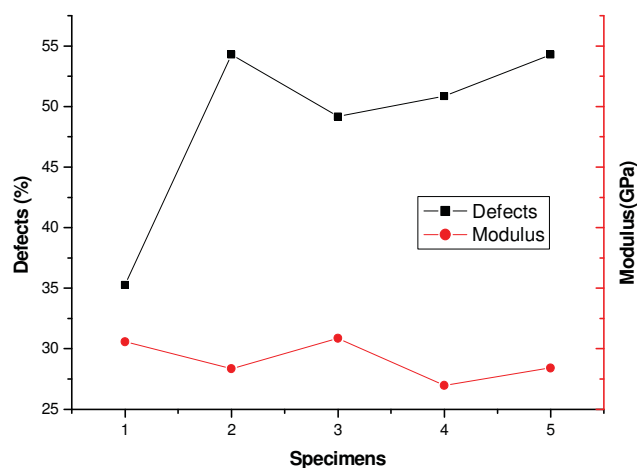


Figura 5.23 - Curvas mostrando a influencia dos defeitos na resistência à flexão

Uma tendência pode ser observada na Fig. 5.23, ou seja, com o aumento da porcentagem de defeito uma redução no módulo elástico é observada; com exceção da ultima medida. O comportamento observado está relacionado às homogeneidades que são descritas pelo índice de segregação mostrado na Tabela 2. De acordo com o aumento do índice, a probabilidade se obter mais resultados divergentes aumenta.

Tabela 5.12 - Resultados obtidos com análise de imagem

<i>Resultados</i>						
<i>Amostras</i>		<i>IR386</i>	<i>IR387</i>	<i>IR388</i>	<i>IR389</i>	<i>IR390</i>
<i>Ensaio</i>	<i>Índice de segregação</i>	1,6	0,22	6,26	1,72	1,7
	<i>Fração de área</i>	35,3	54,3	49,16	50,8	54,3
<i>Ensaio mecânico</i>	<i>Média</i>	30,6	28,4	30,9	26,9	28,4
	<i>Variância</i>	6,0%	9,3%	6,4%	10,6%	4,9%

Considerando a relação variância do módulo na Tabela 5.12, o índice de segregação não influenciou significativamente o módulo. Portanto um índice menor que 7 não produz larga dispersão para esta preforma, mostrando alguma regularidade durante o processo de injeção.

Uma melhor percepção sobre a impregnação geral dos painéis e sobre o índice

de segregação pode ser observada na Figura 5.24 . Estas imagens mostram áreas ricas de resina em branco e àquelas pretas relacionam as regiões mais pobres em resina. O modelo de construção auxilia em atingir a melhor posição de injeção de resina no caso de regiões secas. Como verificado, o *Fiber wash* foi observado no mapa C-scan, nestas imagens pode ser registrado que, regiões pobres de resina propagam-se pela seção transversal, o que está relacionada a uma região de compressão. Esta região de compressão afeta a permeabilidade da preforma e muda o alinhamento das camadas.

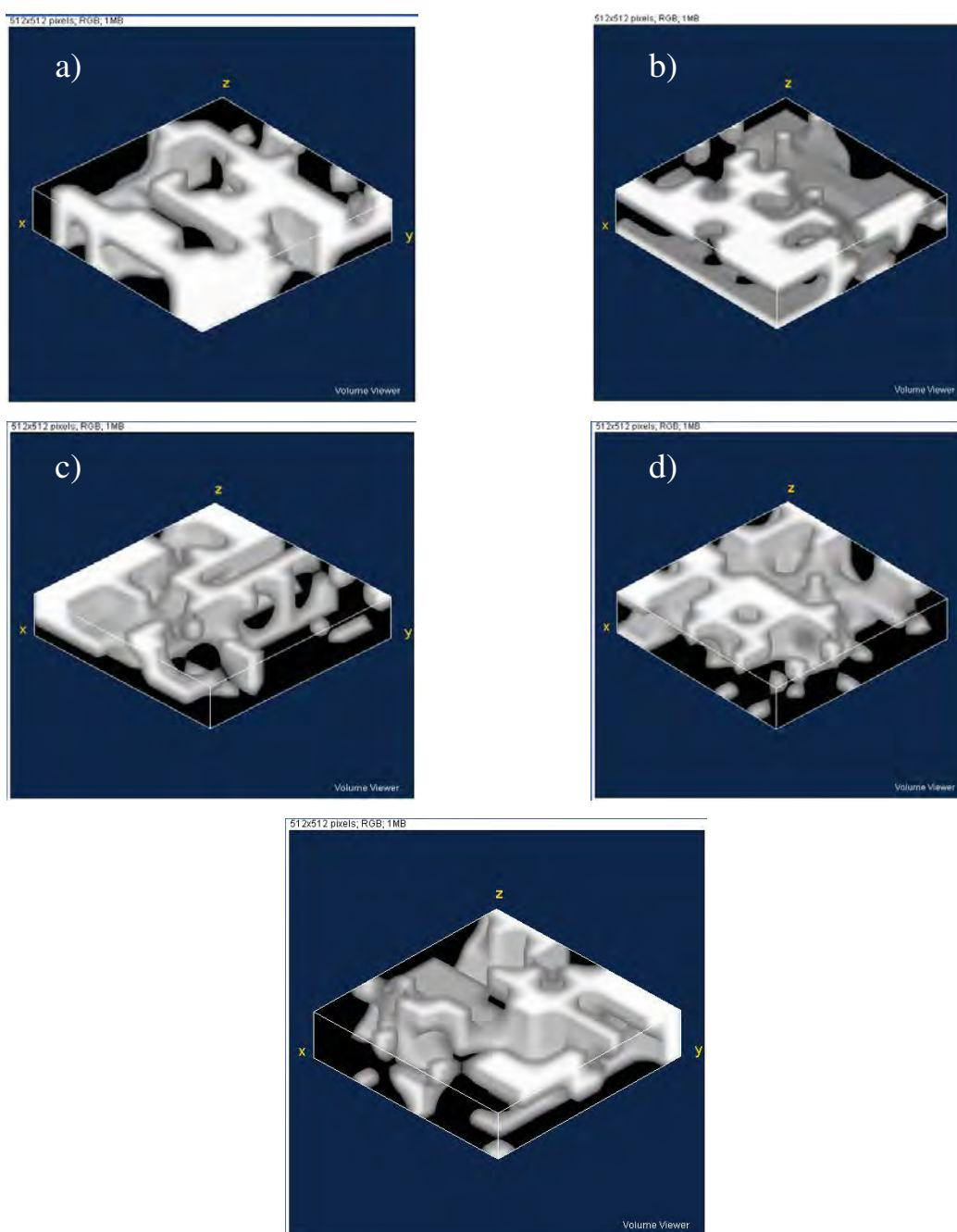


Figura 5.24 - Modelo 3-D a partir dos mapas C-scan: a) IR 386; b) IR387; c) IR388; d) 389; e) 390

Portanto, de acordo com o modelo de construção 3-D, regiões secas ou áreas

pobres de resinas são geradas devido a permeabilidade irregular da preforma pela resina como conseqüências do posicionamento impróprio da injeção (BRAHAM; MATTHEWS; McLLHAGGER, 1998)

### 5.3.2 Microscopia óptica

Foram capturadas imagens com baixa ampliação, Figura 5.25, para a análise da região de maior interesse para posterior aproximação. Nesta imagem observa-se uma parte desfocada abaixo do plano das fibras, região a ser analisada para investigar as causas de fratura.

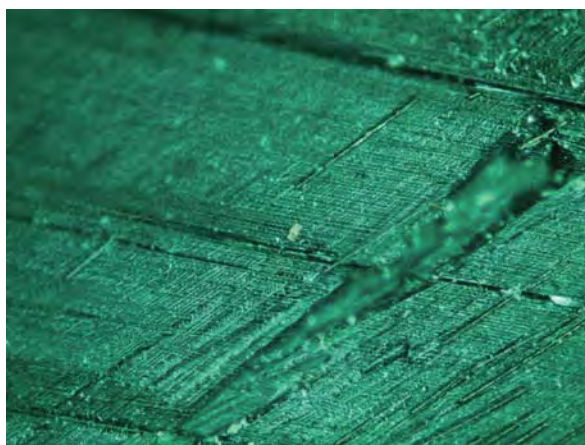


Figura 5.25 - Imagem da trinca (Ampliação 100x)

Na Figura 5.26, foi feita reconstrução confocal para se ter idéia de profundidade das irregularidades e discontinuidades da parte fraturada.

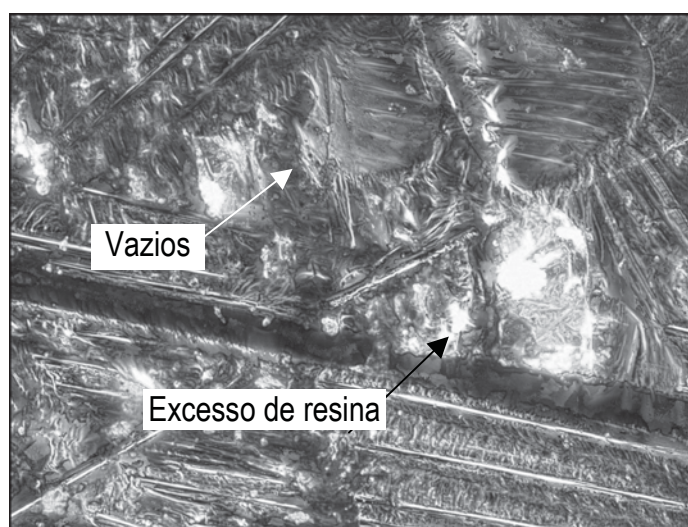


Figura 5.26 - Reconstrução confocal (Ampliação 500x)

Podem-se observar pontos de excesso de resina e vazios que contribuíram para

a delaminação, iniciando-se microtrincas.

Para identificar as causas de falha dos compósitos foram feitas também análises via microscópio eletrônico de varredura e via estereoscopia.

Foi possível verificar algumas falhas provenientes de concentradores de tensão por análise fractográfica, conforme Figura 20, em que verifica-se início de falha no fio de poliéster que mantém as camadas juntas.

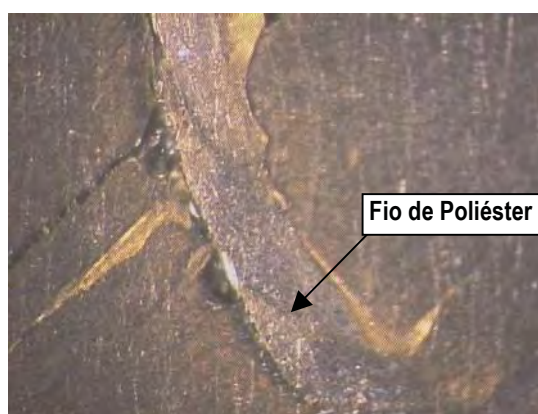


Figura 5.27 - Macrografia da amostra IR387

### 5.3.3 Estereoscopia

Foi realizada a estereoscopia nos corpos-de-prova durante o ensaio de fadiga e nos corpos de prova fraturados.

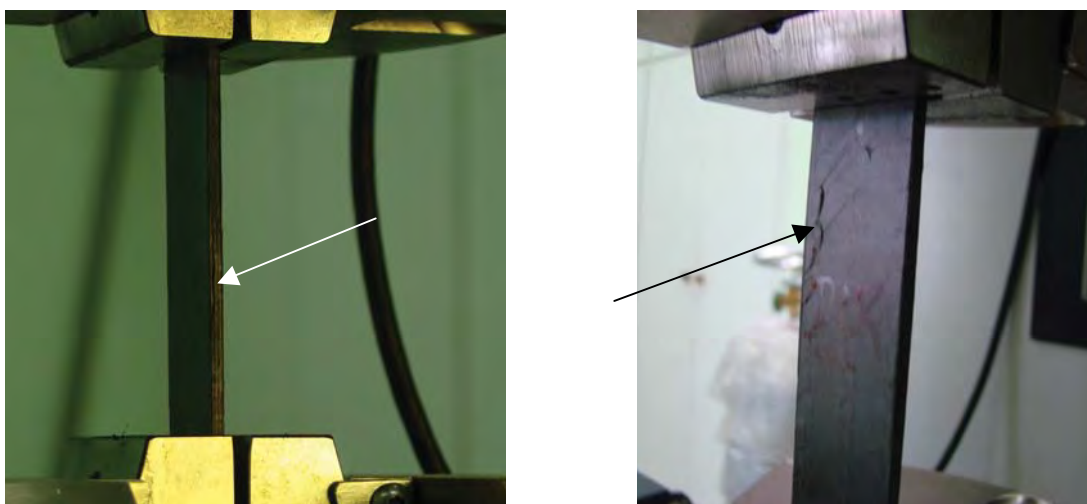


Figura 5.28 - Estereoscopia durante o ensaio de fadiga

A Figura 5.28a mostra a delaminação lateral ocorrendo durante o ensaio de fadiga. Na Figura 5.28b pode ser observada que, a costura de poliéster utilizada para

manter o reforço pode fazer o papel de concentrador de tensão para o compósito.

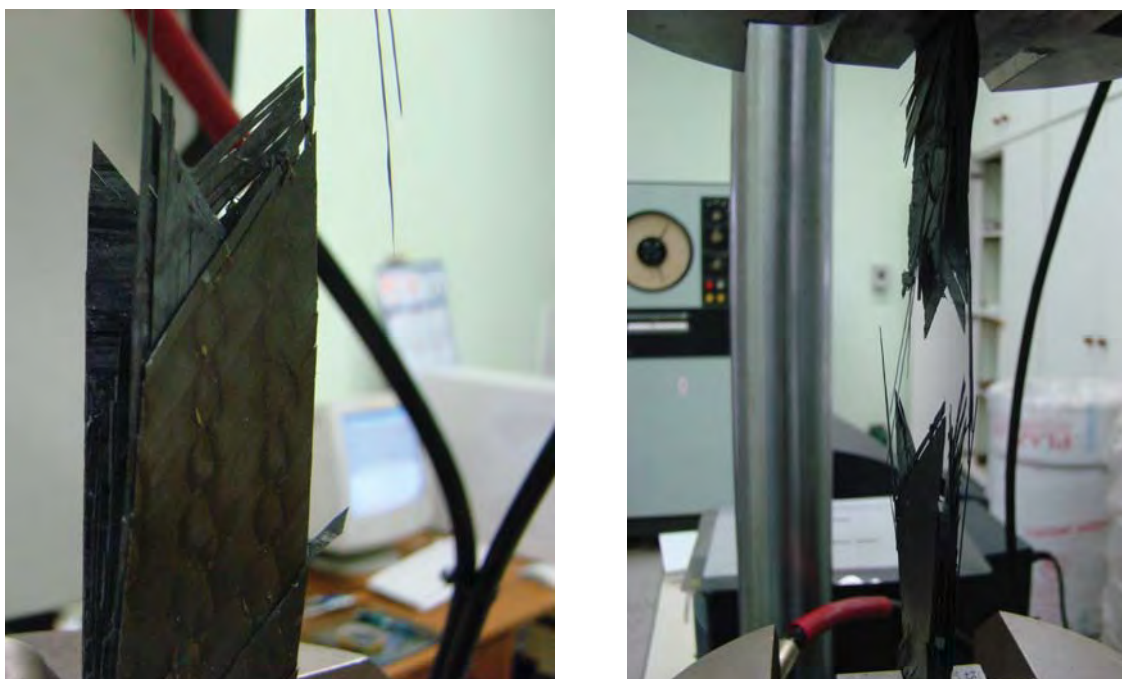


Figura 5.29 - Estereoscopia durante o ensaio de fadiga

A Figura 5.29a mostra a ruptura acontecendo por delaminação das camadas de diferentes orientações de reforços e a Figura 5.29b mostra a fratura ocorrendo no meio da área útil e de maneira explosiva.

#### 5.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise microscópica por MEV auxilia na determinação dos padrões de fratura, presença de regiões ricas em resina, avaliação da interface e da superfície das fibras de carbono. As análises das fraturas estão de acordo com o estabelecido por ASM Handbook (1987).

##### 5.3.4.1 Fratura dos Corpos de prova de Flexão

Nas Figuras 5.30 e 5.31 podem ser visualizados alguns dos processos de fratura dos compósitos ensaiados em modo de flexão. Na Figura 5.31 verifica-se boa



ancoragem de resina nas fibras que implica na obtenção de melhores resultados de resistência ao cisalhamento interlaminar no ensaio à flexão, desse modo a fratura não ocorre na interface e sim na matriz, em modo de falha coesiva da resina, associada à baixa tenacidade da matriz.

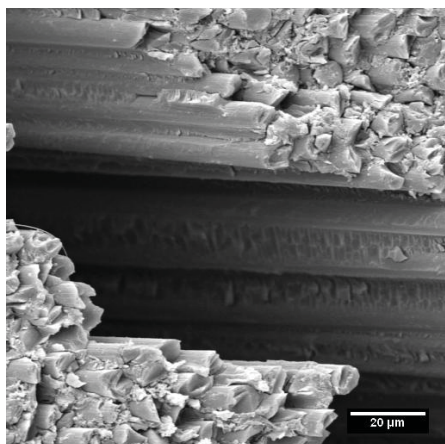


Figura 5.30 - Delaminação com ampliação de 1000X

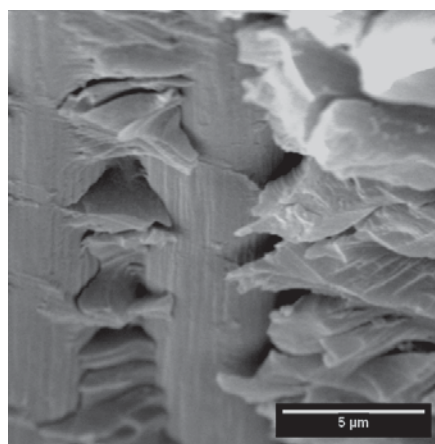


Figura 5.31 - Fratura com ampliação de 7500X

Na Figura 5.30 nota-se mais nitidamente a boa interface entre resina e fibra, em que se tem a fibra recoberta com resíduos da matriz. Devido aos esforços cortantes do ensaio a flexão nota-se a ausência do processo de arrancamento de fibras, como observado na Figura 5.31.

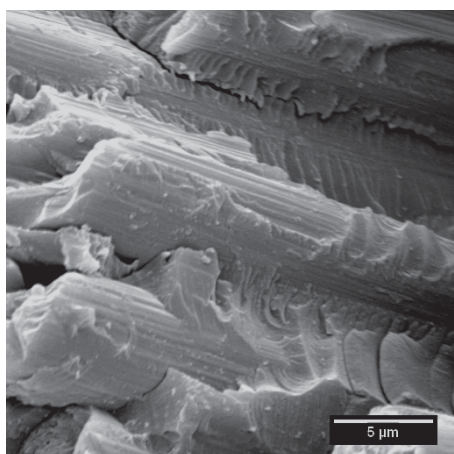


Figura 5.32 - Delaminação com ampliação de 5000 X

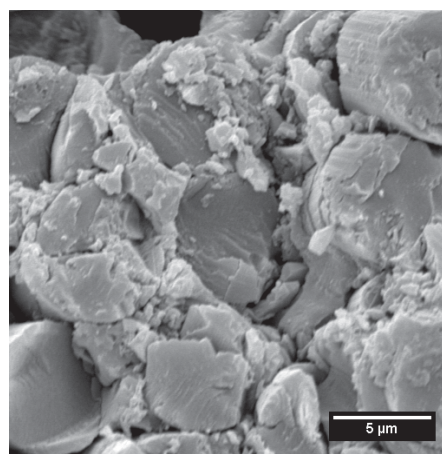


Figura 5.33 - Ruptura com ampliação de 5000 X

A investigação das fraturas por microscopia eletrônica de varredura foi importante para observação do tipo de mecanismo envolvido na fratura.

### 5.3.4.2 Fratura dos Corpos de Prova de Fadiga

Na Figura 5.34, é possível observar o rompimento da fibra em a e em b a formação de cristas de galo característicos do esforço de cisalhamento, além das marcas deixadas pelas fibras devido ao processo de delaminação, geralmente um fenômeno que ocorre pela força interfacial fraca entre matriz e fibra.

É possível observar a direção de propagação das trincas em cada fibra além de combinação de fratura interlaminar e translaminar.

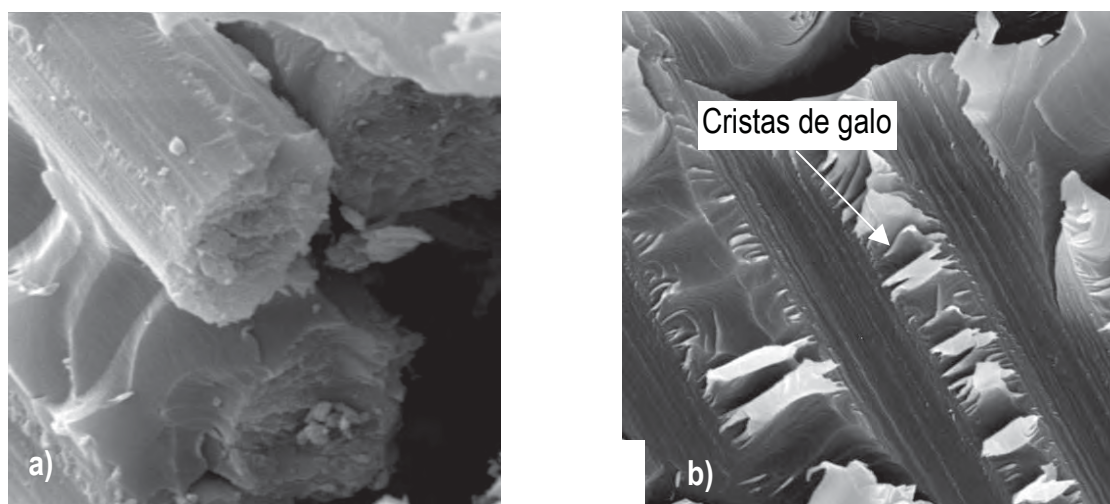


Figura 5.34 - Imagens obtidas em MEV: a) fibra rompida; b) aspecto da delaminação

Como os esforços são predominantemente por tração, é possível observar intensa formação de cristas de galo, Figura 5.35a e b, devido ao esforço cisalhante entre fibra e matriz.

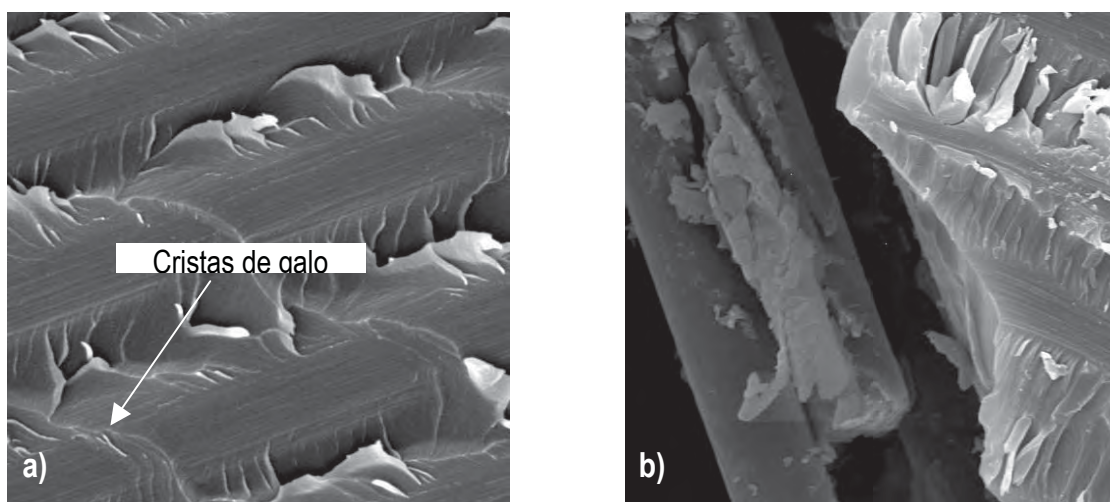


Figura 5.35 - Imagem obtidas em MEV: a) formação de cristas de galo; b) formação de escarpas

Na Figura 5.36a observam-se fibras em duas direções e um conjunto delas envolvidas por resina e na imagem b uma fibra rompida em dois pontos posicionada perpendicularmente às demais, indicativo de alguma falha na própria fibra.

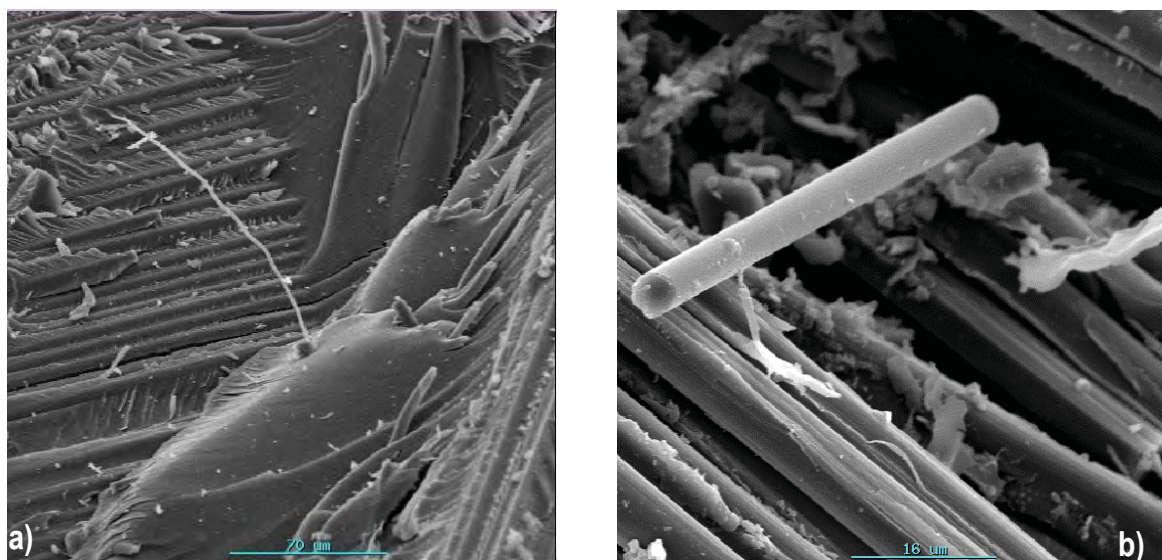


Figura 5.36 - Imagens obtidas em MEV a) alinhamento da fibras b) fibra rompida

Fenômenos de rápida propagação de trincas e alta rugosidade são característicos de formação de crista de galo e podem ser observados na Figura 5.37a e b.

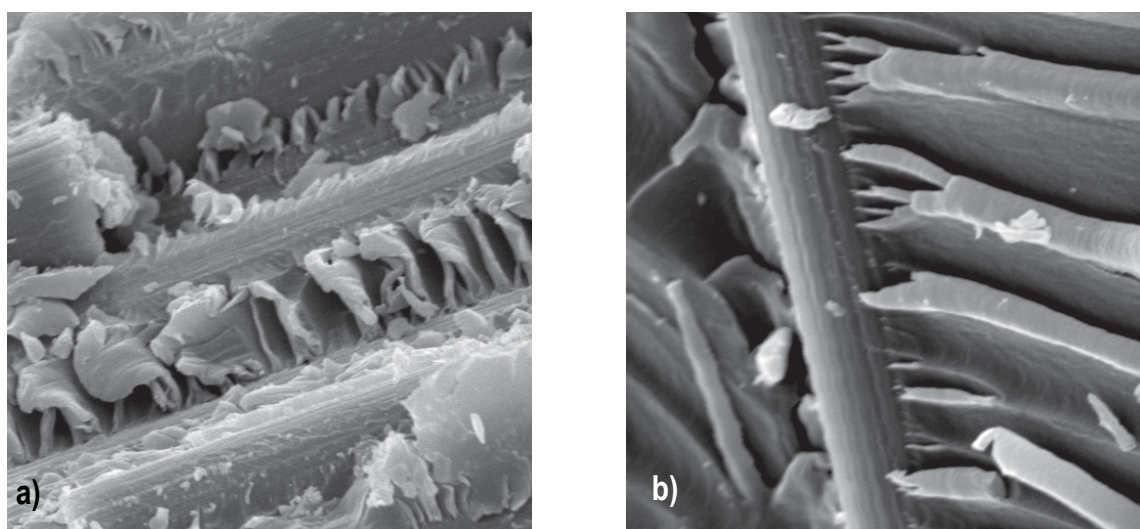


Figura 5.37 - Imagem obtida em MEV a) marcas de cristas de galo b) detalhe das cristas de galo

Nas Figuras 5.38a e b são apresentadas formações de cristas de galo e *cusps* na matriz polimérica que ocorre devido ao esforço de cisalhamento durante a aplicação da carga cíclica. A cada ciclo, um *cusp* é gerado podendo, através da fratura ter o

conhecimento do número de ciclos na ruptura. Na figura 5.38b foram medidos os *cusps* mostrando uma formação regular durante o ensaio.

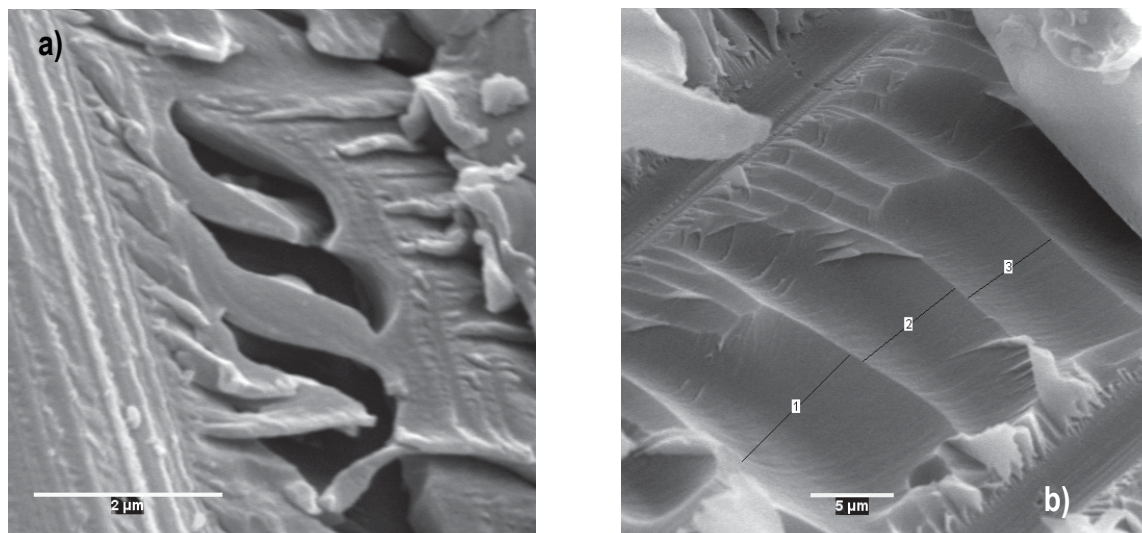


Figura 5.38 - Imagem obtida em MEV a) marcas de cristas de galo b) Medida das cristas de galo

Nas Figuras 5.39a e b são apresentadas formações de cristas de galo e marcas de rio na matriz polimérica que ocorre devido à propagação de trinca durante a aplicação da carga cíclica.

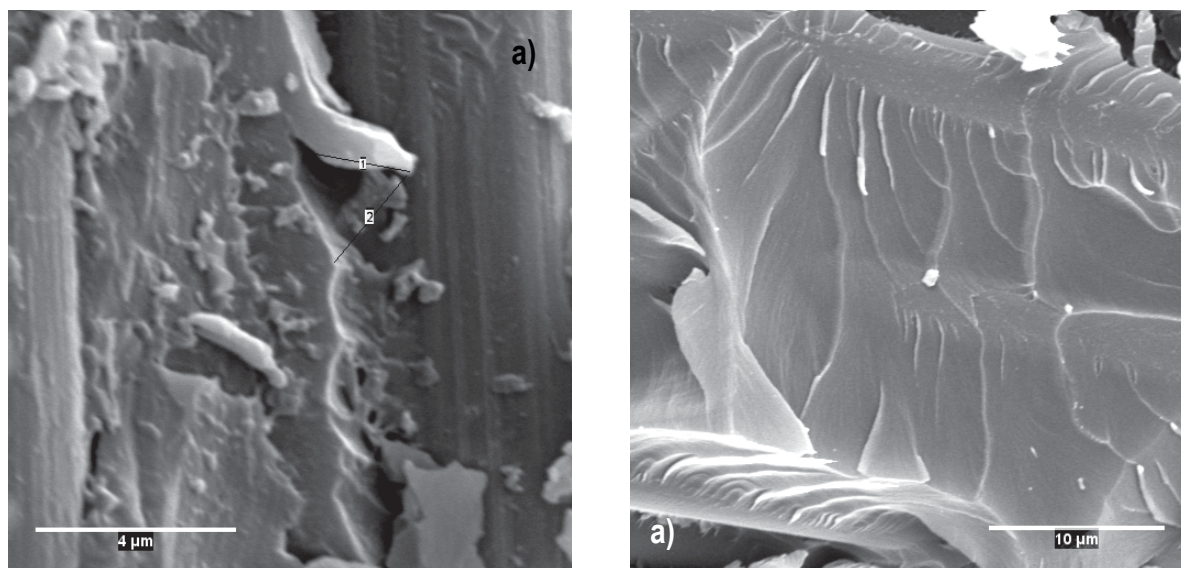


Figura 5.39 - Imagem obtida em MEV a) Medida cristas de galo b) Marcas de rio

As análises por microscopia óptica e eletrônica de varredura foram auxiliares aos ensaios mecânicos tanto em fadiga, apresentados no primeiro relatório quanto em flexão.

#### 5.4 Análise de Digestão Ácida dos Compósitos

A Tabela 5.13 traz as medidas obtidas com a análise de digestão ácida. Com esses dados foram calculados o volume de fibras e vazios em cada laminado testado, utilizando a Equação 19 disponíveis na norma ASTM D3171.

$$V_r = (m_f/m_i).100.(\rho_c/\rho_r) \quad (19)$$

Na qual,  $V_r$  é o volume de fibras,  $m_f$  a massa final,  $m_i$  a massa inicial,  $\rho_c$  a densidade do compósito e  $\rho_r$  a específica das fibras do reforço.

Tabela 5.13 - Dados da análise de digestão ácida

<i>Amostra</i>		<i>% de Fibras</i>		
<i>Molde Flexível</i>	<i>IR 386</i>	72,9	73,4	72,8
	<i>IR 388</i>	73,4	72,3	70,8
	<i>IR 389</i>	73,3	74,8	72,0
	<i>IR 390</i>	74,4	72,0	73,3
<i>Molde Rígido</i>	<i>IR 384</i>	72,9	73,8	73,6
	<i>IR 385</i>	71,5	68,9	74,2
	<i>IR 387</i>	75,6	73,9	73,6

Observa-se que, em todos os lotes o conteúdo de fibras apresentou uma média de 72% em volume de fibras, tanto para os lotes produzidos em molde flexível, quanto para molde rígido.

#### 5.5 Microcapsula Termoreguladora

Para verificar a influencia de materiais de mudança de fase microencapsulado na cura da resina, microcápsulas de silicone termoreguladoras, indicada no detalhe da Figura 5.40 foram adicionadas no compósito durante o processamento um volume de 20% em peso de microcápsulas, limite para que a viscosidade da matriz não sofresse influencia mantendo suas propriedades, a qual foi usada no processo do compósito NCF/RTM6 por RTM.



Figure 5.40 - Compósito NC2/RTM6

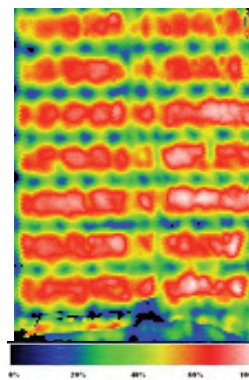


Figure 5.41 - C-Scan da camada 1

Em termografia foram realizadas três análises desses compósitos com microcápsulas reguladoras e comparadas ao compósito sem as microcápsulas.

A Figura 5.43 mostra o gráfico de termografia obtido na análise, e pode ser observado um efeito de amortecimento de 2°C a 3°C para o compósito que utilizou as microcápsulas.

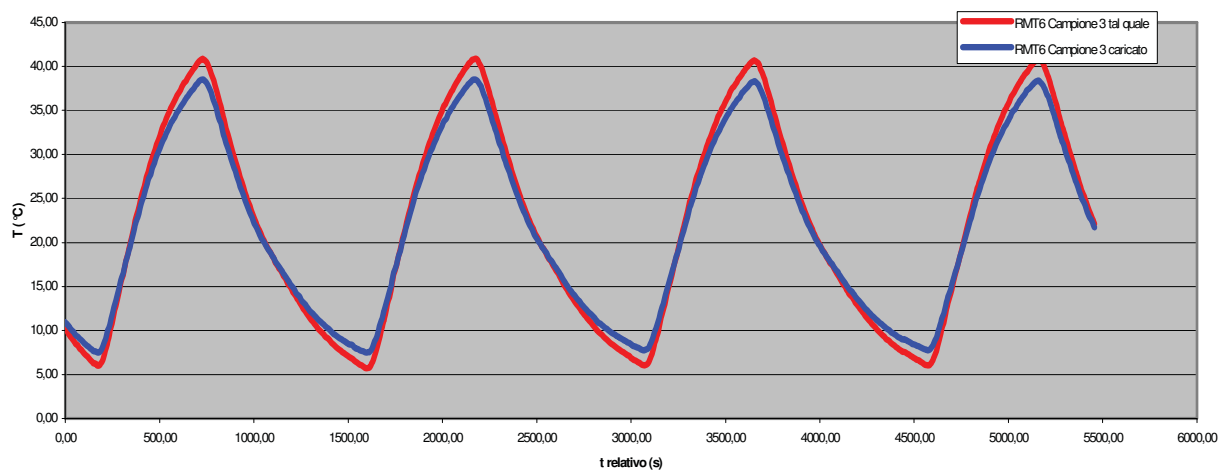


Figure 5.43 - Gráfico de termografia do compósito com e sem microcápsula

O material de mudança de fase é responsável por aumentar a estabilidade térmica do compósito polimérico.

## 6 CONCLUSÃO

Como conclusão geral foi observado que o processo RTM é adequado para a produção de peças estruturais desde que seja muito bem controlado

Os compósitos fornecido para *Hexcel composites* apresentou uma grande problema, que foi a delaminação durante os ensaios mecânicos, atribuída à matriz que não era suficientemente tenacificada e à falta de simetria no compósito que gerou tensão residual na estrutura. Foi, portanto observada a falha coesiva da matriz com conseqüente delaminação prematura quando carregada mecanicamente, falha que poderia ser minimizada com a simetria do reforço e tratamento de pós-cura.

Os parâmetros viscoelásticos mostraram que o compósito polimérico apresenta melhor comportamento em maiores frequências considerando o fenômeno de relaxação dos polímeros. Em maiores frequências não há tempo e o fenômeno necessita de maior energia, portanto as transições ocorrerão em maiores temperaturas.

As análises por microscopia de inspeção acústica mostram que há homogeneidade na distribuição de fibras e resina ao longo dos laminados e, que a falta de simetria do reforço leva ao empenamento do laminado o que afeta a medida devido a variação da distância entre o transdutor e o laminado. Além de gerar tensões residuais no material.

Os resultados da análise de digestão ácida mostraram percentuais volumétricos de fibras superiores ao teórico como conseqüência da boa permeabilidade do tecido fibroso.

Os compósitos apresentaram excelente comportamento em fadiga, com um intervalo mais curto definido entre 60% e 72% da máxima resistência à tração, equivalente a tensões entre 499 e 400 MPa. A delaminação ocorre entre 3% e 31% da vida em fadiga definida, ocorrendo mais rapidamente quanto maiores forem as tensões aplicadas.

As fractografias mostraram que a matriz deveria ser melhor tenacificada o que diminuiria a fragilidade do material e evitaria a susceptibilidade à deformações, falha coesiva e formação de *hackles* sob carregamento cíclico. No entanto proporciona boa adesão superficial fibra/matriz, especialmente com o tecido tipo *NCF*.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABARIS TRAINING. **Advanced Composites Structure: Fabrication and Fracture Repair**, Reno NV. (1998).

ABRAHAM. D., MATTHEWS, S., McLLHAGGER, R. A comparison of physical of glass fibre epoxy produced by wet lay-up with autoclave consolidation and resin transfer moulding. **Composites: part A**. 29 (1998) 795-801.

ADDEN S, HORST, P. Stiffness degradation under fatigue under multiaxially loaded non- crimp-fabrics. **International Journal of Fatigue** 32 (2010) 108 – 102.

ANDREUCCI, R . Aplicação Industrial: Ensaio por Ultrasom. **Abende**, (2003) 6-19.

ANTONUCCI, V., GIORDANO, M., NICOLAIS, L., DI VITA, G. “A simulation of the non-isothermal resin transfer molding process”. **Polymer Engineering and Science** 40 (12) (200) 2471-2481.

**ASTM D5023-99**, Standard test method for measuring the dynamic mechanical properties of plastics using three-point bending, 1999.

**ASTM D5024-95a**, Standard test method for measuring the dynamic mechanical properties of plastics in compression.

**ASTM D790 - 03**. Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials

**ASTM D790 - 03**. Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.

**ASTM STP 675**. (1979) Fatigue Mechanisms. Jeffrey T. fong, editor 762-779.

BAKER, A., DUTTON, S., KELLY, D. **Composite Materials for Aircraft Structures**. Second Edition, AIAA, (2004).

BAKER, D. STUART, D. KELLY. **Composite Materials for Aircraft Structures**. AIAA Education Series. 2<sup>nd</sup> edition. 2004. p.597.

BANG, K. G., KWON, J. W., LEE, D. G., LEE, J. W. Measurement of the degree of cure of glass fiber-epoxy composites using dielectrometry. **Journal of Materials processing technology**. 113 (2001) 209-214.

BELINGARDI, G, CAVATORTA, MG. Bending fatigue stiffness and strength degradation in cabon-glass/epoxy hybrid laminates: Cross-ply vs. angled-ply



- specimens. **International Journal of Fatigue** 28 (2006) 815 – 825.
- BICKERTON, S. STADTFELD, H. C. STEINER, ADVANI, S. G.. Design and application of actively controlled injection schemes for resin-transfer molding. **Composites Science and Technology** 61 (2001) 1625-1637.
- BRAHAM. D., MATTHEWS, S., McLLHAGGER, R. A comparison of physical of glass fibre epoxy produced by wet lay-up with autoclave consolidation and resin transfer moulding. **Composites: part A**. 29 (1998) 795-801.
- BRENT STRONG, A. **Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods and Applications**. First Edition, SME, Dearbon, Michigan, 1989, p.17.
- CAIRNS, D., HUMBERT, D. R., MANDELL, J. F. Modelling of resin transfer molding of composites materials with oriented unidirectional plies. **Composites: part A**. 30 (1999) 375-383.
- CALLISTER Jr, W. D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de materiais: uma abordagem integrada**. 2nd ed. 2005.
- CAMARGO, J. A. M., VOORWALD, H. J. C., CIOFFI, M O. H., COSTA, M. Y. P. Coating residual stress effects on fatigue performance of 7050-T7451 aluminum alloy, **Surface Coatings and Technology**, 201 (2007) 9448–9455
- CÂNDIDO, G. M.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Processamento de Laminados de Compósitos Poliméricos Avançados com Bordas Moldadas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia** 10 (2000) 31-41.
- CANEVAOLO Jr, S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. Artliber Editora. 2004 209-284.
- CARG, A. C. Interlaminar and intralaminar fracture in graphite/epoxy laminates. **Engineering Fracture Mechanism**. 23(4) (1986) 719-733.
- CARG, A. C. Interlaminar and intralaminar fracture in graphite/epoxy laminates. **Engineering Fracture Mechanism**. 23(6) (1986) 1031-1050.
- CARLSON, R. L., KARDOMATEAS, G. A. in **An introduction to Fatigue in metals and Composites**. Chapman & Hall. 1st ed. 1996.
- CHAND, N. DWIVEDI, U. K., SHARMA, M. K. Development and tribological behavior of UHMWPE filled epoxy gradient composites. **Wear** 262(1-2) (2007) 184-190.

- CHAWLA, K.K. *Fibrous Materials*, 1998, Cambridge University Press.
- CIOFFI, M. O. H., VOORWALD, H. J. C., CAMARGO, J. A. M., REZENDE, M. C., ORTIZ, E. C., AMBROSIO, L. Fractography analysis and fatigue strength of carbon fiber/RTM6 laminates. **Materials Science and Engineering: A**, 527 (15) (2010) 3609-3614.
- CIOFFI, M. O. H, VOORWALD, H. J. C., SHIINO, M. Y., REZENDE, M. C. **Advances in Mechanical Engineering Research**. Editora Nova Science Publishers, capítulo 6, 2011.
- COSTA, M. L.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. The influence of porosity on the interlaminar shear strength of carbon/epoxy and carbon/bismaleimide fabric laminates. **Composites Science and Technology** 61 (2001) 2101-2108.
- DANISMAN, M., TUNCOL, G., KAYNAN, A., SOZER, E. M. Monitoring of resin flow in the resin transfer molding (RTM) process using point-voltage sensors. **Composites Science and Technology** 67 (2007) 367–379.
- DENG, S., HOU, M., YE, L. Temperature-dependent elastic moduli of epoxies measured by DMA and their correlations to mechanical testing data. **Polymer Testing** 26 (2007) 803–813.
- DEGRIEK J, PAEPEGEM WV, Fatigue damage modelling of fibre-reinforced composite material: Review. **Applied Mechanics Review** 54 (4) (2011) 279-300.  
Disponível em: <[www.vectorply.com/reinforcemt/about.htm](http://www.vectorply.com/reinforcemt/about.htm)> .Acessado em: 22 de Novembro 2008.
- DUAN X, YAO WX. Multi-directional stiffness degradation induced by matrix cracking in composite laminates. **International Journal of Fatigue** 24 (2002) 119 – 125.  
Disponível em: <[www.vectorply.com/reinforcemt/about.htm](http://www.vectorply.com/reinforcemt/about.htm)>. Acessado em: 22 de Novembro 2011.
- EPAARACHCHI, J A. A study on estimation of damage accumulation of glass fibre reinforce plastic (GFRP) composites under a block loading situation. **Composite Structures** 75 (2006) 88–92.

- FARRAHI, G. H., LEBRUN, J. L. AND COURATIN, D. Effect of shot peening on residual stress and fatigue life of a spring steel. **Fatigue Fract. Engng mater. Struct.** 18 (2) (1995) 211 – 220,.
- FILIPCZYNSKI, L ., PAWLOWSKI, Z ., WEHR, J. Ultrasonic Methods of Testing Materials. Editora Butterworths, 1966.
- FONTANA, Q. P. V. Viscosity: thermal history treatment in resin transfer moulding process modelling. **Composites: part A.** 29A (1998) 153-158.
- FRANCO, L. A. L. Análise Fractográfica de Compósitos Poliméricos Estruturais. 2003. 168p. Dissertação de mestrado. Instituto Tecnológico da Aeronáutica. São José dos Campos
- GOROVAYA, T. A., KOROTKOK, V. N. Quick cure of thermosetting composites. **Composites: Part A.** 27 (1996) 953-960.
- GUAGLIANO, M. VERGANI, L. An approach for prediction of fatigue strength of shot peened components. **Engineering Fracture mechanics** 71 (2004) 501 – 512.
- GUDE, M., HUFENBACH, W., KOCH, I. Damage evolution of novel 3D textile-reinforced composites under fatigue loading conditions. **Composites Science and Technology** 70 (2010) 186–192.
- HILLERMEIER, R. W., SEFERIS, J.C. Interlayer toughening of resin transfer molding composites. **Composites: part A.** 32 (2001) 721-729.  
<http://allserv.rug.ac.be/~wvpaeppeg/compositesdpt/research/fatigue/composites.html>.  
 December, 27<sup>th</sup> 2005. 12:30 H.
- <http://www.io.tudelft.nl/research/lmb/fatigue/paris.html>. December, 27<sup>th</sup> 2005. 12:30 H.
- <http://www.tainstruments.com/pdf/TMA.pdf>. Novembro, 20 de novembro de 2011. 11:40 h.
- HULL, D., CLYNE, T. W. (1996) in: An Introduction to Composite Materials. **Cambridge Solid State Science. Series 1-8.**
- IMIELINSKA, K.; CASTAINGS, M.; WOJTYRA, R.; HARAS, J.; LE CLEZIO, E.; HOSTEN, B. Air-coupled ultrasonic C-scan technique in impact response testing of carbon fibre and hybrid: glass, carbon and Kevlar/epoxy composites. **Journal Materials Processing Technology** 157(158) (2004) 513–522.

- Jacob, A. (1999) *Reinforced plastics*. 43 82/83, 85, 87.
- KAS, Y. O.; KAYNAK, C. Ultrasonic (C-scan) and microscopic evaluation of resin transfer molded epoxy composite plates. *Polymer Testing* 24 (2005) 114-120.
- KRAUTKRÄMER, J., KRAUTKRÄMER, H. **Ultrasonic Testing of Materials**. 2a. Edição, New York, 1977.
- LARSEN, T. O. T. L., ANDERSEN, B., THORNING, M. E., VIGILD. The effect of particle addition and fibrous reinforcement on epoxy-matrix composites for severe sliding conditions **Wear** 264 (2008) 857–868.
- LARSEN, T. O., ANDERSEN, T. L., THORNING, B., VIGILD, M. E. The effect of particle addition and fibrous reinforcement on epoxy-matrix composites for severe sliding conditions. *In press*, **Wear** (2007).
- LARSSON, F., SVENSSOM, L. (2002) *Composites: part A*. 33221-231.
- LAWRENCE, J. M., HSIAO, K. T., DON, R. C., SIMACEK, P., ESTRADA, G., SOZER, E. M., STADFELD, H. C., ADVANI, S. G. An approach to couple mold design and on line control to manufacture complex composites parts by resin transfer molding. **Composites: part A**. 33 (2002) 981-990.
- LIN, M. Y., MRPHY, M. J., HAHN, H. T. Resin transfer molding process optimization. **Composites: part A**. 31(2000) 361-371.
- LOKAKOU, C., JOHARI, M. A. K., NORMAN, D., BADER, M. G. Measure techniques and effects on in-plane permeability of woven cloth in resin transfer molding. **Composites: part A**. 27 (1996) 401-408.
- LUNDSTROM, T. S. The permeability of non-crimp stitched fabrics. **Composites: Part A** 31 (2000) 1345-1353.
- LUO J, LIANG Z, ZHANG C, WANG B. Optimum tooling design for resin transfer molding with virtual manufacturing and artificial intelligence. **Compos Part A: Appl Sci Manuf** 2001;32(6):877–88.
- MAHRHOLZ, T. STÄNGLE, J. SINAPIUS, M. Quantitation of the reinforcement effect of silica nanoparticles in epoxy resins used in liquid composite moulding processes. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing** 40 (2009) 235-243.

- MATHEW, M.T., PADAHI N. V., ROCHA, L.A., GOMES, J.R., ALAGIRUSAMY R, DEOPURA, B.L., FANGUEIRO R. TRIBOLOGICAL properties of the directionally oriented warp knit GFRP composites. **Wear** 263 (2007) 930–938.
- MC GRANN, R. T. R., GREVING, D. J., SHADLEY, J. R., RYBICKI, E. F., KRUECKE, T. L. AND BOGDER, B. E. The effect of coating residual stress on the fatigue life of thermal spray coated steel and aluminum. **Surface and coatings Technology** 108 – 109 (1998). 59 – 64.
- McILHAGGER, A., BROWN, D., HILL, B. The development of a dielectric system for the on-line cure monitoring of the resin transfer moulding process. **Composites: part A**. 31 (2000) 1373-1381
- MELO, J. D. D., RADFORD, W. R. Time and temperature dependence of the viscoelastic properties of CFRP by dynamic mechanical analysis. **Composite Structures** 70 (2005) 240–253
- MIKHALUK, T. C., TRUONG, A. I., LOMOV, S.V., VERPOEST, I. Experimental observations and finite element modeling of damage initiation and evolution in carbon/epoxy non-fabric composites. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 10 (2000).
- MORREN, G., BOTTIGLIERI, M., BOSSUYT, S., SOL, H., LECOMPTE, D., VERLEYE, B., LOMOV. S. V. A reference specimen for permeability measurements of fibrous reinforcements for RTM. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing** 40 (2009) 244-250.
- MORREN, G.; BOSSUYT, S.; SOL, H. 2D permeability tensor identification of fibrous reinforcements for RTM using an inverse method. **Composites: Part A** 39 (2008) 1530-1536.
- MYSHKIN, N.K., PETROKOVETS, M.I., KOVALEV A.V. Tribology of polymers: Adhesion, friction, wear, and mass-transfer. **Tribology International** 38 (11-12) (2006) 910-921.
- NASCIMENTO, M.P., SOUZA, R.C., MIGUEL, I.M., PIGATIN, W.L. AND VOORWALD, H.J.C. Effects of tungsten carbide thermal spray coating by HP/HVOF and hard chromium electroplating on AISI 4340 high strength steel. **Surface and coatings Technology**, 138(2-3) (2001) 113-124.

NEPOMUCENO, L. X. **Tecnologia Ultrassônica**. Editora Edgard Blücher, São Paulo, 1980.

NIELSEN D, PITCHUMANI R. Intelligent model-based control of preform permeation in liquid composite molding processes, with online optimization. **Compos Part A: Appl Sci Manuf** 32(12) (2001)1789–803.

NILSSON, K. F. Delamination buckling and growth for delamination at different depths in a slender composite panel. **Intern. J. Solids and Structures**, 26 (2001) 3039-3071.

NORDLUND, M.; LUNDSTROM, T. S.; FRISHFELDS, V.; JAKOVICS, A. Permeability network model for non-crimp fabrics. **Composites: Part A** 37 (2006) 826-835.

OPALICKI, M., KENNY, J.M., NICOLAIS, L. Cure kinetics of neat and carbon-fiber-reinforced TGDDM/DDS epoxy system. **Journal of Applied Polymer Science**. 61 (1996) 1025–1037.

OULEVEY, F., BURNHAM, N. A. GREMAUD, G., KULIK, A. J., POLLOCK, H. M., HAMMICHE, A., READING, M., SONG, M., HOURSTON, D. J. Dynamic mechanical analysis at the submicron scale. **Polymer**. 41 (2000) 3087-3092.

PADMANABHAN SK, PITCHUMANI R. Stochastic modeling of nonisothermal flow during resin transfer molding. **Int J Heat Mass Transfer** 42(16) (1999) 3057–70.

PALARDY, G., HUBERT, P., HAIDER, M., LESSARD, L. Optimization of RTM processing parameters for Class A surface finish. **Composites: part B** 39 (2008) 1280-1286.

PANDITA, S. D., HUYSMANS, G., WEVERS, M., VERPOEST, I. (2001) **Composites: Part A**. 32 1533-1539.

PARNAS, R. S. Liquid Composite Molding. Hans Publishers. Alemanha 2000.

PEARCE, N. R. L., SUMMERSCALES J., GUILD, F.J. Improving the resin transfer moulding process for fabric-reinforced composites by modification of the fabric architecture. **Composites: part A**. 31 (2000) 1433-1441.

POTTER, K.D. The early history of the resin transfer moulding process for aerospace applications. **Composites: part A**. 30 (1999) 619-621.

- PRABHAS BHAT, JUSTIN MEROTTE, PAVEL SIMACEK, SURESH G. ADVANI. Process analysis of compression resin transfer molding. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, In Press, Corrected Proof, Available online 20 January 2009.
- PURSLOW, D. Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites. **Composites** 17, (1986) 289-303.
- REIHART, T. J. ENGINEERED MATERIALS HANDBOOK. Composites. An introduction to composites. **ASM International**.(1) (1989) 27-34.
- RESTREPO, O., HSIAO, K., RODRIGUEZ, A., MINAIE, B. Development of adaptive injection flow rate and pressure control algorithms for resin transfer molding. **Composites: part A** 38 (2007) 1547-1568.
- REZENDE, M. C., BOTELHO, E. C. O. Uso de Compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.10, p e4-e10, 2000.
- RUDD, C. D., TURNER, M. R., LONG, A. C., MIDDLETON, V. Tow placement studies for liquid composites moulding. **Composites: part A**. 30 (1999) 1105-1121.
- RUIZ, E.; ACHIM, V.; SOUKANE, S.; TROCHU, F.; BREARD, J. Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites. **Composites Science and Technology** 66 (2006) 475-486.
- RUZEK, R.; LOHONKA, R.; JIRONC, J. Ultrasonic C-Scan and shearography NDI techniques evaluation of impact defects identification. **NDT&E International** 39 (2006) 132-142.
- SALEKEEN, S., JONES D. L. Fatigue response of thick section fiberglass/epoxy composites. **Composites Structures** 79 (1) (2007) 119-124.
- SOHN, M. S., HU, X. Z. Comparative study of dynamic and static delamination behaviour of carbon fibre/epoxy composite laminates. **Composites**, 26(12)(1995) 849-858.
- SOUZA, R. C., NASCIMENTO, M. P., VOORWALD, H. J. C. AND PIGATIN, W. L. The effect of WC – 17 Co thermal spray coating by HVOF and hard chromium electroplating on the fatigue life and abrasive wear resistance of AISI 4340 high strength steel. **Corrosion reviews**, 21 (1) (2003) 75 – 96.

- SREEKUMAR, P. A.; JOSEPH, K.; UNNIKRISHNAN, G.; THOMAS, S. A comparative study on mechanical properties of sisal-leaf fibre-reinforced polyester composites prepared by resin transfer and compression moulding techniques. **Composites Science and Technology** 67 (2007) 453-461.
- STARKE JR., E. A., STALEY, J.T. Application of modern aluminum alloys to aircraft. **Progress in aerospace Science** 32(1995) 131 – 172.
- STRONG, A.B., Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, methods, and Applications. **Society of Manufacturing Engineers** (1989) 134-136.
- TAN, H.; ROY, T.; PILLAI, K. M. Variations in unsaturated flow with flow direction in resin transfer molding: An experimental investigation. **Composites: Part A** 38 (2007) 1872-1892.
- TORRES, M. A. S. AND VOORWALD, H. J. C. An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel. **International Journal of Fatigue**, Vol. 24, pp. 877-886, 2002.
- TSANZALIS, S.; KARAPAPPAS, P.; VAVOULIOTIS, A.; TSOTRA, P.; PAIPETIS, A.; KOSTOPOULOS, V.; FRIEDRICH, K. Enhancement of the mechanical performance of an epoxy resin and fiber reinforced epoxy resin composites by the introduction of CNF and PZT particles at the microscale. **Composites: Part A**, v.38, p 1076, 2007.
- TUNCOL, G.; DANISMAN, M.; KAYNAR, A.; SOZER, E. M. Constraints on monitoring resin flow in the resin transfer molding (RTM) process by using thermocouple sensors. *Composites: Part A* 38 (2007) 1363-1386.
- VASILIEV, V. V.; E. V. MOROZOV. **Mechanics and Analysis of Composite Materials**. Editora Elsevier, 1a. Edição, Inglaterra, 2001.
- VOORWALD, H. J. C., SOUZA, R. C., PIGATIN, W. L. AND CIOFFI, M. O. H. Evaluation of WC – 17 Co and WC – 10 Co Cr thermal spray coatings by HVOF on the fatigue and corrosion strength of AISI 4340 steel. **Surface & Coatings technology** 190(2005) 155 – 164.
- W.A. Walbran, S. Bickerton, P.A. Kelly. Measurements of normal stress distributions experienced by rigid liquid composite moulding tools. **Composites: Part A** 40 (2009) 1119–1133.



- WANG, S., LI YONGJUN, YAO M. AND WANG, R. Fatigue limits of shot – peened metals. *Journal of Materials Processing Technology* 73 (1998) 57 – 63.
- WEIBULL, W. A statical distribution function of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics*. 18 (1951) 292-302.
- WEITZENBÖCK, J. R., SHENOI, R. A., WILSON, P. A. Radial flow permeability measurement. Part A: Theory. *Composites: Part A*. 30 (1999) 781-796.
- WILLIAMS. J. C. AND STARKE JR., E.A. progress in structural materials for aerospace systems. *Acta Materialia*, Vol. 51, pp. 5775-5799, 2003.
- WU, F., YAO, W. A fatigue damage model of composite materials. *Internacional Jornal of Fatigue* 32 (2010) 134–138.
- [www.hecxelcomposites.com](http://www.hecxelcomposites.com). December, 27<sup>th</sup> 2005. 12:20 H.
- YAMANI, A. A cost effective development of an ultrasonic A-scans database for high-temperature hydrogen attack. *NDT & International*, v.41, p163-168, 2008.
- YANG, J, JIA, Y. X., SUN, S., MAC, D. J., SHI, T. F., AN, L. J. Enhancements of the simulation method on the edge effect in resin transfer molding processes. *Materials Science and Engineering A* 478 (2008) 384–389
- YOUNG, H. D., FREEDMAN, R. A. *Sears and Zemansky's University Physics: with modern physics*. Editora Pearson, 12a. ed., San Francisco, 2008.
- YOUNG, W. B., LAI, C. L. Analysis of the edge effect in resin transfer molding. *Composites: part A*. 28 (1997) 817-822.
- ZHANG H., WANG X. (2009). Synthesis and properties of microencapsulated n-octadecane with polyurea shells containing different soft segments for heat energy storage and thermal regulation. *Solar Energy Materials & Solar Cells* 93 (2009) 1366–1376.
- ZHANG PQ, RUAN JH, LI WZ. Influence of some factors on the damping property of fiber-reinforced epoxy composites at low temperature. *Cryogenics* 41 (2001) 245–51.