

unesp  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

CAMILA HARUMI YOSHIDA

**FLEXÃO E ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA DE COMPÓSITOS 5HS E
NCF COM RESINA EPÓXI MONOCOMPONENTE PRODUZIDOS POR RTM**

Guaratinguetá
2012
CAMILA HARUMI YOSHIDA

FLEXÃO E ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA DE COMPÓSITOS 5HS E
NCF COM RESINA EPÓXI MONOCOMPONENTE PRODUZIDOS POR RTM

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Marcos Yutaka Shiino
Co-Orientador: Prof. Maria Odila Hilário Cioffi

Guaratinguetá
2012

Yoshida, Camila Harumi
Y655f Flexão e análise dinâmico-mecânica de compósitos 5HS e NCF com resina epóxi monocomponente produzidos por RTM / Camila Harumi Yoshida – Guaratinguetá : [s.n], 2012.
56 f. : il.
Bibliografia: f. 54-56

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2012.
Orientador: Prof. Dr. Marcos Yutaka Shiino
Coorientadora: Prof^ª Dr^ª Maria Odila Hilário Cioffi

1. Materiais compostos 2. Análise térmica I. Título

CDU 620.1

**FLEXÃO E ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA DE COMPÓSITOS 5HS E
NCF COM RESINA EPÓXI MONOCOMPONENTE PRODUZIDOS POR RTM**

CAMILA HARUMI YOSHIDA

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
“GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS”

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. MARCOS VALÉRIO RIBEIRO
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


MARCOS YUTAKA SHIINO
Orientador/UNESP-FEG


Prof. Dr. ROGÉRIO LAGO MAZUR
UNESP-FEG


Prof. Dra. MIDORI YOSHIKAWA PITANGA
UNESP-FEG

Agosto de 2012

DADOS CURRICULARES

CAMILA HARUMI YOSHIDA

NASCIMENTO 22.04.1989 – SÃO PAULO / SP

FILIAÇÃO Natalino Tako Yoshida
Marina Tiyoko Yoshida

2008/2012 Curso de Graduação
Engenharia de Materiais – Universidade Estadual
Paulista Júlio de Mesquita Filho – Campus de
Guaratinguetá

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço meus pais, *Natalino e Marina*, que sempre me apoiaram em minhas decisões e incentivaram meus estudos,

aos meus orientadores *Marcos Yutaka Shiino e Prof. Maria Odila Hilário Cioffi*, pela dedicação e orientação, sem os quais este estudo não seria possível,

à PIBIC-CNPq pela oportunidade de desenvolvimento de minha iniciação científica, auxiliando financeiramente e incentivando a participação em congressos,

ao Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos, pela infra-estrutura possibilitando a realização do estudo em questão,

e por último, porém não menos importante, aos meus amigos e minha república, que me deram todo o suporte como minha segunda família.

“Nossas dúvidas são traidoras e nos fazem perder o
bem que às vezes poderíamos ganhar
pelo medo de tentar.”

William Shakespeare

YOSHIDA, C. H. **Flexão e análise dinâmico-mecânica de compósitos 5HS e NCF com resina epóxi monocomponente produzidos por RTM**. 2012. 55 f. Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

RESUMO

Visando estudar a distribuição de resina e a homogeneidade de placas compósitas processadas via RTM, foi utilizada resina epóxi monocomponente tenacificada CYCOM 890 em duas diferentes configurações de fibras de carbono de modulo intermediário (IM): *Satin Weave* (5HS) e não dobrável (NCF). Os parâmetros de injeção foram determinados a partir de análise termogravimétrica (TG), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análises reológicas. Após o processamento, a impregnação resina/reforço foi estudada com o auxílio do ensaio não destrutivo por ultrassom, análise termogravimétrica, calorimetria exploratória diferencial, análise dinâmico-mecânica (DMA) e o ensaio de flexão de três pontos. Desta forma, pôde-se observar uma tensão interna residual após o resfriamento em ambos os materiais, sendo maior no compósito formado pelo NCF devido à assimetria das camadas de fibra, embora seja comprovada uma boa proporção fibra-matriz ao longo das placas a partir do baixo desvio dos valores de módulo de elasticidade encontrados. O DMA possibilitou a visualização da transição vítrea (T_g) e sua associação com a interação e movimentação inter e intramolecular, permitindo concluir que o compósito formado por NCF apresentou menor impregnação devido à menor T_g , quando comparado ao compósito *Satin Weave*.

PALAVRAS-CHAVE: RTM, Resina Epóxi, NCF, *Satin Weave*, Ensaio de Flexão, Análise térmica, Ultrassom.

YOSHIDA, C. H. **Flexural tests and Dynamic Mechanical Analysis in NCF and 5HS with Monolithic Epoxy Resin Composites Manufactured by RTM.** 2012. 55 f. Work Undergraduate Materials Engineering - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

ABSTRACT

In order to study resin distribution and homogeneity of composite laminates manufactured by RTM, it was used CYCOM 890 monolithic toughened epoxy as a matrix with two different configurations of intermediated modulus (IM) carbon fibers: Satin Weave (5HS) and non crimp fabric (NCF). The injection parameters were defined based on Thermo Gravimetric Analysis (TG), Differential Scanning Calorimetry (DSC) and rheological analysis. After processing the material, the resin/fiber impregnation was studied using ultrasonic test, Thermo Gravimetric Analysis, Differential Scanning Calorimetry, Dynamic Mechanical Analysis (DMA) and flexural tests. Therefore, it was able to observe an internal residual stress during the cooling process in both laminates, higher in the composite using NCF fabric due to the lack of symmetry, although a good proportion of fiber/matrix has been verified by the lower values of flexural modulus deviation. The DMA enabled the visualization of glass transition and its association with the inter and intra molecular interaction and movement, in which the NCF composite presented better permeability due to the lowest temperature of glass transition, when compared to the Satin Weave composite.

KEYWORDS: RTM, Epoxy Resin, NCF, Satin Weave, Flexural tests, Thermal Analysis, Ultrasound.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Ligação química de uma resina epóxi diglicidil estrutura éter do bisfenol A DGEBA	19
Figura 2 - Exemplo de tecido Satin Weave 5HS.....	21
Figura 3 - Exemplo de tecido NCF	21
Figura 4 - Esquema ilustrativo do equipamento de RTM	23
Figura 5 - Esquema de ultrassom por imersão em água.....	24
Figura 6 - Escala de cores do método C-scan.	25
Figura 7 - Esquema ilustrativo de um equipamento para análise termogravimétrica. ...	27
Figura 8 - Tipos de carga aplicada para análise dinâmico-mecânica (ANASYS, acesso em 01/08/2012).....	30
Figura 9 - Representação esquemática do dispositivo de ensaio de flexão em três pontos.....	31
Figura 10 - Molde para o compósito processado via RTM.....	33
Figura 11 - Equipamento RTM	34
Figura 12 - Equipamento de ultrassom por imersão em água.	37
Figura 13 - Ensaio de flexão do compósito processado	37
Figura 14 - Localização da retirada dos corpos de prova para ensaio de flexão do laminado a)NCF e b)Satin Weave.....	38
Figura 15 - Calorimetria Exploratória Diferencial da resina epóxi antes da cura.....	39
Figura 16 - Calorimetria Exploratória Diferencial da resina epóxi após a cura.....	40
Figura 17 - Análise termogravimétrica da resina CYCOM.	41
Figura 18 - Viscosidade da resina CYCOM em diferentes temperaturas.	42
Figura 19 - Termogravimetria do compósito utilizando a preforma NCF.	43
Figura 20 - Termogravimetria do compósito utilizando o tecido Satin Weave.	43
Figura 21 - Gráfico do ensaio dinâmico-mecânico do compósito NCF/Epóxi, com frequência de 50 Hz.....	45
Figura 22 - Gráfico do ensaio dinâmico-mecânico do compósito Satin Weave/Epóxi, com frequência de 50Hz.....	46
Figura 23 - Mapeamento C-Scan a) da área intermediária; e b) do eco de fundo da placa do compósito pelo método do ultrassom.	48
Figura 24 - Mapeamento da segunda placa processada a) com gráficos A-Scan; b) C-Scan.	49
Figura 25 - Mapeamento C-Scan para a terceira placa processada.....	50
Figura 26 - Mapeamento C-Scan da placa processada utilizando o tecido Satin Weave 5HS: a) utilizando transdutor de 2.25 MHz; e b) transdutor de 10 MHz.....	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades dos compósitos vidro/epóxi, carbono/epóxi e aramida/epóxi (Callister, 2008).....	17
Tabela 2 - Propriedades de Polímeros	18
Tabela 3 - Dados do ensaio de flexão obtidos para cada corpo de prova do compósito NCF/epóxi e Satin Weave/epóxi.....	52

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DMA	- Dynamic Mechanical Analysis – Análise Dinâmico-Mecânica
DSC	- Differential Scanning Calorimetry – Calorimetria Exploratória Diferencial
NCF	- Non Crimp Fabric – Tecido não dobrável
RTM	- Resin Transfer Molding – Moldagem por Transferência de Resina
TG	- Termogravimetria

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. DESENVOLVIMENTO	16
2.1. Revisão de literatura.....	16
2.1.1. Compósitos.....	16
2.1.2. Matrizes.....	17
2.1.3. Reforços	19
2.1.4. Processo RTM.....	22
2.1.5. Inspeção por Ultrassom.....	23
2.1.6. Análise Térmica	25
2.1.6.1. Termogravimetria (TG).....	26
2.1.6.2. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	28
2.1.6.2.1. DSC de fluxo de calor	28
2.1.6.2.2. DSC de compensação de potência	29
2.1.6.3. Análise Dinâmico-Mecânica (DMA).....	29
2.1.7. Ensaio de Flexão	31
3. MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1. Molde	33
3.2. Moldagem por Transferência de Resina (RTM).....	33
3.3. Matriz.....	34
3.3.1. Análise Térmica	34
3.4. Reforço.....	35
3.5. Processamento.....	35
3.6. Análise Térmica do compósito	36
3.7. Inspeção por Ultrassom.....	36
3.8. Flexão.....	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
4.1. Matriz.....	39
4.1.1. Análise Térmica	39
4.1.2. Estudo da Viscosidade	41
4.2. Compósito Processado	42
4.2.1. Análise Termogravimétrica.....	42
4.2.2. Análise Dinâmico Mecânica	44
4.2.3. Inspeção por Ultrassom.....	47
4.2.3.1. Ultrassom do NCF	47
4.2.3.2. Ultrassom do Satin Weave.....	50
4.2.4. Ensaio de Flexão	51
5. CONCLUSÃO	53
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	54

1. INTRODUÇÃO

Materiais compósitos vêm sendo amplamente utilizados, desde aplicações aeroespaciais, construção civil e até equipamentos esportivos. Esta gama variada se dá devido às excelentes propriedades mecânicas e térmicas, associados à baixa densidade que estes apresentam. (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004; DENG et al, 2012)

As propriedades mecânicas de compósitos formados por matrizes poliméricas são altamente influenciadas pelos parâmetros utilizados em seu processamento. Para a moldagem por transferência de resina (RTM), a viscosidade e a pressão de injeção são responsáveis pela boa impregnação da resina no tecido e homogeneização pela placa (GOPAL; ADALI; VERIJENKO, 2000). Caso haja deficiência nestes fatores, a estrutura do material será comprometida, pois quando aplica-se uma carga no compósito, a matriz é a responsável pela transferência de esforço entre as fibras e distribuição uniforme da força (HAN et al, 2012).

A determinação do ciclo de cura também é fundamental, uma vez que a resina polimérica pode contrair até 6% durante a formação de ligações cruzadas e possui elevado coeficiente de expansão térmica, o que gera uma elevada deformação durante o resfriamento. Em contrapartida, as fibras de carbono sofrem pequena alteração com aquecimento e possuem baixo coeficiente de expansão térmica. Devido a esta diferença de comportamento, surgem tensões internas residuais no material, prejudicando o desempenho mecânico do material e podendo gerar microtrincas internas (GOPAL; ADALI; VERIJENKO, 2000). Este fenômeno ocorre principalmente em laminados quase isotrópicos com orientação [45n/90n/-45n/0n]s e [45/90/-45/0]ns e tecidos tramados assimétricos [0m/90n] (PARK et al, 2012).

Desta forma, este estudo compreende a análise do processamento de placas compósitas por Moldagem por Transferência de Resina (RTM), visando obter um material homogêneo, com boa adesão na interface fibra/matriz e que apresente propriedades mecânicas e térmicas satisfatórias. Para tal, foi comparado o comportamento térmico e mecânico de placas compósitas utilizando dois tipos de tecidos, ambos com resina epóxi, com temperatura e pressão de processamento semelhantes e seus parâmetros previamente estudados.

2. DESENVOLVIMENTO

2.1. Revisão de literatura

2.1.1. Compósitos

Os compósitos são materiais formados pela combinação de dois ou mais constituintes com diferentes propriedades e composições, visando obter um material com características superiores em relação a cada componente separadamente. Normalmente são constituídos por uma matriz reforçada com fibras, sendo a matriz responsável pela transferência de esforços mecânicos e pela integração de seus componentes (NETO; PARDINI, 2006).

As propriedades mecânicas do material compósito dependem tanto do tipo de matriz e de reforço utilizados quanto da orientação das fibras e das frações volumétricas de cada componente. Desta forma, podem ser formados inúmeros tipos de compósitos, tornando possível a produção de um material com propriedades únicas que atenda aos requisitos do projeto (NETO; PARDINI, 2006).

A Tabela 1 mostra a comparação entre compósitos formados por vidro/epóxi, carbono/epóxi e aramida/epóxi, sendo este último conhecido como Kevlar. Tais dados podem variar dependendo da orientação das fibras, do método de processamento e da forma em que o reforço é utilizado, entre outros. Assim, a Tabela 1 representa apenas uma comparação estimada entre estes materiais, devendo então ser realizado um estudo específico do material a ser utilizado.

Tabela 1 - Propriedades dos compósitos vidro/epóxi, carbono/epóxi e aramida/epóxi (Callister, 2008).

Propriedades	Compósito		
	Vidro/Epóxi	Carbono/Epóxi	Aramida/Epóxi
Densidade Relativa	2,1	1,6	1,4
Módulo de Tração (GPa)			
Longitudinal	45	145	76
Transversal	12	10	5,5
Limite de Resistência à Tração (MPa)			
Longitudinal	1020	1240	1380
Transversal	40	41	30
Deformação no Limite de Resistência à Tração			
Longitudinal	2,3	0,9	1,8
Transversal	0,4	0,4	0,5

2.1.2. Matrizes

As matrizes podem ser poliméricas, metálicas ou cerâmicas. Estas transferem a força para as fibras, as separam para evitar falhas de fibras adjacentes, quando estas falham, e as protegem do meio em que se encontram. A força de compressão longitudinal, a força de tração transversal e a força de cisalhamento estão diretamente relacionadas à matriz (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004). Normalmente, por se degradar a uma temperatura muito mais baixa do que a fibra de reforço, é a matriz que determina a temperatura máxima de serviço (CALLISTER, 2008).

As resinas poliméricas podem ser divididas em dois sub-grupos: as termorrígidas e as termoplásticas. O primeiro grupo é formado por longas cadeias moleculares com ligações cruzadas, que não podem ser recicladas ou remodeladas. Os polímeros termorrígidos permitem a produção de compósitos a baixa temperatura e pressão, já que passam por um estágio de baixa viscosidade antes de polimerizar (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004). Os polímeros termoplásticos possuem maior tenacidade à fratura, maior resistência ao impacto e maior tolerância a danos, porém

são passíveis de deformações plásticas quando submetidos a tensões (NETO; PARDINI, 2006).

Uma característica de elevada importância dos polímeros é a temperatura de transição vítrea, T_g , que determina a temperatura máxima de aplicação do material, uma vez que acima desta temperatura as propriedades do polímero sofrem elevada degradação (GOERTZEN; KESSLER, 2007). Geralmente ocorre em uma faixa de temperatura, e é a região em que as cadeias poliméricas apresentam maior mobilidade entre si.

A Tabela 2 mostra as propriedades de alguns tipos de matrizes poliméricas.

Tabela 2 - Propriedades de Polímeros (NETO; PARDINI, 2006) (VICK, Acesso em 08/06/09) (HEXCEL, Acesso em 16/06/09).

Propriedades	Polímeros			
	Epóxi	Bismaleimida	Nylon	Polietileno
Massa Específica (g/cm ³)	1,15 - 1,20	1,22 - 1,35	1,1 - 1,2	0,90 - 0,97
Resistência à Tração (MPa)	56 - 83	45 - 90	65,7	6,9 - 16
Módulo de Elasticidade (GPa)	2,1 - 5,5	3,0 - 4,5	2,4	0,98
Resistência à Flexão (MPa)	132	100 - 150	13000	-
Módulo em Flexão (GPa)	3,3	3,0 - 4,5	2,9 - 3,5	0,49 - 0,98
Deformação de Ruptura (%)	4,5 - 5,5	1,5 - 6,0	20	70

A matriz epóxi é de origem polimérica, e destaca-se dentre os tipos de matrizes devido a sua estabilidade química, por ser um dos termorrígidos mais inertes e por possuir boa estabilidade dimensional em serviço. Apresenta alta resistência à tração e módulo de elasticidade, de fácil processamento e boa resistência química e térmica (RUSHING; THOMPSON; CASSIDY, 1994). O compósito formado por resina epóxi apresenta um bom desempenho mecânico devido principalmente à ótima impregnação e aderência às fibras (TOLDY; SZOLNOKI; MAROSI, 2011).

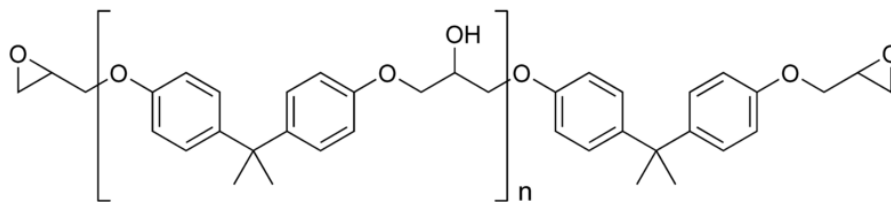


Figura 1 - Ligação química de uma resina epóxi diglicidil estrutura éter do bisfenol A DGEBA (NETO; PARDINI, 2006).

A polaridade dos grupos éteres e hidroxilas alifáticas, observado na Figura 1, proporciona uma alta adesão, criando forças de interação e minimizando problemas relativos à interface resina/reforço. Isto faz com que a matriz epóxi seja altamente utilizada como adesivo e revestimento (RUSHING; THOMPSON; CASSIDY, 1994).

A matriz epóxi é indicada por possuir baixa viscosidade, ideal para impregnação de fibras secas pelo processo RTM (TEWFIC; SARHADI, 2000). Neste trabalho, é utilizado o sistema epoxi monocomponente, ou seja, com a resina previamente catalisada pelo fabricante.

2.1.3. Reforços

Os reforços para compósitos podem ser encontrados como fibras contínuas, picadas ou em partículas. As fibras apresentam menor número de falhas ao reduzirem seu diâmetro, pois quanto mais finos, os materiais tendem a apresentar menor número de defeitos, tornando sua resistência muito próxima à resistência teórica do material. As fibras não têm utilidade estrutural se não forem aglutinadas por uma matriz (NETO; PARDINI, 2006).

As fibras de carbono são manufaturadas pela pirólise controlada de precursores orgânicos, que consiste em seu tratamento térmico, removendo oxigênio, nitrogênio e hidrogênio, dando origem às fibras de carbono (NETO; PARDINI, 2006).

O precursor mais utilizado para a obtenção de fibras de carbono é a poliácridonitrila (PAN), que consiste em um polímero atático, linear que contém grupos nitrila altamente polares atrelados à estrutura principal de carbonos. As fibras

de carbono são materiais transversalmente isotrópicos. Outros precursores utilizados em menor escala são o piche e o rayon (NETO; PARDINI, 2006).

Comercialmente são encontrados três tipos de fibras: alto módulo (HM), módulo intermediário (IM) e alta resistência (HS) (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004). Apesar da fibra HM ser muito atrativa, com seu módulo maior que 540GPa, sua superfície apresenta alta inércia, devido ao alto alinhamento de sua estrutura, gerando fraca adesão entre a fibra e matriz epóxi e, portanto, apresentando baixa resistência ao cisalhamento interlaminar (entre 50 MPa e 70 MPa) (GAO; MADER; ZHANDAROV, 2004).

O crescente uso de fibras de carbono deve-se à obtenção de componentes com maior resistência mecânica e rigidez específicas (REZENDE; BOTELHO, 2000). Estas apresentam os maiores módulos específicos e as maiores resistências específicas dentre todos os materiais fibrosos de reforços, mesmo a temperaturas elevadas. À temperatura ambiente, estas fibras não são afetadas pela umidade ou pela maioria dos solventes, ácidos e bases. No entanto, sua oxidação a elevadas temperaturas pode ser um problema (CALLISTER, 2008).

Para a utilização de fibras em compósitos, estas são predominantemente arranjadas sob a forma de tecidos, as quais recebem uma pré-impregnação geralmente de resina epóxi, formando os pré-impregnados (prepregs) (ASM INTERNATIONAL, 1995). Quando curados a alta temperatura e pressão, são atingidas excelentes propriedades estruturais (HEXCEL, Acesso em 02/03/09). Contudo, na maioria das aplicações, o uso de prepregs implica em altos custos e limitações quanto à complexidade geométrica de alguns artefatos, tornando sua utilização limitada quando comparada à utilização de tecidos secos, adequados para o processo RTM (RUDD et al, 1999).

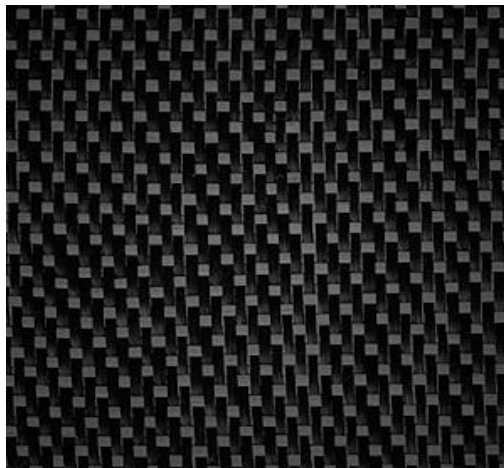


Figura 2 - Exemplo de tecido Satin Weave 5HS

Neste projeto serão utilizados os tecidos Non Crimp Fabric (NCF), conforme Figura 3, e o Satin weave 5HS (Figura 2). O NCF apresenta duas ou mais camadas de fibras unidirecionais de carbono, unidas umas às outras por linhas de diferentes materiais. A orientação das camadas pode variar podendo-se produzir até um tecido multiaxial. A vantagem é que não ocorrem dobramentos de feixes de fibras, como nos tecidos entrelaçados normais, se as camadas de tecido estiverem unidas. As fibras eretas proporcionam melhores propriedades, como maiores resistências à tração, flexão, fadiga e ao impacto (TSANZALIS et al, 2007).

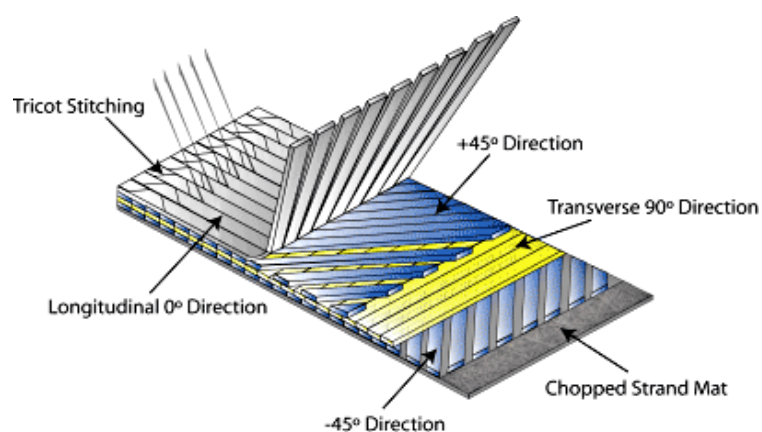


Figura 3 - Exemplo de tecido NCF (HEXCEL, Acesso em 02/03/09).

2.1.4. Processo RTM

O processo RTM foi efetivamente utilizado no início da década de 70. Este nome se dá devido à transferência da resina localizada no vaso de injeção adjacente à câmara do molde (NETO; PARDINI, 2006).

O RTM permite a fabricação de peças em larga escala e de elevada complexidade, podendo possuir grande espessura e tamanho; porém, o tamanho da peça produzida depende do tamanho do molde utilizado. Para a fabricação de compósitos formados por matrizes poliméricas, este processo proporciona um custo relativo significativamente menor, já que não necessita de elevadas pressões de moldagem e as temperaturas de processo estão abaixo de 300°C. Por possuir molde fechado, não há a liberação de voláteis e, portanto, protege o operador de absorção de gases tóxicos (NETO; PARDINI, 2006). Desta forma, o processo RTM torna-se muito interessante para a produção do compósito em questão.

Para realização do processo, o reforço seco ou a preforma são dispostos no molde, com geometria e orientação definidos, como mostrado na Figura 4. Após o fechamento do mesmo, a resina polimérica de baixa viscosidade é injetada por meio de uma ou mais válvulas dispostas na câmara do molde, sob baixa pressão, para que não haja movimentação do reforço. Durante o tempo de infiltração, a resina flui pelo reforço uniformemente, e o ar é retirado por válvulas localizadas em regiões opostas à injeção. Há então o aquecimento do molde, tornando possível o processo de cura da amostra e sua remoção do molde (NETO; PARDINI, 2006).

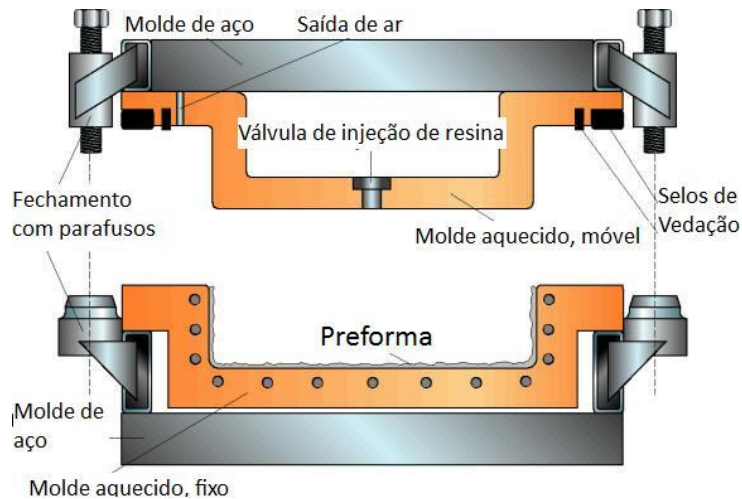


Figura 4 - Esquema ilustrativo do equipamento de RTM (PLASTECH, Acesso em 22/05/09).

As peças produzidas pelo método RTM possuem bom acabamento em ambas as faces, uma vez que os moldes são rígidos tanto na superfície superior quanto inferior (NETO; PARDINI, 2006).

O pré-aquecimento da resina, o tempo de injeção e a temperatura de moldagem são definidos a partir de estudos da resina utilizada. Caso a temperatura seja muito alta, a resina se solidificará antes do preenchimento do molde; caso seja muito baixa, a viscosidade da resina impedirá seu fluxo pelo reforço (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

2.1.5. Inspeção por Ultrassom

A inspeção por ultrassom foi introduzida na indústria em 1945, impulsionada pela necessidade de garantir a qualidade do material produzido (ANDREUCCI, 2008).

Qualquer que seja o processo de manufatura do compósito, sempre haverá o risco de ocorrerem falhas e discontinuidades no material. Tais fatores influenciam nas propriedades mecânicas, podendo causar falhas no produto. Desta forma, é necessário que sejam feitos testes não-destrutivos para detectar defeitos estruturais antes do uso do material produzido. O ultrassom consiste na propagação e medição de pulsos sonoros através do material (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

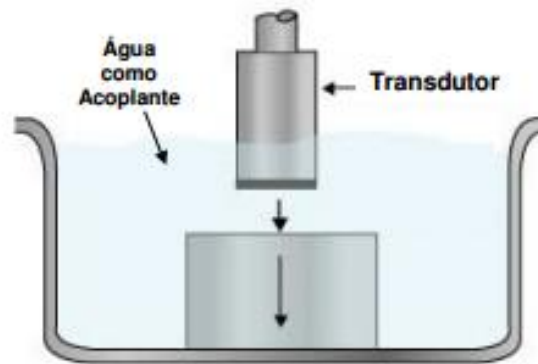


Figura 5 - Esquema de ultrassom por imersão em água (ANDREUCCI, 2008).

O pulso ultrassônico é emitido a partir de um transdutor encontrado acima do material imerso em água, como pode ser visualizado na Figura 5. O pulso é refletido na superfície e retorna ao mesmo transdutor, que neste caso age como receptor dos sinais ultrassônicos (Pulso-eco). A água atua como agente acoplante, e providencia uma transmissão e recepção mais eficiente do pulso (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004). Os pulsos recebidos são convertidos em sinais eletrônicos e transmitidos para o programa no computador, que apresenta uma imagem da varredura do material (ANDREUCCI, 2008).

A diferença de intensidade entre as ondas emitidas e as ondas recebidas permite a detecção de falhas e defeitos estruturais do material, já que estes causam uma reflexão ou dispersão das ondas ultrassônicas incidentes (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

Os resultados foram obtidos pelos métodos A-Scan e C-Scan. O A-Scan mostra um gráfico de atenuação por tempo, indicando a reflexão do som nas interfaces, dependente da velocidade de propagação da onda no material. O C-Scan mostra o mapeamento do material em cores, conforme escala ilustrada na Figura 6, sendo 0% o local que apresenta baixa densidade ou alta atenuação, decorrente da deficiência de preenchimento, e 100% representa uma baixa atenuação, onde o eco retorna ao transdutor sem perdas. O software permite que sejam obtidas informações de profundidade e amplitude, entre outras (ANDREUCCI, 2008).



Figura 6 - Escala de cores do método C-scan.

O ultrassom é um método muito vantajoso, já que possui alta sensibilidade na detecção de pequenas discontinuidades internas, dispensa processos intermediários, agilizando a inspeção, e mostra com precisão a localização, o tamanho e a profundidade da falha, o que não ocorre, por exemplo, em uma análise radiográfica (ANDREUCCI, 2008).

2.1.6. Análise Térmica

A análise térmica consiste em um grupo de técnicas a que uma substância ou seus produtos de reação são submetidos para determinar suas propriedades físicas. Estas técnicas são realizadas a partir de uma programação controlada da temperatura e sob uma atmosfera especificada (CANEVAROLO, 2003).

Para que seja considerada termoanalítica, a análise térmica deve medir uma propriedade física, sendo expressa direta ou indiretamente em função da temperatura, sob um programa controlado de temperatura (CANEVAROLO, 2003).

A análise térmica é muito vantajosa, uma vez que necessita apenas de uma pequena porção da amostra para realização de ensaios e obtenção, em um único gráfico, resultados de diferentes análises. É possível aplicar a análise térmica em materiais de diversas áreas, como alimentícia, petroquímica e polímeros, entre outras. Apesar destas vantagens, a análise térmica é uma técnica destrutiva e apresenta um elevado custo de obtenção dos equipamentos (MOTHÉ, 2002).

Os tipos de análises térmicas se diferenciam, de modo geral, pelo tipo de transdutor utilizado, sendo este responsável pela conversão de propriedades físicas avaliadas em sinais elétricos. O equipamento de análise é constituído por um forno (célula de medida) em que a amostra é aquecida ou resfriada, um transdutor, que pode variar dependendo da propriedade que se quer obter, uma unidade controladora, que recebe os dados da célula de medida e transfere as informações necessárias para

submeter a operação sob os parâmetros previamente estabelecidos, e um microcomputador, que controla a operação, a aquisição, a análise de dados e o registro da curva termoanalítica gerada (CANEVAROLO, 2003).

Existem dois tipos de abordagem na análise térmica: a tradicional, em que o controlador pré define a temperatura e/ou o tempo e a propriedade a ser medida é registrada em função da temperatura/tempo, e a ‘taxa controlada’ (CRTA – *control rate thermal analysis*), em que a propriedade a ser medida é pré determinada e, dependendo da informação que o sensor indicar, a potência do forno é alterada, a fim de ajustar a temperatura da amostra (MOTHÉ, 2002).

Entre os tipos de análises térmicas utilizadas destacam-se a Termogravimetria (TG), a Análise Térmica Diferencial (DTA), a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e a Análise Dinâmico-Mecânica (DMA).

2.1.6.1. Termogravimetria (TG)

A termogravimetria é um processo termoanalítico contínuo que mede a variação da massa (perda ou ganho) de um material em função da temperatura e/ou tempo (MOTHÉ, 2002). A partir dela podem-se determinar as alterações que a temperatura ocasiona na massa do material, definindo quando sua composição química é fixa, definida e constante e quando começa a se decompor, desidratar, oxidar, etc (CANEVAROLO, 2003).

Usualmente são realizados três tipos de TGs: a isotérmica, a quasi-isotérmica e a dinâmica. Na primeira, a temperatura é mantida constante, e a massa é medida de acordo com o tempo. Na segunda, a temperatura é aumentada linearmente até que ocorra uma variação na massa. Quando isso ocorre, a temperatura permanece constante até que a massa estabilize em um valor. Na terceira, mais utilizada, a temperatura é modificada linearmente durante toda a análise (CANEVAROLO, 2003).

Na análise termogravimétrica, o instrumento utilizado como transdutor é a termobalança, e o esquema de funcionamento está representado na Figura 7.

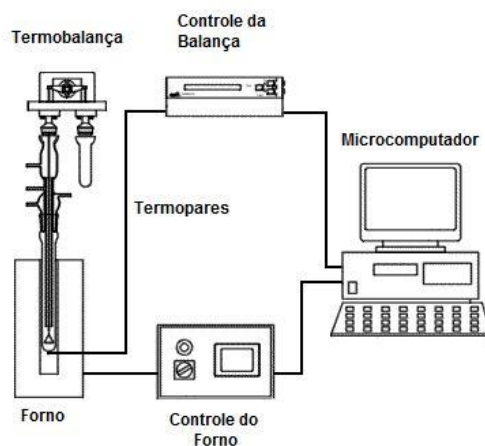


Figura 7 - Esquema ilustrativo de um equipamento para análise termogravimétrica (CIELEC, Acesso em 06/06/2009).

Em polímeros, a termogravimetria é muito utilizada para caracterizar o perfil de degradação, já que em elevadas temperaturas a composição química pode ser alterada, provocando mudanças nas propriedades físicas do material. Assim, sob variação de temperatura, a curva de degradação demonstra o perfil da resistência (estabilidade térmica) do material (MOTHÉ, 2002).

A estabilidade térmica de uma substância consiste na capacidade de manter suas propriedades o mais próximo possível das iniciais, sob influência térmica e nas condições ambientais impostas (MOTHÉ, 2002).

Em uma curva termogravimétrica, a perda da massa é caracterizada a partir da temperatura inicial de decomposição (T_i) e da temperatura final de decomposição (T_f). As curvas com menor intervalo entre início T_i e T_f representam materiais mais estáveis à decomposição térmica (MOTHÉ, 2002).

Por tratar-se de uma técnica experimental, a termogravimetria está sujeita a margens de erros ocasionados pela influência de fatores instrumentais e pelas características da amostra a ser analisada. Isto ocorre principalmente devido à natureza dinâmica da variação da temperatura na amostra (CANEVAROLO, 2003; MOTHÉ, 2002).

2.1.6.2. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Derivada da análise térmica diferencial (DTA), a análise de calorimetria exploratória diferencial mede a diferença de energia necessária à substância e a um material de referência (este inerte termicamente), sob uma variação controlada de temperatura, de modo a manter ambos os materiais em condições isotérmicas (MOTHÉ, 2002).

A partir deste processo é possível obter informações qualitativas e quantitativas sobre mudanças químicas e físicas que envolvem processos endotérmicos, exotérmicos ou mudanças na capacidade calorífica, tais como: transição vítrea, temperatura e tempo de cristalização, ponto de fusão, calor específico, oxidação, pureza, estabilidade térmica, ponto de ebulição, grau de cinética de cura e cinética de reação, entre outros (MOTHÉ, 2002).

As vantagens do DSC incluem o rápido tempo de análise, sendo este em torno de 30 minutos, o fácil preparo da amostra, que pode ser tanto sólida quanto líquida, a ampla faixa de temperatura que pode ser empregada na análise e a obtenção de medidas quantitativas. Porém, como todos os métodos, o DSC também possui desvantagens, tais como a dificuldade na interpretação de certas transições, redução da estabilidade quando a linha da base está inclinada ou curva e diminuição da resolução ao aumentar as razões de aquecimento para aumentar a estabilidade (MOTHÉ, 2002).

Assim como a termogravimetria, existem fatores instrumentais e da característica da amostra que influenciam nos resultados obtidos. O DSC pode ser dividido em dois grandes grupos: o DSC de fluxo de calor e o DSC de compensação de potência.

2.1.6.2.1. DSC de fluxo de calor

Neste tipo de DSC, a amostra e o material de referência são aquecidos por uma única fonte de calor, dentro de cápsulas idênticas sobre um disco termoelétrico. Este disco transfere o calor para ambas as cápsulas, controlados por termopares conectados ao mesmo (CANEVAROLO, 2003).

Assim como o DTA, este tipo de análise mede a diferença de temperatura (ΔT) entre a amostra e a referência, uma vez que ΔT é proporcional às variações entálpicas, à capacidade calorífica e a resistência térmica total ao fluxo de calor (CANEVAROLO, 2003).

2.1.6.2.2. DSC de compensação de potência

Este tipo de DSC analisa a energia envolvida nas transformações ocasionadas devido à variação da temperatura. Quando uma amostra sofre uma alteração entálpica, sua temperatura é diretamente influenciada. Neste tipo de DSC, a amostra e a referência termicamente inerte encontram-se em fornos separados e idênticos, ligados a termopares que detectam a temperatura de cada material. Desta forma, para manter a isotermia entre a amostra e a referência, os termopares, ao detectarem a diferença de temperatura, enviam sinais para que o equipamento altere a potência de um dos fornos. A diferença entre o calor fornecido à amostra e à referência é registrada em função da temperatura ou do tempo (CANEVAROLO, 2003).

2.1.6.3. Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Neste método termoanalítico, o material é submetido a carregamentos dinâmicos sob um programa controlado de temperatura. Ao se aplicar uma carga em um material que não tem comportamento puramente elástico, a resposta medida pelo sensor apresenta uma defasagem, e é a partir deste dado que obtém-se as informações de viscoelasticidade (GOERTZEN; KESSLER, 2007; MOTHÉ, 2002).

Em polímeros, determina a mobilidade dos segmentos de cadeia, tais como temperatura de transição vítrea, caracterização de ligações cruzadas, comportamento de endurecimento e amolecimento e também transições de segunda ordem em geral (ALVAREZ; VALDEZ; VÁZQUEZ, 2003; RODRIGUES; MARCHETTO, 2010).

As propriedades viscoelásticas são diretamente afetadas pela taxa de aquecimento, tamanho da amostra analisada, adesão fibra/matriz, homogeneidade do material e alinhamento de fibras. Para uma análise com menor propensão a erros,

recomenda-se criar o menor gradiente de temperatura possível, utilizando então uma baixa taxa de aquecimento, uma amostra de tamanho reduzido e um material que apresente boa adesão e homogeneidade. Altas taxas de aquecimento ocasionam um aumento na temperatura de transição vítrea, pois impedem a relaxação das cadeias poliméricas e podem ocultar pequenas alterações que ocorrem no material (ALVAREZ; VALDEZ; VÁZQUEZ, 2003).

Para identificar a temperatura de transição vítrea de matrizes poliméricas termorrígidas com grande quantidade de ligações cruzadas, ou mesmo alta fração volumétrica em fibras, este método é o mais indicado, por apresentar maior sensibilidade de detecção quando comparado ao DSC (GOERTZEN; KESSLER, 2007).

A análise pode ser realizada utilizando diferentes formas de carregamento, tais como flexão, torção, cisalhamento, tração e compressão, como mostra a Figura 8. A escolha do tipo de ensaio depende do material a ser analisado, sendo que para compósitos, que possuem rigidez relativamente elevada, é comumente utilizada a flexão, por não adicionar tensões que podem influenciar nos resultados e por induzir deformações neste tipo de material (GOERTZEN; KESSLER, 2007).

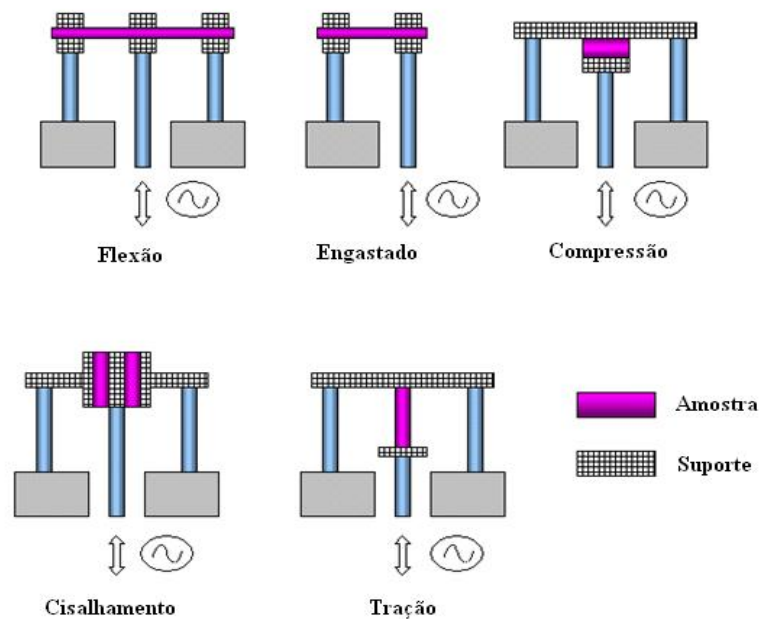


Figura 8 - Tipos de carga aplicada para análise dinâmico-mecânica (ANASYS, acesso em 01/08/2012).

Os dados obtidos na análise são enviados a um software, que converte os sinais em gráficos, que ilustram o módulo de armazenamento (E'), módulo de perda (E'') e a razão entre os mesmos, denominada $\tan \delta$, em função da temperatura. O módulo de armazenamento E' é proporcional à energia absorvida por ciclo e o módulo de perda E'' representa o comportamento viscoso do material, no qual há perda de energia (GOERTZEN; KESSLER, 2007).

2.1.7. Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão mais comum consiste em um sistema de três pontos, em que o corpo de prova (uma barra retangular ou cilíndrica do material a ser analisado) é ajustado em dois apoios fixos, e entre eles um terceiro apoio exerce uma força transversal ao corpo de prova (Figura 9) (CANEVAROLO, 2003).

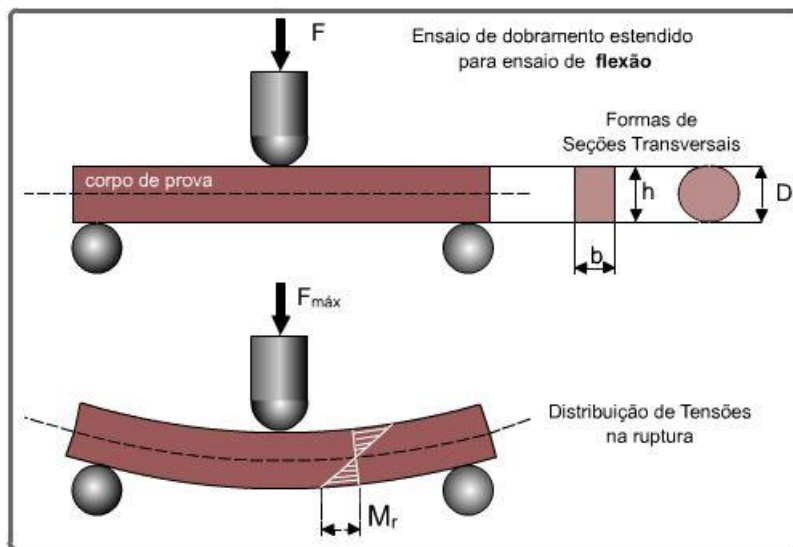


Figura 9 - Representação esquemática do dispositivo de ensaio de flexão em três pontos (CIMM, Acessado em 19/06/2009).

Na Figura 9, pode-se assumir que a parte superior do corpo de prova está submetida a uma força de compressão, enquanto a parte inferior a uma força de tensão. A linha neutra está localizada no centro de gravidade da seção transversal, e não sofre alteração durante a flexão. A distância entre esta linha neutra e a fibra é proporcional à tensão exercida sobre ela (GARCIA, 2000).

A partir do ensaio de flexão é possível determinar o módulo de elasticidade à flexão, módulo de resiliência e o módulo de tenacidade do material analisado (GARCIA, 2000).

É geralmente utilizado em polímeros rígidos e semi-rígidos, até que ocorra a ruptura na superfície oposta ao carregamento ou até que uma deformação máxima de 5% seja alcançada. Para materiais que não fraturam até a deformação máxima, não é possível determinar sua resistência à flexão e recomenda-se o uso do método de quatro pontos (CANEVAROLO, 2003; ASTM D790).

Para compósitos com elevada resistência, a razão entre a distância dos apoios e a profundidade do corpo de prova deve ser definida de modo que a fratura ocorra na superfície oposta ao carregamento e devido somente ao momento de flexão causada pela força aplicada (CANEVAROLO, 2003).

Tais resultados dependem da temperatura, da velocidade em que a carga é aplicada, dos defeitos superficiais, das características microscópicas e principalmente da geometria da seção transversal do material (GARCIA, 2000).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Molde

O molde, como mostra a Figura 10, foi projetado pelo Grupo de Pesquisa de Fadiga e Materiais Aeronáuticos, com o auxílio Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT) e Departamento de Energia, da UNESP – FEG. Este é constituído por três camadas, parafusadas entre si, formando as partes superior e inferior do molde. Entre cada parte do molde, há um alojamento para acomodação de O-ring próprio para a vedação do molde. O tecido é posicionado entre as duas partes que, após encaixadas, são cuidadosamente parafusadas de modo a compactar o material em seu interior e impedir vazamentos.

Dois resistências, ligadas a termopares e um controlador, foram dispostas nas superfícies superior e inferior do molde, de forma que foi possível manter uma temperatura determinada para cada etapa do processamento, garantindo a temperatura para uma viscosidade ideal da resina durante a injeção e uma temperatura para o processo de cura.

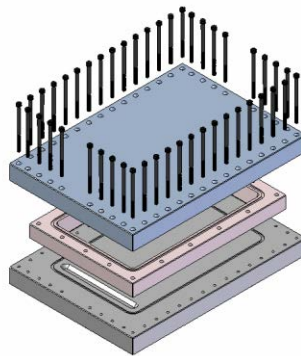


Figura 10 - Molde para o compósito processado via RTM

3.2. Moldagem por Transferência de Resina (RTM)

O processamento do compósito foi realizado via RTM (Figura 11), pelo equipamento adquirido através do projeto FAPESP 2006/02121-6, modelo Radius 2100cc RTM injector. Visando obter o melhor conjunto reforço/matriz, foram

processados laminados planos de compósitos para otimização do processo e caracterização dos materiais.



Figura 11 - Equipamento RTM

3.3. Matriz

Neste projeto, foi utilizada a resina epoxi monocomponente CYCOM 890 RTM, fornecida pela ELEB/EMBRAER, caracterizada utilizando as técnicas de DSC, TG e o estudo de viscosidade.

3.3.1. Análise Térmica

Para o DSC, foi utilizada primeiramente uma amostra não curada, com temperatura inicial de 80°C e uma taxa de aquecimento de 3 °C/min, até que fosse atingida a temperatura de 285°C. Uma segunda curva foi feita após a cura, com temperatura inicial de 80°C e uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, até ser alcançada a temperatura de 285°C. Em ambas foi utilizado um porta-amostra de alumínio, e o ensaio foi realizado em uma atmosfera de nitrogênio, com fluxo de 50 ml/min.

A análise termogravimétrica foi realizada a partir de uma pequena quantidade de resina já curada, para possibilitar a visualização da temperatura de degradação do polímero. Para tal, foi utilizada uma atmosfera de nitrogênio, com fluxo de 100 ml/min e um porta-amostra de platina.

O estudo de viscosidade da resina epóxi foi realizado utilizando três isotermas, a 80°C, 100°C e 120°C, temperaturas escolhidas a partir do resultado da calorimetria exploratória diferencial, que possibilitou a visualização da temperatura limite de injeção da resina antes que a cura ocorresse. O tempo de análise foi de cerca de 50 minutos para cada isoterma.

3.4. Reforço

Foram utilizados dois tipos de reforços de carbono, ambos fornecidos pela ELEB/EMBRAER, sendo estes o tecido Satin Weave 5HS e a preforma NCF. Para o processamento do tecido Satin Weave foi utilizada uma fração volumétrica de fibras de 52,43%, disposta em 10 camadas, sendo 5 com o urdume com a face para baixo e as outras 5 com a face para cima, de modo que o material apresentasse simetria.

O NCF foi processado com orientação $[(0^\circ/45^\circ/90^\circ/-45^\circ)_2/90^\circ/-45^\circ/0^\circ/45^\circ/(-45^\circ/90^\circ/45^\circ/0^\circ)]_T$, totalizando 5 camadas, com fração volumétrica de fibras de 54,31%.

3.5. Processamento

Primeiramente foram processados os compósitos utilizando a preforma NCF, sendo o molde e a resina pré-aquecidos a 80°C, para possibilitar a baixa viscosidade da resina durante a impregnação. A resina foi então despejada no compartimento de injeção do equipamento RTM e os tecidos, já na direção e camadas determinadas, prensados no interior do molde devidamente vedado. Realizou-se então a impregnação com uma pressão aproximada de 6 bar, até que a resina começasse a aparecer no canal de saída do molde. Após o fechamento de todas as válvulas de entrada e saída de resina, programou-se no controlador, ligado aos termopares, uma temperatura de 180° por 120 minutos, de forma que ocorresse a cura do material. Foi calculado um volume excedente de 200 cm³ de resina, correspondente à perda nas junções e ligamentos entre os componentes do equipamento RTM.

Ao se perceber falhas nas primeiras placas processadas, alguns parâmetros, tais como pressão de injeção e temperatura de impregnação, foram alterados, de modo a

corrigir possíveis erros causados por tais fatores. Após utilizar uma temperatura de pré-aquecimento de 100°C e uma pressão mais baixa, foi possível produzir placas visualmente homogêneas e com superfícies bem acabadas, sendo então analisadas por ultrassom e ensaios mecânicos.

Com os parâmetros já corrigidos anteriormente, foi realizado então o processamento do compósito utilizando o tecido Satin Weave, sendo também analisado por ultrassom e ensaios mecânicos, possibilitando a comparação dos dois compósitos processados.

3.6. Análise Térmica do compósito

Após processado o compósito, pequenas amostras desta placa foram utilizadas para realização da análise termogravimétrica (TG) e a análise dinâmico-mecânica (DMA). Para a TG, foi utilizado um fluxo de nitrogênio de 100 ml/min em um porta-amostras de platina. Para o DMA, foram realizadas quatro análises em flexão, utilizando as frequências de 1 Hz, 5 Hz, 10 Hz e 50 Hz, para cada tipo de compósito processado. As amostras, com dimensões de 20,0 mm x 10,0 mm x 3,0 mm, foram submetidas a uma taxa de aquecimento de 3 °C/min, sob atmosfera de nitrogênio com fluxo de 100 ml/min. Os dados foram obtidos pelo software ligado ao equipamento, permitindo visualizar os gráficos para cada análise.

3.7. Inspeção por Ultrassom

Para esta análise foi utilizado o equipamento MUIS32 da MATEC (Figura 12), obtido pelo projeto FAPESP 02121-6, método pulso-eco realizado com o material imerso em água, que proporciona melhor transmissão de pulsos ultrassônicos. Para os compósitos processados com tecido NCF foi utilizado um transdutor plano de 10 MHz, e para o Satin Weave foram utilizados transdutores tanto de 2,25 MHz quanto 10 MHz. Os dados coletados pelo equipamento foram simultaneamente transferidos

para o software I-view, desenvolvido pela MATEC, e assim foram obtidos os mapas A-Scan e C-Scan do material em diferentes amplitudes de onda recebida.



Figura 12 - Equipamento de ultrassom por imersão em água.

3.8. Flexão

O ensaio de flexão foi realizado segundo a norma ASTM D790, sendo utilizado o equipamento INSTRON 8801 (Figura 13) do Laboratório de Propriedades Mecânicas do DMT/FEG/UNESP, obtido através do projeto FAPESP 99/06549-5. Por se tratar de um material frágil, foi utilizado o método de três pontos para a análise do compósito.

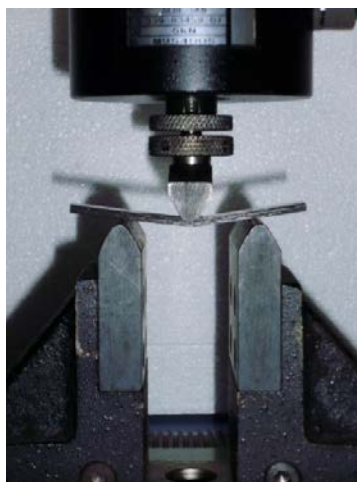


Figura 13 - Ensaio de flexão do compósito processado.

Foram escolhidas duas placas com boa impregnação, uma de cada tipo de reforço, sendo então retirados 8 corpos de prova de cada uma delas, como mostra a Figura 14. Para o ensaio, foi aplicada uma velocidade de 1,3 mm/min até que ocorresse a ruptura do material, sendo anotado o limite de resistência a flexão e o módulo de elasticidade para cada corpo de prova. O fluxo de injeção da resina iniciou-se na parte superior da Figura 13 a) e b), como mostra a seta, tendo sua saída pela região inferior da placa.

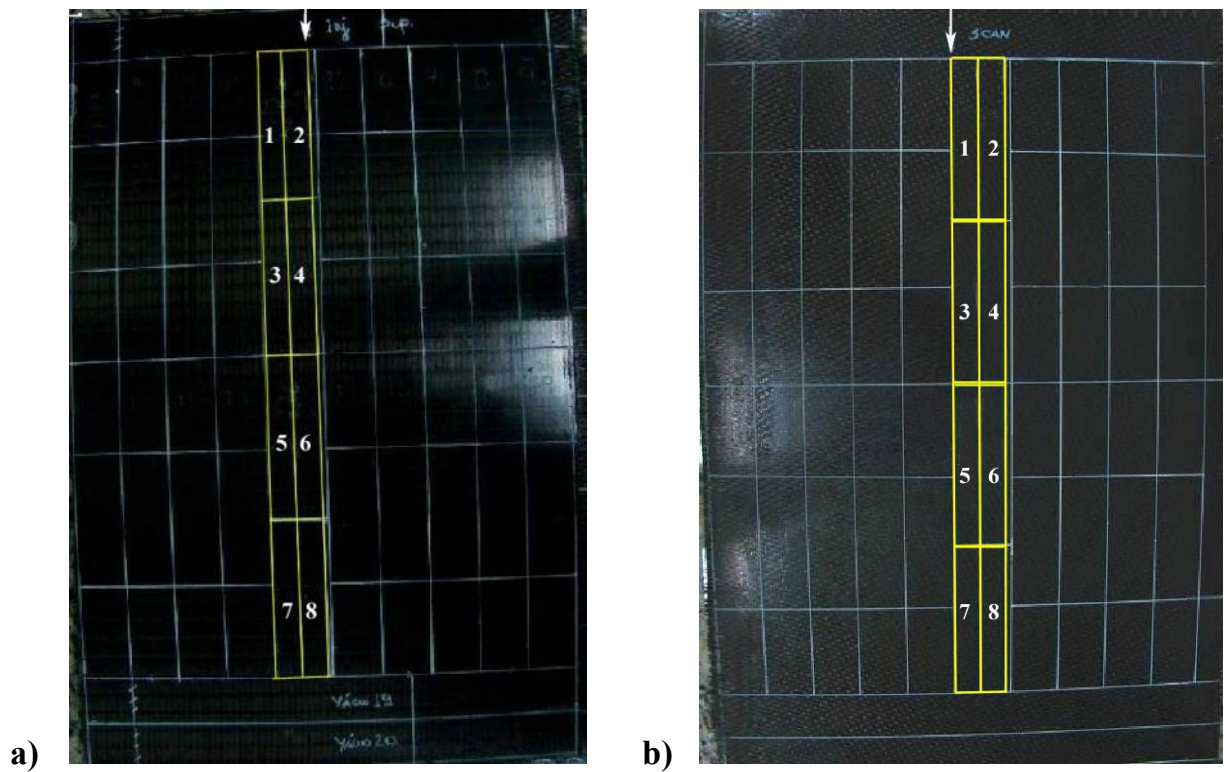


Figura 14 - Localização da retirada dos corpos de prova para ensaio de flexão do laminado a)NCF e b)Satin Weave.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Matriz

4.1.1. Análise Térmica

A análise de DSC antes da cura da resina epóxi apresentou a seguinte curva, como mostrado na Figura 15:

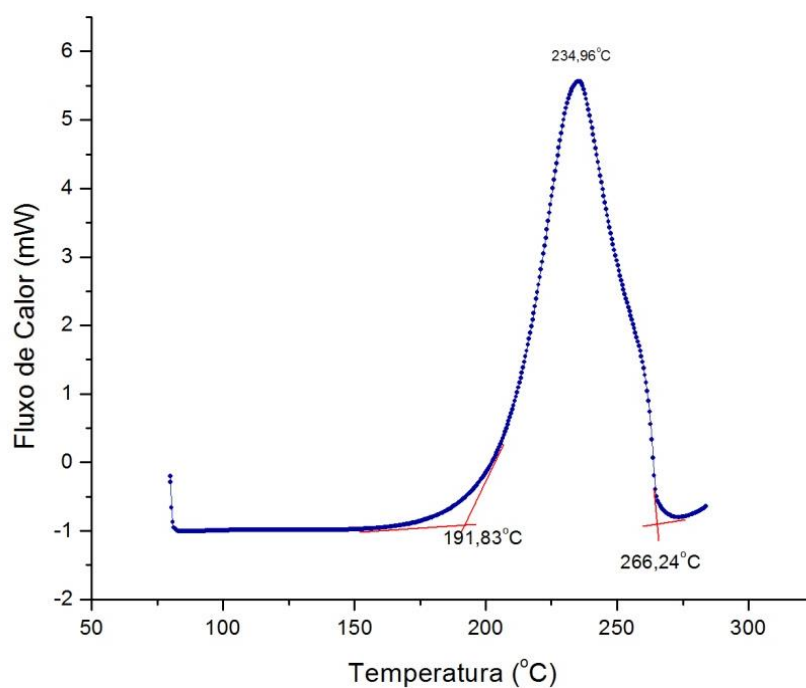


Figura 15 - Calorimetria Exploratória Diferencial da resina epóxi antes da cura.

A partir deste gráfico, pode-se determinar o início do processo de cura a 191,83°C e seu término em cerca de 266°C. A cura se deu de forma completa, como pode ser observado a partir da Figura 15, devido à ausência de picos exotérmicos, que mostrariam resíduos de material não polimerizado.

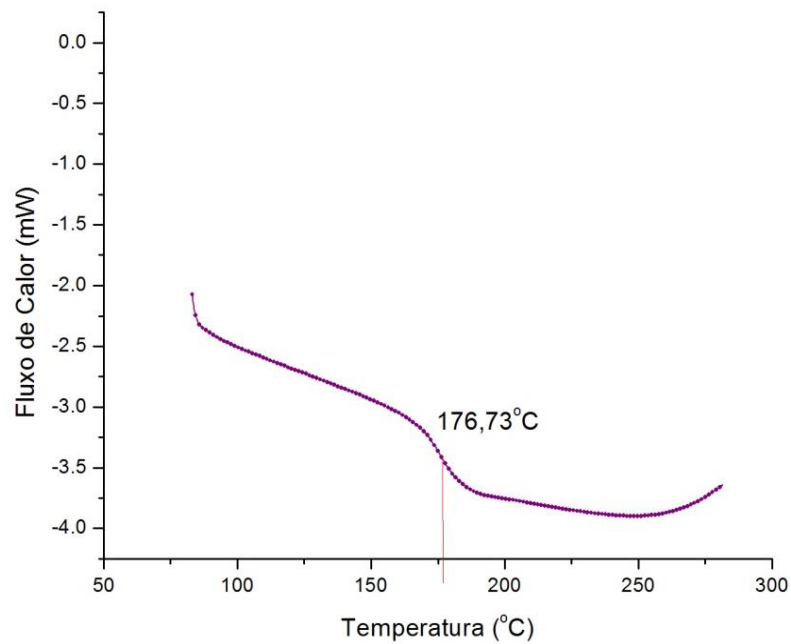


Figura 16 - Calorimetria Exploratória Diferencial da resina epóxi após a cura.

Na Figura 16 é possível ainda visualizar a ocorrência da transição vítrea da resina, que se dá a uma temperatura de aproximadamente 176°C. Esta é definida como a transição entre um estado desordenado rígido e um estado desordenado com maior mobilidade entre as cadeias poliméricas. Esta temperatura é melhor determinada pelo método de DMA, que apresenta maior sensibilidade na detecção de transformações termodinâmicas.

A análise termogravimétrica de uma amostra de resina já curada resultou na Figura 17, mostrada abaixo:

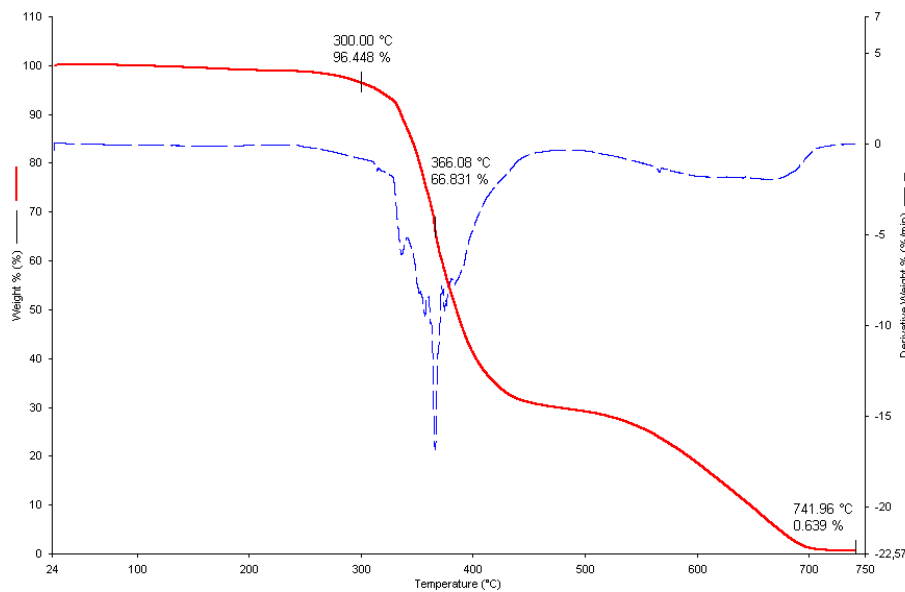


Figura 17 - Análise termogravimétrica da resina CYCOM.

Pelo gráfico, pode-se identificar o início da degradação a 300°C, com maior queda de massa a 366,08°C e total degradação da resina a 741,96°C. Percebe-se que como antes da degradação não há alterações de massa, a cura ocorreu completamente e não houve desprendimento de voláteis.

4.1.2. Estudo da Viscosidade

O estudo de viscosidade da resina epóxi monocomponente resultou nas curvas apresentadas na figura 18.

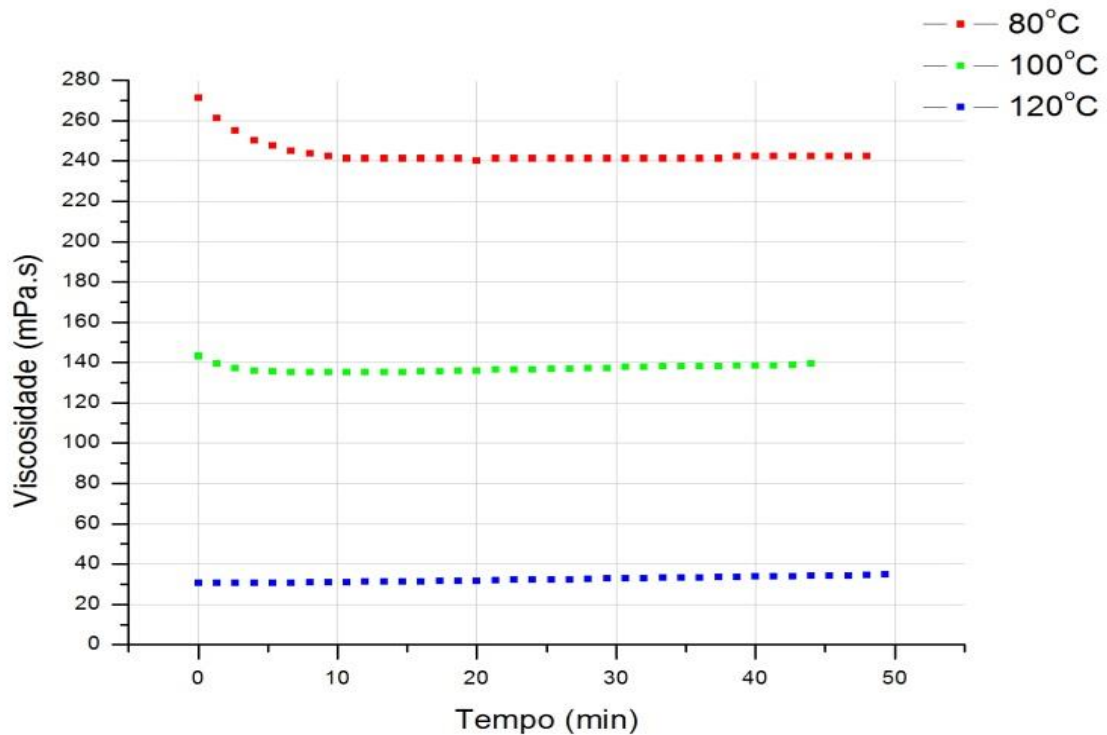


Figura 18 - Viscosidade da resina CYCOM em diferentes temperaturas.

Com os resultados obtidos, observou-se a baixa viscosidade da resina, característica essencial para o RTM. Notou-se também a estabilidade da viscosidade em tais temperaturas, permitindo um intervalo de tempo suficiente para o ciclo de injeção. A partir deste estudo foi possível escolher uma temperatura ideal de injeção, para que a resina não apresentasse viscosidade excessiva, dificultando a impregnação, e nem muito baixa, de forma a garantir um fluxo de resina com resistência ideal para aderir à matriz.

4.2. Compósito Processado

4.2.1. Análise Termogravimétrica

Analisando o compósito processado utilizando o NCF como reforço, foi possível obter a Figura 19, correspondente aos resultados da análise termogravimétrica:

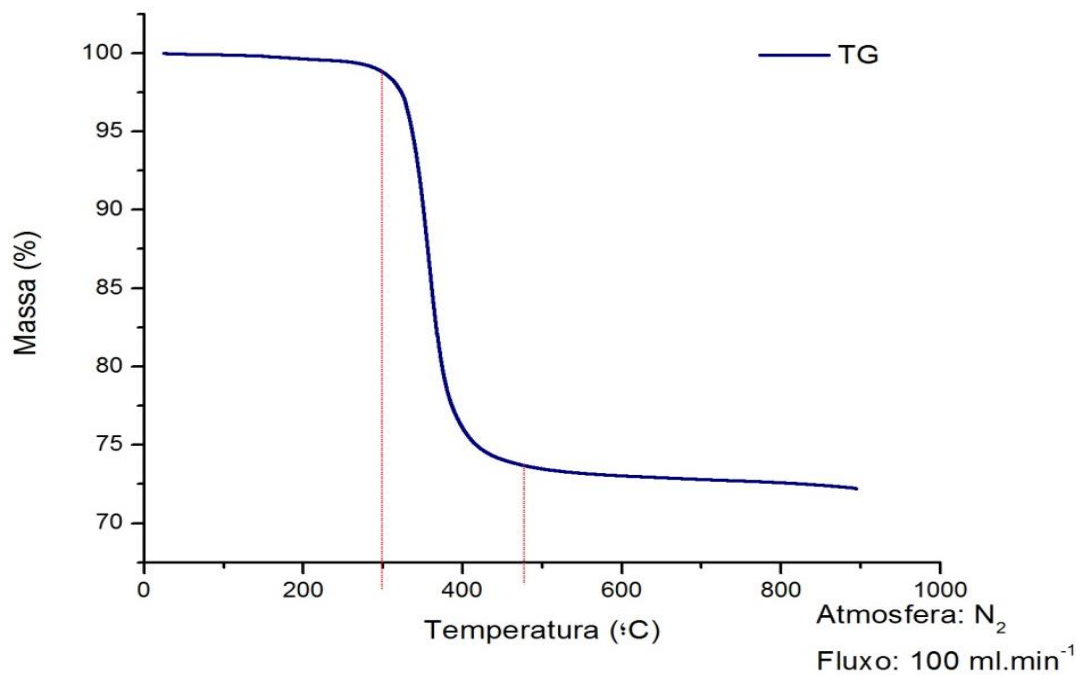


Figura 19 - Termogravimetria do compósito utilizando a preforma NCF.

No gráfico apresentado anteriormente, pode-se determinar a temperatura de início de degradação em torno de 300°C, sendo que a partir desta a perda de massa ocorre de forma brusca até cerca de 475°C, limitando então o uso deste compósito até uma temperatura abaixo da de degradação.

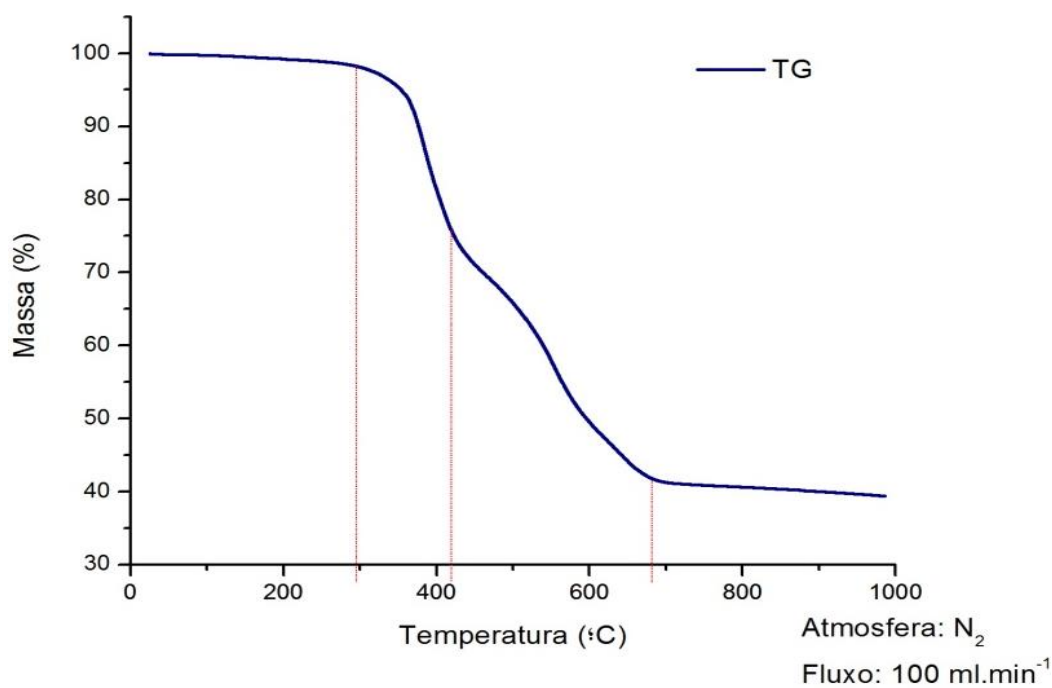


Figura 20 - Termogravimetria do compósito utilizando o tecido Satin Weave.

A partir da Figura 20 mostrada acima, pode-se determinar o início da degradação do compósito utilizando o tecido satin weave a uma temperatura de aproximadamente 300°C, semelhante ao formado a partir da preforma NCF. Também é possível visualizar uma variação na inclinação da curva em torno de 410°C, indicando uma maior dificuldade de degradação em certas partes da resina. Isto ocorreu devido à uma possível melhora na interação reforço/matriz deste tecido do que na preforma, já que sua impregnação ocorreu de forma mais homogênea comparada ao NCF, que é composto por tecidos costurados e de menor permeabilidade quando comparado a um empilhamento de tecidos simples.

Pode-se associar a perda de massa diretamente com a matriz, uma vez que a degradação das fibras de carbono, tanto no NCF quanto no Satin Weave, ocorre em temperaturas mais elevadas que a resina polimérica (CANEVAROLO, 2003).

4.2.2. Análise Dinâmico Mecânica

Para a análise dinâmico-mecânica, foram obtidos dois gráficos, o primeiro referente ao NCF/epóxi, (Figura 21), e o segundo ao Satin Weave/epóxi, (Figura 22). A frequência de 50 Hz foi escolhida por apresentar maiores detalhes sobre o comportamento do compósito durante o aquecimento. Quanto maior a frequência, maior será a temperatura do pico $\tan \delta$, devido às relações fundamentais entre temperatura e mudanças conformacionais de cadeia (GOERTZEN; KESSLER, 2007).

Nas Figuras 21 e 22 a curva verde representa o módulo de armazenamento do compósito (E') e a vermelha ao módulo de perda do mesmo (E''), sendo que a razão entre E'' e E' é denominada tangente de perda ($\tan \delta$), representada pela curva em azul. (CANEVAROLO, 2003; COSTA et al, 2003) .

Para a determinação da temperatura de transição vítrea, pode ser utilizado tanto o pico de E'' quanto o $\tan \delta$, como mostra a literatura. Segundo Akay (AKAY, 1993), a definição da T_g a partir de E'' é mais consistente, pois mostra precisamente a temperatura em que a rigidez (E') sofre uma maior deterioração.

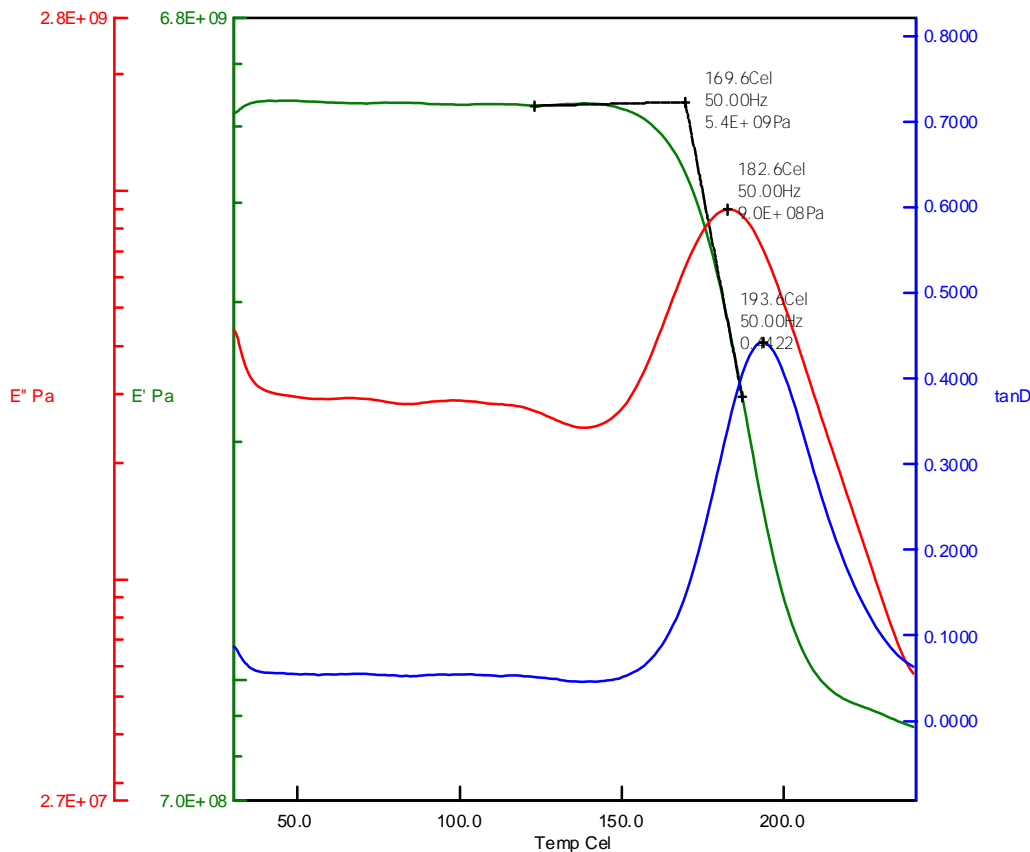


Figura 21 - Gráfico do ensaio dinâmico-mecânico do composto NCF/Epóxi, com frequência de 50 Hz.

Em contrapartida, Goertzen e Kessler (GOERTZEN; KESSLER, 2007) afirmam que a T_g deve ser analisada a partir de $\tan \delta$, por apresentar maior coeficiente de correlação e menor desvio padrão quando submetido ao aquecimento. Neste estudo será utilizada a análise a partir do E'' , como é sugerida pela ASTM D 4065 (ALVAREZ; VALDEZ; VÁZQUEZ, 2003).

No módulo real, a temperatura na qual ocorrem os picos de E'' e $\tan \delta$ coincidem, porém na prática percebe-se que há uma diferença entre as mesmas. Experimentalmente obtém-se uma temperatura no pico de E'' menor que a temperatura no $\tan \delta$ tratando-se, respectivamente, do meio e final da região de

transição. O intervalo entre os picos varia de acordo com a orientação das fibras, que definem o comportamento da carga aplicada (AKAY,1993).

Na Figura 21 nota-se que a maior deterioração da rigidez do compósito formado pelo NCF ocorre a 182,6°C, com final de transição vítrea a 193,6°C.

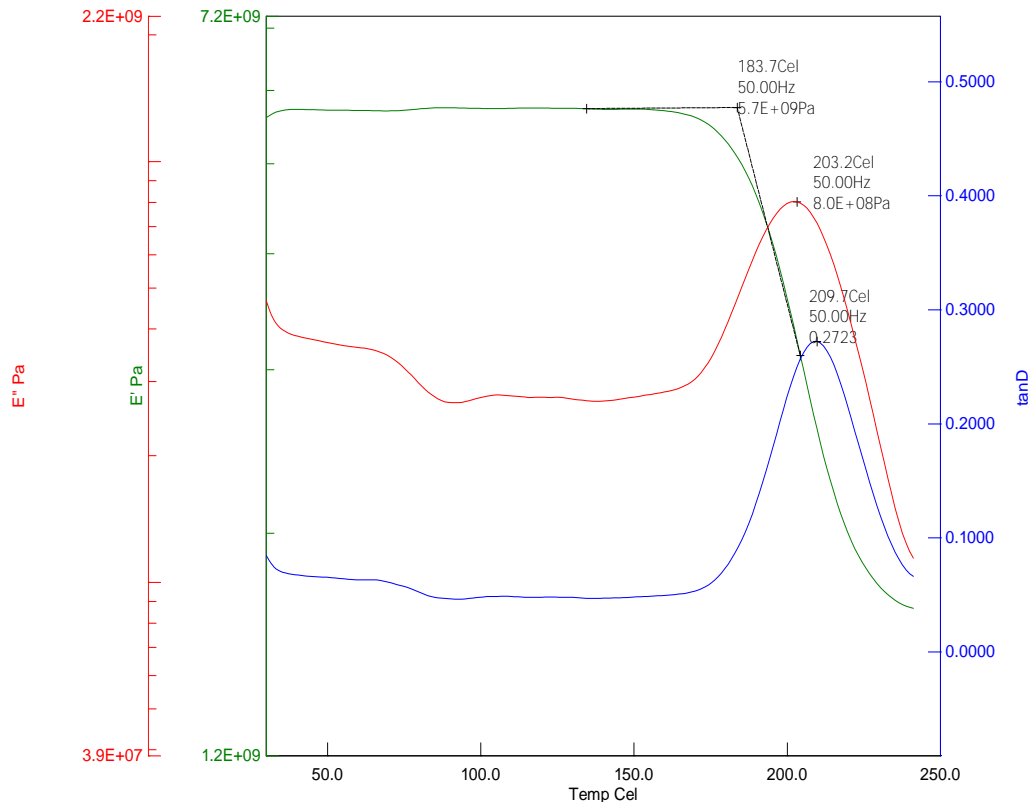


Figura 22 - Gráfico do ensaio dinâmico-mecânico do compósito Satin Weave/Epóxi, com frequência de 50Hz.

Para o compósito formado pelo tecido Satin Weave, a partir do gráfico da Figura 22, pôde-se perceber que há um declive no módulo de perda do compósito a uma temperatura aproximada de 75°C. Este fenômeno corresponde à transição beta (β), que se refere à relaxação de segmentos de cadeia e grupos laterais na fase amorfa. A partir deste gráfico pode-se determinar também a temperatura média da transição vítrea da resina polimérica, que ocorre a 203,2°C, vista a partir do máximo pico do módulo de perda, e o fim da transição a 209°C (CANEVAROLO, 2003; COSTA et al, 2003).

A T_g do compósito processado deve ser semelhante à T_g da matriz, uma vez que as fibras não possuem estado viscoso. Conforme análise DSC realizada na resina pura, a temperatura encontrada foi de 176°C , diferindo $6,6^\circ\text{C}$ do valor encontrado para o NCF/epóxi e $27,2^\circ\text{C}$ do Satin Weave/epóxi, utilizando o DMA. Além da diferença entre os tipos de análise utilizados, em que o DMA apresenta uma maior precisão na curva, há o fato de que ao permear entre as camadas de fibras, a resina se torna menos acessível ao calor do forno.

Assim, ao se comparar as curvas obtidas através do DMA para os compósitos processados, percebe-se que a temperatura de transição vítrea do compósito formado pelo NCF é menor que a encontrada no material formado pelo Satin Weave. Como a resina utilizada para ambos é a mesma, a menor T_g é diretamente relacionado às interações e movimentações inter e intramoleculares, influenciadas pela difusão de calor no material e a quantidade de camadas, indicando que tais interações são maiores no material processado utilizando o NCF (COSTA et al, 2003).

Para ambos os gráficos, pode-se dizer que a cura do material ocorreu completamente, já que ao se analisar o módulo de armazenamento E' , nota-se um decréscimo do mesmo com o aumento de temperatura. Isto indica uma menor rigidez do material devido à maior movimentação das cadeias poliméricas. Caso houvessem regiões não curadas, a curva de armazenamento sofreria um aumento, devido à formação de ligações cruzadas na matriz polimérica (COSTA et al, 2003).

4.2.3. Inspeção por Ultrassom

4.2.3.1. Ultrassom do NCF

A primeira placa processada utilizando o tecido NCF apresentou visível heterogeneidade em sua impregnação, e foi então realizada a inspeção por ultrassom, ilustrando o comportamento da resina durante a injeção (Figura 23).

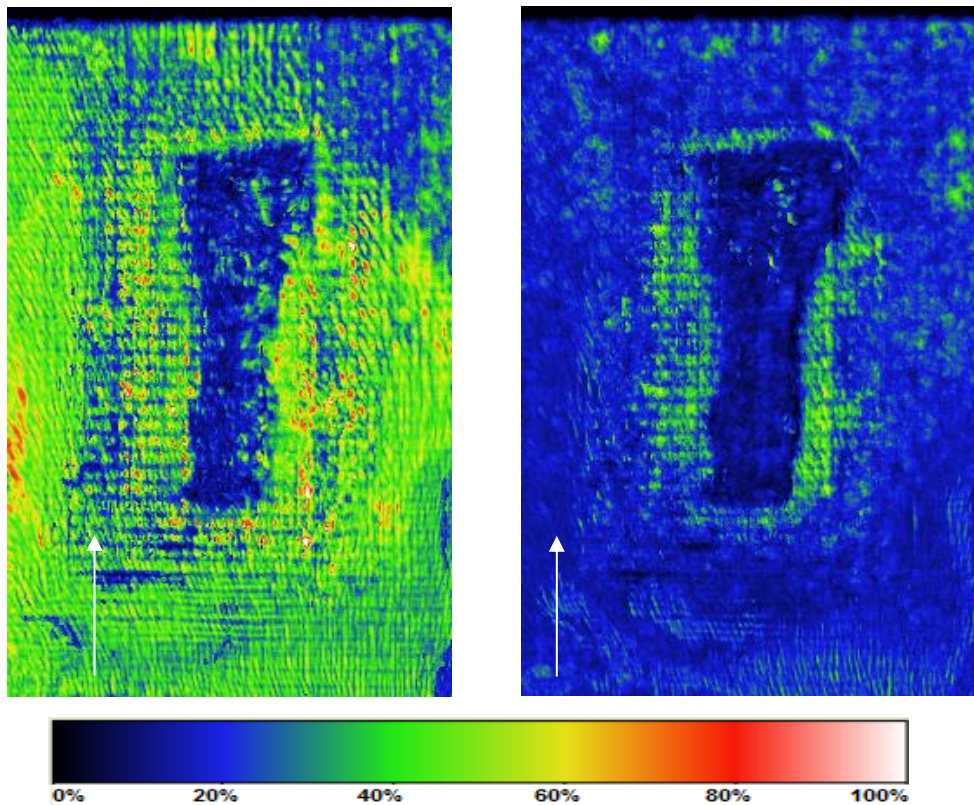


Figura 23 - Mapeamento C-Scan a) da área intermediária; e b) do eco de fundo da placa do compósito pelo método do ultrassom.

Analisando a Figura 23a, pode-se compreender que a resina flui de baixo para cima da imagem, inicialmente com impregnação homogênea. À medida que a resina avança sobre o tecido, seu alcance diminui, tendendo a um caminho preferencial pelas laterais do tecido, onde há uma maior ocorrência de poros, devido à menor compactação das fibras nesta região. O eco de fundo reflete tudo o que se encontra ao longo da espessura da placa. Desta forma, pode-se confirmar a distribuição heterogênea da resina e a impregnação deficiente na região central da placa, como mostra a Figura 23b. Nesta área, devido à ocorrência de poros abertos, foi possível determinar a menor dispersão da energia do som devido ao meio de propagação mais eficiente da água, como pode ser visualizado na região verde ao redor do defeito.

A segunda placa processada resultou nos mapeamentos da Figura 24, na qual pode-se perceber uma melhor homogeneidade da resina, quando comparado à primeira placa. A partir da Figura 24b, nota-se um gradiente de atenuação, que ocorre devido à

presença de maior quantidade de resina no início da injeção, e menor retorno de sinal na lateral oposta ao bico injetor, referente à falta de alcance de pressão.

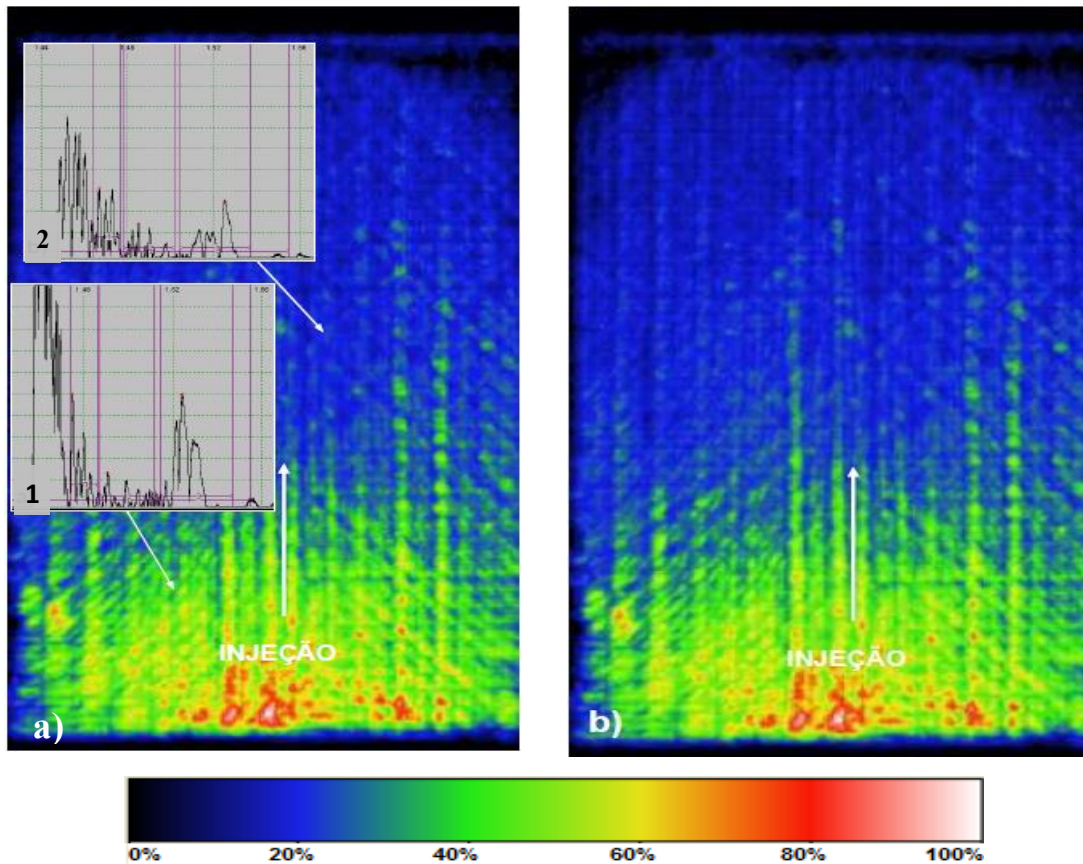


Figura 24 - Mapeamento da segunda placa processada a) com gráficos A-Scan; b) C-Scan.

Na Figura 24a, a região 1 mostra a curva obtida pelo método A-scan da região do início da injeção, e notam-se picos referentes à menor atenuação do som emitido pelo transdutor. A região 2 apresenta uma boa proporção fibra/matriz do compósito, sendo considerada ideal a impregnação.

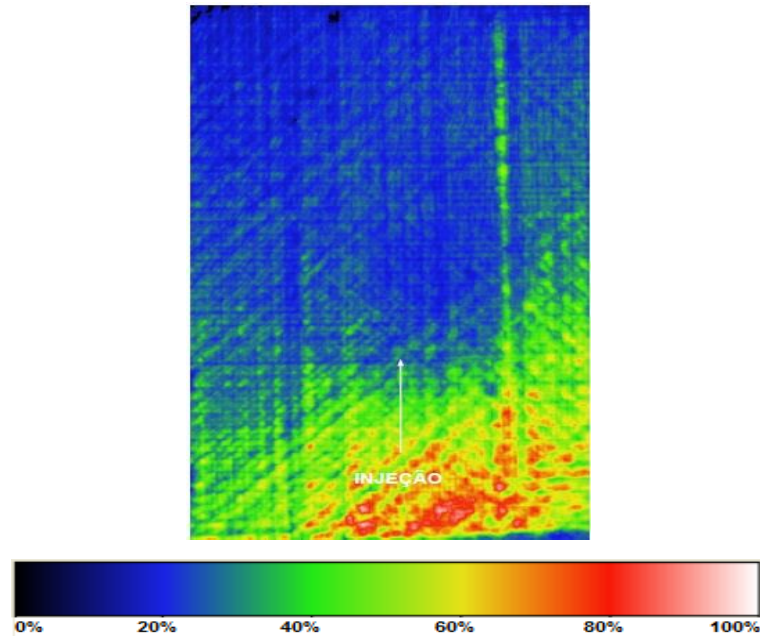


Figura 25 - Mapeamento C-Scan para a terceira placa processada.

Para terceira placa processada, foi alterada a pressão de injeção, de forma a melhorar o ganho na atenuação na região que anteriormente mostrou-se deficiente, ou seja, no lado de saída de resina. Desta forma, obteve-se o mapeamento da Figura 25, no qual nota-se um menor gradiente de atenuação, porém com maior resposta de sinal no início da placa, devido ao acúmulo de resina em resposta à maior pressão de injeção.

4.2.3.2. Ultrassom do Satin Weave

O mapeamento realizado utilizando o tecido Satin Weave resultou na no mapa da Figura 26, que assim como o NCF, apresentou uma bolsa de resina no início da placa, facilmente visualizado na Figura 26b. Com o transdutor de 2,25 MHz, percebe-se a diferença de impregnação nas bordas, que são provenientes da aplicação de silicone para evitar o caminho preferencial da resina pelas laterais (Figura 26a). Também é possível verificar na seta indicada um ponto de deficiência, podendo ser um possível vazio.

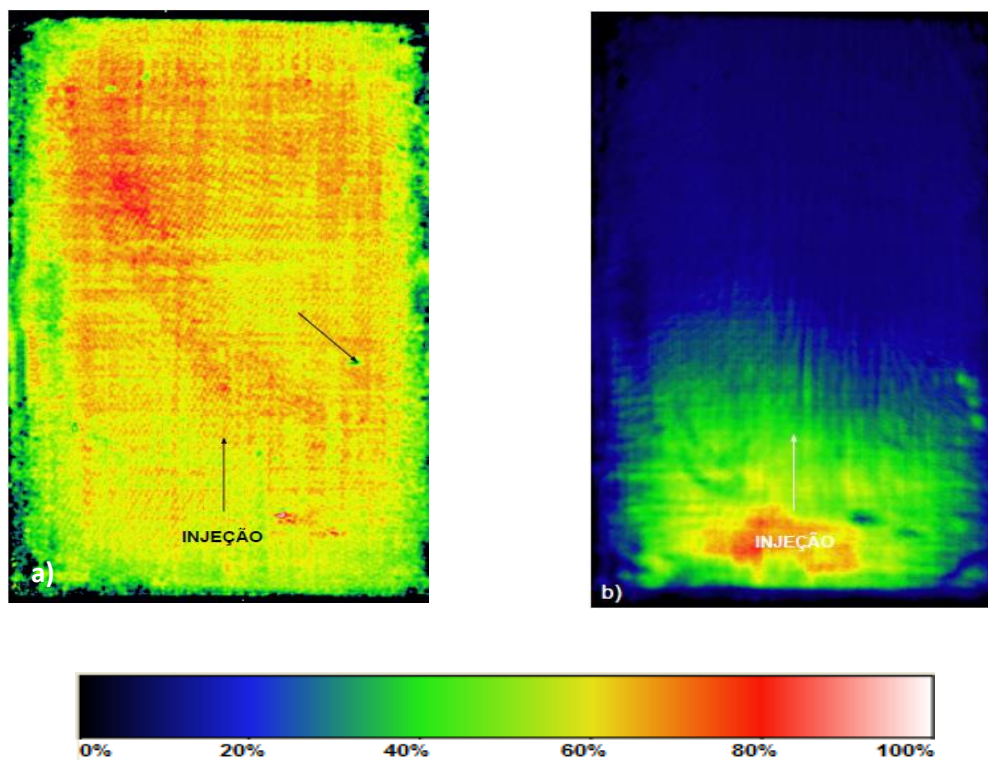


Figura 26 - Mapeamento C-Scan da placa processada utilizando o tecido Satin Weave 5HS: a) utilizando transdutor de 2.25 MHz; e b) transdutor de 10 MHz.

4.2.4. Ensaio de Flexão

Para os compósitos processados, os resultados obtidos através do ensaio de flexão de três pontos para os 8 corpos de prova podem ser visualizados na Tabela 3:

Tabela 3 - Dados do ensaio de flexão obtidos para cada corpo de prova do compósito NCF/epóxi e Satin Weave/epóxi.

NCF			Satin Weave		
Corpo de prova	Tensão de Ruptura (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Corpo de prova	Tensão de Ruptura (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
CDP 1	882.93	30.68	CDP 1	784.28	26.66
CDP 2	922.22	31.94	CDP 2	716.37	35.63
CDP 3	711.45	26.96	CDP 3	728.33	24.05
CDP 4	669.60	28.07	CDP 4	803.27	28.03
CDP 5	717.13	25.98	CDP 5	756.45	26.59
CDP 6	760.71	26.75	CDP 6	806.11	25.30
CDP 7	834.71	27.30	CDP 7	849.34	29.37
CDP 8	799.08	33.95	CDP 8	763.76	25.63
Média	787.23	28.95	Média	775.99	27.66
Desvio Padrão	76.36	2.88	Desvio Padrão	43.85	3.61

O laminado NCF apresentou maiores tensões de flexão nas regiões de entrada e saída de resina em comparação com a parte central. Isto se deve ao fato da placa processada apresentar certo grau de empenamento após o resfriamento, resultante da assimetria das orientações das camadas de fibra. Assim, na região central da placa, o acúmulo de tensões internas residuais foi maior do que nas extremidades da mesma, evidenciado pelo desvio padrão de aproximadamente 10% do valor médio.

O laminado 5HS apresentou um grau de empenamento muito menor, já que as camadas foram dispostas simetricamente, resultando então em uma menor dispersão dos resultados de tensão de flexão do corpo de prova e um desvio-padrão menor que no compósito formado pelo NCF, com diferença de 5,6% a partir da média.

Como o desvio-padrão dos módulos de elasticidade encontrados foram relativamente baixos comparados ao valor médio, pode-se afirmar que a proporção fibra-matriz se manteve praticamente homogênea, resultado de uma boa impregnação dos laminados processados.

5. CONCLUSÃO

Com as análises realizadas neste projeto, pode-se avaliar com as técnicas empregadas que os laminados tanto de NCF quanto de Satin Weave apresentaram impregnação homogênea e com boa interação reforço/matriz, alcançando o objetivo de estudo do processamento. O compósito utilizando o NCF apresentou, em média, valores maiores de tensão de flexão do que o Satin Weave, o que pode ser justificado devido à disposição das fibras a 0° apoiadas no sentido longitudinal, as quais aumentam a resistência à flexão do laminado (maior distância dessas camadas da linha neutra). Apesar destes valores, o laminado Satin Weave/epóxi apresentou melhor homogeneidade ao longo de sua extensão, ocasionado pela simetria encontrada entre as camadas de fibras, o que não ocorre no compósito NCF/epóxi, que apresentou um empenamento na região central da placa e gerou um desvio padrão mais elevado nos valores de tensão de flexão.

A temperatura de transição vítrea do laminado Satin Weave/epóxi foi maior que a do NCF, o que indica maior interação entre as cadeias devido à melhor impregnação entre as camadas de tecido. Isto ocorre porque no compósito formado pelo Satin Weave ocorre o empilhamento de camadas simples de tecido, enquanto no NCF as camadas são costuradas quatro a quatro, dificultando a permeabilidade da resina entre as mesmas.

Desta forma, pode-se concluir que o compósito formado pelo Satin Weave apresentou uma melhor impregnação e uma maior homogeneidade nos valores de resistência à flexão devido à maior planicidade do compósito.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKAY, M. Aspects of dynamic mechanical analysis in polymeric composites. **Technology** v. 47, p. 419-423, 1993.

ALVAREZ, V. A., VALDEZ, M. E., & VÁZQUEZ, A. Dynamic mechanical properties and interphase fiber/matrix evaluation of unidirectional glass fiber/epoxy composites. **Polymer Testing** , v. 22, p. 611-615, 2003.

ANASYS. Acesso em 01 de Agosto de 2012, disponível em ANASYS: <http://www.anasys.co.uk/library/dma1.htm>

ANDREUCCI, R. **Ensaio por Ultra-Som – Aplicação Industrial**. Abende, Julho de 2008.

BAKER, A. A., DUTTON, S., KELLY, D. **Composite materials for aircraft structures**. 2 ed. Reston: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5 ed. LTC, 2008.

CANEVAROLO, S. V. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber, 2003.

CIELEC. Acesso em 06 de Junho de 2009, disponível em CIELEC: http://www.cielec.com/images/thermo_gravimetric_kit.gif

CIMM. Acesso em 19 de Junho de 2009, disponível em CIMM: http://www.cimm.com.br/cimm/construtordepaginas/htm/3_24_8728.htm

COSTA, M. L., PAIVA, J. M., BOTELHO, E. C., REZENDE, M. C. Avaliação Térmica e Reológica do Ciclo de Cura do Pré-Impregnado de Carbono/Epóxi. **Polímeros: Ciência e Tecnologia** , v. 13, p. 188-197, 2003.

DENG, S., ZHOU, X., FAN, C., LIN, Q., ZHOU, X. Release of interfacial thermal stress and accompanying improvement of interfacial adhesion in carbon fiber reinforced epoxy resin composites: Induced by diblock copolymers. **Composites: Part A** , v. 43, p. 990-996, 2012.

ENGINEERED MATERIALS HANDBOOK. **Composites. An introduction to composites**. ASM International, 1995.

GAO, S. L., MADER, E., ZHANDAROV, S. F. Carbon Fibers and Composites with Epoxy Resins: Topography, Fractography and Interphases. **Carbon** , v. 42, p. 515-529, 2004.

GARCIA, A. **Ensaio dos Materiais**. LTC, 2000.

GOERTZEN, W. K., KESSLER, M. R. Dynamic mechanical analysis of carbon/epoxy composites for structural pipeline repair. **Composites: Part B** , v. 38, p. 1-9, 2007.

GOPAL, A. K., ADALI, S., VERIJENKO, V. E. Optimal temperature profiles for minimum residual stress in the cure process of polymer composites. **Composite Structures** , v. 48, p. 99-106, 2000.

HAN, S. H., OH, H. J., LEE, H. C., KIM, S. S. The effect of post-processing of carbon fibers on the mechanical properties of epoxy-based composites. **Composites: Part B** , 2012.

HEXCEL. Acesso em 16 de Junho de 2009, disponível em HEXCEL: www.hexcel.com

MOTHÉ, C. G. **Análise Térmica de Materiais**. São Paulo: iEditora, 2002.

NETO, F. L., & PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. Edgard Blucher, 2006.

PARK, S. Y., CHOI, H. S., CHOI, J. W., HYUK, K. Effect of vacuum thermal cyclic exposures on unidirectional carbon fiber/epoxy composites for low earth orbit space applications. **Composites: Part B**, v. 43, p. 726–738, 2012.

PLASTECH. Acesso em 22 de Maio de 2009, disponível em PLASTECH: www.plastech.co.uk/Images/JEC%20RTM%20Diagram.jpg

REZENDE, M. C., BOTELHO, E. C. O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros** , v. 10, p. e4-e10, 2000.

RODRIGUES, G. V., MARCHETTO, O. **Universidade Federal de Santa Catarina**. Acesso em 20 de 08 de 2010, disponível em UFSC: <http://www.materiais.ufsc.br/Disciplinas/EMC5733/Apostila.pdf>

RUDD, C. D., TURNER, M. R., LONG, A. C., MIDDLETON, V. Tow placement studies for liquid composites moulding. **Composites: Part A**, 1999.

RUSHING, R. A., THOMPSON, C., CASSIDY, P. E. Investigation of polyamine quinones as hydrophobic curatives for epoxy resins. *Journal of Applied Polymer Science* , v. 53, n. 9, p. 1211-1219, 1994.

TEWFIC, T., SARHADI, M. Novel folding device for manufacturing aerospace composite structures. **Proceedings of SPIE - The International Society of Optical Engineering** , v. 4192, p. 212-221, 2000.

TOLDY, A., SZOLNOKI, B., MAROSI, G. Flame retardancy of fibre-reinforced epoxy resin composites for aerospace applications. **Polymer Degradation and Stability** n. 96, p. 371-376, 2011.

TSANZALIS, S. et al. 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** , 2007.

VICK. Acesso em 08 de Junho de 2009, disponível em VICK: <http://www.vick.com.br/vick/Produtos/>