



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

THATIANE BROCKS

**PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA DE COMPÓSITOS ESTRUTURAIS
BASEADO EM ANÁLISES DINÂMICO-MECÂNICAS**

**Guaratinguetá
2015**

THATIANE BROCKS

PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA DE COMPÓSITOS ESTRUTURAIS
BASEADO EM ANÁLISES DINÂMICO-MECÂNICAS

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi
Coorientador: Prof. Dr. Herman J. Cornelis Voorwald

Brocks, Thatiane

B864p

Predição de vida em fadiga de compósitos estruturais baseado em análises dinâmico-mecânicas / Thatiane Brocks– Guaratinguetá, 2015.
108 f. : il.

Bibliografia : f. 97-101

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2015.

Orientadora: Prof^a Dr^a Maria Odila Hilário Cioffi

Coorientador: Prof Dr Herman Jacobus Cornelis Voorwald

1. Compósitos poliméricos - Fadiga 2. Resistência de materiais
3. Laminação (Metalurgia) I. Título

CDU 621.1

THATIANE BROCKS

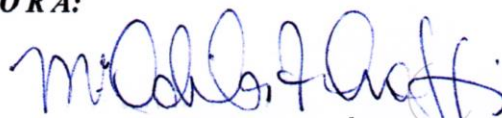
**ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

**PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS**

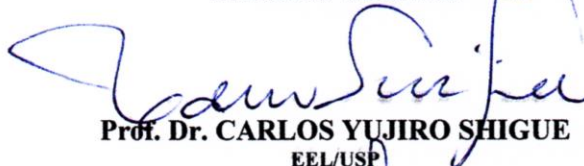
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

**Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho
Coordenador**

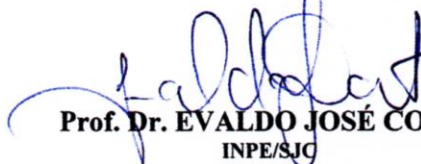
BANCA EXAMINADORA:



Prof.ª Dr.ª MARIA ODILA HILÁRIO CIOFFI
Orientadora / UNESP/FEG



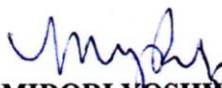
Prof. Dr. CARLOS YUJIRO SHIGUE
EEL/USP



Prof. Dr. EVALDO JOSÉ CORAT
INPE/SJC



Prof. Dr. MARCOS YUTAKA SHIINO
UNESP/SJC



Prof.ª Dr.ª MIDORI YOSHIKAWA PITANGA
UNISAL/Lorena

Dezembro de 2015

DADOS CURRICULARES

THATIANE BROCKS

NASCIMENTO	08.03.1983 – SANTA BÁRBARA D´OESTE/SP
FILIAÇÃO	José Geraldo Brocks Mara Silvia Liasch Brocks
2001/2002	Curso Técnico em Administração de Empresas, no Centro Paula Souza de Americana-SP.
2004/2008	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2009/2011	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2011/2015	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Doutorado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

...ao meu amado esposo *Leonardo Zanetti de Lima*,
amigo, incentivador e auxiliador.

AGRADECIMENTOS

Ao meu querido *Jesus*, que por estar vivo, me capacitou e conduziu meu trabalho. Ele não precisaria ter feito mais nada, afinal, já fez o mais importante: morreu por mim. Mas como de costume, sempre gentil e amoroso, me ajudou durante todos esses anos.

Ao meu amado esposo *Leonardo Zanetti de Lima* pelo apoio, paciência e compreensão. Sem as muitas conversas, conselhos, lágrimas enxugadas e palavras de incentivo e motivação teria sido muito mais difícil.

Aos meus pais *José Geraldo Brocks* e *Mara Silvia Liasch Brocks*, agradeço o apoio, a confiança e o suporte financeiro que me deram na graduação. Se vocês não tivessem acreditado eu não teria chegado até aqui. Às minhas irmãs *Mariana Brocks* e *Bárbara Brocks*, obrigada pelas conversas divertidas e incentivos.

A minha orientadora Prof.^a Dr.^a *Maria Odila Hilário Cioffi*, por tudo o que aprendi desde que cheguei ao Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos. Ensinaamentos que não se resumem à conhecimento técnico, mas vivencias que me fizeram amadurecer e deixar de ser aluna para me tornar uma profissional.

Aos meus queridos amigos de profissão *Kelly C. C. Benini*, *Marcos Y. Shiino*, *Andressa C. Milanese* e *Sérgio R. Montoro*. Vocês fizeram com que esse período fosse incrível. Obrigada pelas risadas, por toda ajuda nos laboratórios, pelos cafés e bolos e pelo consolo quando algo não saia como o planejado. Já sinto saudades de trabalhar diariamente com vocês!

Aos novos amigos que tem chegado ao GFMA, *Francisco Monticelli*, *Dielly Cavalcanti*, *Thiago Minto* e *Veronica Oliveira*, pela simpatia e disponibilidade. E aos que já passaram pelo grupo, *Midori Y Pitanga* e *Rafael Bonora* pela experiência e conhecimentos compartilhados.

Ao professor *Luis Rogério de Oliveira Hein* do DMT/FEG/UNESP pelas imagens feitas no MEV e ao professor *Carlos Yujiro Shigue* do DMAR/EEL/USP pela doação de nitrogênio líquido e ao Prof. *Valdir Alves Guimarães* por toda a ajuda.

À todos os funcionários do DMT que colaboraram para o andamento deste trabalho, especialmente ao técnico *Manoel Francisco* que se dispôs inúmeras vezes a trabalhar aos sábados e domingos para me ajudar.

À FAPESP (Projeto 2011/11311-1) pelo apoio financeiro para realização deste trabalho.

Este trabalho contou com apoio da seguinte entidade

- FAPESP – Processo nº 2011/11311-1.

- FAPESP (BEPE) – Processo nº 2012/13431-7

"Àquele que é capaz de fazer infinitamente mais do que tudo o que pedimos ou pensamos, de acordo com o seu poder que atua em nós, a ele seja a glória na igreja e em Cristo Jesus, por todas as gerações, para todo o sempre! Amém!"

(Efésios 3: 20-21)

BROCKS, T. **Predição de vida em fadiga de compósitos estruturais baseada em análise dinâmico-mecânica**. 2015. 108f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

RESUMO

O aprofundamento no conhecimento das propriedades dos compósitos, especialmente aquelas com função estrutural, tem se mostrado necessário como uma forma de segurança à indústria de transportes na aplicação de compósitos em estruturas primárias. Considerando o esforço cíclico como responsável por 90% das falhas mecânicas de componentes em serviço, o estudo dos efeitos deste tipo de carregamento sobre as propriedades mecânicas do compósito e seus mecanismos de falha se faz necessário. Estudos recentes têm mostrado que a combinação entre técnicas de análise mecânica e térmica é muito útil no estudo do comportamento mecânico dos compósitos de matriz polimérica, pois considera-se também o efeito da relaxação das cadeias poliméricas sobre seu comportamento mecânico. A análise dinâmico-mecânica (DMA) é uma das técnicas mais sensíveis na detecção de movimentação molecular causada pela incidência de temperatura, frequência ou uma combinação de ambos, por este motivo foi a técnica determinada como ideal para a relação com os resultados de resistência à fadiga em função de tensão e temperatura apresentados neste trabalho. Esta relação, DMA-Fadiga, é ainda pouco explorada devido à dificuldade em relacionar parâmetros viscoelásticos e propriedades mecânicas, portanto, o ineditismo deste trabalho está em definir uma relação que contribua com a predição de vida em fadiga de um compósito carbono/epóxi. O desenvolvimento do trabalho consistiu inicialmente na confecção de laminados compósitos pelo processo de RTM (do inglês, *resin transfer molding*) a partir de uma matriz epóxi aeronáutica monocomponente (Prism EP2400 do fabricante Cytec) e reforço não tramado (NCF) de fibras de carbono quadriaxial ($0^{\circ}/+45^{\circ}/-45^{\circ}/90^{\circ}$) empilhados de forma a atingir uma fração volumétrica de fibras maior que 50%. O compósito produzido foi submetido à análises dinâmico-mecânicas isotérmicas entre -70°C e 220°C , em intervalos de 10°C , nas frequências de 0,01; 0,05; 0,2; 0,5; 1; 5; 28; 40 e 100 Hz. Os conjuntos de resultados obtidos foram trabalhados para construção de curvas STT (superposição tempo-temperatura) para E' , E'' e $\tan \delta$ (t δ), tanto para a resina quanto para o compósito. Estes dados permitiram a construção da STT de resistência interfacial para três temperaturas de referência, sendo elas: 0°C , temperatura ambiente ($\sim 25^{\circ}\text{C}$) e 80°C . O compósito foi submetido à testes de fadiga em

flexão em todas as três temperaturas de referência citadas. Durante o teste de fadiga o decaimento do Módulo de Young foi monitorado, permitindo determinar o momento de início de delaminação para cada carga e temperatura de teste aplicados. Os resultados mostraram que a resistência à fadiga diminui com o aumento da temperatura devido ao aumento da ductilidade da matriz, o que facilita o surgimento de trincas e consequente delaminação do compósito. Testes de flexão estática foram realizados após a fadiga, uma vez que o critério de falha adotado não levou o corpo de prova à ruptura final, permitindo a determinação da resistência residual do material após determinado grau de decaimento do módulo de Young, que neste estudo pode ser relacionado com a delaminação do compósito. As fraturas foram analisadas com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura e mostraram que temperaturas mais altas causam maior deformação na matriz, corroborando com os resultados do teste de fadiga. Dentre os resultados obtidos com DMA, a curva STT de E' mostrou maior correlação com o comportamento em fadiga do compósito, uma vez que mostra uma tendência da resistência à delaminação e por este motivo foi o parâmetro dinâmico-mecânico escolhido para ser relacionado com a vida em fadiga. Outro dado escolhido foi o decaimento do valor do módulo de Young, uma vez que é função do crescimento da delaminação e afeta diretamente a vida em fadiga do compósito. Portanto, este trabalho propõe um método de predição de vida em fadiga baseado na relação entre o tempo de estabilidade de E' e a vida em fadiga de um compósito, uma vez que, conhecendo-se E' é possível ter uma ideia aproximada da vida em fadiga do compósito.

PALAVRAS-CHAVE: compósito estrutural, DMA, superposição tempo-temperatura, fadiga.

BROCKS, T. **Structural composite fatigue life prediction based on dynamical mechanical analysis**. 2015. 108f. Thesis (Doctor in Mechanical Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

ABSTRACT

The knowledge of composite properties, especially in the structural application case, have been considered extremely necessary in order to support the transportation industry into apply these materials. It is widely known that 90% of failures can be attributed to cyclic loading, so the study of fatigue effects on composites behavior and failure mechanisms become extremely necessary. Recent studies have shown that mechanical and thermal analysis techniques association is very useful in order to determine mechanical behavior of polymeric composites since the polymeric chain relaxation effects over that are also considerable. The dynamical mechanical analysis (DMA) is the most sensitive technique for detection of molecular motion caused by temperature and/or frequency incidence over polymers, reason that classifies the DMA as ideal to get results in order to relate with fatigue results in this study. The fatigue-DMA results correlation is not very explored because the difficulties involved in associating viscoelastic and mechanical properties, so, the originality of this study is to define a correlation between fatigue and DMA results able to contribute with a carbon/epoxy composite fatigue life prediction. This work development has consisted initially in the composite laminates manufactured by RTM (resin transfer molding) process, using a one-part aeronautical epoxy resin (Prism EP2400 - Cytec) as matrix and a quadriaxial ($0^\circ/+45^\circ/-45^\circ/90^\circ$) carbon non crimp fabric (NCF) as reinforcement, stacked to reach a fiber volume fraction up to 50%. The manufactured composite was characterized regarding impregnation quality and thermal stability and using the DMA (dynamical mechanical analysis) in an isothermal form between -70°C and 220°C , at each 10°C , for frequencies of 0,01; 0,05; 0,2; 0,5; 1; 5; 28; 40 and 100 Hz. Results obtained were used to plot the TTS (time-temperature superposition) curves for E' , E'' and $\text{Tan}\delta$ for both, matrix and composite. These data were used to plot the interfacial strength TTS curve for three reference temperatures: 0°C , room temperature ($\sim 25^\circ\text{C}$) and 80°C . The composite was also tested under fatigue in the same three reference temperatures. During the fatigue tests the Young's Modulus decreasing were monitored, allowing to determine the delamination starts for each load applied on each test temperature. Results reveal that the composite fatigue resistance decreases with the temperature rise due to matrix ductility increasing which provides the

cracks onset, followed by delamination process. Quasi-static flexural tests were carried out after fatigue tests, since the failure criterion adopted did not allow the samples failure. This fact allowed the residual flexural resistance ascertainment after fatigue. Fractures were observed using a scanning electronic microscope (SEM) and showed that highest temperatures induces highest deformations in the matrix, corroborating with the fatigue test results. Among the DMA results, the E' TTS curve have showed the best correlation with the composite fatigue behavior due to the delamination resistance tendency showed and due to this it was the dynamical mechanical parameter choose to be related with the composite fatigue life. Thus, this work proposes a relation between E' and the composite fatigue life as a time function for all of the three temperatures as a prediction fatigue life method.

KEYWORDS: structural composite, DMA, time-temperature superposition, fatigue.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Degradação da resistência durante a solicitação cíclica.	17
Figura 3.2 – Estado de tensão plana em uma lâmina.....	21
Figura 3.3 – Níveis de observação e tipo de análise para materiais compósitos.....	22
Figura 3.4 – Microflambagem das fibras: (a) microflambagem (b) para fibras dúcteis e (c) para fibras frágeis.....	24
Figura 3.5 – Superfície de falha determinada pelo critério de Máxima Tensão.....	26
Figura 3.6 – Classificação da tensão de degradação.	28
Figura 3.7 – Diagrama de vida constante.	29
Figura 3.8 – Diagrama CDL construído com dados experimentais.	30
Figura 3.9 – Variação da tensão e da deformação com o tempo para um sinal oscilatório.....	32
Figura 3.10 – Pontos de determinação da temperatura de transição vítrea utilizando DMA. ...	34
Figura 3.11 – a) Dados coletados para diversas temperaturas e b) curva de superposição tempo-temperatura, gerada com os dados do item a.....	35
Figura 5.1 – Fluxograma da Etapa 1.....	44
Figura 5.2 - Ilustração do processamento por RTM.....	46
Figura 5.3 – Sistema RTM utilizado.	48
Figura 5.4 – Esquema da aplicação do silicone nas laterais do laminado.....	48
Figura 5.5 – Fluxograma da Etapa 2.....	50
Figura 5.6 – Sequência de testes com DMA.	51
Figura 5.7 - Resultados da análise do compósito em DSC e DMA para auxílio da determinação da faixa de temperatura de teste em fadiga.	53
Figura 5.8 – Esquema para construção das curvas mestras.....	55
Figura 5.9 – Tela de acompanhamento dos valores utilizados para cálculo de E durante a fadiga.	58
Figura 6.1 – Viscosidade <i>versus</i> tempo da resina epóxi PRISM EP2400 para as temperaturas de 90 °C, 100 °C e 120 °C.	59
Figura 6.2 – Curva de DSC dinâmica da resina epóxi PRISM EP2400.....	60
Figura 6.3 – Curvas de DSC isotérmica da resina PRISM EP2400.	61
Figura 6.4 – Curva termogravimétrica (a) da resina epóxi PRISM EP2400 e (b) do compósito, sob atmosfera de N ₂	62
Figura 6.5 - Mapa de atenuação C-Scan para os laminados a) L1, b) L2 e c) L3.....	63
Figura 6.6 – Escala de cores para mapas de C-Scan.....	63
Figura 6.7 – Curvas de $T - T_{ref} / \log a_T$ <i>versus</i> $T - T_{ref}$ para determinação dos valores de C_1 e C_2 para (a) resina epóxi Prism EP 2400 e (b) compósito carbono/epóxi.....	64
Figura 6.8 – Região de frequência de transição vítrea do compósito definida pela curva de E' para (a) $T_{ref} = 0$ °C, (b) $T_{ref} = 25$ °C (amb) e (c) $T_{ref} = 80$ °C.	67
Figura 6.9 – Sobreposição das curvas mestras de $E'(t)$ do compósito para temperaturas de referência de 0 °C, T_{amb} e 80 °C.	68
Figura 6.10 – Curvas STT de E'' em função do tempo para as T_{ref} escolhidas.	69
Figura 6.11 – Curvas STT de $\tan \delta$ em função do tempo para as T_{ref} escolhidas.....	70
Figura 6.12 – Curva de resistência interfacial “b” do compósito em função do tempo para (a) $T_{ref} = 80$ °C e (b) $T_{ref} = amb$ e (c) $T_{ref} = 0$ °C.....	71
Figura 6.13 - Curva de resistência interfacial “b” do compósito em função da frequência para (a) $T_{ref} = 80$ °C e (b) $T_{ref} = amb$ e (c) $T_{ref} = 0$ °C.....	73
Figura 6.14 – Curva S-N sobreposta para as três temperaturas de teste.....	75
Figura 6.15 – Decaimento de E durante carregamento cíclico para testes a (a) $T = 80$ °C, (b) $T = 25$ °C e (c) $T = 0$ °C.....	77

Figura 6.16 – Decaimento de E em função do tempo durante a fadiga.....	78
Figura 6.17 – Tensão residual pós-fadiga para os compósitos testados.....	80
Figura 6.18 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a 0 °C e solicitado sob (a) 90%, (b) 85% e (c) 75% da $\sigma_{máxf}$	82
Fonte: (autor).....	82
Figura 6.19 – Detalhes da fratura do compósito testado à 0 °C e solicitado sob (a) 90%, (b) 85% e (c) 75% da $\sigma_{máxf}$	83
Figura 6.20 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a temperatura ambiente e solicitado sob (a) 90%, (b) 80% e (c) 70% da $\sigma_{máxf}$	84
Fonte: (autor).....	84
Figura 6.21 – Deformação na matriz do compósito testado a temperatura ambiente e solicitado sob (a) 90%, (b) 80% e (c) 70% da $\sigma_{máxf}$	85
Figura 6.22 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a 80 °C e solicitado sob (a) 85%, (b) 68% e (c) 66% da $\sigma_{máxf}$	87
Fonte: (autor).....	87
Figura 6.23 – Deformação na matriz do compósito testado a T = 80 °C e solicitado sob (a) 85%, (b) 68% e (c) 66% da $\sigma_{máxf}$	88
Figura 6.24 – Superfície de fibras com matriz aderida para as amostras testadas com mesmo nível de carga para (a) T = 0 °C, (b) Tamb e (c) T = 80 °C.....	90
Figura 6.25 – Tempo de estabilidade de E' em função da temperatura.....	91
Figura 6.26 – Curvas S-N com linha de tendência polinomial e suas equações.....	92
Figura 6.27 – Relação entre tempo de estabilidade de E' e a constante (a) A, (b) B e (c) C da equação da curva S-N.....	93
Figura 6.28 – Ilustração do passo-a-passo do método de predição de vida em fadiga proposto.	94
Figura 6.29 – Predição da curva S-N a 50 °C para o material estudado.....	95
Figura 1A – Segmentos de curva para a) Log E' x Log f, b) Log E'' x Log f e c) LogT δ x Log f para a resina epóxi Prism EP 2400.....	102
Figura 2A – Segmentos de curva para a) Log E' x Log f, b) Log E'' x Log f e c) LogT δ x Log f para o compósito.....	102
Figura 1B – Curva STT de Log E' x Log f do compósito para a) Tref = 80 °C e b) Tref = 0 °C	103
Figura 2B – Curva STT de Log E' x Log f para Tref = 25 °C para a) Resina e b) compósito.	103
Figura 3B – Curva STT de Log E'' x Log f para Tref = 25 °C para a) Resina e b) compósito.	104
Figura 4B – Curva STT de Log tanD x Log f para Tref = 25 °C para a) Resina e b) compósito.	104
Figura 1C – Curva STT de Log E' x Log t para Tref = 0 °C para a) Resina e b) Compósito.....	105
Figura 2C – Curva STT de Log E'' x Log t para Tref = 0 °C para a) Resina e b) Compósito.	105
Figura 3C – Curva STT de Log tan δ x Log t para Tref = -70 °C para a) Resina e b) Compósito.....	106
Figura 4C – Curva STT de Log E' x Log t para Tref = 25 °C para a) Resina e b) Compósito.	106
Figura 5C – Curva STT de Log E'' x Log t para Tref = 25 °C para a) Resina e b) Compósito.	106
Figura 6C – Curva STT de Log tanD x Log t para Tref = 25 °C para a) Resina e b) Compósito.	107
Figura 7C – Curva STT de Log E' x Log t para Tref = 80 °C para a) Resina e b) Compósito.	

.....	107
Figura 8C – Curva STT de $\text{Log } E'' \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 80 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) compósito.	107
.....	107
Figura 9C – Curva STT de $\text{Log TanD} \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 80 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.....	108

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 – Comparação entre as propriedades das resinas Cycom 890 RTM e Prism EP 2400	42
Tabela 4.2 – Propriedades e características do reforço	43
Tabela 5.1 – Limites de operação de jatos leves quanto à temperatura e frequência de vibração, segundo ANAC.....	53
Tabela 5.2 – Parâmetros de temperatura de frequência de vibração para os ensaios de DMA e fadiga em flexão.....	54
Tabela 6.1 – Pressões e temperaturas envolvidas no processamento dos laminados.....	62
Tabela 6.2 – Parâmetros C1, C2 e D determinados para resina e compósito.....	65
Tabela 6.3 – Dados de força interfacial para os compósitos em função do tempo.	72
Tabela 6.4 – Log b para frequência de 8 Hz.....	74
Tabela 6.5 – Limite de estabilidade de E durante a fadiga em função de Log t.....	79
Tabela 6.6 – Equações das curvas S-N e valores dos termos A, B e C para cada temperatura.	92

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANAC	Agência Nacional da Aviação Civil
ASTM	<i>Association Standards Testing Materials</i>
ATM	Metodologia de Teste Acelerado
CLD	Diagrama de Vida Constante
DMA	Análise Dinâmico-Mecânica
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	Derivada Termogravimétrica
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NCF	<i>Non Crimp Fabric</i>
RTCA	Regulamentação brasileira da Aviação Civil
STT	Superposição Tempo Temperatura
Tg	Transição vítrea
TGA	Termogravimetria
Tr	Temperatura de referência
WLF	William-Landel-Ferry

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	OBJETIVO	14
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1	COMPÓSITOS ESTRUTURAIS COM APLICAÇÕES AEROESPACIAIS	15
3.2	FADIGA EM COMPÓSITOS	15
3.3	COMPÓSITOS E FADIGA: HISTÓRICO DE ESTUDOS DESENVOLVIDOS	17
3.4	MODELO DE PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA PARA COMPÓSITOS	21
3.4.1	Modelos para Cargas Estáticas	22
3.4.2	Modelos para Cargas Cíclicas	27
3.5	FUNDAMENTOS DA ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA	31
3.5.1	Sobreposição Tempo-Temperatura (STT)	35
3.5.2	Termorrígidos e DMA.....	37
3.6	RELAÇÃO ENTRE DMA E FADIGA.....	37
4	MATERIAIS	42
4.1	MATRIZ POLIMÉRICA PRISM EP2400	42
4.2	REFORÇO – NCF QUADRIAXIAL	42
5	METODOLOGIA.....	44
5.1	ETAPA 1 – OBTENÇÃO DO MATERIAL	44
5.1.1	Caracterização da Matriz Polimérica	44
5.1.2	Processamento dos Laminados Compósitos	46
5.1.3	Inspeção do Laminado Compósito	49
5.1.4	Preparação de amostras de resina para DMA	50
5.2	ETAPA 2 – CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL.....	50
5.2.1	Compósitos	51
5.2.2	Matriz	58
6	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	59
6.1	CARACTERIZAÇÃO DA RESINA.....	59
6.1.1	Viscosidade	59
6.1.2	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	60
6.1.3	Termogravimetria (TGA)	61
6.2	PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DOS LAMINADOS COMPÓSITOS	62
6.3	SUPERPOSIÇÃO TEMPO-TEMPERATURA	63
6.3.1	STT de E', E'' e tanδ do compósito	66
6.4	FORÇA INTERFACIAL.....	70
6.5	RESISTÊNCIA À FADIGA.....	74
6.6	ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS FRATURAS POR FADIGA.....	80
6.7	PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA	90
7	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	96

REFERÊNCIAS	97
APÊNDICE A – SEGMENTOS DE CURVA NECESSÁRIOS PARA CONSTRUÇÃO DAS CURVAS STT 102	
APÊNDICE B – CURVAS STT EM FUNÇÃO DA FREQUÊNCIA.....	103
APÊNDICE C – CURVAS STT EM FUNÇÃO DO TEMPO	105

1 INTRODUÇÃO

Materiais compósitos de matriz polimérica começaram a ser fabricados em 1940 e aplicados estruturalmente em 1970. Apesar de o material ter se mostrado vantajoso e muito atrativo, o custo do processo era muito alto e as propriedades do material ainda pouco conhecidas. Os grandes desafios nesta ocasião foram: definir processos de fabricação adequados e entender os principais mecanismos de falha destes (CARLSON, KARDOMATEAS, 1995).

Acreditava-se que estes materiais não sofreriam com fadiga devido a sua alta rigidez na direção das fibras, o que faz com que a deformação seja tão baixa que se torna incapaz de gerar qualquer dano local que inicie a degradação por fadiga. No entanto, mais tarde observou-se que, apesar de mínima deformação, a anisotropia dos compósitos gerava tensões normais às fibras danificando a interface fibra/matriz e iniciando os danos por fadiga (HARRIS, 2003).

Uma grande corrida foi feita para determinação das propriedades e características dos compósitos e, com isso, melhorar processos produtivos e projeto de componentes.

A evolução nos estudos mostrou que matrizes poliméricas sofriam processos de relaxação das cadeias, sendo estas influenciadas pelo tempo, ambiente, histórico térmico e adição do reforço. Surgia, então, a frente de estudo das propriedades viscoelásticas dos compósitos, que influenciam a resistência à fadiga dos laminados (POCHIRAJU; TANDON; SCHOEPPNER, 2012).

O estudo da vida em fadiga dos compósitos passou a contar, então, com o auxílio de técnicas como a análise dinâmico-mecânica, reconhecidamente sensível à relaxação das cadeias poliméricas da matriz. Essas relaxações proporcionam o aumento da movimentação molecular, que por sua vez, tem efeito significativo sobre as propriedades macroscópicas de compósitos poliméricos (CASSU; FELISBERTI, 2005). Existem faixas de frequência e temperatura que favorecem essas relaxações e podem ser facilmente detectadas pelo DMA.

A combinação de técnicas de análise de materiais possibilitou o surgimento de métodos e modelos matemáticos para a predição de vida em fadiga de materiais compósitos. A relação entre DMA e fadiga é muito pouco explorada até o momento devido à dificuldade em relacionar parâmetros viscoelásticos e propriedades mecânicas.

Neste trabalho os parâmetros medidos com DMA foram trabalhados de modo que fornecessem informações sobre faixas de frequência de relaxações e interface do compósito para as temperaturas de referência de 0 °C, 25 °C e 80 °C. O comportamento sob fadiga em

flexão foi avaliado para as mesmas temperaturas. Os resultados obtidos com DMA e fadiga em flexão foram utilizados para elaboração de um gráfico que defina os limites de aplicação do compósito estudado.

Este gráfico relaciona a resistência interfacial com a resistência à fadiga, ambas em função do tempo. O decaimento de E' e de E também foram monitorados, sendo E' utilizado para mostrar o início das relaxações e E o decaimento da rigidez do material devido à delaminações internas no compósito.

A fadiga em flexão de compósitos ainda é pouco estudada e, portanto, não normalizada. No entanto, é muito interessante para a indústria aeronáutica, uma vez que componentes primários como asas, empenagem e alguns itens do trem de pouso e fuselagem sofrem esforços de flexão. O uso das temperaturas de 0°C , 25°C e 80°C foi definido de modo que englobasse as temperaturas limites de aplicação do material e uma temperatura mais próxima da temperatura ambiente.

2 OBJETIVO

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver um método gráfico para predição de vida em fadiga para compósitos estruturais solicitados em flexão, visando a construção de um envelope de falha que considera análises dinâmico-mecânicas e de fadiga. Dessa forma, foram relacionadas as propriedades viscoelásticas do compósito com seu comportamento em fadiga.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 COMPÓSITOS ESTRUTURAIS COM APLICAÇÕES AEROESPACIAIS

Diversos tipos de combinação de materiais podem ser classificados como *compósito* desde que ao menos um dos constituintes desempenhe a função de reforço e outro a função de matriz. Portanto, trata-se de uma classe de materiais muito abrangente (CALLISTER; 2002).

O surgimento das fibras de carbono, boro e quartzo flexibilizaram projetos e possibilitaram o aumento da resistência mecânica, térmica e à erosão dos compósitos quando combinadas à matrizes específicas e, com isso, a inclusão destes materiais na indústria aeroespacial (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011).

Compósitos carbono/carbono apresentam excelente resistência térmica e à erosão, justificando sua aplicação em foguetes. Já compósitos de matriz polimérica reforçados com carbono apresentam maiores valores de resistência mecânica e rigidez específica, motivando sua utilização em aeronaves (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011).

Dentre as matrizes poliméricas de aplicação aeronáutica destacam-se a resina epóxi, a bismaleimida e termoplásticos como PPS (poli(sulfeto de fenileno)) e PEEK (poli-éter-éter-cetona). Quando combinadas com fibras de carbono e vidro atingem propriedades térmicas e mecânicas que possibilitam sua aplicação em componentes estruturais. Cerca de 40% dos compósitos aplicados estruturalmente pela indústria aeronáutica brasileira são de matriz epóxi reforçados com fibras de carbono (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011).

Em 2011 uma aeronave brasileira (EMB-170) já continha cerca de 13% de compósito. Os principais componentes fabricados são: nervura de asas, portas de trem de pouso, radome, flaps e bordas de ataque.

O crescente uso deste material justifica a intensificação de estudos que permitam aumentar o conhecimento das propriedades destes materiais (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011).

3.2 FADIGA EM COMPÓSITOS

Fadiga é o processo pelo qual danos existentes no material evoluem devido à aplicação de cargas cíclicas, que podem ser monotônicas ou flutuantes. Esses danos levam os materiais a falharem com cargas inferiores ao seu limite de resistência máxima (JANG, 1994). O comportamento e a sensibilidade aos diferentes tipos de carregamentos cíclicos, ou seja, trativo, compressivo ou alternado, é característica de cada material (HARRIS, 2003).

Existiu uma tendência em tratar o comportamento em fadiga de materiais compósitos considerando os comportamentos já bem definidos dos materiais metálicos, com uma interpretação simplória e insuficiente dos resultados, no entanto, não existe um mecanismo universal para fadiga (HARRIS, 2003).

Nos metais o dano é localizado e a trinca cresce perpendicular à direção da tensão aplicada. Nos compósitos ocorre a sinergia de muitos mecanismos de falhas devido à sua não homogeneidade e anisotropia, como: trincas na matriz, descolamento interfacial, trincas na lâmina, delaminação, trincas transversais à lâmina e ruptura de fibras. A combinação total ou parcial desses mecanismos leva o compósito à ruptura total (HARRIS, 2003; JANG, 1994).

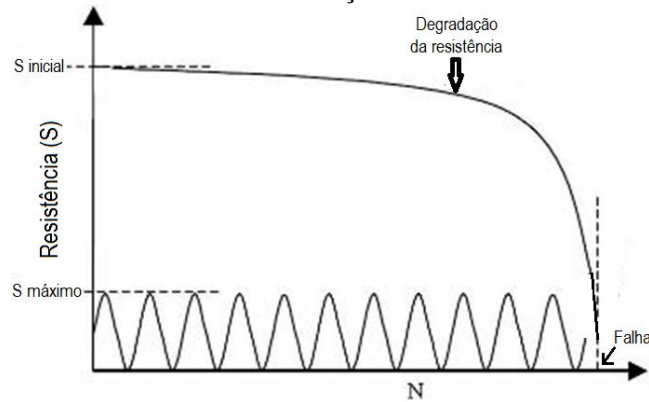
Os danos reduzem a rigidez e a capacidade de carregamento do compósito, no entanto, também podem atuar como alívio de tensão concentrada e prolongar o limite de fadiga do material. Nos metais, a extensão do dano é medida pelo comprimento da trinca, enquanto nos compósitos, é medida pela densidade de trincas (JANG, 1994).

A baixos níveis de tensão, os compósitos sustentam os danos que se iniciam na região solicitada. A resistência não é reduzida imediatamente, mas a rigidez o é (HARRIS, 2003). Quando os limites de deformação da matriz são excedidos, se iniciam as microtrincas (BAKER; DUTTON. KELLY, 2004), que evoluem para a delaminação local e, posteriormente para as delaminações de borda, que ocorrem devido à concentração de tensões de cisalhamento ou tensões normais na região (CARLSON; KARDOMATEAS, 1995).

Para compósitos laminados, a sequência de empilhamento das fibras tem forte influência no comportamento em fadiga. Ryder and Crossman mostraram que para compósitos grafite/epóxi $[0^\circ/\pm 45^\circ]_s$, a delaminação ocorre quando o compósito atinge 50% de sua vida em fadiga, iniciando entre as laminas de -45° e $+45^\circ$ seguido pela ruptura das fibras em 0° . Quando fibras a 90° são adicionadas ao compósito na configuração $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]_s$, a delaminação ocorre a 40% da vida em fadiga entre as laminas a 90° e $\pm 45^\circ$. Em compósitos $[0^\circ_2/90^\circ_4]_s$ a delaminação ocorre com 5.000 ciclos e a falha é explosiva. A redução da vida em fadiga e a precoce delaminação em compósitos $[0^\circ/90^\circ]$ é justificada pela diferença de rigidez entre as lâminas quando o compósito é carregado na direção 0° , por exemplo (CARLSON; KARDOMATEAS, 1995).

Mesmo suportando altos níveis de tensões, os compósitos podem falhar com cargas inferiores, se estas forem aplicadas ciclicamente. A justificativa está no acúmulo de dano, que faz com que a tensão suportada pelo material seja reduzida gradativamente até se igualar àquela em que o material está sendo solicitado, promovendo a falha. O gráfico da Fig.3.1 ilustra esse comportamento (HARRIS, 2003).

Figura 3.1 - Degradação da resistência durante a solitação cíclica.



Fonte: (adaptado de HARRIS, 2003).

3.3 COMPÓSITOS E FADIGA: HISTÓRICO DE ESTUDOS DESENVOLVIDOS

Baseando-se em uma revisão de publicações científicas, pode-se dizer que nas últimas duas décadas a fadiga em materiais compósitos foi bastante explorada. Foram estudados compósitos com diferentes tipos de matrizes e reforços, em diversos tipos de solitação e condições, sempre com o objetivo de entender o comportamento do material para atribuir-lhe funções estruturais, principalmente no setor aeronáutico.

Em 1991, Ozturk desenvolveu estudos de fadiga em tração em diferentes níveis de tensão com o intuito de verificar a influência dos danos de fadiga nas propriedades mecânicas dos compósitos. Neste estudo o autor verificou que a textura da matriz fraturada sofre influência da tensão aplicada em regime cíclico.

No mesmo ano, Pannkoke verificou o comportamento de compósitos de matriz termoplástica (policarbonato e PEEK) quando submetidos à fadiga em temperaturas criogênicas. A importância do estudo está em verificar a possibilidade de aplicação do material nessas condições. Concluiu-se que a contração da matriz gera tensões internas que influenciam nas propriedades do material de tal forma que podem reduzir a vida em fadiga em mais de 40% para cada faixa de tensão.

Ainda no início dos anos 90, Fang (1990) adicionou esferas de liga Sn-Pb entre as laminas de compósitos para aumentar a sua resistência à fadiga. Os resultados foram favoráveis quanto ao aumento da vida em fadiga e delaminação, já que a liga de metal dúctil favoreceu o aumento da tenacidade do compósito.

A tenacidade à fratura e o aspecto visual das fraturas por fadiga foi estudado por Xian (1994). Nesse estudo observou-se que a adição de termoplásticos poderia melhorar o comportamento em fadiga e até mesmo a interface entre fibras e matriz dos compósitos.

A diferença no comportamento de compósitos laminados submetidos a carregamentos cíclicos de tração-tração e compressão-compressão foi mostrada por Tai em 1995. No estudo fica claro que o tipo de carregamento influencia severamente os resultados, sendo o carregamento compressão-compressão o que mais prejudica a integridade dos materiais compósitos.

Carregamentos cíclicos em flexão também foram estudados, já que o material pode estar sujeito à esse tipo de carregamento durante sua vida. Em 1997, Couillard e Schwartz observaram que a fadiga em flexão gera uma perda de resistência mecânica e que, a altas taxas de deformação, pode promover quebra de fibras de reforço, trincas na matriz e falha interfacial, prejudicando sua integridade.

Ainda considerando a fadiga em flexão, em 2001, Weber e Schwartz monitoraram a influência da fadiga nas mudanças estruturais do compósito através da mudança de resistividade e do decaimento do módulo de flexão do compósito. Os autores mostraram que é possível identificar a ruptura das fibras, por exemplo. A mesma técnica de resistividade foi aplicada por Wang e Chung em 1998 para monitorar os danos causados pela fadiga em tração axial.

A fadiga foi estudada até mesmo para aplicação em infraestrutura, no setor da construção civil, por Demers em 1998.

Compósitos aplicados em aeronaves, principalmente, estão sujeitos a impactos. Esses podem ocorrer durante o voo (aves ou peças que podem se soltar) ou até mesmo durante a manutenção da aeronave (queda de ferramentas sobre os componentes). O principal efeito dos impactos é a delaminação da região impactada. Em 1999 Tai et al. (1999) desenvolveu um dos vários estudos sobre o assunto mostrando que a espessura do compósito tem grande influência na fadiga antes e depois de sofrer um impacto de baixa energia.

Outro importante assunto estudado diz respeito à iniciação e propagação de trinca interlaminar. Compósitos apresentam uma preocupante susceptibilidade ao surgimento e crescimento de trincas entre as laminas, ou delaminação, a maior limitante da vida útil do compósito e sua aplicação na indústria aeronáutica. A delaminação pode ser induzida durante o processo de fabricação ou gerada durante a vida em serviço devido a tensões interlaminares ou fraca adesão interfacial, gerando perda de resistência e rigidez (HILLEY, 2000; ARGÜELES et al., 2008). Em 2000 Hiley estudou fadiga nos modos I e II entre laminas com

orientações diferentes e concluiu que a orientação das lâminas influencia a delaminação. Arquellles et al. (2008) observaram que o crescimento da trinca diminui com o aumento de seu comprimento devido ao aumento da complacência causada pelos efeitos viscoelásticos da matriz.

Resistência à fadiga de compósitos carbono/epoxy em gigaciclos (10^9) e sob carregamento de carga variável foram estudados por Michel et al. (2006) e Reis et al. (2009), respectivamente. Michel et al. (2006) concluíram que a resistência à fadiga diminui após 10^6 ciclos, com alterações na rigidez e frequência de ressonância do material. O estudo de Reis, muito pertinente quando se visa a aplicação aeronáutica, observou que razões de carga negativa reduzem muito a vida em fadiga do material.

Nos últimos dois anos, as publicações tem mostrado uma tendência ao estudo de crescimento e propagação de trincas em compósitos sujeitos à carregamento cíclico, visto que a caracterização do padrão de crescimento é necessária à aplicação do material.

Kuronuma et al. (2011) caracterizaram o crescimento de trincas em compósitos com nanotubos de carbono baseado na integral-J. Burks et al. (2012), mostraram que em compósitos híbridos as trincas ocorrem primeiramente nas lâminas de fibras de vidro. Esse mesmo fenômeno foi observado por Kar et al. (2011) e Kar et al. (2012) e atribuído às concentrações de tensões geradas entre as lâminas devido à diferença de comportamento entre os dois sistemas compósitos.

Crescimento de delaminação nos modos I e II foram estudados para compósitos submetidos a carregamento misto (ZHANG et al., 2012) e sob influência da temperatura entre -60°C e 90°C , pois estruturas estão sujeitas a esse tipo de variação durante sua vida útil. Concluiu-se que a temperatura influencia a rigidez e com isso a energia necessária para iniciar uma fratura. Para temperaturas mais altas, maior deverá ser a energia necessária para iniciar uma trinca (CORONADO et al., 2012).

A dependência da direção de carregamento na vida em fadiga foi estudada por Vallons et al. (2011), pois compósitos estruturais com geometria complexa estão sujeitos à carregamentos cíclicos fora do eixo principal das fibras.

A influência da orientação das lâminas nos mecanismos de dano em juntas de compósitos coladas e submetidas à fadiga foi estudada por Meneghetti et al. (2012), que verificaram uma maior resistência à propagação de trincas na interface entre lâminas de 45° e 0° . Fernandèz et al. (2011) analisaram o comportamento de juntas coladas submetidas à fadiga de modo I e destacou a importância do uso de adesivos com alguma ductilidade na obtenção de bons resultados.

Tecidos tipo NCF (*non crimp fabric*) foram abordados por Cioffi et al. (2010) e Carvelli et al. (2010) quanto ao comportamento em fadiga. Cioffi et al. (2010) estudaram os padrões de fratura e o intervalo de fadiga de compósitos processados com resina monocomponente, que vem sendo amplamente utilizada pela indústria aeronáutica por facilitar a reprodutibilidade do processo e propriedades. Carvelli et al. (2010) verificaram a influência do *stitching* (costura do tecido NCF) na fadiga e, do carregamento cíclico nas propriedades do compósito em tração, contribuindo para um melhor entendimento do comportamento em fadiga e pós-fadiga. Karahan et al. (2011) estudaram a fadiga em compósitos feitos com tecidos NCF 3D, muito requisitados pela indústria aeroespacial.

A nanotecnologia também vem sendo aplicada em compósitos, e com isso surgiram muitos estudos sobre a influência de nanopartículas e, principalmente nanotubos de carbono (NTC), nas propriedades dos compósitos de matrizes poliméricas. Khan et al. (2010) mostraram que nanopartículas de argila melhoram as propriedades mecânicas, de fadiga, a resistência residual pós-fadiga e também a resistência à delaminação de compósitos carbono/epóxi devido à melhora na adesão interfacial fibra/matriz.

Diversos autores mostraram a influencia dos NTC nas propriedades de fadiga dos compósitos, destacando que a adição de NTC promove um aumento no desempenho em fadiga e uma redução de trincas interfaciais e delaminação devido, respectivamente, a um aumento na densidade de interface eficiente e tenacidade dessa região (BORTZ; MERINO; MARTIN-GULLON, 2012; DAVIS ET AL., 2010; GRIMMER; GHARAN, 2010). Compósitos com 0,5% de NTC submetidos à sequencias de carregamento cíclico também mostraram uma melhora nas propriedades (JEN; YANG, 2010). Se a atuação dos NTC for bem entendida, será possível produzir peças maiores e mais leves com propriedades excelentes, desde que a dispersão dos NTC seja suficientemente boa para evitar que os mesmos se aglomerem e atuem como concentradores de tensão (BORTZ; MERINO; MARTIN-GULLON, 2012; JEN; WANG, 2012).

Estudos publicados em 2014 e 2015 mostram uma tendência no crescimento do estudo da delaminação e também do comportamento de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de carbono submetidos à fadiga por flexão (PEGORIN ET AL., 2014; CAMPILHO; SILVA, 2015; MONTESANTO; FAWAZ; BOUGHERARA, 2015; XUE ET AL., 2015).

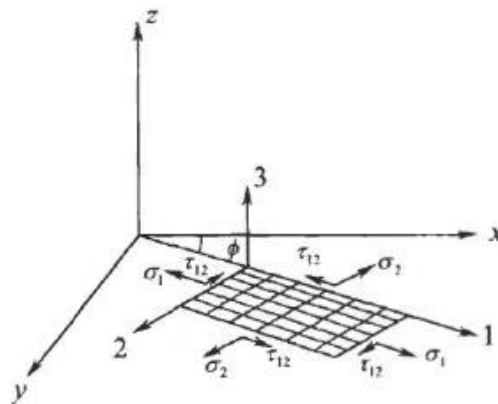
Outro assunto que vem sendo muito estudado é a predição de vida em fadiga de compósitos através do uso de modelos matemáticos e simulações numéricas. Apesar de bem difundido e muito útil, o estudo ainda é escasso, de acordo com Naderi e Maligno (2012). O

tópico seguinte tratará desse assunto.

3.4 MODELO DE PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA PARA COMPÓSITOS

Muitos critérios de falha e teorias foram desenvolvidos para descrever o complexo processo de dano e falha em compósitos. Para esse estudo são considerados as tensões aplicadas nas direções 1 e 2 do laminado e também a tensão cisalhante na direção 12, conforme mostra a Fig. 3.2 (MADENCI; GUVEN, 2006).

Figura 3.2 – Estado de tensão plana em uma lâmina.



Fonte: (VASILIEV; MOROZOV, 2001).

Os critérios de falha em compósitos são baseados na análise da combinação dessas tensões, que de modo geral podem ser expressas pela equação 1, onde F significa a somatória de todas as forças atuantes no material:

$$F(\sigma_1, \sigma_2, \tau_{12}) = 1 \quad (1)$$

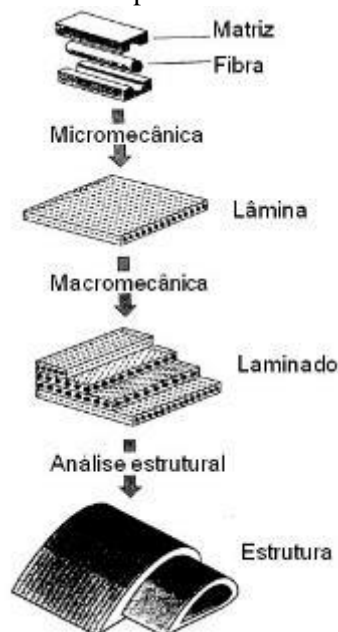
Se $F < 1$ não ocorrerá fratura no material, se $F = 1$ ocorrerá falha e se $F > 1$, o compósito não terá qualquer função estrutural.

Existem diversos critérios de falhas que se diferenciam entre si, buscando uma melhor aproximação para cada tipo de problema.

A teoria da micromecânica e macromecânica trata da interação entre os constituintes do compósito e da análise da lâmina e laminados, respectivamente. A análise estrutural de componentes geralmente é feita com auxílio da ferramenta FEA (finitly elements analyses) e softwares como Ansys. A Fig. 3.3 [48] ilustra em que situação deve ser aplicada cada tipo de análise (DANIEL; ISHAI, 1994, MADENCI; GUVEN, 2006).

Dentre os modelos macromecânicos desenvolvidos, os mais difundidos serão descritos mais detalhadamente, como o tradicional modelo de Tsai-Hill, o modelo de Tsai-Wu e o critério da máxima tensão, os quais consideram apenas cargas estáticas.

Figura 3.3 – Níveis de observação e tipo de análise para materiais compósitos.



Fonte: (DANIEL; ISHAI, 1994).

Dentre os modelos aplicados para predição de vida em fadiga, o modelo baseado na resistência à tração foi um dos primeiros a surgirem em 1972, propostos por Broutman e Sahu. Os modelos vêm sendo adaptados por pesquisadores para abranger a maior quantidade possível de modos de falha que vem sendo descobertos para os compósitos, bem como a influência de fatores como tempo e temperatura nos mecanismos de falha. Com base em artigos publicados recentemente, os modelos que vem sendo mais aplicados são aqueles baseados no diagrama de vida constante (CLD) e na metodologia de teste acelerado (ATM).

3.4.1 Modelos para Cargas Estáticas

3.4.1.1 Micromecânica

O critério da micromecânica analisa o compósito em uma escala microscópica, ou seja, analisa o comportamento e as falhas do compósito considerando os constituintes (fibra, matriz e interface) com base na porcentagem de cada um, sua composição, propriedades e orientação, para o caso de reforços contínuos (DANIEL; ISHAI, 1994).

Nos compósitos reforçados com fibras longas, sabe-se que o tipo de carregamento afeta os mecanismos de falha. A orientação do reforço influencia na anisotropia do material, que por sua vez, altera propriedades como o coeficiente de *Poisson*, resistência mecânica, expansão térmica e condutividade térmica. Por esse motivo, pode existir uma grande diferença entre as propriedades nas direções longitudinais e transversais (DANIEL; ISHAI, 1994).

A micromecânica permite prever aproximadamente a resistência longitudinal e transversal de compósitos, bem como a resistência à compressão ou cisalhamento.

A resistência máxima de um compósito pode ser aproximada pela equação 2.

$$F_{1t} = F_{ft} \cdot V_f + \sigma'_m \cdot V_m \quad (2)$$

Na qual F_{1t} é a resistência à tração longitudinal do compósito, F_{ft} é a resistência à tração longitudinal da fibra, σ'_m é a resistência média da matriz quando a última fibra se rompe e V_m define a fração volumétrica de matriz no compósito.

Para os casos em que a deformação da fibra é muito menor que a deformação da matriz, a equação (2) pode ser escrita da seguinte maneira (equação 3), assumindo um comportamento linear dos componentes:

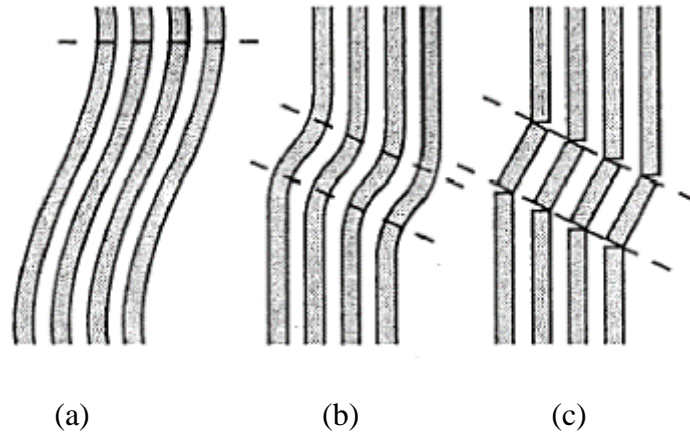
$$F_{1t} = F_{ft} [V_f + V_m \cdot (E_m / E_f)] \quad (3)$$

A falha por compressão está associada à microflambagem das fibras, que levam a formação de zonas de torção e podem causar deformação ou fratura das fibras dúcteis como a aramida ou rígidas como as de carbono, respectivamente. A Fig. 3.4 ilustra a microflambagem e seus efeitos.

Já a resistência à flexão pode ser predita pela equação 4, na qual F_{1c} é a resistência à compressão longitudinal do compósito.

$$F_{1c} = 2V_f [E_m \cdot E_f \cdot V_f / 3(1 - V_f)]^{1/2} \quad (4)$$

Figura 3.4 – Microflambagem das fibras: (a) microflambagem (b) para fibras dúcteis e (c) para fibras frágeis.



Fonte: (CARLSSON; PIPES, 1987).

Se a porcentagem de fibras rígidas for muito alta, a falha pode ser regida pelo modo de cisalhamento de acordo com a equação 5.

$$F_{1c} = 2F_{6f} [V_f + (1 - V_f) \cdot (E_m/E_f)] \quad (5)$$

Na qual F_{6f} é a resistência da fibra ao cisalhamento.

Para compósitos unidirecionais transversalmente carregados em tração, usa-se a equação 6.

$$F_{2t} = (F_{mt} - \sigma_{rm}) / K_\sigma \quad (6)$$

Na qual F_{mt} é a resistência máxima da matriz, σ_{rm} a tensão residual e K_σ o fator concentrador de tensão ($K_\sigma = \sigma_{m\acute{a}x}/\sigma_2$).

Para os casos de carregamento transversal em compressão usa-se a equação 7.

$$F_{2c} = (F_{mc} + \sigma_{rm}) / K_\sigma \quad (7)$$

Para os casos de alta resistência interfacial, o cisalhamento pode ocorrer na matriz.

3.4.1.2 Macromecânica

A micromecânica prediz a resistência e tipo de falha nos possíveis carregamentos, mas a interação entre os mecanismos de falha dificultam a obtenção de uma predição confiável

para um laminado. Por essa razão a macromecânica é preferível (DANIEL; ISHAI, 1994).

A macromecânica leva em consideração a anisotropia do laminado, como cada lamina contribui para sua resistência e como a tensão e a deformação do laminado pode variar com a orientação das lâminas (DANIEL; ISHAI, 1994).

De todas as teorias disponíveis, as três apresentadas a seguir são as mais representativas e largamente utilizadas.

3.4.1.2.1 Critério da Máxima Tensão

Trata-se de um critério simples e conservativo, destinado à análise estrutural, o qual assume que existem três possíveis modos de falha causados pelas tensões aplicadas nas direções 1, 2 e 12 da lâmina do compósito. Se as tensões aplicadas forem maiores que as tensões suportadas pelo material, o compósito falhará (DANIEL; ISHAI, 1994).

Os valores máximos de tensão são definidos experimentalmente para cada material, pois o tipo de fibra, matriz, bem como parâmetros de processamento interferem nas propriedades do material compósito.

Esse critério não considera a influência de uma possível interação entre as tensões, sendo regido pelas seguintes equações 8 e 9:

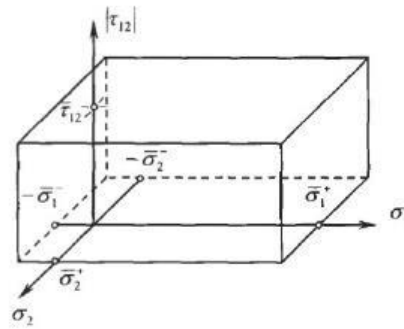
$$\sigma_1 \leq \max \sigma_1, \quad \sigma_2 \leq \max \sigma_2 \quad \text{se } \sigma_1 > 0 \text{ e } \sigma_2 > 0 \quad (\text{para tensões trativas}) \quad (8)$$

$$|\sigma_1| \leq \max \sigma_1, \quad |\sigma_2| \leq \max \sigma_2 \quad \text{se } \sigma_1 < 0 \text{ e } \sigma_2 < 0 \quad (\text{tensões compressivas}) \quad (9)$$

Essas equações definem a superfície gráfica de falha do material, como exemplificado na Fig. 3.5.

O modelo é eficaz para compósitos ortogonais (com direção 1 e 2), principalmente quando a carga é aplicada em apenas uma direção.

Figura 3.5 – Superfície de falha determinada pelo critério de Máxima Tensão.



Fonte: (DANIEL; ISHAI, 1994).

3.4.1.2 Critério de Tsai-Hill

Esse critério considera as interações entre as componentes de tensão que afetam o mecanismo de falha e, por isso, é mais abrangente que o critério anterior.

É um critério quadrático, que em sua essência, se assemelha ao critério de Von Mises (define a tensão máxima aplicável em qualquer condição de carregamento para os metais dúcteis em sua zona elástica).

A equação 10 descreve o critério.

$$A\sigma_{11}^2 + B\sigma_{22}^2 + C\sigma_{11}\sigma_{22} + D\sigma_{12}^2 = 1 \quad (10)$$

Os parâmetros A, B, C e D são característicos do material e determinados através de ensaios mecânicos como tração, compressão e cisalhamento, portanto, são associados aos limites de falha em cada ensaio.

Após interações algébricas, a equação 10 pode ser escrita em função dos termos X, Y e S, que correspondem às resistências nas direções 1, 2 e ao cisalhamento do material (equação 11).

$$\frac{\sigma_{11}^2}{X_t^2} - \frac{\sigma_{11}\sigma_{22}}{X_t^2} + \frac{\sigma_{22}^2}{Y_t^2} + \frac{\sigma_{12}^2}{S^2} = 1 \quad (11)$$

O índice *t* subscrito indica que a propriedade é referente à tração. Caso a solicitação seja de compressão, as propriedades devem ser substituídas e o índice é substituído pela letra *c*. A resistência ao cisalhamento, representado pela letra *S*, permanece na equação seja no caso

de solicitação em tração ou compressão, pois este esforço é concomitante à ambos (GOUVÊA, 2006).

3.4.1.2.3 Critério de Tsai-Wu

O critério de Tsai-Wu apresenta uma melhor correlação com os dados experimentais pois distingue e considera os efeitos de tração e compressão que atuam no modelo simultaneamente. Para isso o número de termos da equação 12 foi aumentado em relação ao critério de Tsai-Hill, o que permite maior ajuste da curva aos dados experimentais.

$$F_1\sigma_{11} + F_2\sigma_{22} + F_6\sigma_{12} + F_{11}\sigma_{211} + F_{22}\sigma_{222} + F_{66}\sigma_{212} + 2F_{12}\sigma_{11}\sigma_{22} = 1 \quad (12)$$

A determinação dos coeficientes F é feita pela substituição de resultados experimentais, resultando na equação 13, em termos de resistências mecânicas.

$$\frac{\sigma_{11}^2}{X_t X_c} + \frac{\sigma_{22}^2}{Y_t Y_c} + \frac{\sigma_{12}^2}{S^2} - \frac{\sigma_{11}\sigma_{22}}{\sqrt{X_t X_c Y_t Y_c}} + \left(\frac{1}{X_t} - \frac{1}{X_c}\right)\sigma_{11} + \left(\frac{1}{Y_t} - \frac{1}{Y_c}\right)\sigma_{22} = 1 \quad (13)$$

O critério de Tsai-Wu é mais abrangente e relaciona mais propriedades mecânicas que o critério de Tsai-Hill (GOUVÊA, 2006).

3.4.2 Modelos para Cargas Cíclicas

3.4.2.1 Modelo Baseado na Resistência Mecânica

Esse modelo foi proposto por Broutman e Sahu em 1972 e desde então tem sido aplicado e testado em compósitos de diversas configurações e materiais, com diferentes condições de carregamento (NIJSSEN, 2007).

O método, considerado confiável, baseia-se na redução da resistência à tração promovida pelos danos físicos causados pela aplicação de cargas cíclicas, ou seja, a predição é baseada na resistência à tração residual pós fadiga (NIJSSEN, 2007).

O método quantifica o dano causado pela sequência, razão ou frequência de carregamento. É um método regido pela tolerância do material ao dano. Pesquisadores têm discutido seus resultados em função dos danos causados pelo carregamento, como trincas na

matriz e nas fibras e delaminações (NIJSSEN, 2007).

O modelo mais precisamente formulado foi proposto por Wahl e é regido pela equação 14.

$$S_{r_i} = S_0 - (S_0 - S_{max_i}) \left(\frac{n + n_{eq}}{N} \right)^{C_i} \quad (14)$$

Na qual:

i = ciclo atual.

S_{r_i} = a tensão residual depois do ciclo r_i para a $S_{máx_i}$.

S_0 = tensão inicial.

$S_{máx}$ = máxima carga aplicada em fadiga n_i = número de ciclos com a $S_{máx}$.

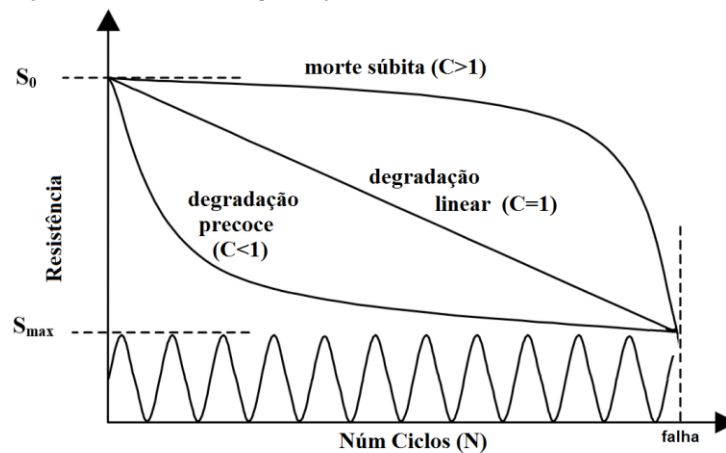
n_{eq} = número de ciclos para $S_{máx}$ que deveria ter levado a tensão S_r , $i-1$.

N = número de ciclos que deveria levar a falha com $S_{máx}$.

O termo n_{eq} foi chamado de “número de ciclos equivalentes” por Wahl e é determinado pela equação 15. O termo C descreve como o carregamento cíclico afeta a degradação da resistência e a classifica em “precoce”, “súbita” e “linear”, como mostra a Fig. 3.6.

$$N_{i-1} \left[\frac{S_{r_{i-1}} - S_0}{-(S_0 - S_{max_{i-1}})} \right]^{1/C_{i-1}} = n_{eq_{i-1}} \quad (15)$$

Figura3.6 – Classificação da tensão de degradação.



Fonte: (adaptado de HARRIS, 2003)

Considerando que as estruturas primárias estão sujeitas a carregamentos mistos (trativos e compressivos), o modelo foi modificado e reescrito na forma das equações abaixo, assumindo que a resistência se degrada de forma independente para cada carregamento. Outra diferença está em assumir que as tensões residuais chegam a zero no momento da falha (equações 16 e 17).

$$S_{r,t} = S_{0,t} - (S_{0,t} - \max[S_{max}, 0]) \left(\frac{n}{N} \right)_i^{C_i} \quad (16)$$

$$S_{r,c} = S_{0,c} - (S_{0,c} - \text{abs}\{\min[S_{min}, 0]\}) \left(\frac{n}{N} \right)_i^{C_i} \quad (17)$$

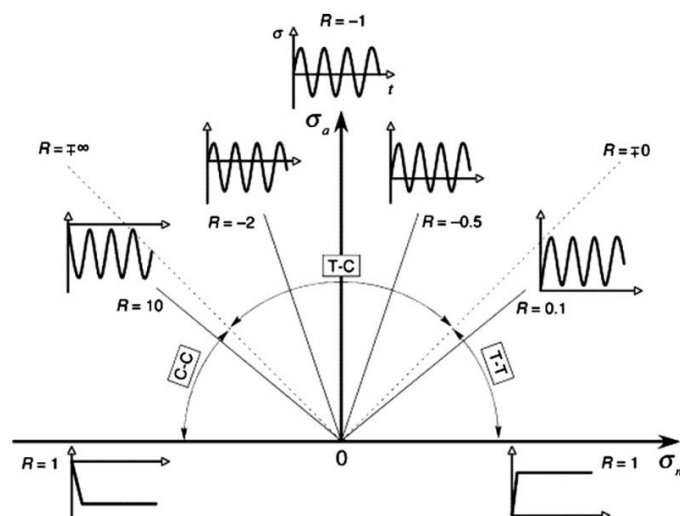
Os índices t e c referem-se aos carregamentos em tração e compressão, respectivamente.

3.4.2.2 Modelo Baseado no Diagrama de Vida Constante

Proposto para dados de fadiga de materiais compósitos apresenta bastante precisão e uma formulação mais simples (VASSILOPOULOS; MANSHABI; KELLER, 2010).

O modelo do diagrama de vida constante (CDL, do inglês *Constant Diagram Life*) relaciona o efeito da combinação entre tensão média (σ_m), amplitude de tensão (σ_a) e razão de carregamento (R), como mostra a Fig. 3.7.

Figura 3.7 – Diagrama de vida constante.



Fonte: (BORTZ; MERINO; MARTIN-GULLON, 2012).

O diagrama é dividido em três setores. O setor compreendido entre $0 < R < 1$ representa a região de carregamento T-T (tração-tração), a região C-C (compressão-compressão) é delimitada por valores de $R > 1$, já a região com valores de $R < 0$ compreende os carregamentos alternados T-C (tração-compressão).

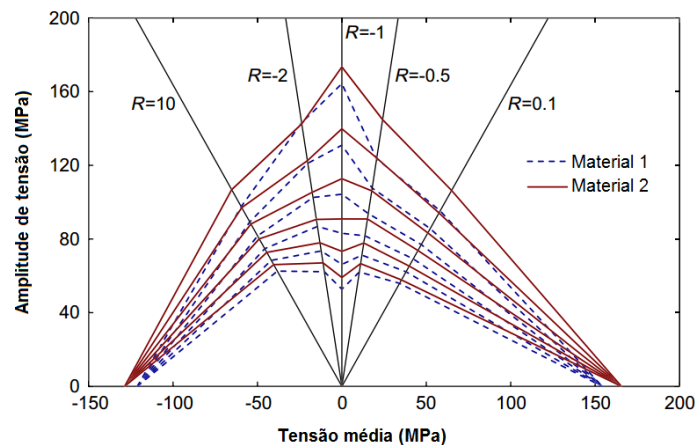
As linhas radiais são determinadas pela equação 18:

$$\sigma_a = \left(\frac{1 - R}{1 + R} \right) \sigma_m \quad (18)$$

Os pontos unidos por essas linhas são extraídos de curvas S-N com valores de R específicos. O diagrama de vida constante é formado pela junção de pontos que correspondem a um mesmo valor de ciclos nas diversas linhas de R, como mostra a Fig. 3.8.

O diagrama estima a vida em fadiga do material quando as tensões médias e a amplitude de carregamento são ambas conhecidas. A linha mais distante da origem dos eixos do diagrama forma o envelope de falha estática, portanto, valores de tensão compreendidos fora do envelope implicam em falha estática (KAWAI; KOIZUMI, 2007).

Figura 3.8 – Diagrama CDL construído com dados experimentais.



Fonte: (BORTZ; MERINO; MARTIN-GULLON, 2012).

Carregamentos com baixas amplitudes de tensão (próximos ao eixo horizontal) o modelo requer que as linhas de vida constante converjam para a resistência máxima à tração e à compressão. Essa é uma limitação do modelo clássico devido à falta de informação sobre o comportamento de compósitos submetidos à fadiga.

3.5 FUNDAMENTOS DA ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA

A análise baseia-se em aplicar força oscilante no material, submetido à um fluxo de calor contínuo, e observar o comportamento do mesmo. Tratando-se de materiais poliméricos, determina-se tanto a viscosidade quanto a rigidez, propriedades estas que descrevem a habilidade do material em liberar energia através do calor e também de armazená-la (MENARD, 2008).

A análise de DMA ocorre sob uma programação controlada de temperatura, permitindo que os resultados correspondam mais fielmente ao comportamento do material polimérico no ambiente real de trabalho. Dessa maneira, regiões de transições são identificadas e podem ser relacionadas com inúmeros eventos que ocorrem em escala microscópica como alterações de volume livre, tenacidade, movimentação de grupos locais e laterais, além da temperatura de transição vítrea (T_g), utilizada frequentemente como referência para definição da temperatura de trabalho dos polímeros (MENARD, 2008).

O DMA avalia o material polimérico entre dois limites extremos: o limite elástico, através da Lei de Hooke, e o limite viscoso, baseado no comportamento Newtoniano. Materiais puramente elásticos possuem um comportamento linear para a relação tensão *versus* deformação, conhecido como Módulo Elástico (E), no entanto para a maioria dos materiais poliméricos essa relação é não linear, caracterizando o comportamento viscoelástico (MENARD, 2008).

A tensão aplicada na amostra obedece a equação (19), enquanto a deformação sofrida obedece a equação (20), sendo dependente de quão elástico e viscoso é o comportamento do material (MENARD, 2008).

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t) \quad (19)$$

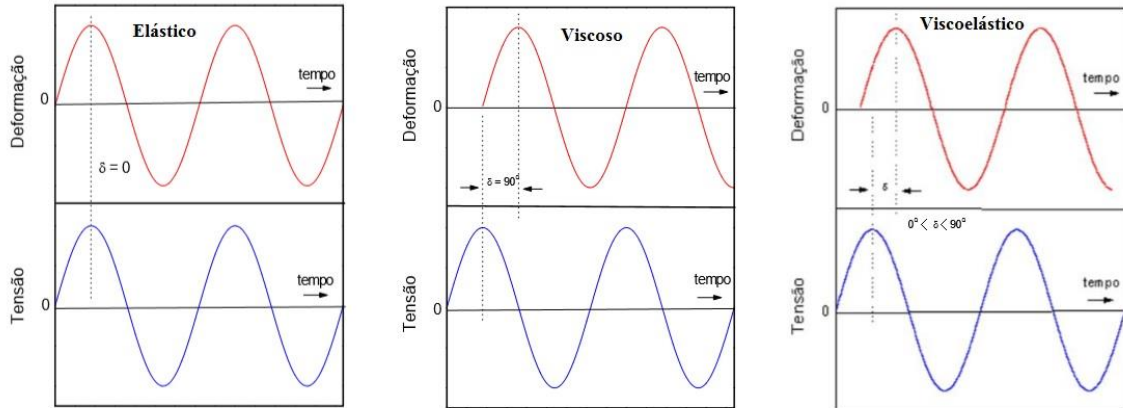
$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \quad (20)$$

Onde σ é a tensão no tempo t , σ_0 é a tensão máxima aplicada ao material, ω é a frequência utilizada no ensaio, ε é a deformação no tempo t e ε_0 é a deformação máxima.

O tempo de resposta do material, ou seja, o tempo necessário para que o material perceba e se deforme com a tensão aplicada define seu comportamento em: elástico, viscoelástico ou viscoso. Graficamente, o comportamento é determinado em função do ângulo de fase (δ) mostrado na Fig. 3.9. Quando o material responde imediatamente à solicitação

imposta, sua resposta está em fase e $\delta=0^\circ$. Para os materiais viscosos $\delta=90^\circ$, ou seja, a resposta do material apresenta a defasagem máxima em relação à solitação. Quando $0^\circ < \delta < 90^\circ$ os materiais são classificados como viscoelásticos, ou seja, apresentam comportamento viscoso e elástico (MENARD, 2008).

Figura 3.9 – Variação da tensão e da deformação com o tempo para um sinal oscilatório.



Fonte: (TABOADA; CARVALHO; SOBRAL, 2008)

Portanto a resposta do material viscoelástico pode ser decomposta em elástica (em fase) e viscosa (fora de fase). Para uma dada solitação mecânica (equação 21) tem-se como resposta a equação (22). A partir da equação (22) chega-se à equação (23) onde a parte (A) corresponde a parte elástica da resposta e a parte (B) à parte viscosa.

$$\sigma = \sigma_0 \text{sen}(wt) \quad (21)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \text{sen}(wt + \delta) \quad (22)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \cos(\delta) \text{sen}(wt) + \varepsilon_0 \text{sen}(\delta) \cos(wt) \quad (23)$$

$$(A) \qquad (B)$$

Sendo σ é tensão, σ_0 é tensão inicial, w é a frequência, t é tempo, δ corresponde ao ângulo de fase e ε é a deformação.

A divisão dos tipos de deformação que ocorrem no material permite calcular os valores dos módulos de armazenamento E' (medida do quão elástico é o material) e do módulo de perda ou viscoso E'' (medida da energia perdida por fricção e movimentação interna do material), equações (24) e (25) respectivamente, que somados resultam no Módulo

Complexo, conforme equação (26).

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos(\delta) \quad (24)$$

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin(\delta) \quad (25)$$

A soma vetorial de E' e E'' fornece o E^* (módulo complexo), conforme a equação (26).

$$E^* = E' + iE'' \quad (26)$$

O valor de módulo elástico (E') não equivale ao Módulo de Young (E) retirado de ensaios estáticos como tração e flexão, pois estes últimos são calculados a partir de um intervalo de tensão e deformação. Já E' descreve a capacidade que o material tem de estocar energia, medida a partir de apenas um valor de tensão e deformação, considerando uma tensão oscilante e não crescente, como nos testes padrão (MENARD, 2008).

O valor da tangente do ângulo de fase (δ), na equação (27), é a medida do quão eficiente é a perda de energia por rearranjos moleculares e fricção interna.

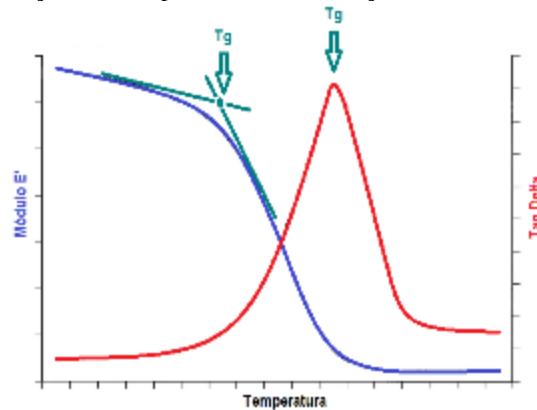
$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (27)$$

A temperatura na qual encontra-se o pico de $\tan \delta$, bem como a temperatura de início de redução do valor de E' , são utilizados para determinação da temperatura de transição vítrea de materiais poliméricos, sendo o segundo método mais conservativo que o primeiro. A Fig. 3.10 ilustra os pontos citados acima (MENARD, 2008).

As transições observadas nos polímeros são uma função do tempo de relaxação e/ou do volume livre de sua estrutura, sendo este último o responsável pelas transições dos polímeros, uma vez que a ausência de volume livre impossibilita qualquer transição pela falta de espaço para a movimentação molecular das cadeias poliméricas (MENARD, 2008).

O tipo de movimentação varia com o grau de liberdade promovido pelo volume livre, deste modo, as transições são divididas em: transições de primeira e de segunda ordem (MENARD, 2008).

Figura 3.10 – Pontos de determinação da temperatura de transição vítrea utilizando DMA.



Fonte: (autor)

Os grupos laterais são os primeiros a obterem espaço para movimentação (*bending* e *stretching* dos grupos laterais, inclusive água ligada), quando o volume livre ainda é restrito, consentindo as transições chamadas gama (T_γ). Com um acréscimo no aumento do volume livre atinge-se as transições beta (T_β), caracterizadas pela movimentação de cadeias laterais inteiras, contendo de 4 a 8 átomos na cadeia principal (*backbone*). Nesse ponto o polímero torna-se mais tenaz. Essas transições são secundárias, também chamadas de transições sub- T_g , e estão associadas às propriedades do material em seu estado vítreo (MENARD, 2008).

A T_β determina as barreiras de ativação para:

- reações em fase sólida;
- deformações;
- fluência ou fluxo;
- amortecimento acústico;
- difusão de gases.

A T_g ocorre exclusivamente em materiais amorfos, ou na parte amorfa de materiais semi-cristalinos, sendo caracterizada pela movimentação mais intensa das cadeias devido a um aumento do volume livre em relação àquele necessário para as transições secundárias. A T_m , transição primária, ocorre apenas em termoplásticos semicristalinos, sendo ocasionada pelo deslizamento das cadeias umas em relação às outras, o que ocorre no momento de máximo volume livre (MENARD, 2008).

Termorrígidos apresentam T_g e em seguida tem-se o início da degradação térmica do material, quando ocorre a ruptura de ligações primárias e não o deslizamento de cadeias. Portanto, com a análise DMA determina-se muitas propriedades e características dos materiais para cada faixa de temperatura de trabalho (MENARD, 2008).

3.5.1 Sobreposição Tempo-Temperatura (STT)

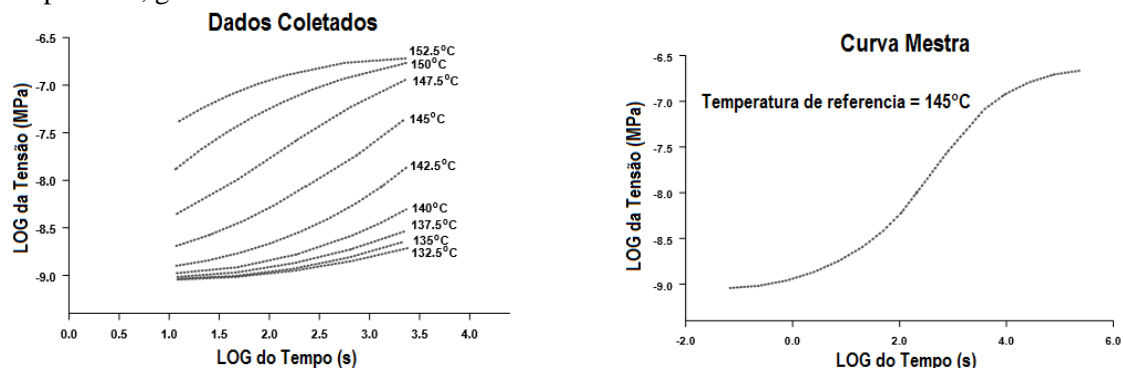
A análise por DMA pode ser feita com base na variação da temperatura, na qual a frequência da análise é fixa e a temperatura é gradualmente elevada até um máximo predeterminado, ou então, baseada na variação do tempo, na qual a temperatura é mantida fixa e as transições ocorrem em função do tempo para determinada frequência ou faixa de frequências. Ambas as análises fornecem informações úteis para determinação dos limites de aplicação dos polímeros, uma vez que as transições podem ocorrer em função tanto da temperatura quanto da frequência às quais estes materiais são submetidos (MENARD, 2008).

A técnica de superposição tempo-temperatura, também chamada de Curva Mestra, utiliza um número reduzido de variáveis para estimar o comportamento do material à frequências não atingidas pelo DMA ou tempos de análise muito extensos (FOROUGH; NEJAD; KHODAILI, 2014).

Considerando que a temperatura e a frequência causam alterações similares nas propriedades viscoelásticas dos polímeros, a superposição de dados coletados em diferentes temperaturas pode ser realizada de modo a gerar uma única curva que represente o comportamento do material em uma faixa de frequência ou tempo, como mostra a Fig.3.11.

No entanto, para que as curvas obtidas isoladamente possam ser sobrepostas é preciso que o comportamento do material seja linearmente viscoelástico e que todas curvas ($\text{Log } E' \times \text{Log } t$, por exemplo) apresentem curvaturas semelhantes (ODEGARD; BANDYOPADHYAY, 2011).

Figura 3.11 – a) Dados coletados para diversas temperaturas e b) curva de superposição tempo-temperatura, gerada com os dados do item a.



(a)

(b)

Fonte: (TA Instruments, TA-144).

A equação mais utilizada para essa superposição foi proposta por Willian, Landel e

Ferry (equação 28), conhecida por equação WLF.

$$\text{Log } a_T = \log \left(\frac{n}{n_r} \right) = -C_1(T - T_r)/C_2 + (T - T_r) \quad (28)$$

Na qual a_T é o fator de deslocamento das curvas para a curva de referência, T é a temperatura em Kelvin, T_r a temperatura de referência e C_1 e C_2 são constantes empíricas do material para esta equação. Universalmente adota-se $C_1=17,4$ e $C_2=51,6$ para polímeros amorfos na temperatura de transição vítrea (MENARD, 2008; TA-144).

Os valores de C_1 e C_2 são determinados em função do coeficiente de expansão térmica e da fração de volume livre na T_g , convencionado em $4,8 \times 10^{-4} \text{ deg}^{-1}$. No entanto, uma correção dos valores de C_1 e C_2 para cada material se faz necessária para um melhor ajuste da equação 28 e conseqüentemente, melhor continuidade da curva STT (WILLIAN; LANDEL; FERRY, 1955).

A equação (29), relação de Arrhenius, também determina valores de a_T , sendo mais adequada para descrever o comportamento viscoelástico de polímeros semi-cristalinos e eventos relacionados às relaxações β e γ , aquelas que ocorrem abaixo da T_g (WILLIAN; LANDEL; FERRY, 1955).

$$\text{Log } a_T = \frac{E}{R(T - T_r)} \quad (29)$$

Na qual E é energia de ativação das transições de relaxação e R é a constante universal dos gases.

É importante destacar que os valores de a_T devem ser calculados para cada curva e cada temperatura, sendo diferentes para E' e E'' . A validade da extrapolação dos resultados é garantida pelo fato que somente temperaturas testadas são utilizadas para a construção da curva STT (TA-144).

Um deslocamento vertical também se faz necessário a fim de compensar alterações de densidade que os polímeros podem sofrer em função da temperatura. Para isso é aplicada a equação (30), onde ρ é a massa específica do polímero na temperatura T .

$$a_v = \frac{T_g \rho_g}{T_p} \quad (30)$$

A mesma ideia de superposição pode ser aplicada à variáveis como grau de cura, tensão, deformação, entre outros. Portanto, a curva STT colabora com a predição de propriedades e comportamentos do material a longo prazo (MENARD, 2008).

Ortiz (2008) utilizou a STT para avaliar as faixas de frequência de transição vítrea de um compósito carbono/epóxi (tenacificado com PET) produzido com *prepreg* e observou que à 85°C a T_g ocorre entre 10^{-23} a 10^{-18} Hz enquanto à 175°C ocorre entre 10^{-9} e 10^{-2} Hz. Os índices C_1 e C_2 foram definidos como sendo 134,9 e 697,6, respectivamente.

Melo e Radford (2005) utilizaram o compósito Carbono/PEEK para avaliar, através de curvas STT, como E' varia com a orientação das fibras do reforço. Os compósitos tiveram E' monitorado também em função de diferentes frequências e temperaturas.

3.5.2 Termorrígidos e DMA

A principal razão para análise dinâmico-mecânicas de polímeros termorrígidos em uma faixa de frequências é determinar como estas afetam as transições poliméricas, que podem levar à redução das propriedades mecânicas e, conseqüentemente, à falha do componente.

A tendência é que transições de primeira ordem, como T_g , ocorram a temperaturas mais baixas quando a frequência de solitação é reduzida, enquanto as transições sub- T_g não sofrem qualquer influência. A explicação está na quantidade de energia necessária para ativação de cada transição. Enquanto a energia necessária para ativar transições sub- T_g é da ordem de 20 a 30 kJ/g, são necessários de 300 a 400 kJ/g para ativar o movimento das múltiplas cadeias poliméricas na T_g . Portanto, a alteração da frequência de solitação altera somente transições que necessitam de maior energia para que ocorram (MENARD, 2008).

3.6 RELAÇÃO ENTRE DMA E FADIGA

O estudo da relação entre as propriedades viscoelásticas de um compósito de matriz polimérica e suas propriedades mecânicas é complexo e pouco estudado (CASSU; FELISBETI, 2005). A escassez de estudos sobre o assunto deve-se principalmente à dificuldade em estabelecer-se uma relação confiável entre essas propriedades, que envolvem

os processos de relaxações dos polímeros e sua influência sobre seu comportamento mecânico. O ineditismo deste trabalho está em definir uma relação que contribua com a predição de vida em fadiga de um compósito carbono/epóxi.

O conceito de que comportamentos e propriedades microscópicas influenciam o comportamento macroscópico dos materiais é bem difundido e aceito. Entre os polímeros, a mudança microscópica mais conhecida e relacionada com mudanças de propriedades mecânicas é a Tg. Essa transição é oriunda de um processo de relaxação das cadeias que ocorre em uma faixa de temperatura ou frequência específica para cada material polimérico (MELO; RADFORD, 2005).

As relaxações de materiais poliméricos, classificadas em primárias e secundárias, são associadas ao aumento da movimentação molecular causada por um intervalo de frequência específica, pela incidência de temperatura ou até mesmo pelo aquecimento interno gerado durante uma solicitação mecânica (CASSU; FELISBERTI, 2005).

Sabendo que o carregamento cíclico pode envolver uma ou mais frequências de solicitação e que esta, por sua vez, pode promover o aumento da temperatura do mesmo devido a fricção interna do material, relaxações podem ser induzidas e acarretarão em alterações das propriedades viscoelásticas do material com consequente alteração de suas propriedades mecânicas.

A variação do E' indica uma alteração na capacidade da matriz de armazenar energia através dos movimentos de *bending* e *stretching* das ligações químicas. Portanto a redução dos valores de E' indica a diminuição da capacidade de absorção de energia e início da relaxação molecular induzida pela movimentação das cadeias poliméricas. Macroscopicamente, a redução de E' tem como consequência a redução da rigidez do compósito.

Considerando o efeito da frequência de aplicação sobre o material, nota-se a importância da determinação dos intervalos de frequência onde a transição vítrea ocorre para cada temperatura em que o material venha a ser solicitado. Para os casos em que as frequências de interesse não são atingidas por equipamentos de ensaio, utiliza-se o princípio da sobreposição tempo-temperatura para elaboração de curvas mestras que englobem as frequências de interesse.

O pico de $Tan\delta$ pode ser relacionado à força de adesão interfacial fibra/matriz, através da análise da altura e largura do mesmo, por ser considerado uma indicação real da movimentação molecular. Maiores áreas sob o pico de $Tan\delta$ indicam maior movimentação molecular atribuída à uma adesão interfacial mais fraca (BROCKS; CIOFFI; VOORWALD,

2013).

Sabendo que o pico de $\tan\delta$ pode ser relacionado com propriedades interfaciais, Ziegel e Romanov propuseram a equação 31 (KHATIBI; MAI, 2002) que determina a resistência interfacial de compósitos baseados na relação entre os valores de $\tan\delta$ do compósito e da matriz, considerando a fração volumétrica de fibras. Dessa forma, esses autores introduziram a ideia da possibilidade de relacionar propriedades viscoelásticas obtidas em um DMA com propriedades mecânicas de compósitos, uma vez que a interface tem forte influência sobre esta última.

$$b = \left(1 - \frac{\tan\delta_c}{\tan\delta_m}\right) / V_f \quad (31)$$

Na qual b é a resistência interfacial, os índices c e m se referem a compósito e matriz, respectivamente, e V_f é a fração volumétrica de fibras (KHATIBI; MAI, 2002).

Nem sempre é possível fazer uma associação direta entre resultados obtidos com DMA e ensaios mecânicos, uma vez que a relação deve considerar a natureza do material e suas particularidades (CASSU; FELISBERTI, 2005). Portanto, para que seja estabelecida uma relação coerente entre o comportamento em fadiga e as propriedades viscoelásticas do material é preciso que todos os dados obtidos com DMA sejam avaliados e relacionados com o comportamento mecânico do mesmo.

Propriedades interfaciais são bons parâmetros para propor-se uma relação entre DMA e fadiga visto que a adesão interfacial influencia a resistência ao carregamento cíclico. Se a interface do compósito é adequada, a redistribuição de carga ocorre satisfatoriamente e, portanto, espera-se uma vida em fadiga prolongada.

A curva de E' seria outro parâmetro de interesse para a relação de predição de vida em fadiga, uma vez que pode ser relacionado com a rigidez mecânica do compósito em uma faixa de tempo ou frequência fazendo-se uso da técnica de sobreposição tempo-temperatura.

O patamar de E' indica o intervalo de tempo ou temperatura em que o material é capaz de armazenar energia. A redução dos valores de E' é um indicativo da liberação de energia devido ao início de movimentação molecular, que mecanicamente pode ser descrito como redução da rigidez. A redução da rigidez favorece a coalescência de microtrincas que levam a delaminação, fato que ocorre predominantemente por falha coesiva da matriz durante o carregamento cíclico (KHATIBI; MAI, 2002; VIEILLE; ALBOUY, 2015).

Segundo Charalambous (2015), o fato do aumento da ductilidade do polímero favorecer a delaminação ao invés de preveni-la, como ocorre em materiais metálicos, está relacionado com a tensão de escoamento da matriz (σ_{em}). Com o aumento da temperatura, a (σ_{em}) é reduzida e a deformação plástica favorecida, aumentando a probabilidade de formação de trincas e delaminação. Portanto, E' pode mostrar uma tendência da resistência à delaminação em uma comparação entre duas ou mais condições de aplicação de um material.

Propõe-se, portanto, avaliar tanto a curva de “b” como a de E' , E'' e $\tan\delta$ em função de uma faixa de frequência e também de tempo fazendo uso da teoria da sobreposição tempo-temperatura (STT) aplicada aos dados obtidos com DMA.

O valor de “b” resultante da equação 31 pode ser calculado para um dado instante de tempo ou frequência. Com a teoria STT seria possível observar a tendência do valor de b para um dado intervalo de tempo e frequência. A partir disso, seria relacionada a curva de b com a resistência a fadiga do material.

Como E' pode ser um parâmetro que mostra a tendência de resistência à delaminação do compósito, sua avaliação em um intervalo de tempo ou frequência pode ser útil para determinação do tempo necessário para início da delaminação.

De acordo com o observado por Burks et al. (2012), não somente a frequência pode influenciar a vida em fadiga, mas também a temperatura de aplicação, uma vez que a ductilidade da matriz é alterada e, conseqüentemente, os mecanismos de falha. Com o aumento da ductilidade a falha passa a ser de domínio da matriz (VIEILLI; ALBOUY, 2015).

Melo e Radford (2005) mostraram através de equações e experimentos que o tempo e a temperatura influenciam os valores de E' e $\tan\delta$, sendo a diferença entre os valores teórico e experimental por volta de 10%. Os valores experimentais mostraram-se menores, pois o equipamento é capaz de detectar o efeito do aumento da densidade de trincas e delaminações localizadas nos compósitos, que tem influência na redução do módulo E' e, conseqüentemente, na $\tan\delta$.

Miyano *et al.* (2008) relacionaram propriedades como resistência à fluência e à fadiga com as propriedades viscoelásticas da matriz. O comportamento em fadiga pode ser estudado em função da temperatura à diferentes níveis de tensão, com frequência e razão de carga fixas. O resultado, considerando a curva S-N de cada temperatura escolhida, é transformado em uma curva S-t para uma temperatura de referência (que pode ser a temperatura de T_g ou a temperatura de trabalho à qual o material será submetido) baseado na teoria da sobreposição tempo-temperatura (MIYANO; NAKADA; CAI, 2012; CAI; MIYANO; NAKADA, 2008; MIYANO; NAKADA; KATOH, 2012).

Portanto, a predição de vida em fadiga baseada em análises dinâmico-mecânicas proposta por este estudo pode basear-se em duas relações distintas:

* Na relação entre a curva STT de decaimento de E' e da curva de durabilidade em fadiga (S-N), tanto em função do tempo como da frequência e,

* Na relação entre a curva STT dos valores de força interfacial b (tanto em função do tempo como da frequência) com a curva S-N.

A análise de resultados mostrará a opção mais adequada para atingir-se o objetivo proposto.

4 MATERIAIS

4.1 MATRIZ POLIMÉRICA PRISM EP2400

A Tabela 4.1 traz as principais características da resina Prism EP 2400, do fabricante Cytec Industries, Inglaterra, a mais nova geração de resina para processamento por RTM. Segundo o fabricante, esta apresenta melhor tenacidade que sua precursora, Cycom 890 RTM, o que espera-se, contribua para a melhora do desempenho dos compósitos em fadiga.

Tabela 4.1 – Comparação entre as propriedades das resinas Cycom 890 RTM e Prism EP 2400

Resina	Tg [tanδ] (°C)	Densidade (g/cm ³)	Resistência Tração (MPa)	Módulo Tração (GPa)	Elongação em tração (%)	Resistência Flexão (MPa)	Módulo Flexão (GPa)	Tenacidade [K _{IC}] (MPa/m ²)
Prism EP 2400	179	1,24	95	3,4	7,2	164	3,6	0,96
Cycom 890 RTM	210	1,22	70	3,1	6,3	139	3,2	0,90

Segundo a ficha técnica fornecida pelo fabricante, a cura da resina ocorre à 180°C em um período de 2 horas. Temperatura de injeção sugerida é de 90 °C à 110 °C, podendo ser ajustada em função da viscosidade desejada, sendo que temperaturas mais elevadas reduzem a viscosidade da resina até que seja atingida a temperatura de gel, que para esta resina é de 160 °C.

4.2 REFORÇO – NCF QUADRIAXIAL

Como reforço foi utilizado o tecido não dobrável (NCF) empilhado quadriaxialmente (0°/-45°/45°/90°), produzido pela SAERTEX. Para produção do tecido foram utilizadas fibras de carbono HEXCEL IM7 GP. As principais características do tecido e das fibras são mostradas na Tabela 4.2.

O empilhamento de oito lâminas proporciona simetria e balanceamento ao laminado, além de promover uma fração volumétrica de fibras ($V\%_f$) de aproximadamente 57%, conforme cálculo teórico que considera o volume e a gramatura do tecido, além da densidade das fibras, segundo a equação 32:

$$V\%_f = \frac{A_t \cdot n \cdot gms_t}{\rho_f \cdot V_{mo}} \quad (32)$$

Na qual: A_t é a área do tecido, n representa o número de camadas de tecido, gms_t é a

gramatura do tecido, ρ_f é a densidade das fibras utilizadas na confecção do tecido e V_{mo} é o volume da cavidade do molde.

Tabela 4.2 – Propriedades e características do reforço

Tipo de trama	Fibra	Costura do tecido	Resistência à tração (GPa)	Módulo tração (GPa)	Elongação (%)	Densidade fibras (g/cm ³)	Gramatura (g/m ²)
NCF (0/90/45/-45)	Hexcel IM7 GP	Poliestireno	5,5	276	1,9	1,78	408

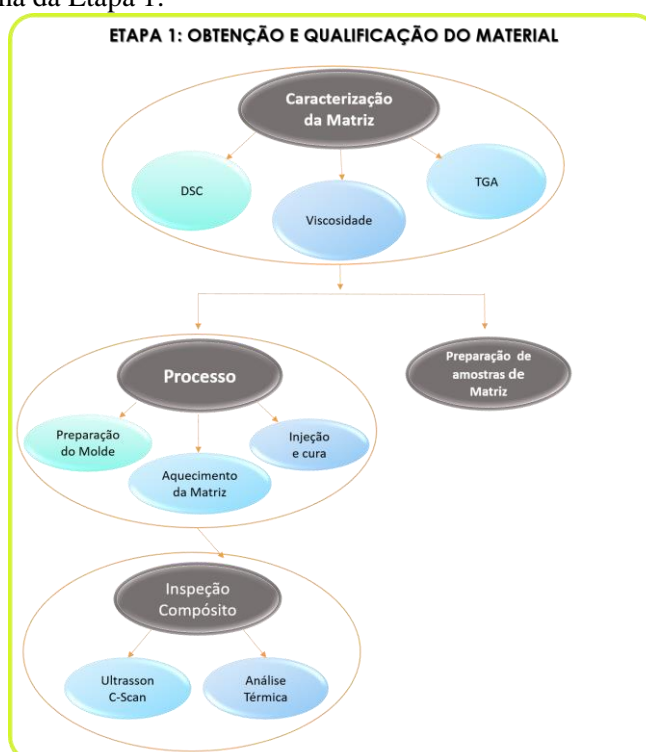
5 METODOLOGIA

A metodologia usada para o desenvolvimento deste trabalho foi dividida em duas etapas.

5.1 ETAPA 1 – OBTENÇÃO DO MATERIAL

A Fig. 5.1 mostra o fluxograma do desenvolvimento da primeira etapa desse trabalho.

Figura 5.1 – Fluxograma da Etapa 1.



Fonte: (autor)

5.1.1 Caracterização da Matriz Polimérica

Sendo a matriz a fase que define os parâmetros de processos de moldagem por infusão, na qual está inserido o de moldagem por transferência de resina (RTM), o estudo térmico dessa fase é indispensável.

Portanto, a resina foi submetida a análises de calorimetria exploratória diferencial (DSC) dinâmica e isotérmica para determinação da faixa de temperatura de cura e do tempo de cura para temperaturas escolhidas, respectivamente. A análise termogravimétrica (TGA) é empregada para determinação da estabilidade térmica da matriz.

O teste de viscosidade é essencial para a produção de compósitos processados por RTM. Resinas apropriadas a este tipo de processo tem viscosidade altamente sensível à

variação de temperatura e o ensaio permite um ajuste de modo que preformas (conjunto de reforço seco) com diferentes teores de fibras sejam impregnadas utilizando-se menores pressões de injeção. Dessa maneira também é possível minimizar possíveis defeitos como o *race tracking* e o *fiber wash out*, ocasionados por essa combinação inadequada dos parâmetros viscosidade e pressão de injeção.

O estudo isotérmico de viscosidade é útil na definição do tempo máximo de processamento, uma vez que o ponto de gel da resina não deve ser atingido pois afetaria a impregnação do reforço diminuindo a adesão fibra/matriz.

Os itens a seguir descrevem os parâmetros utilizados para cada avaliação à qual a resina foi submetida.

5.1.1.1 Análise Viscosimétrica

As análises foram realizadas no Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista (DMT/FEG/UNESP), num equipamento Brookfield modelo DVII+PRO com *spindle* tipo SC4-27 e volume de amostra de 10 mL. A análise isotérmica foi conduzida à 90 °C, 100 °C e 120 °C durante 130 minutos. A definição das temperaturas para o teste foi feita de maneira a abranger desde a temperatura de degaseificação (90°C) até a máxima temperatura de injeção, considerando as recomendações do fabricante da resina.

O tempo de análise foi determinado considerando processos longos, nos quais a injeção de resina pode ocorrer em intervalos de tempo maiores que 2 horas. Volumes de fibras maiores que 50% e resinas com viscosidades maiores que 100 mPas demandam maiores tempos de injeção para completa impregnação do reforço.

5.1.1.2 DSC

A resina foi analisada no DMT/FEG/UNESP utilizando-se um equipamento DSC TA *Instruments* Q20 de fluxo de calor, utilizando-se uma célula de alumínio hermeticamente fechada em atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo de gás de 50 mL/min e razão de aquecimento de 3 °C/min. O experimento conduzido entre 40 °C a 300 °C determinou a curva exotérmica de cura.

Para a determinação do ciclo de cura da resina epóxi foi conduzido um experimento isotérmico à 180 °C.

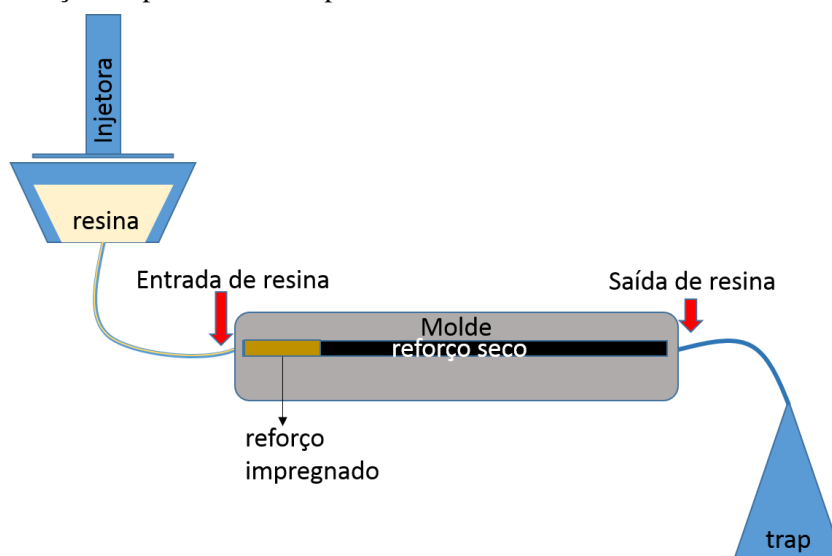
5.1.1.3 TGA

Uma amostra de resina curada foi submetida à análise termogravimétrica no DMT/FEG/UNESP em um equipamento *SII Nano Technology INC* modelo TG/DTA 6200, operando sob fluxo de nitrogênio, em uma faixa de temperaturas de 24 °C a 750 °C, a taxa de aquecimento de 10 °C/min, a fim de determinar-se a temperatura de degradação térmica e possíveis estágios de degradação.

5.1.2 Processamento dos Laminados Compósitos

O processo RTM consiste em injetar resina para dentro de um molde fechado, onde o reforço preformado é previamente posicionado. O molde é mantido sob vácuo para facilitar a remoção de ar aprisionado no reforço e acelerar a impregnação do tecido pela resina. A resina excedente é armazenada em um reservatório (trap) como ilustra a Fig. 5.2.

Figura 5.2 - Ilustração do processamento por RTM.



Fonte: (Autor)

Essa técnica reduz a liberação de monômeros no ar, permite moldar peças grandes e com geometria complexa de modo eficiente, reduzir o ciclo de produção (se comparado aos métodos convencionais), melhorar a qualidade de acabamento das peças, além de garantir boa reprodutibilidade e o uso de diferentes tipos e frações voluméticas de fibras.

A preparação da preforma merece atenção uma vez que seu corte e empilhamento

irregular podem ocasionar distorções e perda de material das bordas o que, por sua vez, induz deformações e prejudica a homogeneidade das propriedades mecânicas do produto final.

A associação de altas frações volumétricas de fibras e resinas com reduzido tempo de trabalho podem levar à uma saturação incompleta e aprisionamento de gás entre as fibras. Por isso a otimização dos parâmetros de processamento como o tempo de gel da resina, pressão de injeção e o tempo de sangria são essenciais para obter-se um produto com melhor qualidade de impregnação possível.

Dentre as variáveis do processo de injeção, existem dois principais parâmetros que devem ser controlados, sendo eles: temperatura e pressão de injeção.

A temperatura de injeção é função das propriedades da matriz, como temperatura e tempo de gel, viscosidade e temperatura de cura. Estudos térmicos são realizados para determinação do tempo necessário para cura na temperatura estabelecida com base na cura dinâmica da matriz. O estudo viscosimétrico auxilia na escolha da temperatura em que a viscosidade da matriz se mostra ideal para impregnação do reforço, com base na fração volumétrica do mesmo e de sua permeabilidade.

A pressão de injeção tem a função de manter o fluxo de resina constante e precisa ser controlado uma vez que se aplicada em excesso pode induzir falhas como dobramento do tecido no momento da injeção (*fiber wash out*) e o fenômeno de *race tracking*, caminho preferencial escolhido pela resina durante a injeção, que ocorre principalmente em regiões com menor quantidade de fibras. A determinação do valor de pressão adequado muitas vezes é experimental e precisa ser ajustado para cada tipo e fração volumétrica de reforço utilizados.

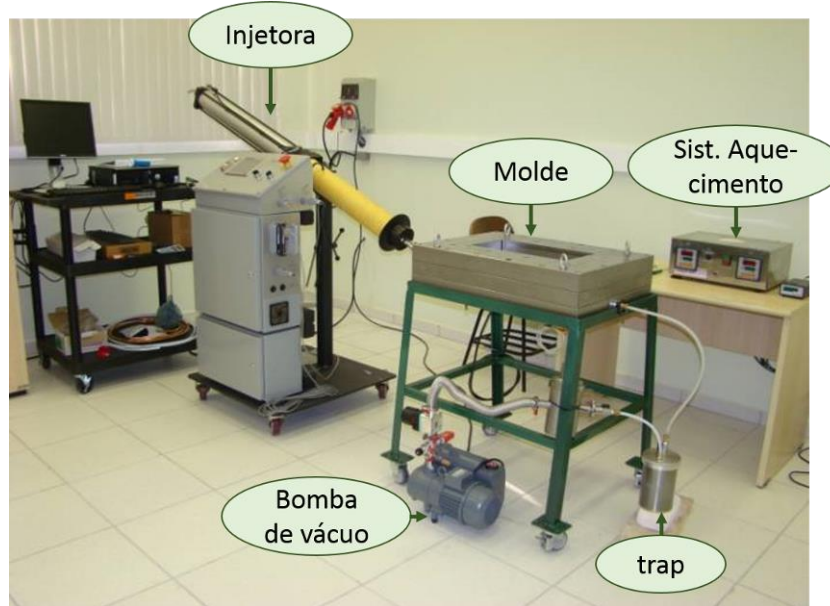
O sistema RTM utilizado neste estudo está disponível no DMT/FEG/UNESP e é composto por bomba de vácuo, *traps* (reservatórios para resina excedente), injetora, molde e compressor, além de válvulas e manômetros, como mostra a Fig. 5.3.

A injetora da marca Radius modelo 2100cc é especialmente desenvolvida para este processo. Esta possui o controle de aquecimento da resina no embolo e na linha de injeção.

O molde foi projetado para o processamento de um laminado plano. O posicionamento dos orifícios de entrada e saída da resina, aliados à canaleta interna do molde, foi definido com o intuito de promover uma frente de fluxo mais alinhada possível durante a impregnação do reforço pela resina.

A bomba de vácuo Edwards modelo EV-20 retira o ar da preforma e direciona o fluxo de resina, permitindo a produção de um compósito de melhor qualidade quanto à quantidade de vazios.

Figura 5.3 – Sistema RTM utilizado.



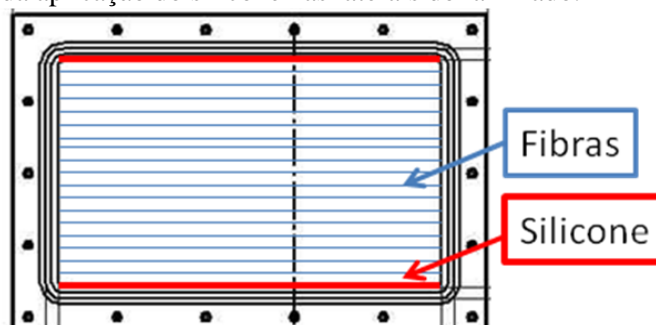
Fonte: (Autor)

Entre o molde e a bomba de vácuo existe um sistema com válvulas e *traps* que protegem a bomba de vácuo da resina e seus voláteis. Por este motivo são instalados dois traps, um para o depósito da resina líquida e outro refrigerado, para reter os voláteis.

5.1.2.1 Preparação do molde

A cada laminado produzido foram substituídos anéis de vedação do molde, tubos e mangueiras de injeção e saída de resina, bem como válvulas e conexões minimizando assim possíveis perdas de vácuo no sistema. Além disso, um cordão de silicone foi adicionado nas bordas do tecido, como mostra o esquema na Fig. 5.4, evitando que a resina escoe preferencialmente por esta região devido à menor resistência ao fluxo de resina causada por imperfeições no corte das lâminas do tecido.

Figura 5.4 – Esquema da aplicação do silicone nas laterais do laminado.



Fonte: (autor)

5.1.2.2 Aquecimento da matriz

Visando a remoção de bolhas, a resina foi aquecida à 90 °C e submetida ao vácuo (pressão de ≈600 mmHg) durante os 30 minutos que precedem o início da injeção. A esta temperatura a viscosidade da resina diminui e permite que bolhas de ar aprisionado sejam eliminadas e não contribuam com a formação de vazios no laminado.

Simultaneamente iniciou-se o pré-aquecimento do molde a fim de atingir a temperatura adequada de injeção.

5.1.2.3 Injeção e cura

A injeção foi realizada a 120 °C com pressão inicial de 275 kPa e final de 1034 kPa (40 a 150 PSI). A pressão foi ajustada durante todo o processo para que a taxa de injeção de 1 cm³/min fosse mantida constante. O vácuo variou entre 25 e 10 kPa.

Ao final da injeção o molde foi desconectado da injetora e da bomba de vácuo para início da cura realizada à 180 °C por 2 horas.

5.1.3 Inspeção do Laminado Compósito

5.1.3.1 Inspeção acústica por Ultrassom C-Scan

Os laminados foram submetidos à inspeção acústica por ultrassom no DMT/FEG/UNEP em um equipamento MI-SCAN, o qual utiliza a água como meio de propagação das ondas emitidas por um transdutor, operando no modo pulso-eco. O mapa de atenuação das ondas emitidas é convertido em imagem pelo *software* MUIS32 da MATEC, que posteriormente é colocado em uma escala de cores pelo *software* I-View. Os dados foram coletados utilizando-se um transdutor côncavo de frequência de 2,25 MHz.

5.1.3.2 Análise termogravimétrica

Uma amostra do compósito foi submetida à análise termogravimétrica no DMT/FEG/UNESP em um equipamento *SII Nano Technology INC* modelo TG/DTA 6200, operando sob fluxo de nitrogênio, em uma faixa de temperaturas de 25 °C a 750 °C, a taxa de aquecimento de 10 °C/min, a fim de determinar-se a temperatura de degradação térmica e possíveis estágios de degradação.

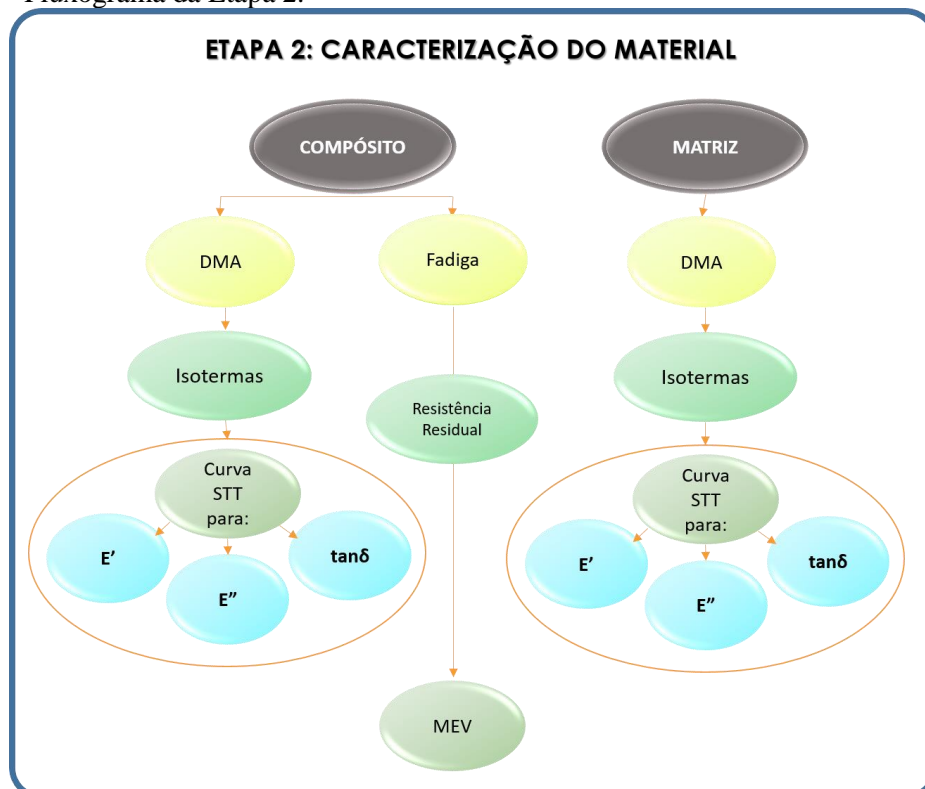
5.1.4 Preparação de amostras de resina para DMA

Para confecção dos corpos de prova em resina para análise de DMA foi utilizado um molde confeccionado em silicone resistente à temperatura de até 300 °C. A cura seguiu a programação determinada pelo estudo térmico da resina, ou seja, 2 horas a 180 °C. Foi utilizada uma estufa à vácuo da marca Quimis modelo Q819V2 disponível no DMT/FEG/UNESP com intuito de evitar a formação de vazios nas amostras.

5.2 ETAPA 2 – CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

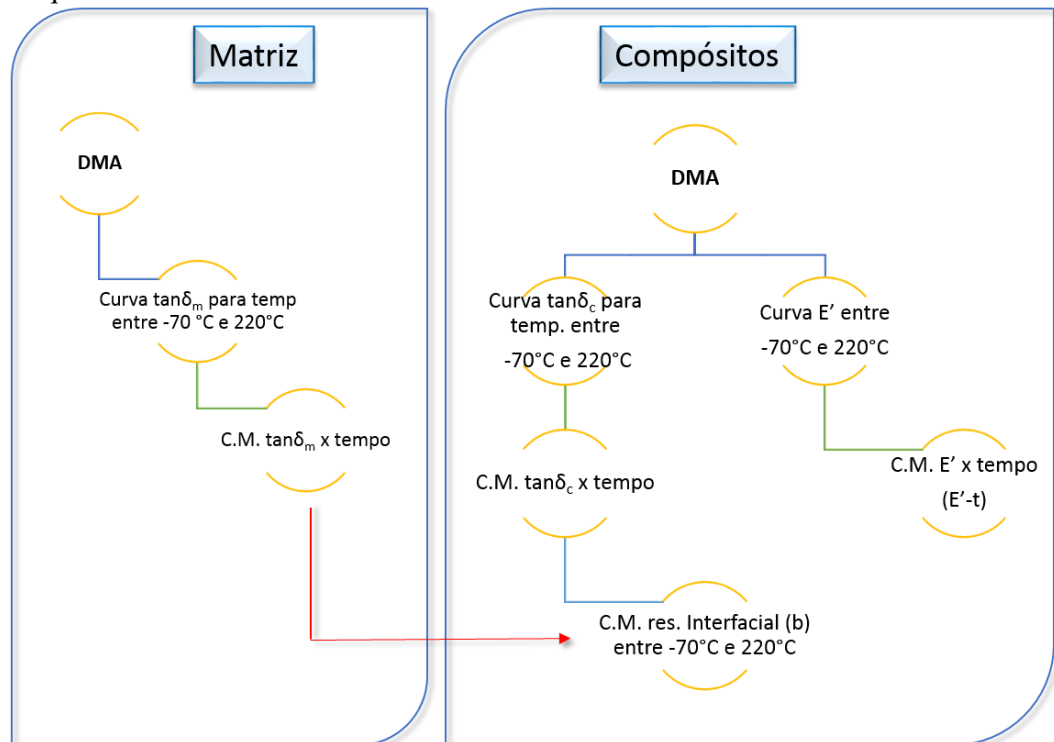
A Fig. 5.5 mostra a sequência de testes da segunda etapa deste estudo. Já a Fig. 5.6 mostra detalhadamente a caracterização dos materiais. O compósito foi caracterizado com DMA e em fadiga, enquanto a matriz foi caracterizada somente com DMA, visando o levantamento de dados para complementar o estudo do compósito.

Figura 5.5 – Fluxograma da Etapa 2.



Fonte: (autor)

Figura 5.6 – Sequência de testes com DMA.



C.M. = curva mestra ou STT

Fonte: (autor)

5.2.1 Compósitos

A ANAC padroniza os requisitos para que uma aeronave seja considerada apta a operar como meio de transporte. Para aeronaves de pequeno porte, classificado como “jato leve”, a regulamentação é feita pela RBAC 23 (Regulamentação brasileira da Aviação Civil) da ANAC (60). As exigências para homologação diferem quanto ao porte e aplicação da aeronave.

A RBAC 23 especifica inclusive os requisitos de testes, quanto à confiabilidade e repetibilidade, aplicáveis aos componentes de todos os subsistemas de um jato leve. O subitem 23.613 desta norma trata dos materiais utilizados na concepção dos jatos quanto às características de resistência mecânica e térmica dos materiais utilizados.

Considerando as exigências do órgão regulamentador da aviação civil nacional, a ANAC (Agência Nacional da Aviação Civil) e a RTCA/DO-160D (do inglês, *Radio Technical Commission for Aeronautics – Environmental Conditions and Test Procedures*), foram

definidos limites de temperatura e frequência para os ensaios de DMA conforme descrito no item 5.2.1.1.

5.2.1.1 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

5.2.1.1.1 Definição dos Limites de Temperatura e Frequência para Caracterização do Compósito

Nesse estudo, baseado nos resultados de fadiga e de DMA, parâmetros de temperatura e frequência de aplicação dos componentes são as principais variáveis necessárias ao levantamento de dados coerentes com o objetivo de caracterização do compósito como material estrutural.

As faixas de temperatura e frequências de vibração apresentadas na Tabela 5.1 foram retiradas da norma RTCA/DO-160D, utilizada pela indústria aeronáutica para a certificação de seus componentes e estruturas. A RTCA/DO-160D regimenta a qualificação ambiental dos materiais – temperatura, vibração, condições ambientais, etc – em função do componente e/ou subsistema no qual o material será utilizado, seja ele estrutural ou não (RTCA).

Os sistemas apresentados na Tabela 5.1 foram escolhidos como referência para este estudo por terem a flexão como principal modo de sollicitação em serviço ou possuírem componentes que operam em flexão. Todos operam em condições não controladas de temperatura e pressão, com variações que podem ocorrer a diferentes taxas.

A faixa de frequência de vibração utilizada nos testes de homologação dos componentes varia de 1 Hz a 2000 Hz (Tabela 5.1), definidos a fim de garantir que os componentes atendam ao padrão de desempenho mecânico e térmico necessários quando sujeitos aos níveis de vibração específicos de cada aplicação. No entanto, a RTCA/DO-160D mostra que entre 1 Hz e 250 Hz observa-se um maior número de ocorrências de ressonância entre a frequência do teste e da vibração natural dos sistemas.

A faixa de temperatura usual de testes é definida pela RBAC 23 (item 23.613) e consta na Tabela 5.1.

No entanto, convencionou-se no meio industrial aeronáutico que o material deve desempenhar suas funções em um intervalo de temperaturas entre -40 °C e 52 °C, garantindo que o mesmo possa fazer pousos e decolagens em diferentes condições climáticas.

Tabela 5.1 – Limites de operação de jatos leves quanto à temperatura e frequência de vibração, segundo ANAC.

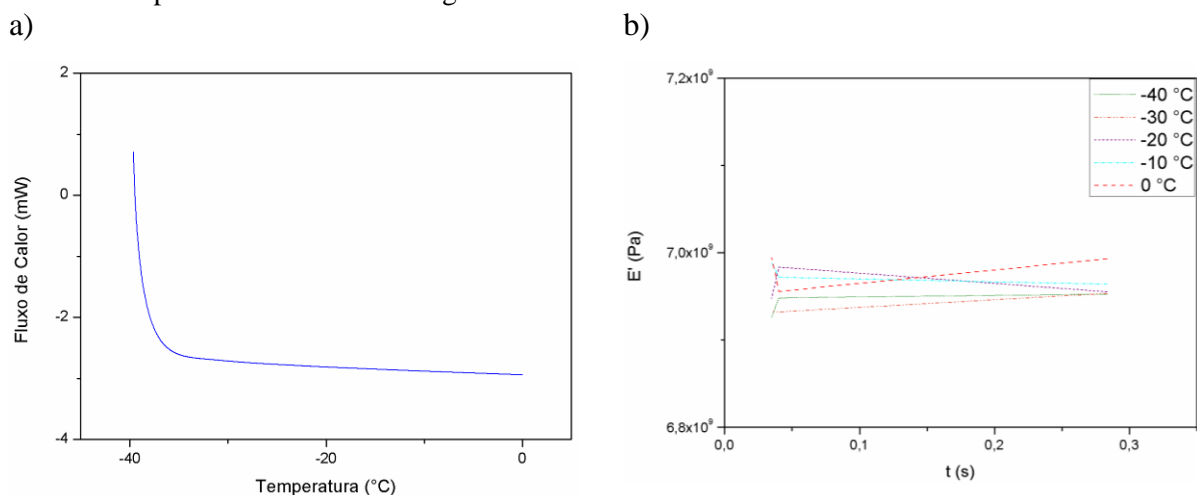
Componente	Faixa de temperatura (°C)	Frequências de ressonância (Hz)
Asa	-70 a 85	10 – 28 – 40 – 100 – 200 – 500 – 2000
Trem de pouso	-70 a 85	Entre 1 e 200
Empenagem	-70 a 85	10 – 28 – 40 – 100 – 200 – 500 – 2000
Fuselagem	-70 a 85	10 – 28 – 40 – 250 – 500 – 2000

Fonte: RTCA/DO-160D, ANAC

Com o intuito de verificar se esta faixa de temperatura de teste, principalmente quanto à temperatura subambiente, seria adequada, o compósito foi analisado primeiramente em um DSC. No gráfico da Fig. 5.7a fica claro que nenhuma transição ocorre entre -40 °C e 0 °C . O gráfico da Fig. 5.7b mostra a comparação do patamar vítreo (E') para a mesma faixa de temperatura e nenhuma diferença significativa pode ser observada. Portanto, as temperaturas de teste foram redefinidas como consta na Tabela 5.2, promovendo uma considerável economia de consumíveis para a realização dos testes de fadiga.

Considerando o teste a -70 °C seriam necessários cerca de 450L litros de nitrogênio para que fossem obtidos ao menos 3 pontos para a curva S-N. Considerando pontos de 10^6 ciclos, 5×10^5 e 5×10^4 ciclos, o custo para compra de nitrogênio seria de aproximadamente R\$ 4.500,00, enquanto o teste a 0 °C pode ser conduzido com a utilização de CO_2 sólido (gelo seco) como agente resfriador ao custo de R\$ 1.000,00 (valores do segundo semestre de 2015).

Figura 5.7 - Resultados da análise do compósito em DSC e DMA para auxílio da determinação da faixa de temperatura de teste em fadiga.



Fonte: (autor)

Portanto, a faixa de temperatura e frequência (Tabela 5.2) para os testes de DMA e fadiga em flexão foram determinadas considerando a análise do material em DSC e DMA

(Fig. 5.7), as normas da ANAC, os limites dos equipamentos disponíveis no DMT/FEG/UNESP e também a economia de consumíveis.

Para a análise de DMA, a temperatura máxima de teste foi definida em 220 °C de modo que o envelope de temperatura de testes englobe a temperatura de transição vítrea do compósito. Já a frequência de 10 Hz (da Tabela 5.1) foi substituída por 5 Hz para evitar erros causados pela análise simultânea de uma determinada frequência e de seu valor ao quadrado, por exemplo, 10 Hz e 100 Hz, de acordo com o fabricante do equipamento.

Para o teste de fadiga, depois de testes preliminares a -70 °C e -10 °C e da análise dos resultados apresentados na Fig. 5.7, a temperatura mínima para este teste foi fixada em 0 °C para viabilizar a construção de uma curva S-N (do inglês *Strength versus Number of cycles*) com o menor consumo de agente resfriador (N₂ líquido ou CO₂ sólido) possível.

Tabela 5.2 – Parâmetros de temperatura de frequência de vibração para os ensaios de DMA e fadiga em flexão.

Ensaio	Faixa de temperatura (°C)	Faixa de frequência (Hz)
DMA	-70 °C a 220 °C	0,01; 0,05; 0,2; 0,5; 1; 5; 28; 40 e 100*
Fadiga	0 °C, 25 °C e 80 °C	8

*Limite do equipamento.

5.2.1.1.2 Parâmetros de Ensaio para DMA

As análises de DMA foram conduzidas num equipamento *SII Nanotechnology INC* modelo DMA 6100 em atmosfera de Nitrogênio, com frequências de 0,01; 0,05; 0,2; 0,5; 1; 5; 28; 40 e 100 Hz em temperaturas entre -70 °C e 220 °C. As análises isotérmicas, tanto o compósito quanto para a resina, foram conduzidos em intervalos de 10 °C durante tempo necessário para uma aquisição consistente de dados.

Neste estudo as isotermas foram mantidas por tempos entre 2 min e 17 min, de forma que os valores lidos para cada frequência fossem gravados ao menos 3 vezes. Desse modo, neste estudo utilizou-se a média dos valores lidos.

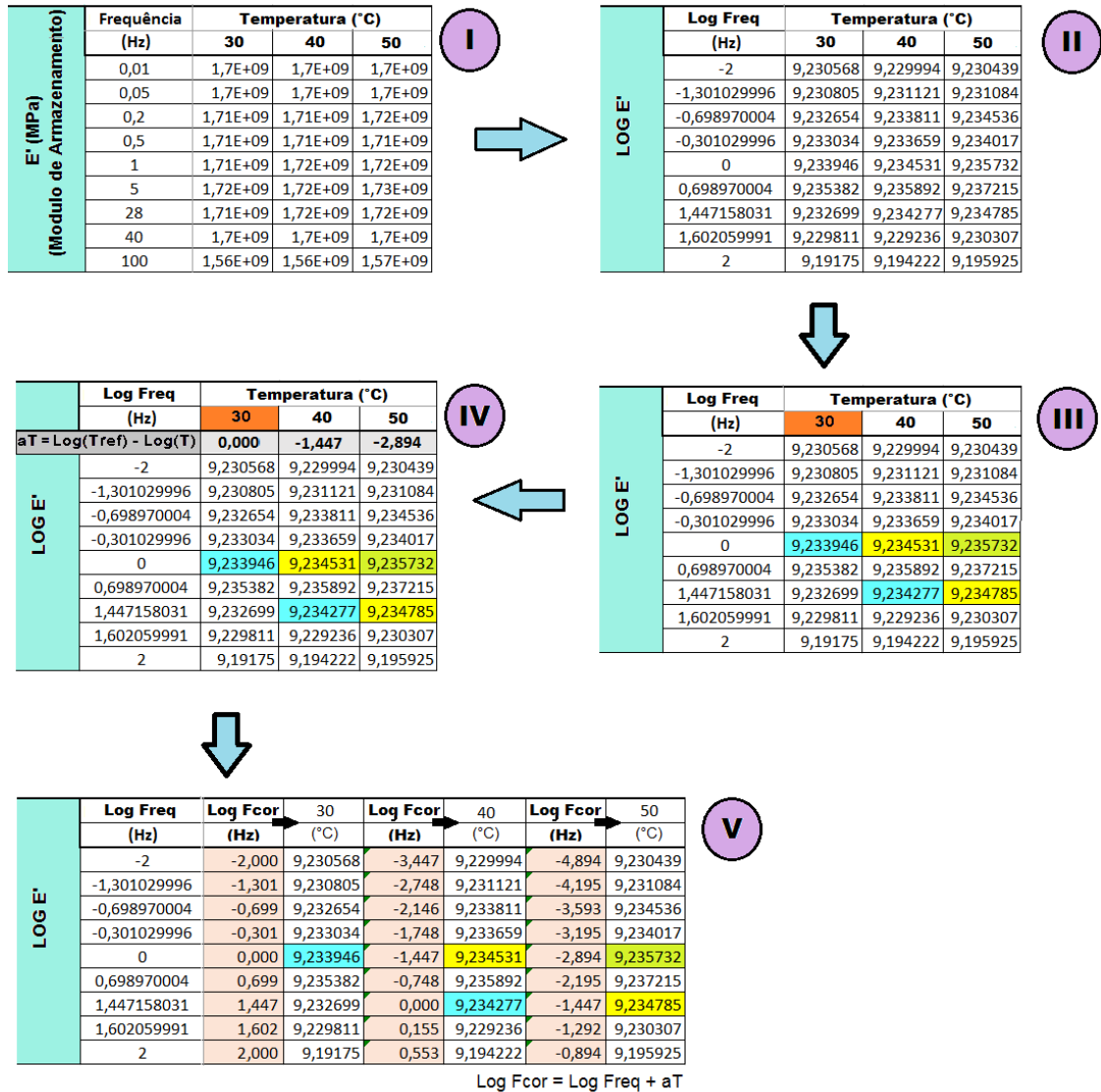
As frequências entre 0,01 à 0,5 foram adicionadas aos exigidos pela ANAC para que a STT represente adequadamente a variação do comportamento do material em um maior intervalo tempo.

5.2.1.1.3 Construção das Curvas Mestras

A construção das curvas seguiu o esquema da Fig. 5.8. Os passos de I a V são

descritos a seguir.

Figura 5.8 – Esquema para construção das curvas mestras.



Fonte: (autor)

Passo I – Os resultados das análises de DMA para cada temperatura foram organizados em uma tabela.

Passo II – Os valores da propriedade medida (neste exemplo trata-se de E'), bem como as frequências utilizadas, foram transpostos para valores de Log na base 10.

Passo III – Escolhida a temperatura de referência (neste exemplo 30 °C), foram escolhidos valores de Log E' similares entre as temperaturas vizinhas. Na Fig. 5.8, esses valores similares estão destacados pelas células coloridas. Os módulos similares entre 30 °C e

40 °C estão destacados pela cor azul, já entre 40 °C e 50 °C estão destacados pela cor amarelo.

Passo IV – Foram calculados os valores de aT para cada temperatura, para isso utilizou-se a equação $aT = \text{Logf}(T_{ref}) - \text{Logf}(T)$, sendo T_{ref} a temperatura de referência, f a frequência e T a temperatura da qual os dados foram deslocados.

Na T_{ref} o valor de aT é igual a zero, uma vez que as frequências correspondentes a cada módulo não precisam ser corrigidas, afinal, este será o fragmento de curva referência da curva mestra.

Os valores de aT para as demais temperaturas deste exemplo foram determinados como segue:

- aT de 40 °C = Log frequência (T_{ref}) – Log frequência (T) = 0 - 1,447158 = -1,447
- aT de 50 °C = Log frequência (T_{ref}) – Log frequência (T) = 0 -1,447 + aT_{40} = -2,894

Passo V – Para finalizar, o valor de aT referente a cada temperatura é somado aos valores da coluna de Log f da mesma temperatura, previamente calculados no Passo II, gerando uma coluna com novos valores de frequência, chamada de frequência corrigida. Essa correção faz com que os valores de módulos similares, selecionados no Passo III, correspondam à resposta do material em um mesmo valor de frequência.

A sobreposição destes valores de Log f corrigida versus Log E' geraram a curva mestra de cada propriedade medida.

5.2.1.2 Análise de Vida em Fadiga

O teste de fadiga foi realizado em uma máquina de ensaios Instron 8801, com célula de carga de 2kN, razão de carga $R=0,1$ e frequência de 8 Hz para as temperaturas de 0 °C, 25 °C (aqui denominada como temperatura ambiente, $T_{ambiente}$) e 80 °C (Tabela 5.2).

Os testes realizados com temperatura ocorreram dentro de uma câmara climática, com controle de temperatura e ventilação.

Durante o ensaio foram monitorados o aumento do deslocamento da amostra em função do número de ciclos, pois o teste foi realizado com controle de força. Esses dados foram utilizados para determinação da curva de decaimento de E em função do número de

ciclos para cada corpo de prova testado.

Foi definido como critério de falha o aumento do deslocamento inicial (ou flecha inicial) em 10 mm, uma vez que testes preliminares mostraram que este aumento causa uma redução de aproximadamente 50% no valor de E.

5.2.1.2.1 Parâmetros de Ensaio para Teste de Flexão - Estático

Os testes foram realizados em uma máquina de testes Shimadzu modelo AG-X, de acordo com a norma ASTM D790, utilizando amostras medindo (180x12,7x3,2) mm. Distância entre apoios de 100 mm, velocidade de 4,7 mm/min e uma célula de carga de 5kN foram usados.

Para determinação do limite de resistência à ruptura foram utilizadas cinco amostras.

Para determinação da resistência residual pós-fadiga, cada corpo de prova teve sua resistência à ruptura medida após o carregamento cíclico, nas mesmas condições descritas acima.

5.2.1.2.2 Parâmetros de Ensaio para Teste de Fadiga

Os corpos de prova foram preparados de acordo com a norma ASTM-D790 uma vez que o ensaio de fadiga em flexão 3 pontos não é normalizado. A distância entre *spans* foi definida em 100 mm, o que equivale a 33X a espessura da amostra. A frequência utilizada foi de 8Hz com razão de carga de $R = 0,1$, valores definidos com base em artigos e testes preliminares. As cargas aplicadas variaram entre 75% e 90% da resistência máxima em flexão. Os mesmos parâmetros foram utilizados para o levantamento de dados à 0 °C, 25 °C e 80 °C.

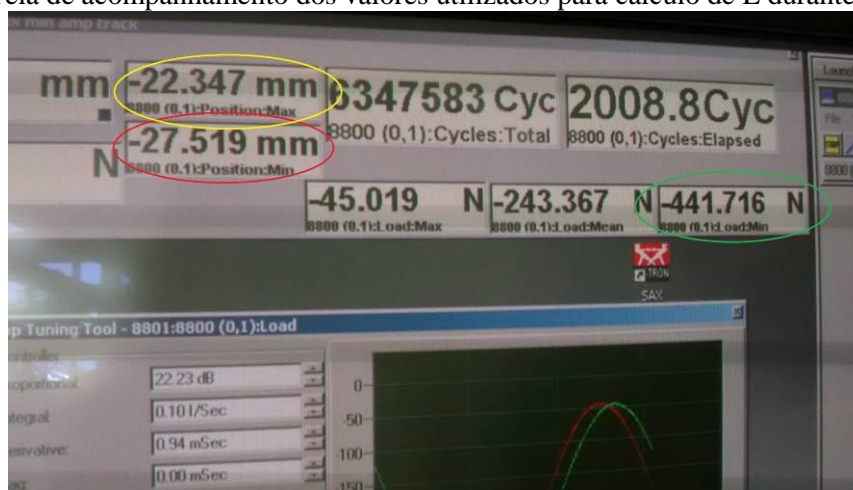
Considerado que a ruptura dos corpos de prova não ocorre para todas as tensões testadas, o critério de falha adotado foi a deformação (flecha) máxima de 10 mm.

5.2.1.2.3 Determinação do decaimento de E durante a fadiga

Para determinação do decaimento do valor de E (MPa) durante o teste de fadiga foram monitorados os valores da posição da amostra e carga aplicada durante a solitação cíclica. Esses dados foram obtidos do *software* BlueHill2 da Instron Instruments e aquisitados a cada 1.000 ciclos.

A Fig 5.9 mostra a tela do programa de onde os valores foram retirados. O círculo vermelho mostra a posição mínima, o círculo amarelo mostra a posição máxima e o círculo azul mostra a carga máxima. Os valores de posição foram convertidos em deslocamento e deformação para o cálculo teórico de E. O sinal negativo ocorre devido ao tipo de solitação.

Figura 5.9 – Tela de acompanhamento dos valores utilizados para cálculo de E durante a fadiga.



Fonte: (autor)

5.2.1.2.4 Análise da fratura

Foram selecionados corpos de prova delaminados com alto, médio e baixo número de ciclos em cada temperatura de ensaio. As fraturas foram recobertas com ouro e analisadas com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) a fim de prover informações sobre os mecanismos de falha. Para esta análise foi utilizado o equipamento Zeiss EVO LS-15 com sistema EDS/EBDS Oxford INCA Energy 250 operando a 20 kV, disponível no DMT/FEG.

5.2.2 Matriz

5.2.2.1 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Para a análise dinâmico mecânica da matriz foram utilizados os mesmos parâmetros empregados para a análise do compósito. Dessa maneira os resultados puderam ser relacionados para o levantamento de dados sobre as propriedades interfaciais do compósito.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

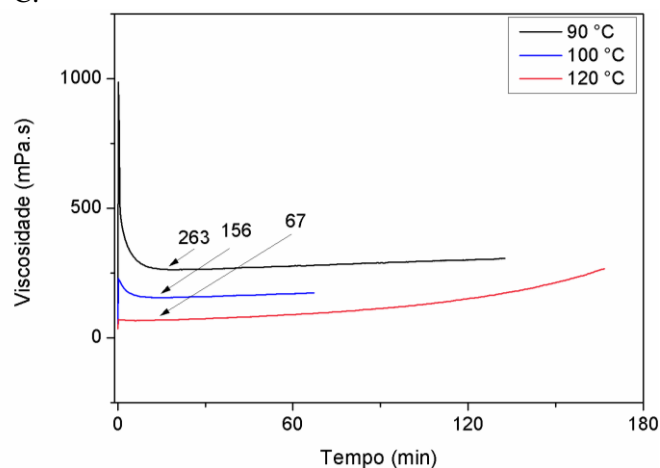
6.1 CARACTERIZAÇÃO DA RESINA

A análise térmica da matriz é indispensável para a produção de compósitos de matriz polimérica, uma vez que esta é a fase que define os parâmetros envolvidos no processo como temperatura e pressão de injeção, bem como tempo de ciclo de produção. Os itens abaixo mostram os resultados que nortearam a determinação dos parâmetros de processo do compósito estudado neste trabalho.

6.1.1 Viscosidade

A Fig. 6.1 mostra os resultados dos testes onde observa-se que, independente da temperatura, há uma redução inicial da viscosidade, seguido por um aumento gradativo da mesma. A redução inicial é atribuída ao distanciamento e alinhamento das cadeias poliméricas, promovida pela energia térmica fornecida, até que se atinja um valor mínimo de viscosidade. A partir do ponto de inflexão da curva, observa-se o aumento da viscosidade atribuído ao início da reticulação da resina.

Figura 6.1 – Viscosidade *versus* tempo da resina epóxi PRISM EP2400 para as temperaturas de 90 °C, 100 °C e 120 °C.



Fonte: (autor)

A viscosidade inicial encontrada durante o teste foi de 263 mPa.s para 90 °C, 156 mPa.s para 100 °C e 67 mPa.s para 120 °C.

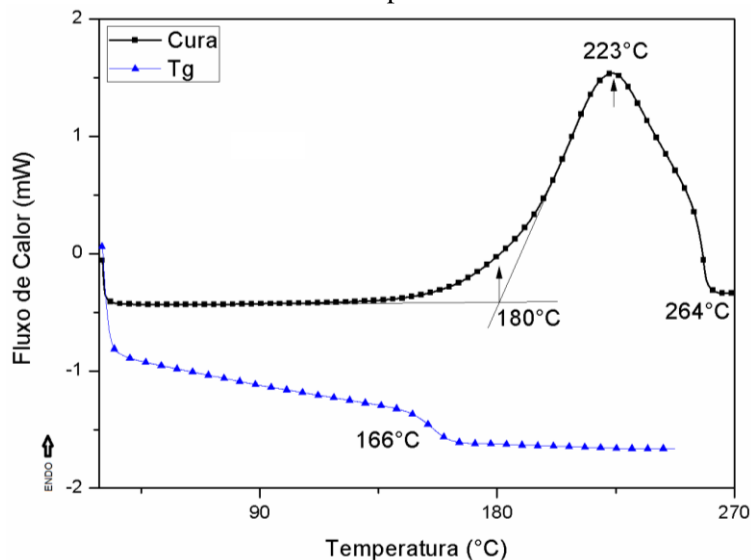
Considerando os valores encontrados e o objetivo de produzir laminados compósitos com fração volumétrica de fibras de aproximadamente 57%, optou-se por conduzir a injeção à

120 °C. Nessa temperatura a viscosidade é menor, facilitando a impregnação adequada das fibras de carbono utilizadas como reforço.

6.1.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

O monitoramento entálpico da reação de cura da resina é mostrada na Fig. 6.2. A curva dinâmica mostra o fenômeno exotérmico característico da cura de resinas termorrígidas e permite determinar o início da cura em 180 °C e seu término em 264 °C. A máxima taxa de cura ocorre em 223 °C.

Figura 6.2 – Curva de DSC dinâmica da resina epóxi PRISM EP2400

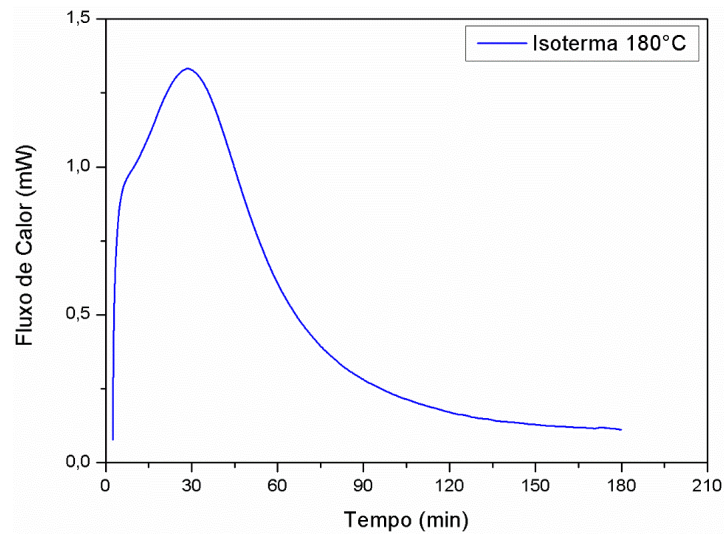


Fonte: (autor)

Considerando que a cura no ferramental é feita a temperatura constante, análises de cura isotérmica foram conduzidas à 180 °C (Fig. 6.3). Essa temperatura foi escolhida por ser a menor temperatura em que o polímero pode ser curado, ou seja, por apresentar a menor taxa de cura ou menor velocidade da reação, que influencia no grau de reticulação e formação de vazios pelo aprisionamento de voláteis. Dessa maneira, entende-se que temperaturas de cura mais baixas produzem laminados de melhor qualidade quanto à probabilidade de formação de vazios.

O tempo para cura completa a 180 °C corresponde ao indicado pelo fabricante, ou seja, aproximadamente 120 minutos como mostra a Fig. 6.3.

Figura 6.3 – Curvas de DSC isotérmica da resina PRISMEP2400.



Fonte: (autor)

6.1.3 Termogravimetria (TGA)

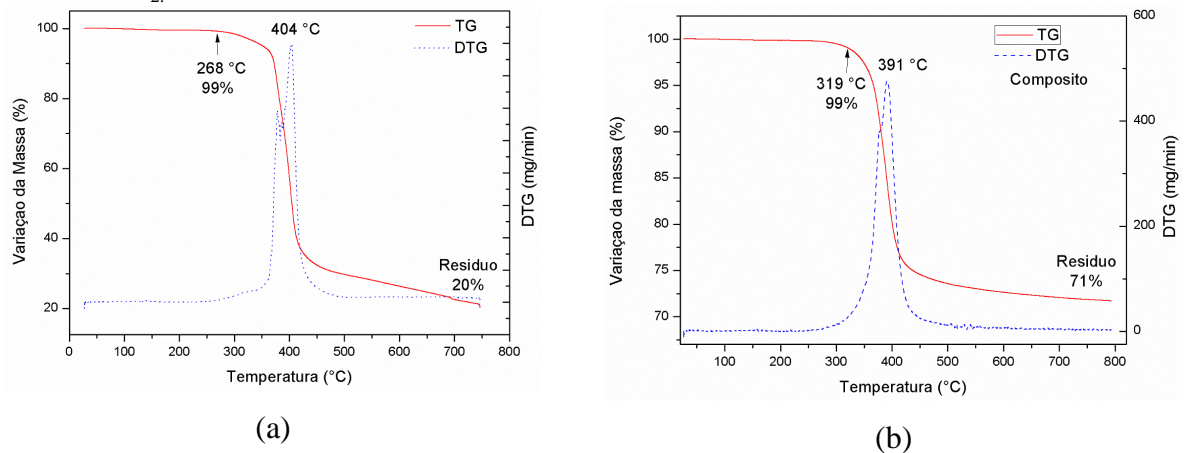
A análise de TGA foi conduzida para determinação da estabilidade térmica da matriz e do compósito. De acordo com a Fig. 6.4(a), a temperatura inicial de degradação da matriz é de 268 °C enquanto a do compósito é de 319 °C, ambas definidas de modo conservativo pela redução de 1% na massa total da amostra.

Existem duas razões consolidadas pelas quais a temperatura de início de degradação é maior para os compósitos: a diminuição da mobilidade das cadeias poliméricas e a redução na taxa de absorção de calor, ambos impostos pela presença das fibras.

A temperatura de máxima taxa de degradação é definida pela temperatura de pico da curva DTG, derivada da curva TGA (%) em 404°C para a resina e 391°C para o compósito.

Ao final do ciclo de aquecimento foi constatado a presença de 20% de resíduo para a resina e 71% de resíduo para o compósito. A maior quantidade de resíduo gerado na degradação do compósito em relação à resina, deve-se à presença do reforço cerâmico (fibras de carbono).

Figura 6.4 – Curva termogravimétrica (a) da resina epóxi PRISM EP2400 e (b) do compósito, sob atmosfera de N₂.



Fonte: (autor)

6.2 PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DOS LAMINADOS COMPÓSITOS

O processamento por RTM dos laminados 1 (L1), 2 (L2) e 3 (L3) envolveu as pressões e temperaturas descritas na Tabela 6.1. Entende-se por *pressão inicial* a pressão exercida para iniciar a impregnação e por *pressão final*, a pressão necessária para que o fluxo de resina atinja o ponto de saída de resina no molde após preencher toda a preforma seca. Esse aumento da pressão de injeção ocorre gradativamente durante o processo e deve-se ao distanciamento da frente de fluxo da resina do ponto de injeção, pois quanto mais distante a frente de fluxo, maior a massa a ser deslocada para que a frente de fluxo avance.

Tabela 6.1 – Pressões e temperaturas envolvidas no processamento dos laminados.

Laminado	Temperatura (°C)	Pressão inicial (kPa)	Pressão final (kPa)
L1	110	303	682
L2	110	270	896
L3	120	303	1034

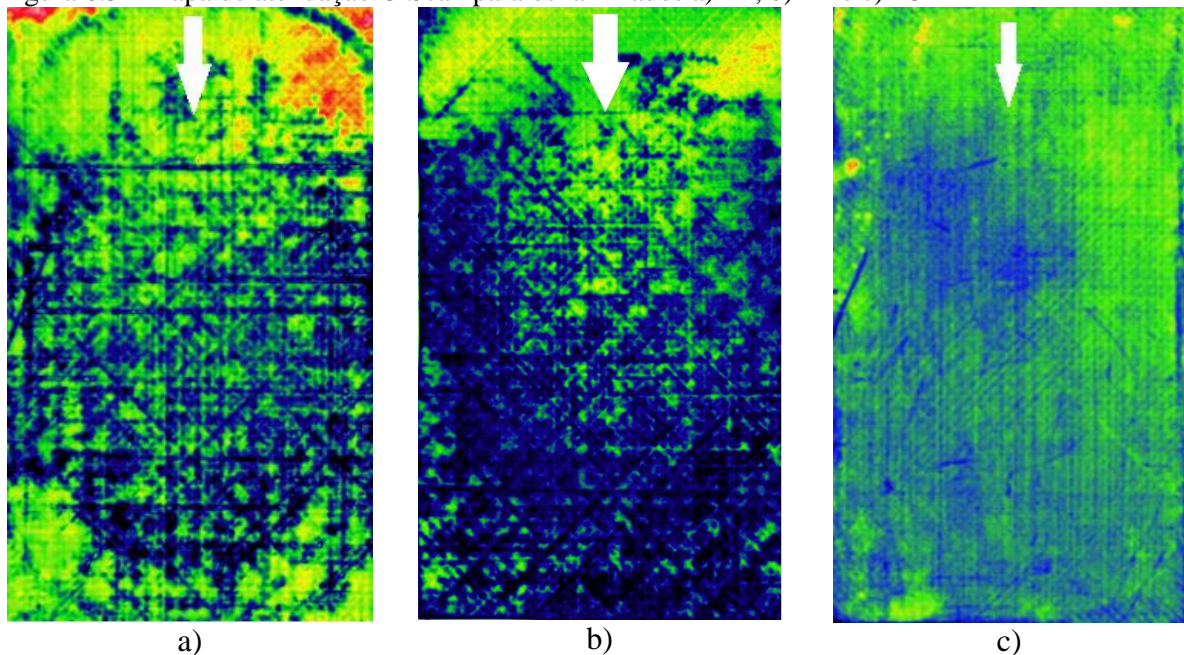
Observando o mapa de impregnação (Fig.6.5), obtidos com ultrassom C-Scan pulso-eco, dos laminados pode-se perceber que L1 e L2 não foram impregnados satisfatoriamente, uma vez que a distribuição de resina não foi homogênea. Esta conclusão é baseada na distribuição de cores das imagens apresentadas na Fig 6.5a e 6.5b, onde a cor preta representa alta atenuação (próxima de 100%, ou seja, 0% de retorno da onda emitida) ou região do material de baixa densidade. O branco representa nenhuma atenuação ou completo retorno do eco.

L1 e L2 (Fig. 6.5a e 6.5b) apresentaram melhor impregnação na região mais próxima ao

ponto de injeção (região predominantemente verde) e prováveis pontos secos nas demais regiões, indicados pela presença da cor preta distribuída pela imagem.

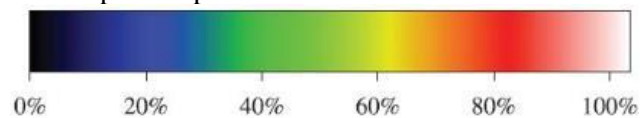
Baseado neste resultado os parâmetros de temperatura e pressão foram alterados para produção de L3. Empregando-se uma maior temperatura, que reduziu a viscosidade da resina, e maior gradiente de pressão, a impregnação das fibras pela matriz foi homogênea (Fig. 6.5c) e produziu um laminado sem defeitos. As setas brancas nas figuras 6.5 indicam o sentido da injeção da resina.

Figura 6.5 - Mapa de atenuação C-Scan para os laminados a) L1, b) L2 e c) L3



Fonte: (autor)

Figura 6.6 – Escala de cores para mapas de C-Scan



Fonte: (autor)

A Fig. 6.6 mostra a escala de cores correspondente ao valor percentual da atenuação do sinal emitido.

6.3 SUPERPOSIÇÃO TEMPO-TEMPERATURA

As isotermas obtidas com DMA para o compósito e a matriz (Apêndice A) foram

trabalhadas para obtenção das curvas STT para E' , E'' e $\tan\delta$ em temperaturas de referência igual a 0 °C, 25 °C (aqui denominada T_{amb}) e 80 °C em função da frequência (Apêndice B) e do tempo (Apêndice C).

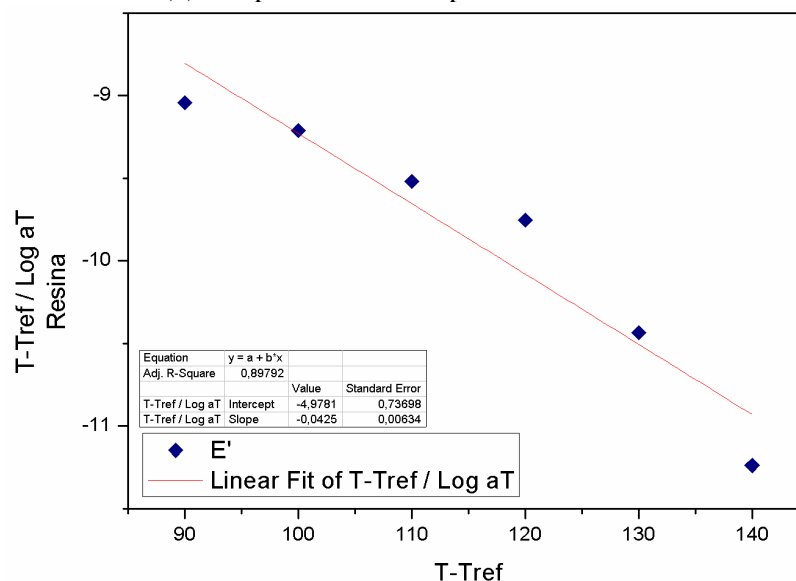
Os valores das constantes C_1 e C_2 da equação 28 também foram determinados, uma vez que $C_1 = -1/\text{coef. angular}$ e $C_2 = -\text{coef. linear}/\text{coef. angular}$, valores estes extraídos da equação da reta das curvas obtidas com dados de E' da resina e do compósito, mostradas na Fig 6.7, com os pontos medidos a partir da T_g , como sugerido por Angell (1997).

$$\text{Log } a_T = -C_1(T-T_r) / C_2 + T-T_r \quad (28)$$

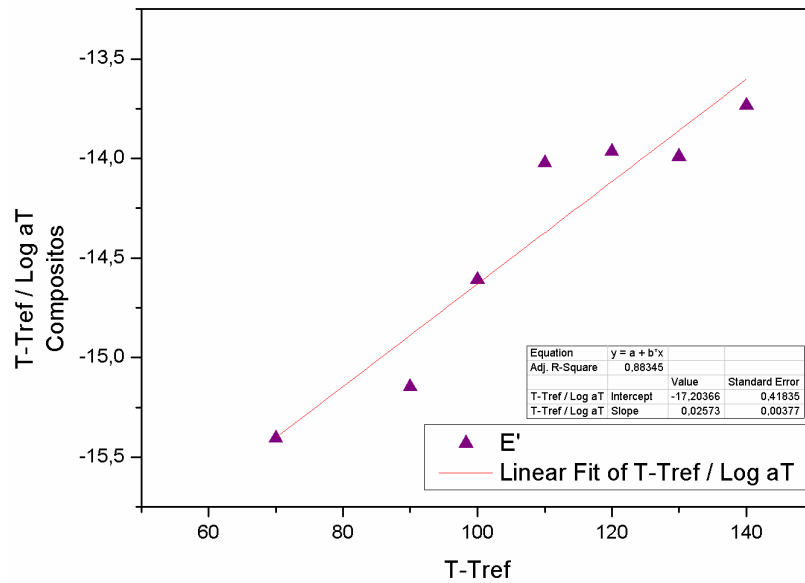
A constante C_1 é uma constante física relacionada com o volume livre na T_g . Seu valor pode ser definido pela razão entre o tempo de relaxação na T_g (10^2 s, por convenção) e o tempo de relaxação phonom (10^{-14} s), sendo este último relacionado à condutividade térmica entre as cadeias poliméricas (ORNAGHI JR., 2012; ANGELL, 1997).

Diversos autores têm concordado que $C_1 = 16$ ou 17 para todos os polímeros na T_g . Para os casos em que o valor de C_1 é muito diferente disto, deve-se suspeitar de algum fenômeno adicional, como um aumento da sensibilidade à temperatura após a T_g por exemplo (ORNAGHI JR., 2012; ANGELL, 1997).

Figura 6.7 – Curvas de $T-T_{ref}/\text{Log } a_T$ versus $T-T_{ref}$ para determinação dos valores de C_1 e C_2 para (a) resina epóxi Prism EP 2400 e (b) compósito carbono/epóxi.



(a)



(b)

Fonte: (autor)

Já a constante C_2 refere-se ao caráter do polímero e pode ser relacionado com a fragilidade ou força Angell (D) pela equação 34. A fragilidade/força Angell diz respeito à maneira como a temperatura afeta as propriedades dos líquidos e polímeros. Maiores valores de D ocorrem para polímeros com menores valores de C_2 (considerando polímeros com mesma T_g), o que indica maior fragilidade Angell, ou seja, maior sensibilidade do polímero a variações de temperatura (ANGELL, 1997).

$$D = 1 - (C_2/T_g) \quad (34)$$

A Tabela 6.2 mostra os valores de C_1 , C_2 e D calculados para a resina e o compósito.

Tabela 6.2 – Parâmetros C_1 , C_2 e D determinados para resina e compósito.

	C_1	C_2	D
Resina	23	-117	0,29
Compósito	39	669	-3,00

Os valores encontrados para D mostraram-se coerentes, pois espera-se que o compósito apresente menor fragilidade Angell que a matriz pura. A interação fibra/matriz influencia sua resposta devido ao gradiente de propriedades viscoelásticas que se forma ao redor das fibras (POCHIRAJU; TANDON; SCHOEPPNER, 1997).

6.3.1 STT de E' , E'' e $\tan\delta$ do compósito

As curvas STT mostram como uma propriedade varia em uma faixa de frequência ou tempo. No caso de materiais poliméricos pode-se analisar o comportamento do material quanto à relaxação sem realizar testes que necessitem de dias ou até mesmo anos de duração (ORTIZ, 2008). A Fig. 6.8 mostra a curva STT gerada em função da frequência para cada temperatura de referência.

A redução do valor de E' é típica de materiais viscoelásticos segundo Ortiz (2008) e indica a região de frequência de transição vítrea para cada temperatura de referência.

A transição vítrea do compósito ocorre entre 10^{-15} e 10^{-10} Hz para $T_{ref} = 0$ °C, 10^{-12} e 10^{-8} Hz para $T_{ref} = 25$ °C e entre 10^{-7} e 10^{-3} Hz para $T_{ref} = 80$ °C. É importante salientar que a frequência de 8 Hz, adotada para o ensaio de fadiga neste estudo, está compreendida no patamar vítreo para todas as T_{ref} utilizadas, garantindo resultados comparáveis.

Observa-se que em frequências mais altas o material é mais rígido para todas as T_{ref} . No entanto, a frequência a partir da qual $\text{Log } E'$ permanece estável, é diferente para cada T_{ref} . Sabendo-se que frequência é o inverso do tempo, pode-se afirmar que T_{ref} menores permitem a estabilidade de E' por tempos maiores (Fig. 6.11). Esse comportamento pode ser explicado em função da relaxação das cadeias poliméricas, uma vez que o tempo para os movimentos de rotação e translação do polímero é diminuído (frequências maiores) tornando-se necessário maiores temperaturas para que o movimento molecular seja iniciado (JONES, 1998), justificando o aumento da faixa de frequência de T_g para T_{ref} mais altas.

Fonte: (autor)

No entanto, considerando que o objetivo deste estudo é avaliar a mudança das propriedades em função do tempo, curvas STT de E' em função de $\text{Log } t$ (s) foram plotadas e sobrepostas na Fig. 6.9. E' é a medida da energia mecânica que o polímero é capaz de armazenar na forma de energia potencial ou elástica (Cassu, 2005). Observa-se que o módulo de armazenamento se mantém estável por cerca de 50 anos para $T = 0$ °C, 172 dias para $T = 25$ °C e cerca de 32 segundos para $T = 80$ °C, resultado atribuído à um processo de relaxação e início de movimentação molecular mais lentos para temperaturas mais baixas. O tempo de estabilidade do módulo E' foi definido de modo conservativo, ou seja, o valor máximo foi tomado imediatamente antes do início do decaimento do módulo e não pela onset.

Figura 6.8 – Região de frequência de transição vítrea do compósito definida pela curva de E' para (a) $T_{ref} = 0\text{ °C}$, (b) $T_{ref} = 25\text{ °C}$ (amb) e (c) $T_{ref} = 80\text{ °C}$.

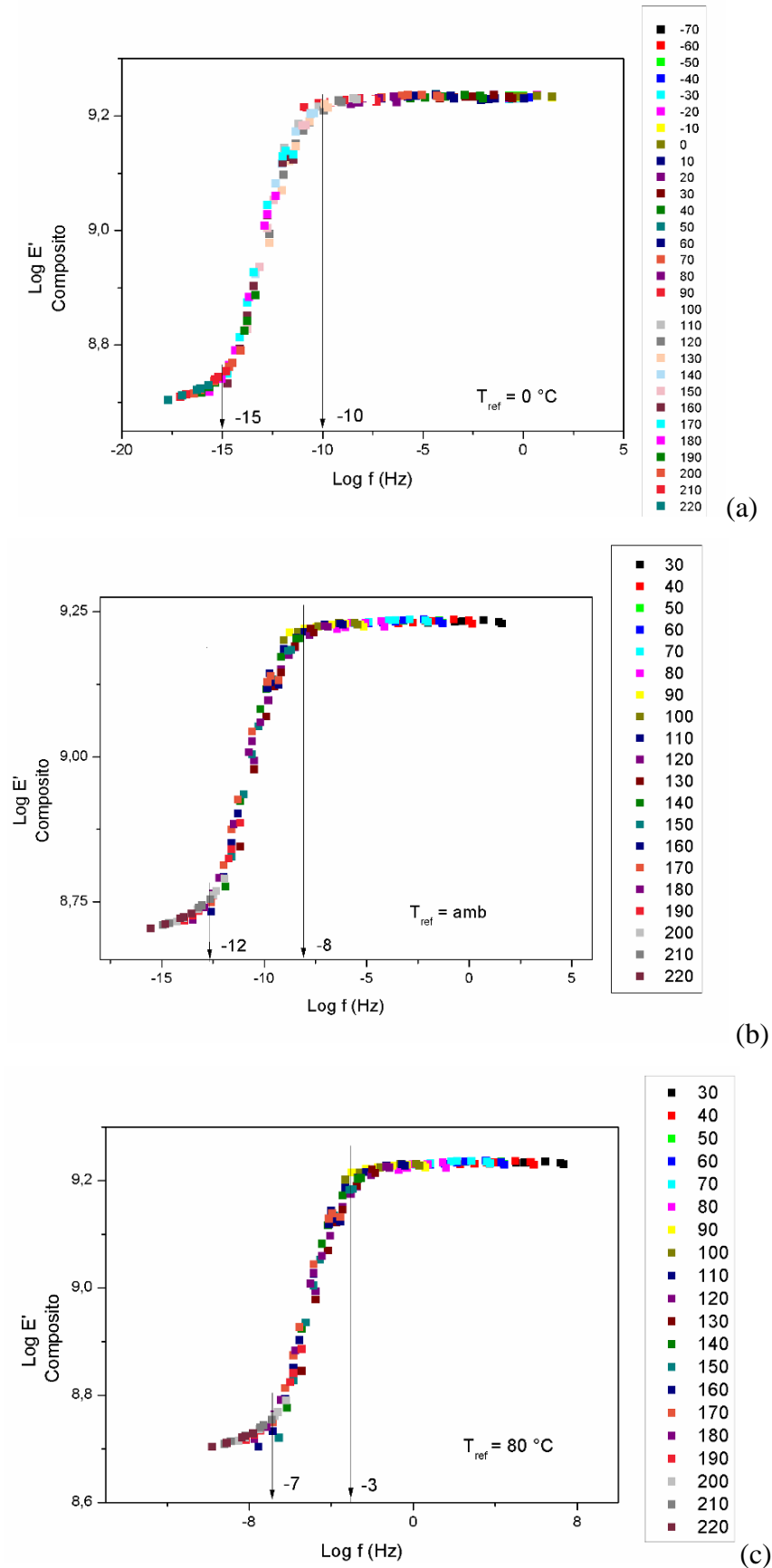
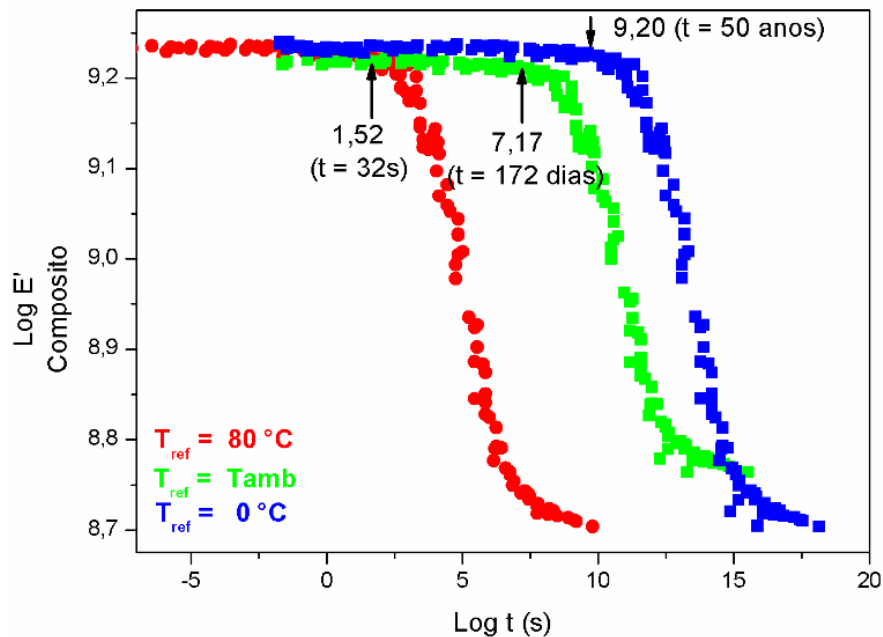


Figura 6.9 – Sobreposição das curvas mestras de $E'(t)$ do compósito para temperaturas de referência de 0°C , T_{amb} e 80°C .



Fonte: (autor)

A redução do valor de E' define o início da movimentação molecular de maneira conservativa que leva à relaxação das cadeias por meio de rearranjos configuracionais que alteram a entropia ou energia interna configuracional. Desta maneira, a energia começa a ser liberada através do aumento da mobilidade das cadeias. (BECKER; VARLEY; SIMON, 2002; KIM; MEDVEDEV; CARUTHERS, 2013).

O aumento da mobilidade, proporcionada pelo aumento do volume livre, promove o aumento da ductilidade do polímero (FENG ET AL., 2014), que segundo Charalambous et. al (2015), acelera o processo de delaminação em compósitos.

O aumento da temperatura reduz a tensão de escoamento da matriz, portanto, dada uma tensão de sollicitação a matriz entrará na zona plástica de deformação mais cedo para temperaturas mais altas. A deformação plástica, caracterizada pela ruptura de ligações, induz a formação de microtrincas e consequente delaminação do compósito (CHARALAMBOUS, 2015).

Considerando as curvas da Fig.6.9 e o fato de que maiores temperaturas fazem com que o compósito entre prematuramente na zona plástica de deformação, pode-se concluir que a movimentação molecular inicia-se mais rapidamente para maiores temperaturas, permitindo prever que o processo de delaminação para o compósito em estudo ocorrerá mais cedo para temperaturas mais altas.

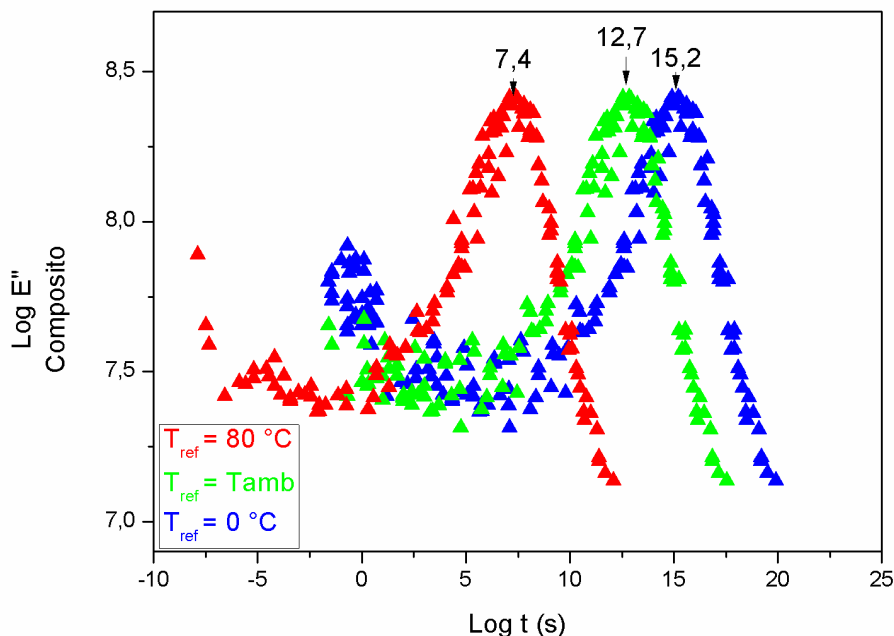
Quanto ao comportamento de E'' nenhuma diferença foi observada entre as curvas

para as temperaturas de referência estabelecidas, com exceção do tempo para que o pico fosse atingido, ou seja, para a máxima conversão de energia mecânica em calor atribuído aos movimentos micro-Brownianos dos segmentos da cadeia principal (CASSU; FELISBERTI, 2005). Parâmetros como altura do pico e largura à meia altura podem ser utilizados para analisar comparativamente a adesão interfacial em compósitos, no entanto, neste estudo não contribuiu para qualquer conclusão relevante.

O fato do pico de E'' se deslocar para a direita, ou seja, para um tempo maior, apenas corrobora com os resultados de E' já apresentados, no que diz respeito à necessidade de maior tempo para que os movimentos de relaxação das cadeias se inicie conforme ocorre a redução da temperatura. Sendo as relaxações relacionadas à mudanças conformacionais de cadeias poliméricas e resultantes de rotações em torno das ligações químicas, o tempo para que a movimentação molecular ocorra é uma relação entre estrutura molecular e temperatura (CASSU; FELISBERTI, 2005; KIM; MEDVEDEV; CARUTHERS, 2013).

A Fig. 6.10 mostra as curvas de E'' para as T_{ref} e indica o valor de $\text{Log } t(s)$ para cada curva.

Figura 6.10 – Curvas STT de E'' em função do tempo para as T_{ref} escolhidas.

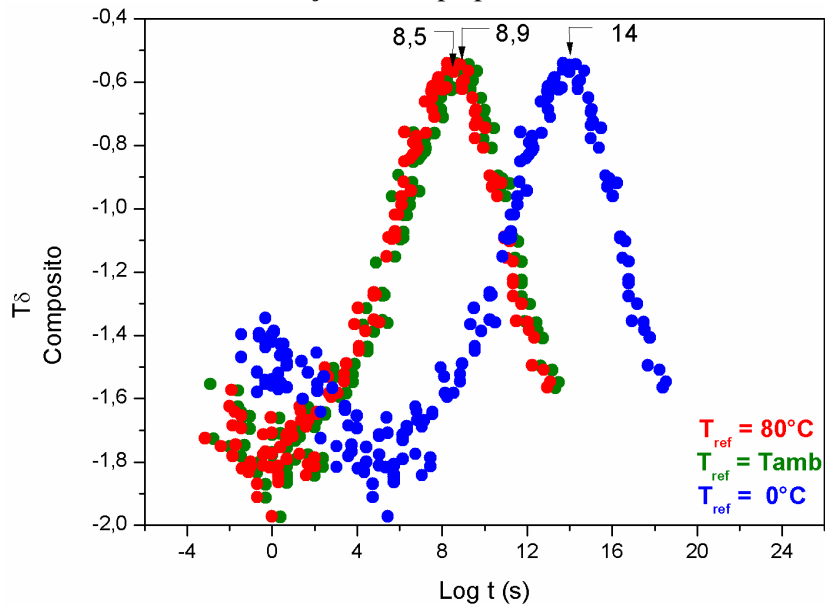


Fonte: (autor)

As curvas STT de $\tan\delta$ da Fig. 6.11 mostram o mesmo comportamento observado nas curvas STT de E'' , o que é esperado, uma vez que $\tan\delta$ é a razão entre E'' e E' ($\tan\delta = E''/E'$). No entanto, a diferença entre as curvas não resume-se apenas ao maior tempo necessário para

início da transição vítrea com a redução da temperatura de trabalho, pois ocorre uma sobreposição parcial entre as curvas STT de 25 °C e 80 °C, indicando que há alguma diferença no tempo entre as transições que ocorrem nestas temperaturas. Os valores encontrados para os picos estão indicados em cada curva.

Figura 6.11 – Curvas STT de $\tan\delta$ em função do tempo para as T_{ref} escolhidas.



Fonte: (autor)

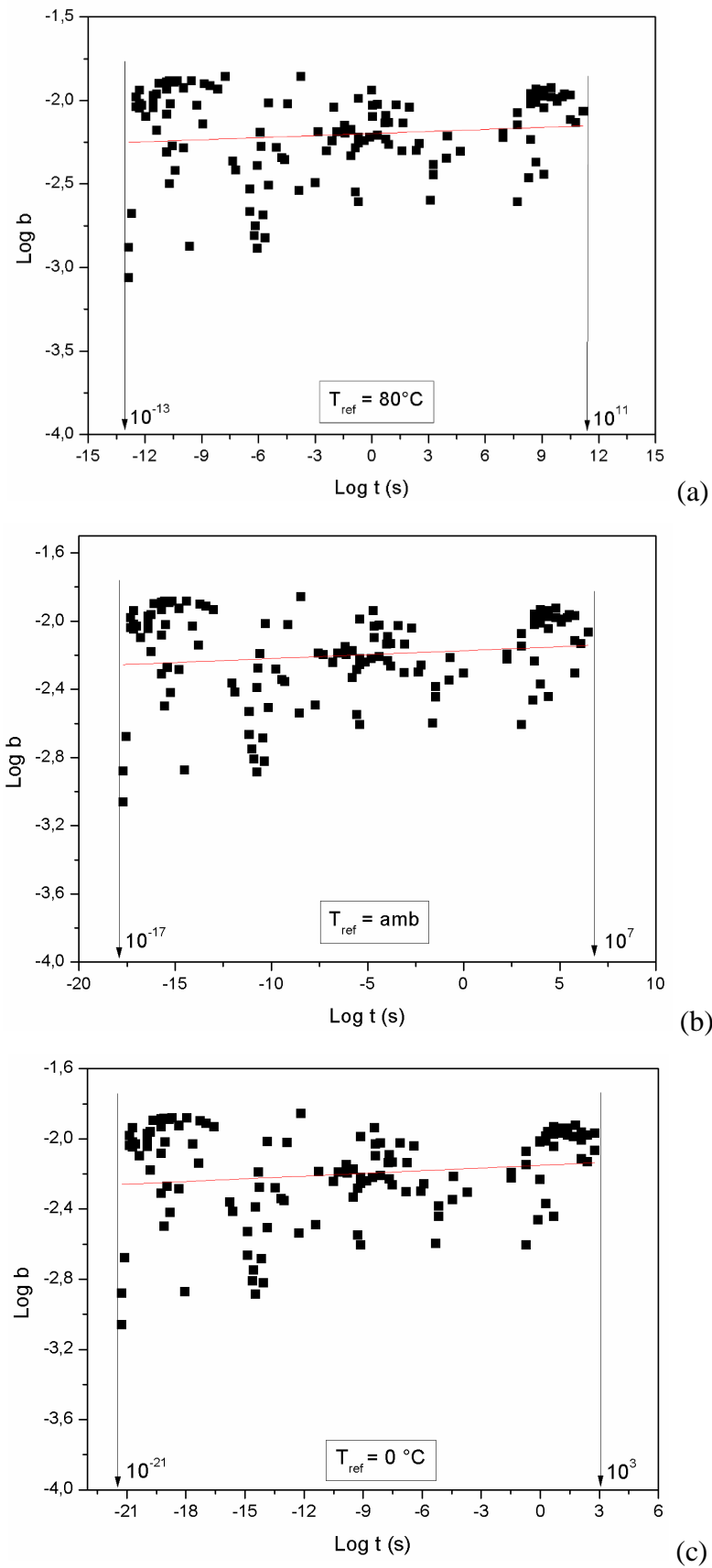
6.4 FORÇA INTERFACIAL

Além de garantir a adequada transferência de carga entre matriz e reforço, as propriedades interfaciais são quem determinam o modo de falha do compósito. A correlação entre propriedade interfacial e propriedade da matriz define se a falha do material ocorrerá por descolamento interfacial ou falha coesiva da matriz (CHARALAMBOUS; ALLEGRI, HELLETT, 2015).

Nos casos em que a força interfacial é maior que a força coesiva da matriz o compósito falha pelo rompimento da matriz, em caso contrário, a falha é creditada ao processo de *pull-out*. Modificações na matriz, como adição de agentes tenacificantes, influenciam o mecanismo de falha através alteração do modo como a tensão é redistribuída e dissipada através da matriz e interface (KIM, J.-K e MAI, Y.-W., 1998).

Os dados levantados para estudo da variação da força de adesão interfacial em função do tempo são mostrados na Fig. 6.12 para cada temperatura de referência.

Figura 6.12 – Curva de resistência interfacial “b” do compósito em função do tempo para (a) $T_{ref} = 80^{\circ}\text{C}$ e (b) $T_{ref} = \text{amb}$ e (c) $T_{ref} = 0^{\circ}\text{C}$.



Fonte: (autor)

É evidente a semelhança entre as curvas bem como da linha de tendência vermelha adicionada, estabelecida com auxílio do *software* Origin 8.0. Não existe diferença entre o valor médio inicial e final de “Log b”, como mostrado na Tabela 6.3. O efeito da temperatura está no tempo necessário para que ocorra uma mudança na efetividade da força interfacial.

As setas indicam o intervalo de tempo necessário para que “b” tenha seus valores de máximo e mínimo (para um mesmo instante de tempo) reduzidos e seu valor médio aumentado.

O fato do valor médio de b aumentar com a temperatura pode ser explicado em função da vibração das moléculas do polímero. Inicialmente a ligação molecular matriz-matriz e fibra-matriz possuem a mesma intensidade de força. Com o decorrer do tempo a vibração das moléculas e o volume livre aumentam, a ligação matriz-matriz se torna menos efetiva enquanto a ligação fibra-matriz tem sua efetividade aumentada pois, parte da energia que antes era transferida para a fibra agora é dissipada em forma de calor.

Tabela 6.3 – Dados de força interfacial para os compósitos em função do tempo.

Temperatura	“Log b” Inicial (da reta de tendência)	“Log b” Final (da reta de tendência)	“Log b” máx-min (no início do intervalo de tempo)	“Log b” máx-min (no fim do intervalo de tempo)	Tempo máx para atingir ultimo valor de “b”
80 °C	-2,26 (b = 0,005)	-2,14 (b = 0,007)	-3,1 a -1,9	-2,5 a -1,9	16 minutos
25 °C					116 dias
0 °C					3170 anos

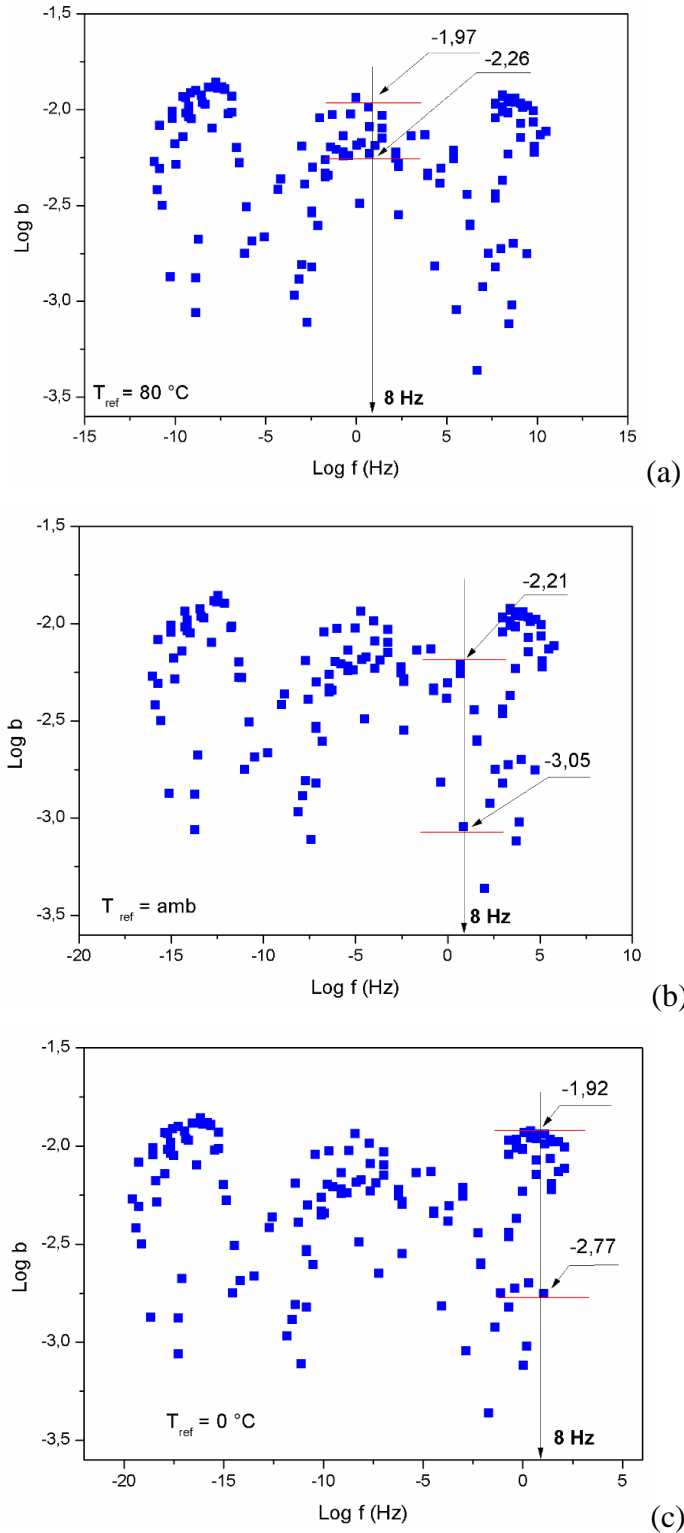
Segundo Burks et.al (2012), no carregamento cíclico sob frequências mais baixas não há geração de calor interno no material. Com o aumento da frequência de carregamento cíclico há um incremento na temperatura do material que permite a relaxação da matriz e um aumento da vida em fadiga do mesmo. No entanto, a altas frequências, o calor gerado ocorre em uma taxa muito maior do que a taxa de dissipação de calor do material, tornando-o instável e reduzindo a vida em fadiga do mesmo (BURKS; MIDDLETON, KUMOSA, 2012). A determinação do que seria uma alta frequência depende de cada material, sua estrutura química e consequente capacidade de dissipação de calor.

Neste estudo o teste de fadiga foi conduzido à 8 Hz, valor este que rendeu o melhor ajuste considerando os parâmetros de teste. Com base nisso, as curvas de Log b em função da frequência (Fig. 6.13) foram plotadas. A intenção foi verificar se o valor médio de força interfacial à 8 Hz pode ser relacionado com a resistência à fadiga do compósito.

A Tabela 6.4 mostra os valores de limite superior e inferior (indicados pelas setas na

Fig. 6.13), a média do intervalo (valores compreendidos entre as linhas vermelhas na Fig. 6.13) e o desvio padrão dos valores de Log b para cada T_{ref} .

Figura 6.13 - Curva de resistência interfacial “b” do composto em função da frequência para (a) $T_{ref} = 80^{\circ}\text{C}$ e (b) $T_{ref} = \text{amb}$ e (c) $T_{ref} = 0^{\circ}\text{C}$.



Fonte: (autor)

Tabela 6.4 – Log b para frequência de 8 Hz.

Temperatura	Limites do valor de Log b		Média (Log b)	Média (b)
	Superior	Inferior		
0 °C	-1,92	-2,77	-2,35 ± 0,60	0,0045
25 °C	-2,21	-3,05	-2,63 ± 0,59	0,0023
80 °C	-1,97	-2,26	-2,12 ± 0,21	0,0076

Considerando o desvio padrão, não existe diferença significativa entre os valores encontrados para $T = 0\text{ °C}$ e $T = 25\text{ °C}$ justificável pela proximidade entre estas temperaturas. Já para a temperatura de 80 °C os valores de b são maiores e menos dispersos, indicando que a força interfacial é mais efetiva nesta temperatura para uma mesma frequência de solitação. É possível que a temperatura de 80 °C tenha facilitado a dissipação do calor gerado internamente na amostra devido à maior relaxação das cadeias poliméricas promovidas pelo aumento de temperatura.

Estes resultados permitem concluir que, dada uma frequência de solitação, a temperatura afeta a efetividade da força interfacial. Para o compósito em estudo, a ductilidade imposta à matriz pelo aumento de temperatura, promove um aumento da força interfacial fibra/matriz sugerindo uma maior durabilidade da interface para temperaturas mais altas, o que corrobora com os dados apresentados na Fig.6.12.

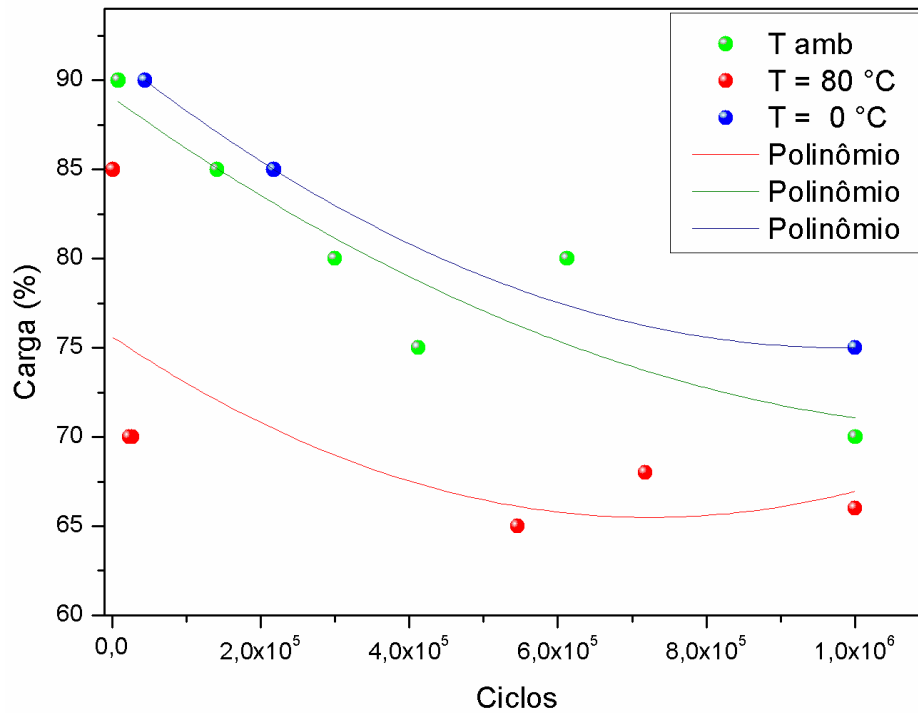
6.5 RESISTÊNCIA À FADIGA

A Fig. 6.14 mostra a curva S-N sobreposta para as três temperaturas de teste. Linhas de tendência polinomiais de 2ª ordem foram adicionadas para facilitar a visualização dos dados.

Observa-se que o aumento da temperatura reduz a resistência à fadiga do compósito, sendo este comportamento atribuído ao aumento da ductilidade da matriz, possibilitando deformações plásticas de maiores magnitudes.

Apesar de temperaturas mais altas aumentarem a tenacidade à fratura interlaminar, promovem um efeito adverso na resistência à delaminação devido à facilitação de deformações plásticas a cada ciclo de carregamento, elevando a probabilidade de formação de trincas, a coalescência destas e consequente delaminação (CHARALAMBOUS; ALLEGRI; HALLETT, 2015).

Figura 6.14 – Curva S-N sobreposta para as três temperaturas de teste.



Fonte: (autor)

Temperaturas mais baixas reduzem a tenacidade à fratura de matrizes poliméricas pelo aumento de rigidez e reduzem a tolerância ao dano. No entanto a propagação de trincas e delaminações ocorrem muito mais lentamente devido à diferença do coeficiente de expansão térmica entre fibra e matriz. Enquanto a fibra de carbono se expande minimamente à temperaturas criogênicas, a matriz se contrai. A combinação destes fenômenos aumenta a fricção interna e o ancoramento mecânico entre fibra e matriz, retardando a delaminação apesar da alta rigidez da matriz devido à melhora na transferência de carga pela interface (CHARALAMBOUS; ALLEGRI; HALLETT, 2015).

A Fig. 6.15 apresenta a curva de %E versus N durante o ensaio de fadiga para cada temperatura e níveis de carga utilizados nos testes, mostrando como o valor de E decresce em função do carregamento cíclico e da temperatura.

Em todos os casos em que o compósito falhou, segundo critério definido em função do incremento de deslocamento durante o carregamento, o módulo E sofreu uma redução maior que 50% devido às delaminações sofridas. Em apenas duas condições de teste o módulo foi reduzido a 92% de seu valor inicial, sendo que nestes casos não houve delaminação aparente no compósito. Conhecer como o valor do módulo de Young E decresce com o tempo de solitação para determinada carga e temperatura permite que componentes aplicados em

aeronaves possam ser avaliados em campo com técnicas de análise não destrutivas, como o ultrassom por exemplo, aumentando a confiabilidade de inspeções preventivas.

Segundo Charalambous et. al (2015), a taxa de delaminação é maior no início do teste devido à maior severidade e momento fletor impostos pelo carregamento. Com a propagação da delaminação, efeitos como *fiber-bridging* e o surgimento de zonas plasticamente deformadas na ponta das trincas suprimem a sua propagação rápida e instável, aumentando a resistência interlaminar (SHIINO, 2014). A delaminação avança quando a energia necessária para a abertura da ponta da trinca é superada (KIM, J.-K. e MAI, Y.-W., 1998).

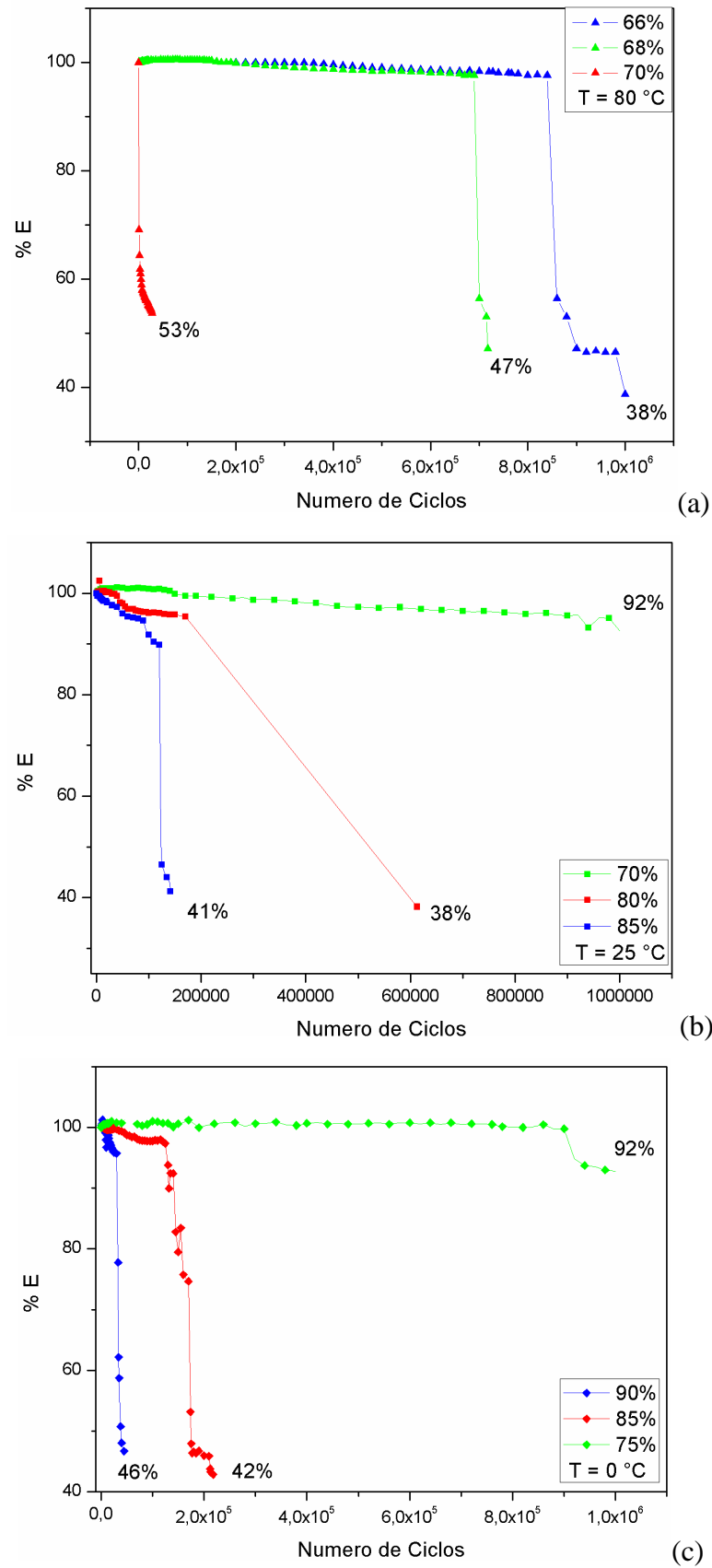
Ainda na Fig. 6.15 (a) à 80 °C a delaminação ocorre quase que em uma única etapa. O módulo E não se mantém estável por qualquer número de ciclos, como ocorre nos testes à 0 °C e 25 °C. Isso se deve à menor energia necessária para propagação da trinca à 80 °C devido à maior ductilidade da matriz nesta temperatura. Sabendo que a energia necessária para a abertura e avanço da trinca pode ser diretamente relacionada à força coesiva da matriz, pode-se concluir que quanto maior a temperatura menor a força coesiva da matriz e sua resistência à delaminação.

A Fig. 6.16 mostra os gráficos do decaimento de E, durante o teste de fadiga, em função do tempo. A Tabela 6.5 resume os dados.

Comparando-se porcentagens de tensão semelhantes para as diferentes temperaturas de teste, uma vez que a condição de carregamento tem influência no início da delaminação (CHARALAMBOUS; ALLEGRI; HALLETT, 2015), pode-se afirmar que existe uma tendência na resistência à delaminação em função do tempo. Para maiores patamares de E' observa-se maiores tempos de resistência à delaminação, ou seja, maiores patamares de estabilidade de E. Este comportamento pode ser atribuído ao tempo em que o polímero é capaz de armazenar carga em cada temperatura (medido por E') e ao limite de deformação da matriz que, quando atingidos iniciam o processo de relaxação das cadeias e surgimento de microtrincas levando à delaminação.

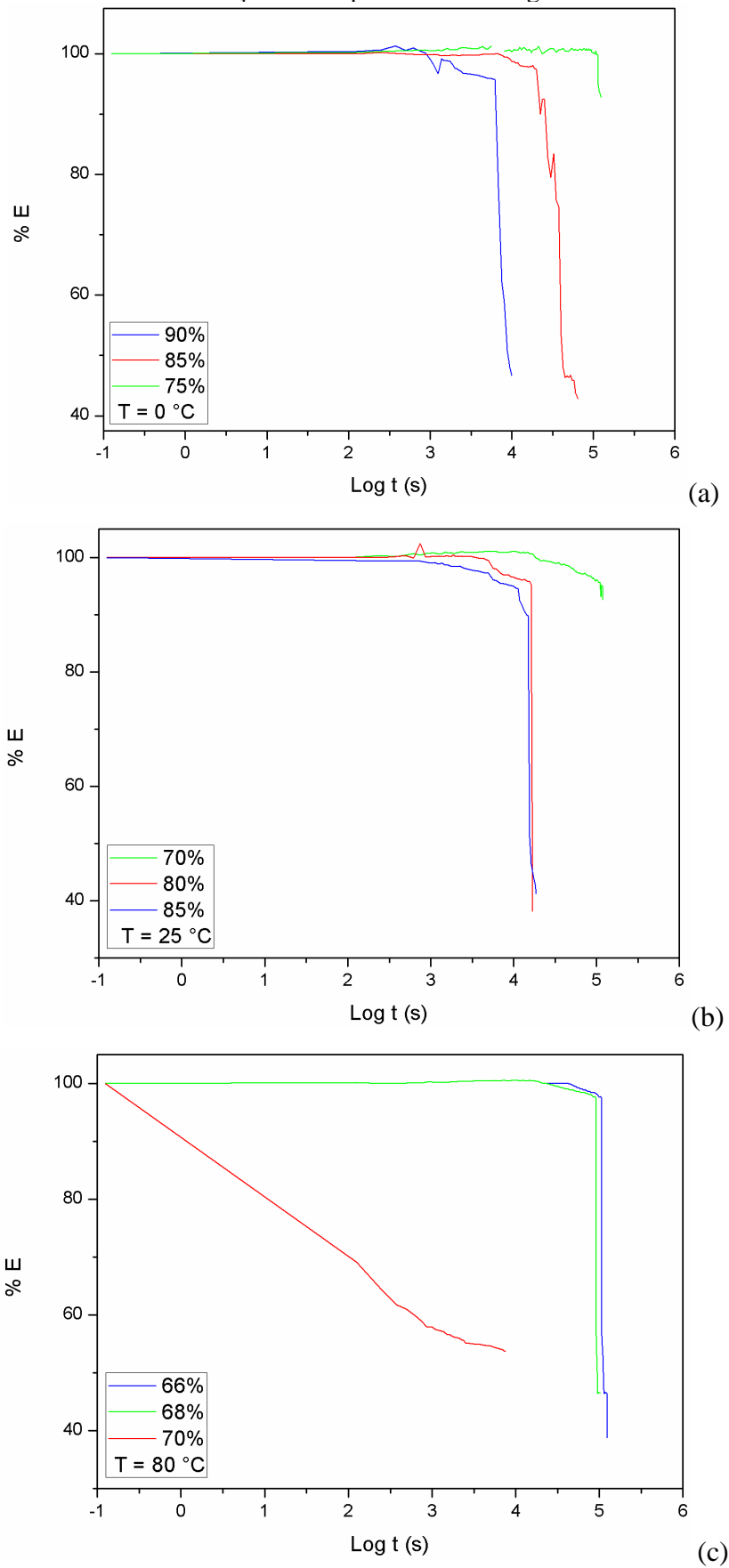
Outro dado que corrobora com a afirmação de que o aumento da temperatura induz maior intensidade de delaminação é o valor da força e/ou tensão residual do compósito pós-fadiga. A Fig. 6.17 mostra o efeito da delaminação sobre a rigidez do compósito. Para uma mesma % de $F_{máx}$ em fadiga, a força residual é menor para temperaturas mais altas e a diferença entre os valores aumenta para maiores % $F_{máx}$. Segundo Vieille et al. (2015), o aumento da ductilidade causa maior degradação das propriedades residuais dos laminado e a deterioração das propriedades mecânicas, justificando os resultados encontrados.

Figura 6.15 – Decaimento de E durante carregamento cíclico para testes a (a) $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ e (c) $T = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Fonte: (autor)

Figura 6.16 – Decaimento de E em função do tempo durante a fadiga.



Fonte: (autor)

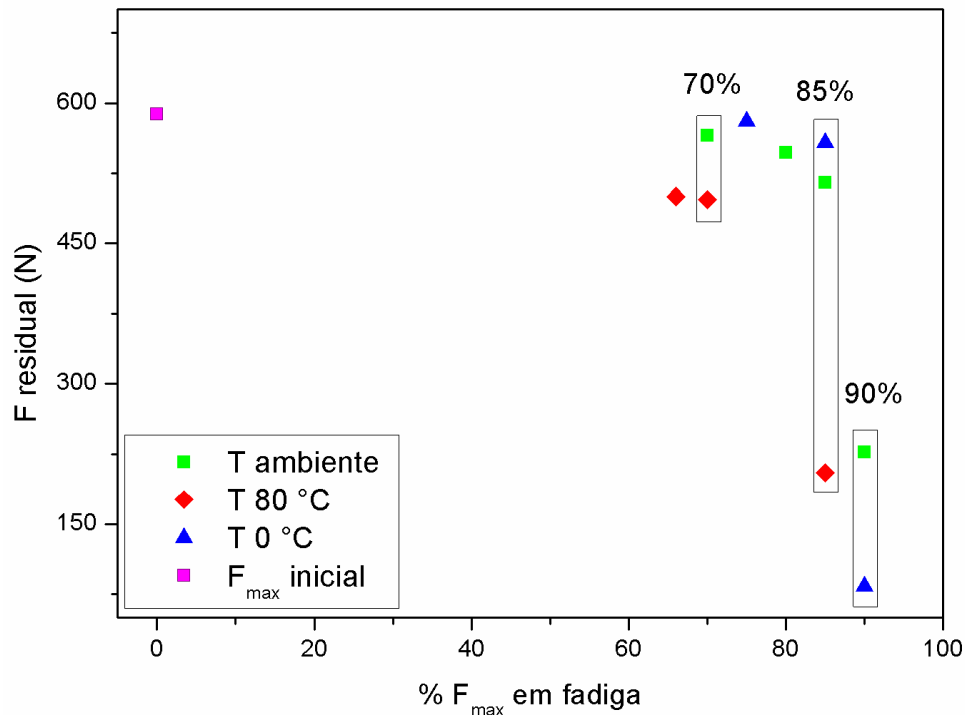
Tabela 6.5 – Limite de estabilidade de E durante a fadiga em função de Log t.

Temperatura de teste	% de $\sigma_{ruptura}$ (na fadiga)	Limite de estabilidade de E (Log t)	Limite de estabilidade de E' (Log t)
0 °C	90	2,4	9,2
	85	3,9	
	75	4,9	
25 °C	85	2,9	7,2
	80	3,7	
	70	4,2	
80 °C	70	Queda instantânea	1,5
	68	4,2	
	66	4,6	

Comparando-se a distância entre os pontos verde e vermelho de 70% e 85% (retângulo preto), bem como a distância entre os pontos azul e verde de 85% e 90% (Fig. 6.17), fica evidente que não apenas a temperatura, mas a intensidade de carga tem influência na delaminação que incide sobre o material, uma vez que a distância entre os pontos aumenta em função de ambos.

Com carregamento de 90% da força máxima em flexão houve uma inversão no resultado de força residual. Esperava-se que a amostra testada à 0 °C tivesse maior resistência residual, como observado para os níveis de carga inferiores, no entanto, a resistência residual foi menor que aquela observada para a amostra testada a 25 °C. Esse efeito provavelmente foi causado pela combinação temperatura-carregamento. A temperatura mais baixa causa maior fragilização da matriz e o nível de carregamento mais alto permite uma redistribuição de carga efetiva nesta temperatura, levando a um maior nível de delaminação e consequente menor resistência residual.

Figura 6.17 – Tensão residual pós-fadiga para os compósitos testados.



Fonte: (autor)

6.6 ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS FRATURAS POR FADIGA

Testes de flexão causam fratura interlaminar de modo II devido à tensão de cisalhamento atuante durante o carregamento. A falha é causada pela deformação da matriz e, como característica de falha de modo II, há o surgimento de *hackles* ou *cusps*. Maiores *hackles* são um indicativo de maior ductilidade da matriz (KIM, J.-K., MAI, Y.-W, 1998).

A Fig 6.18 mostra o aspecto geral da falha do compósito carregado ciclicamente sob a temperatura de 0°C para as tensões de 90%, 85% e 75% da tensão máxima em flexão ($\sigma_{máxf}$) (Fig. 6.18(a), (b) e (c) respectivamente). O aspecto dúctil da matriz aumenta com a diminuição da tensão aplicada e a presença de *cusps* torna-se mais evidente, sugerindo que menores tensões de solitação favorecem a deformação dúctil da matriz.

Para todas as tensões observa-se a presença de trincas na matriz, atribuídas à sua falha coesiva. Estas ocorrem na direção perpendicular à direção de propagação global da trinca, observado com o aumento da imagem e visualização da direção de propagação da trinca indicada por *cusps*.

Para todas as amostras observa-se que as fibras recobertas.

A Fig. 6.19 mostra a ampliação das fraturas para cada nível de carregamento. Na Fig.

6.19a, para o carregamento à 90% da $\sigma_{máxf}$, observa-se a presença de *debris* (seta amarela), boa adesão interfacial (seta azul) e formação de *cusps* que não indicam claramente a direção de propagação da trinca. *Debris* estão relacionados à diminuição da taxa de crescimento da trinca na região, enquanto os *cusps* são formados pela deformação e falha coesiva da matriz no modo II de cisalhamento.

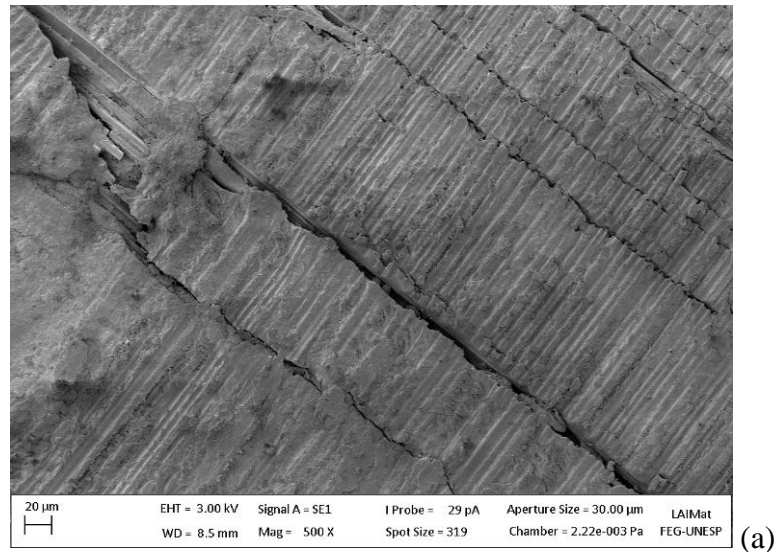
A Fig. 6.19b permanece a presença de *debris* e, no detalhe da figura, pode-se observar que houve a formação mais expressiva de *cusps* (seta verde) e *river markings* (seta azul). As setas alaranjadas mostram a direção de microtrincas propagadas localmente, cuja coalescência leva à delaminação. Os *river markings*, por sua vez, se formam para menores níveis de deformação e sua coalescência formam os *cusps*.

Na Fig. 6.19 observa-se a redução da presença de *debris* e aumento de *cusps* (seta verde) com pontas mais curvadas que os das amostras anteriores. *Cusps* com pontas curvadas se formam em fraturas por cisalhamento de Modo II devido à fricção, causada pelo carregamento cíclico, entre as partes delaminadas. Setas alaranjadas mostram propagação local em várias direções, enquanto a seta vermelha mostra a direção de propagação de trinca global. As setas azuis localizam *river markings* (GREENHALGH, 2009; SHIINO ET AL, 2015).

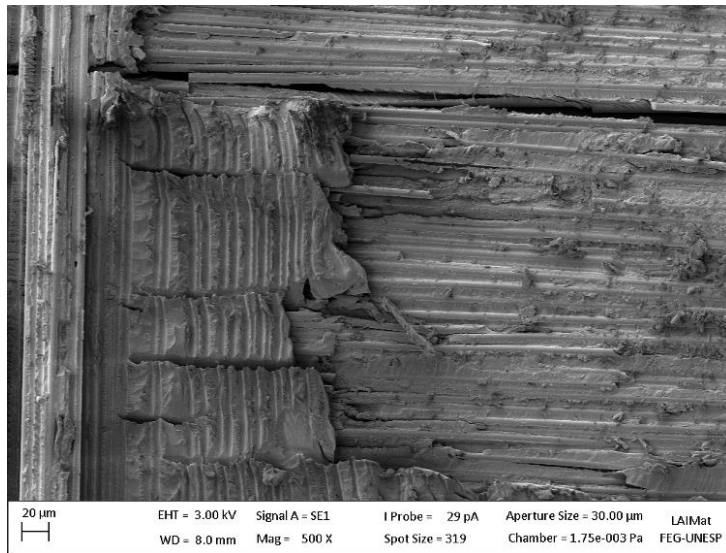
Considerando as imagens apresentadas, pode-se afirmar que o nível de tensão aplicado afeta a taxa de propagação da trinca e o caráter dúctil/frágil da fratura, confirmando que menores níveis de carregamento permitem maior deformação da matriz e conseqüente maior resistência à fadiga, conforme observado por Brunbauer et al. (2015) e confirmado tanto pelas imagens apresentadas nesta análise microscópica da fratura quanto pelos resultados apresentados nos gráficos da Fig. 6.15 e/ou Fig. 6.16.

A Fig 6.20 mostra as características da falha do compósito carregado ciclicamente sob a temperatura ambiente. A Fig. 6.20(a), (b) e (c) mostram o compósito solicitado com 90%, 80% e 70% da tensão máxima em flexão ($\sigma_{máxf}$), respectivamente. A quantidade de trincas na matriz é menor que a observada para os testes a $T = 0$ °C devido ao aumento da ductilidade desta. Não se observam fibras expostas.

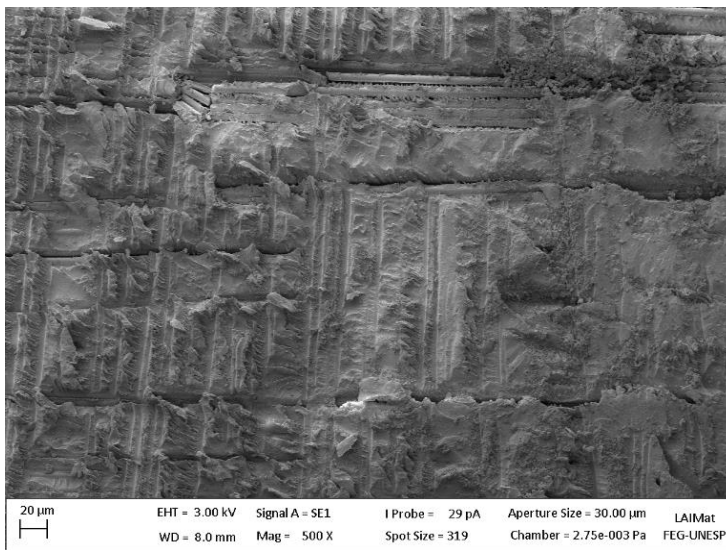
Figura 6.18 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a 0°C e solicitado sob (a) 90%, (b) 85% e (c) 75% da $\sigma_{\text{máx}}$.



(a)



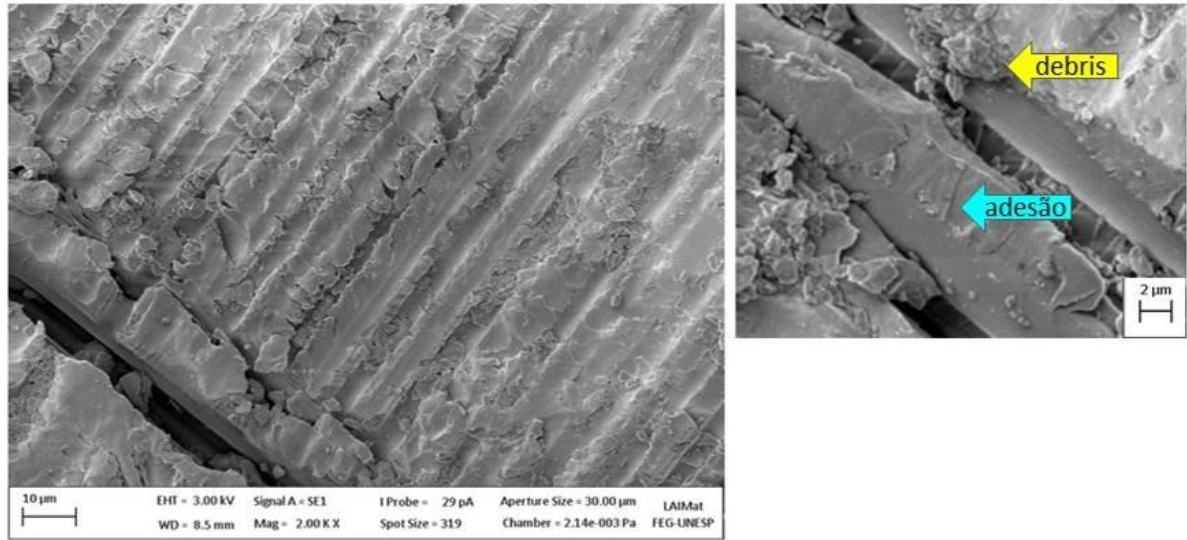
(b)



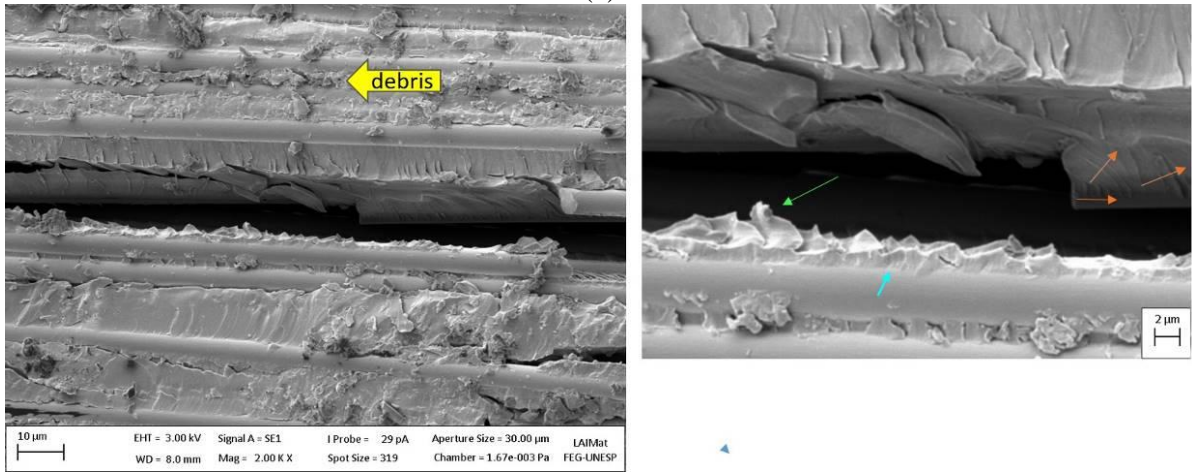
(c)

Fonte: (autor)

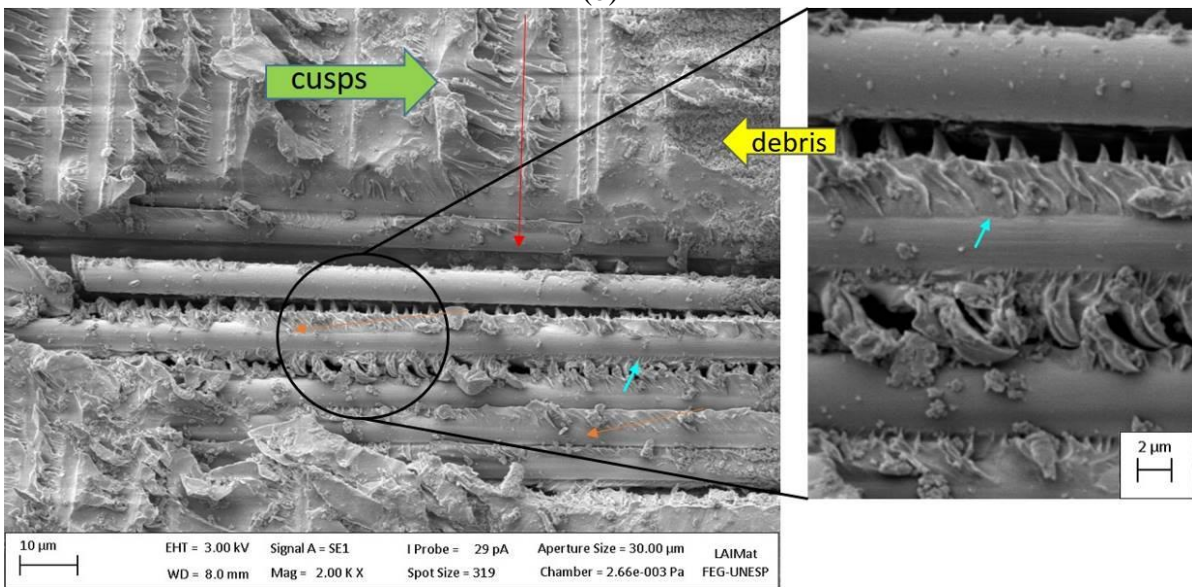
Figura 6.19 – Detalhes da fratura do compósito testado à 0 °C e solicitado sob (a) 90%, (b) 85% e (c) 75% da $\sigma_{\text{máx}}$.



(a)



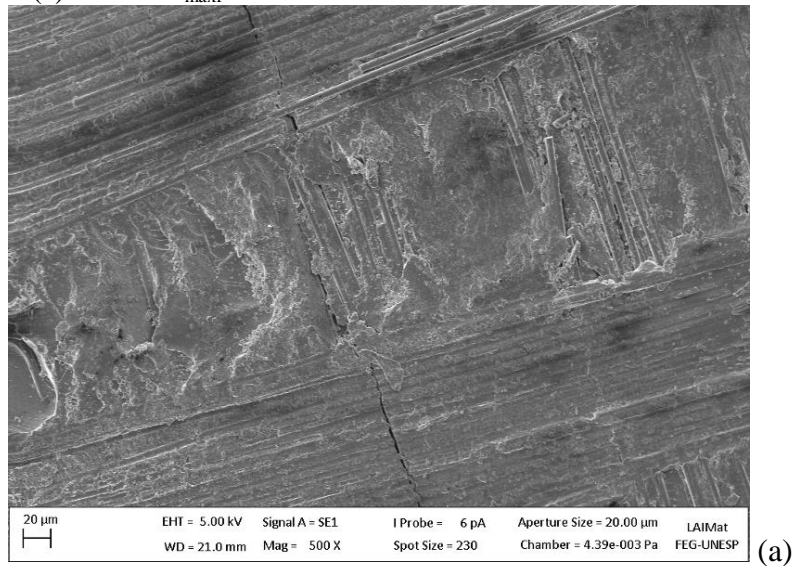
(b)



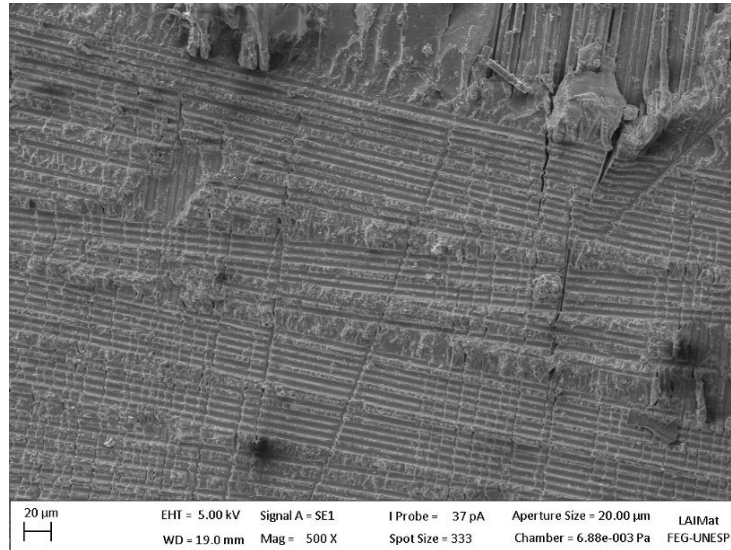
(c)

Fonte: (autor)

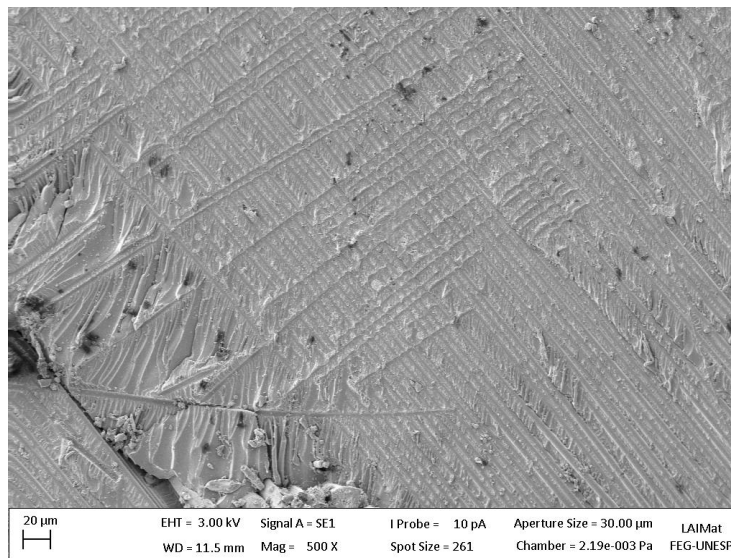
Figura 6.20 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a temperatura ambiente e solicitado sob (a) 90%, (b) 80% e (c) 70% da $\sigma_{m\acute{a}x}$.



(a)



(b)



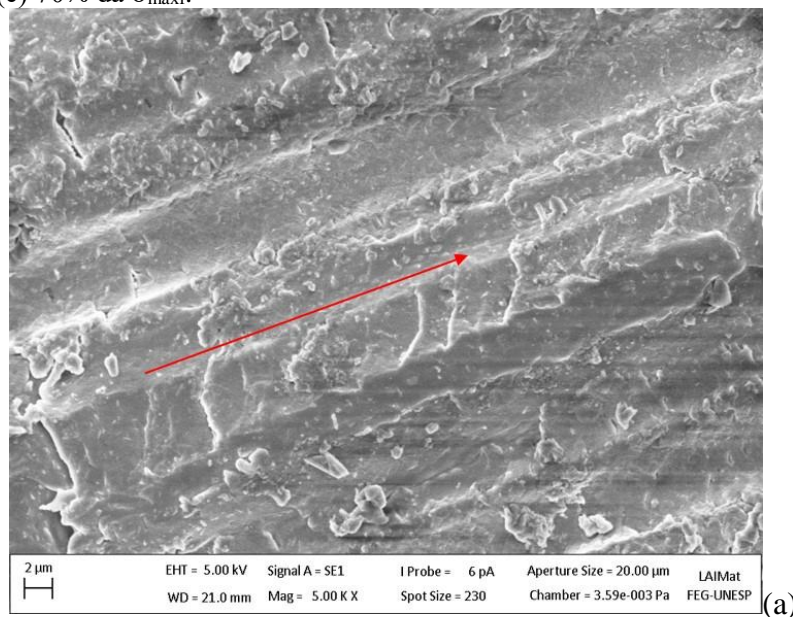
(c)

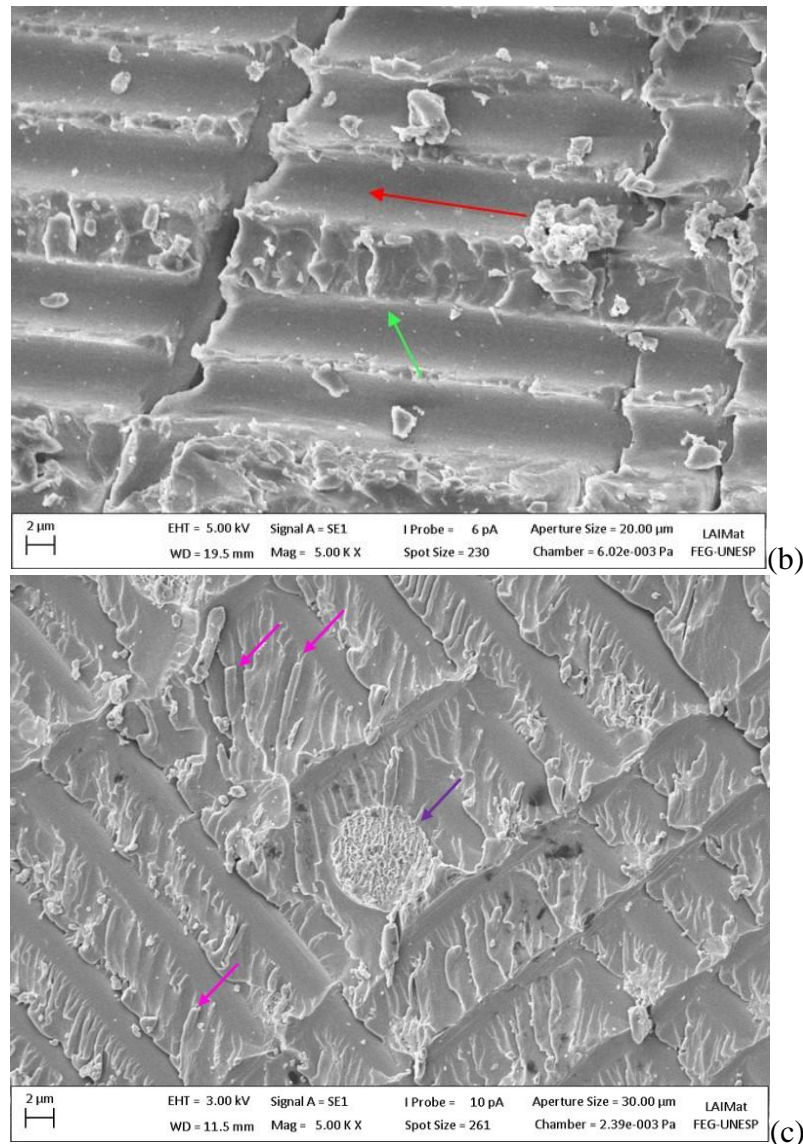
Fonte: (autor)

A Fig 6.21 mostra a ampliação das imagens da Fig. 6.20, com destaque para a deformação da matriz favorecida pelo aumento da temperatura de teste. *Cusps* (seta verde) podem ser observados para todos os níveis de carregamento, com evidente aumento da concentração destes com a redução da tensão se sollicitação. Na Fig. 6.21c surge uma nova estrutura, chamada *roller* (setas rosa), estes são formado pela fricção entre as partes delaminadas que removem as pontas dos *cusps* curvadas a cada ciclo de carregamento. A presença de *rollers* é outro indicio de cisalhamento de Modo II (SHIINO ET AL, 2015). Ainda na Fig. 6.21c, a seta roxa, indica uma estrutura circular com superfície mais rugosa que àquela ao seu entorno. Provavelmente trata-se do aditivo tenacificador da resina, como observado por Brocks et al. (2015) em seu trabalho sobre tenacificação de resinas epóxi.

Em todas as imagens da Fig. 6.21 a seta vermelha indica a direção de propagação da trinca.

Figura 6.21 – Deformação na matriz do compósito testado a temperatura ambiente e sollicitado sob (a) 90%, (b) 80% e (c) 70% da $\sigma_{\text{máxf}}$.

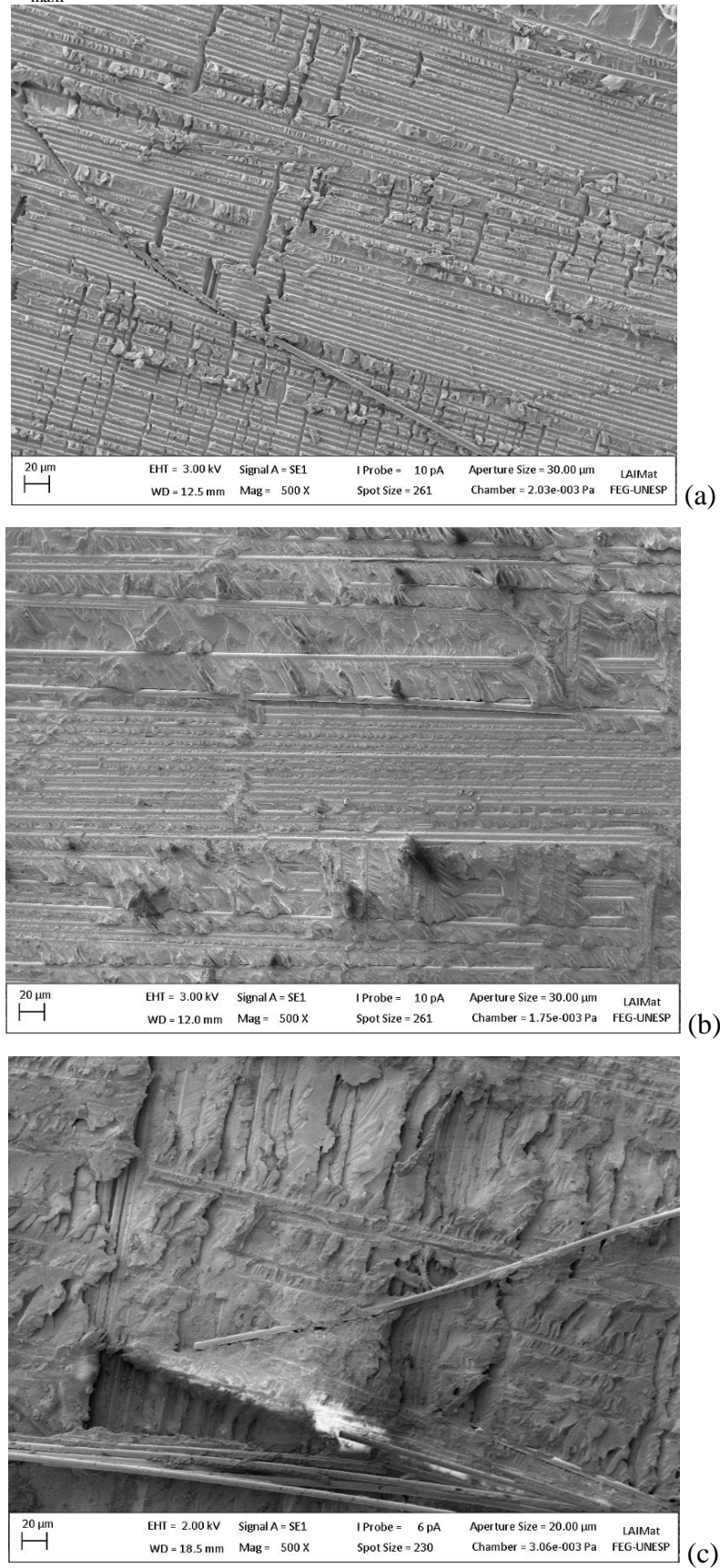




Fonte: (autor)

A Fig 6.22 mostra as características da falha do compósito carregado ciclicamente sob a temperatura de 80 °C. A Fig. 6.24(a), (b) e (c) mostram o compósito solicitado com 85%, 68% e 66% da tensão máxima em flexão ($\sigma_{\text{máxf}}$), respectivamente. As trincas na matriz estão presentes na amostra testada com maior nível de carregamento (Fig. 6.24a) e a deformação da matriz aumenta com a redução da carga de solicitação, efeito observado para todas as temperaturas de teste.

Figura 6.22 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a 80 °C e solicitado sob (a) 85%, (b) 68% e (c) 66% da $\sigma_{máx}$.



Fonte: (autor)

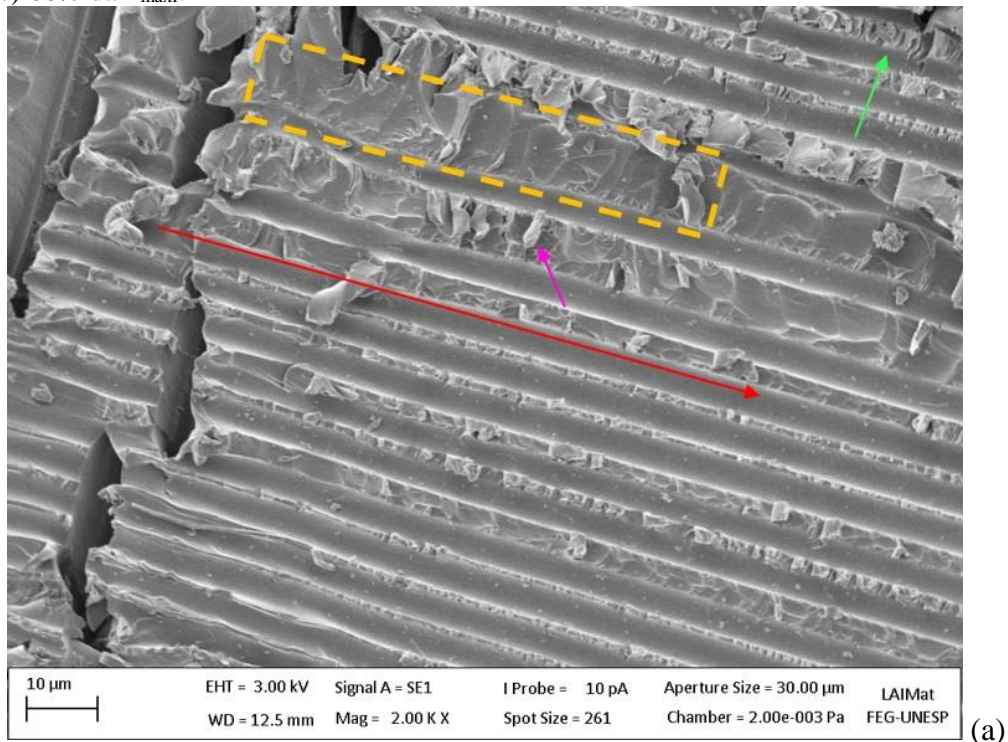
A Fig 6.23 mostra a ampliação das imagens da Fig. 6.22. A diferença na deformação da matriz não é tão evidente como nos casos anteriores, provavelmente devido ao aumento de sua ductilidade promovido pela elevação da temperatura. Regiões com excesso de resina são observadas em todas as imagens.

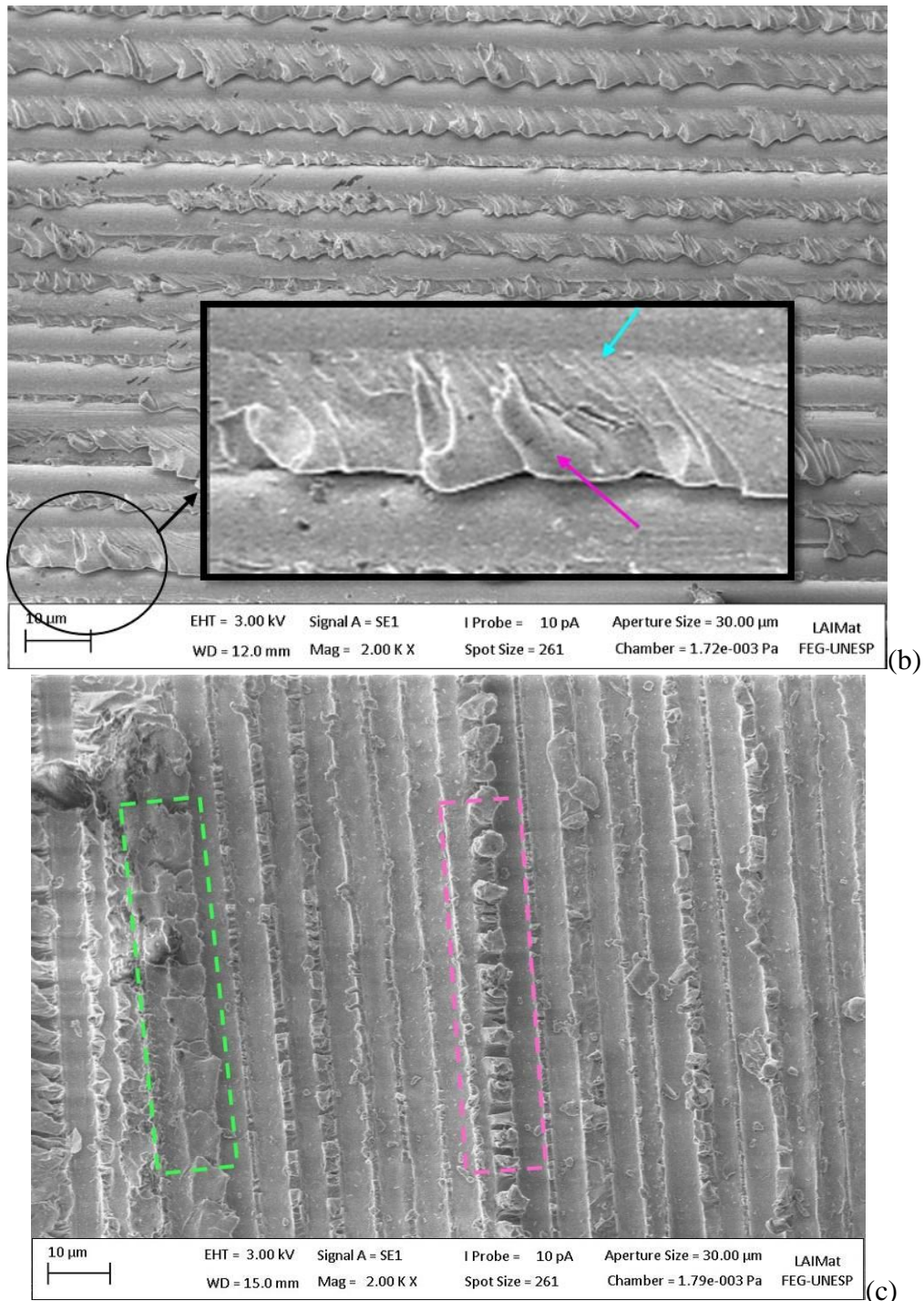
Na Fig. 6.23a a seta vermelha indica a direção de propagação global da trinca, mostrando novamente que as fissuras causadas por falha coesiva da matriz são perpendiculares à esta. Os *rollers* estão formados desde as tensões mais elevadas, mostrando que a formação destes pode estar relacionada também ao aumento de ductilidade da matriz. *Cusps* (seta verde) são observados em toda a amostra. O retângulo amarelo destaca um bolsão de resina onde comumente ocorrem múltiplos pontos de propagação de trincas locais.

Na Fig. 6.23b observa-se *cusps* por toda a área da amostra. A ampliação de uma região da a imagem permite observar também a presença de *river marking* e *rollers*.

Na Fig. 6.23c o retângulo verde destaca uma área com excesso de resina, na qual há menor quantidade de *cusps* se comparado com a área destacada pelo retângulo rosa, mostrando que em regiões com excesso de resina a taxa de propagação da trinca é maior (SHIINO ET AL, 2015).

Figura 6.23 – Deformação na matriz do compósito testado a $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ e solicitado sob (a) 85%, (b) 68% e (c) 66% da $\sigma_{\text{máxf}}$.





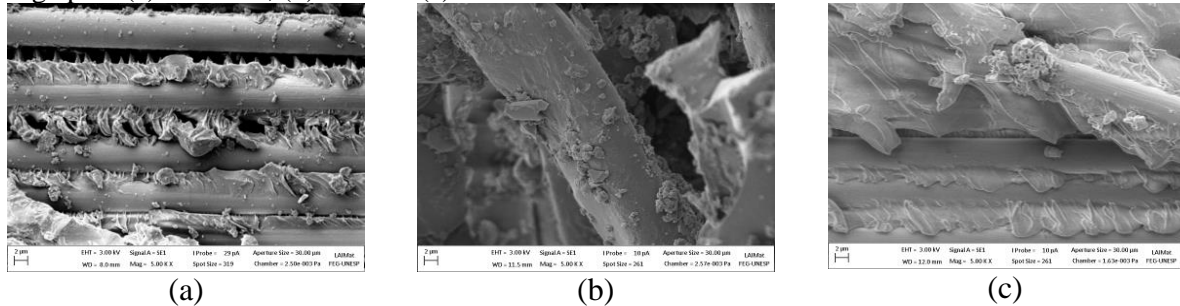
Fonte: (autor)

A análise das imagens permite concluir que o domínio da falha é da matriz e não da interface ou do reforço. Não foram observadas ruptura significativa de fibras, uma vez que na sollicitação em fadiga por flexão houve predominância da delaminação das amostras.

As imagens da Fig. 6.24 mostram fibras com matriz aderida à superfície, mostrando que apesar da temperatura influenciar a ductilidade da matriz, a falha ocorre sempre por falha coesiva da mesma, concordando com o observado por Burks et al. (2012) e outros autores no

que diz respeito ao início da trinca ocorrer sempre na matriz e caminhar para a interface.

Figura 6.24 – Superfície de fibras com matriz aderida para as amostras testadas com mesmo nível de carga para (a) $T = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) T_{amb} e (c) $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Fonte: (autor)

6.7 PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA

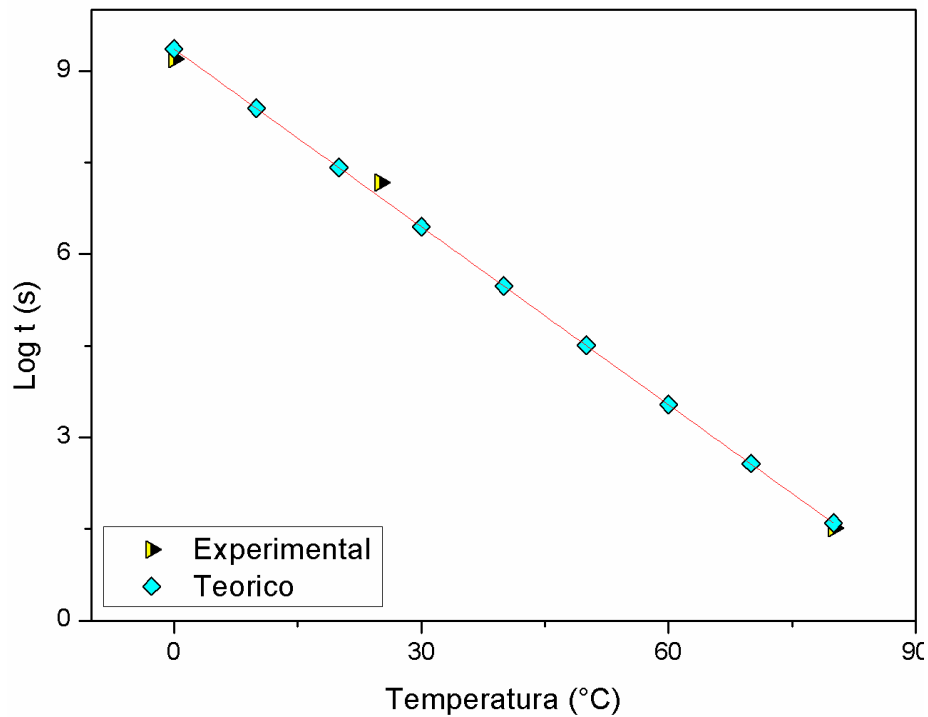
Considerando a análise de resultados apresentada e a conclusão de que E' é o parâmetro viscoelástico que melhor se relaciona com a resistência à fadiga, foi proposto um método de predição de vida em fadiga baseado no tamanho do patamar de E' em função do tempo e sua relação com os parâmetros da equação que define a curva SN para o material estudado.

O método constitui-se de três passos:

Passo 1: Determinação da relação entre o tempo de estabilidade do patamar de E' para cada temperatura de referência.

A curva da Fig. 6.25 determina a relação entre a temperatura e o tempo de estabilidade de E' . Deste gráfico podem ser determinados o tempo de estabilidade de E' para qualquer temperatura, dada a linearidade do gráfico. Esse dado é utilizado como dado de entrada no método proposto.

Figura 6.25 – Tempo de estabilidade de E' em função da temperatura.



Fonte: (autor)

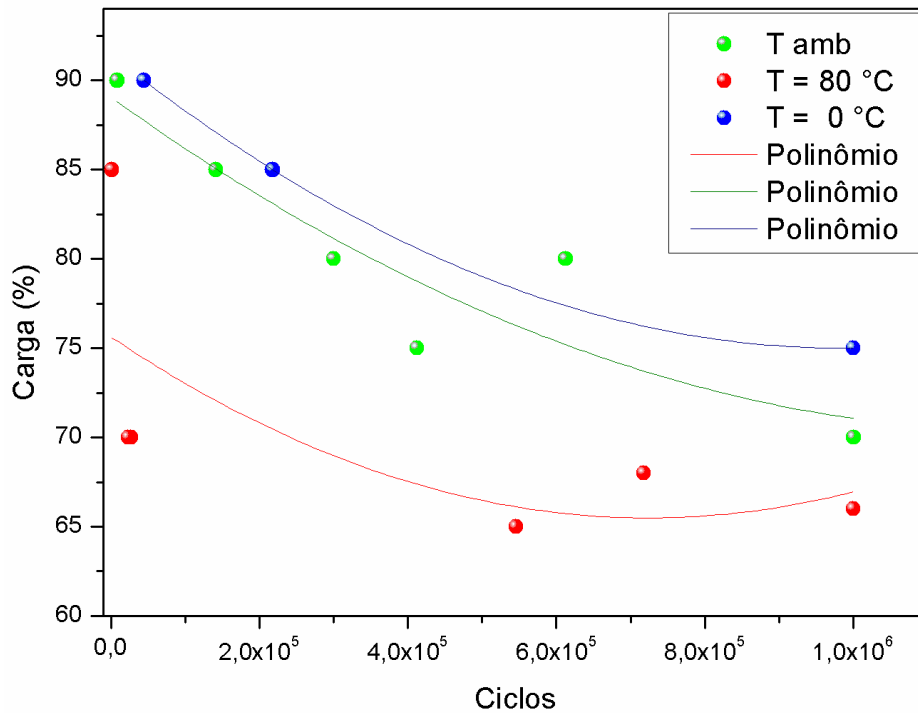
Apesar de terem sido determinados as coordenadas (x,y) apenas para as temperaturas 0 °C, 25 °C e 80 °C, o gráfico da Fig. 6.25, bem como os apresentados abaixo, foram plotados com um número maior de pontos dada a excelente correlação encontrada entre a temperatura e o Log t, com $R^2 = 0,9925$, para as temperaturas testadas. A utilização de um maior número de pontos aumenta a confiabilidade da linha de tendência definida para os gráficos das figuras apresentas no Passo 3.

Passo 2: Determinar a equação das curvas S-N levantadas para cada temperatura de referência.

O objetivo deste passo é encontrar a equação da curva e os valores das constantes de seus termos.

A Fig. 6.26 mostra as curvas de tendência, aproximadas pela função polinomial de 2º ordem, ajustadas para cada curva S-N e, a Tabela 6.6, os valores dos termos A, B e C da equação $Y = AX^2 - BX + C$ de cada curva.

Figura 6.26 – Curvas S-N com linha de tendência polinomial e suas equações.



Fonte: (autor)

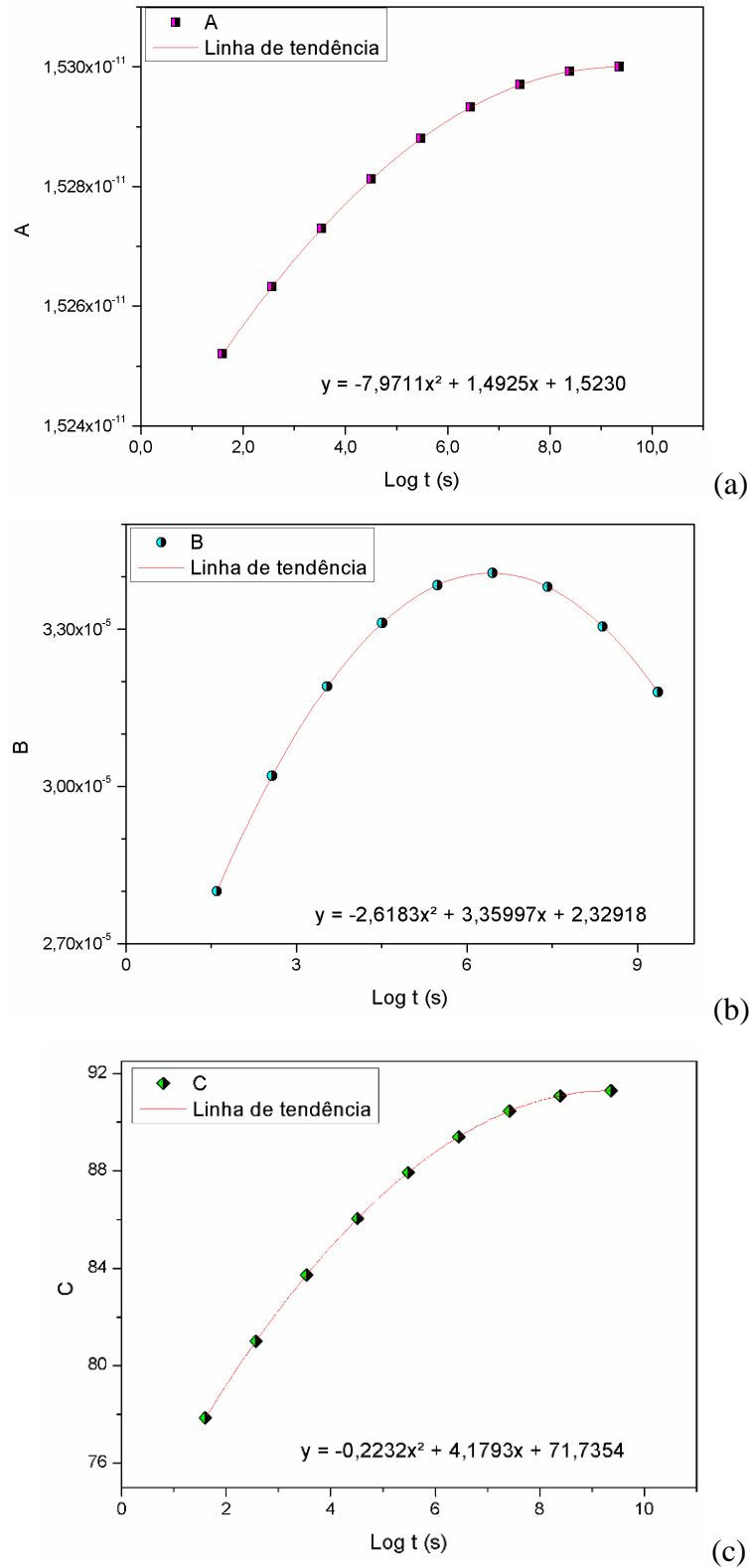
Tabela 6.6 – Equações das curvas S-N e valores dos termos A, B e C para cada temperatura.

Temperatura de referência	Equação	Termo A	Termo B	Termo C
0 °C	$y = Ax^2 - Bx + C$	1,5300E-11	-3,18E-5	91,3
25 °C		1,5295E-11	-3,40E-5	89,9
80 °C		1,5250E-11	-2,80E-5	77,9

Passo 3: Determinar a relação entre os termos A, B e C e o tempo de estabilidade de E'.

A relação entre o tempo de estabilidade de E' e cada termo da equação é mostrada na Fig 6.27. Este gráfico permite determinar os valores destes termos para qualquer valor de tempo de estabilidade de E' (retirado do gráfico plotado no Passo 1). Sendo esta uma função da temperatura, pode-se determinar os valores de A, B e C para qualquer temperatura compreendida entre as curvas S-N conhecidas.

Figura 6.27 – Relação entre tempo de estabilidade de E' e a constante (a) A, (b) B e (c) C da equação da curva S-N.



Fonte: (autor)

Trabalhar com temperaturas entre as determinadas anteriormente através de ensaios mecânicos garante a confiabilidade dos resultados. Nada impede que as curvas apresentadas

na Fig. 6.27 sejam extrapoladas para tempos maiores, no entanto, a confiabilidade do resultado é reduzida devido à não linearidade das curvas.

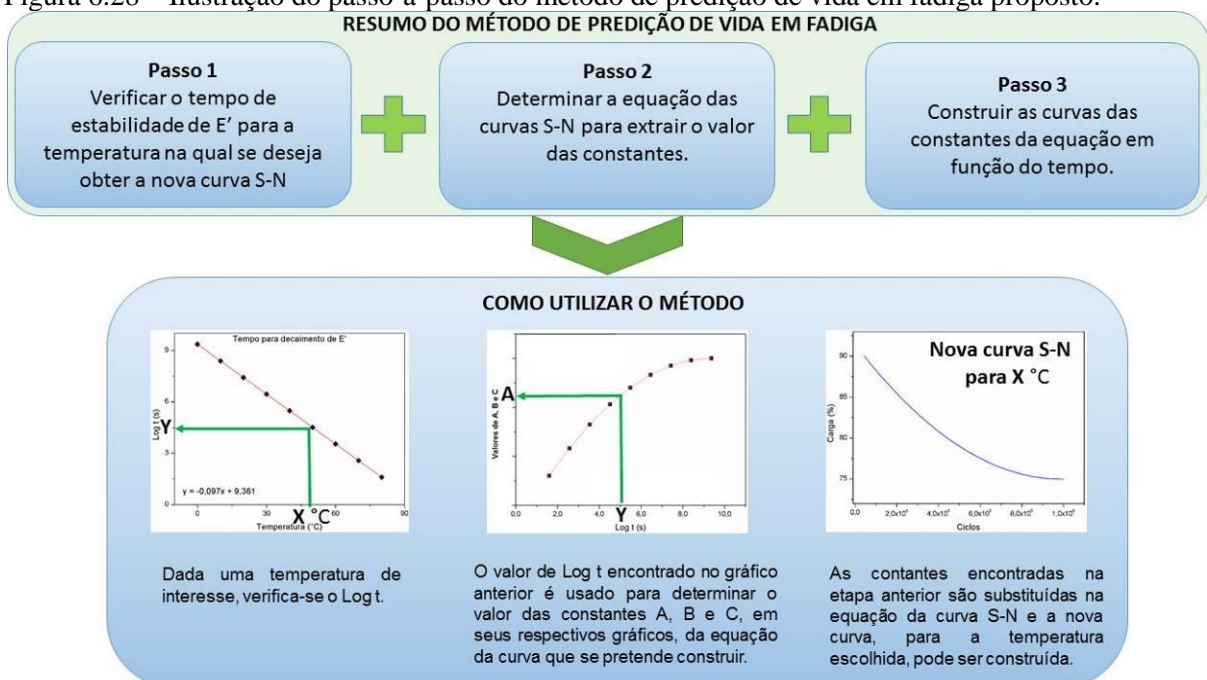
Os novos valores de A, B e C em função do Log t para a temperatura escolhida (determinado no Passo 1) permitem a construção de uma nova curva S-N para uma nova temperatura. Usando a equação da curva determinada no Passo 2 ($Y = AX^2 - BX + C$) o X representa o número de ciclos, portanto deve ser substituído por valores de 1 a 10^6 para formar a nova curva ou, caso haja uma tensão de interesse, esta deve substituir o Y para que o número de ciclos correspondente seja determinado.

A Fig.6.28 ilustra graficamente o método proposto.

O método proposto não foi testado para outros tipos de compósito, portanto, para compósitos confeccionados com um conjunto matriz/reforço diferente do estudado neste trabalho é necessário que sejam construídas as curvas STT para, ao menos, três temperaturas de referência.

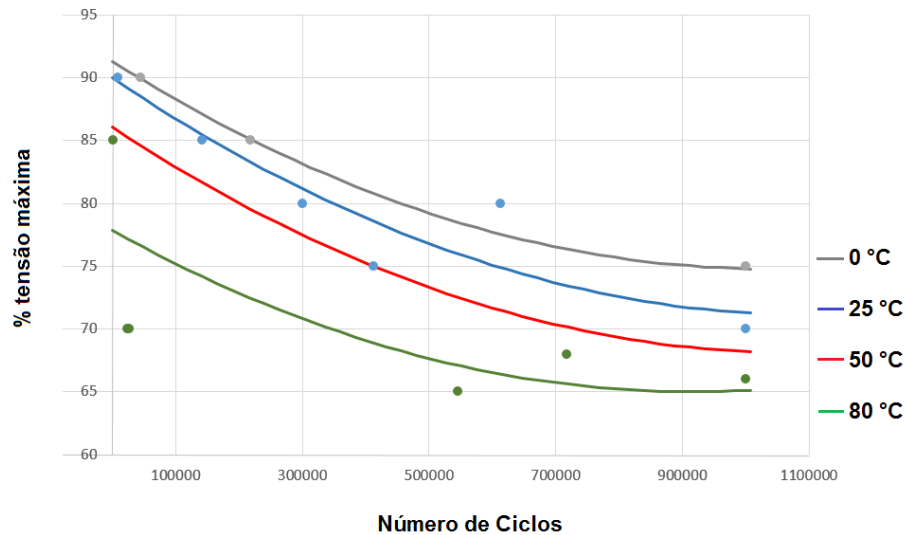
Testes de fadiga também precisam ser conduzidos uma vez que a validade da relação A, B e C em função de Log t para todo e qualquer material compósito ainda não foi comprovada. Se comprovada essa relação, será necessária a realização dos testes de fadiga em apenas uma temperatura, a fim de determinar-se a equação da curva. Então, a partir desta equação e dos testes com DMA será possível estabelecer a curva S-N para qualquer temperatura de interesse.

Figura 6.28 – Ilustração do passo-a-passo do método de predição de vida em fadiga proposto.



A Fig. 6.29 mostra a predição da provável curva S-N deste material para a temperatura de 50 °C.

Figura 6.29 – Predição da curva S-N a 50 °C para o material estudado.



Fonte: (autor)

É importante lembrar que os resultados de testes mecânicos estáticos realizados em materiais compósitos apresentam um espalhamento significativo. O mesmo ocorre nos testes de fadiga, portanto, considerando os valores de R^2 das curvas S-N construídas com pontos experimentais iguais à 1, 0,73 e 0,41 para as temperaturas de 0 °C, 25 °C e 80 °C, respectivamente, a curva de predição mostra o comportamento médio do compósito sendo necessário considerar certo espalhamento dos resultados.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando os resultados obtidos, conclui-se que:

- As curvas STT em função da frequência permitiram determinar C1, C2 e D, caracterizando o compósito quanto à sua sensibilidade a alteração de temperatura;

- As curvas STT em função do tempo mostraram que o aumento da temperatura diminui o tempo em que o módulo de armazenamento E' se mantém estável, considerando que o limite de escoamento diminui.

- Não houve diferença entre as curvas STT de E'' e $\tan\delta$, quanto à largura e altura do pico, em função do tempo para as temperaturas de referência. A única diferença está no tempo necessário para que o pico se formasse, sendo que menores temperaturas exigiram maiores tempos para atingir-se o pico de cada curva.

- As curvas STT para a força interfacial mostraram-se idênticas, com exceção do tempo necessário para que a redução da faixa de variação dos valores de b. Para maiores temperaturas a redução da faixa de valores de b ocorre mais lentamente, sugerindo uma melhor adesão interfacial.

- A resistência à fadiga do compósito aumentou com a redução da temperatura devido à delaminação mais lenta.

- O decaimento do valor de E, causado por delaminações e trincas na matriz, é função da temperatura e da tensão de sollicitação. O aumento destes parâmetros acelera o decaimento de E.

- A análise das fraturas com MEV mostra que a falha do compósito é dominada pela matriz e que a combinação de menores níveis de carga e maiores temperaturas causam mais deformações na matriz.

- O método de predição de vida em fadiga proposto neste estudo considera o tempo de estabilidade de E' em função da temperatura e utiliza-se da equação da curva S-N conhecida. A relação entre as constantes da equação da curva S-N e o tempo de decaimento de E' para a temperatura escolhida permite criar uma nova curva S-N para o material sem a necessidade de novos ensaios mecânicos;

- Portanto, o objetivo do trabalho foi atingido.

REFERÊNCIAS

- ANGELL, C.A. Why $C_1=16-17$ in the WFL equation is physical – and the fragility of polymers. **Polymer**, v. 38, n. 36, p. 6261-6266, 1997.
- ARGÜELLES, A., VIÑA, J., CANTELI, A.F., CASTRILLO, M.A., BONHOMME, J. Interlaminar crack initiation and growth rate in a carbon-fibre epoxy composite under mode-I fatigue loading. **Composites Science and Technology**, v.68, p.2325–2331, 2008.
- ASM International Handbook Committee. Volume 2: Engineering Plastics. Editora ASM International, 3ª Edição, USA, 1995.
- BAKER, A.; DUTTON, S., KELLY, D. **Composite Materials for Aircraft Structures**. Editora AIAA, 2ª Edição, EUA, 2004.
- BECKER, O., VARLEY, R., SIMON, G. Morphology, thermal relaxations and mechanical properties of layered silicate nanocomposites based upon high-functionality epoxy resins. **Polymer**, v. 43, p. 4365-4373, 2002.
- BORTZ, D.R., MERINO, C., MARTIN-GULLON, I. Augmented fatigue performance and constant life diagrams of hierarchical carbon fiber/nanofiber epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v.72, p.446–452, 2012.
- BROCKS, T., CIOFFI, M.O.H., VOORWALD, H.J.C. Effect of fiber surface on flexural strength in carbon fabric reinforced epoxy composites. **Applied Surface Science**, v. 274, p. 210-216, 2013.
- BROCKS, T., ASCIONE, L., AMBROGI, V., CIOFFI, M.O.H., PERSICO, P. Efficiency comparison of hyperbranched polymers as toughening agents for an one-part epoxy resin. **Journal of Material Research**, v. 30, n. 6, p. 869-878, 2015.
- BRUNBAUER, J., STADLER, H., PINTER, G. Mechanical properties, fatigue damage and microstructure of carbon/epoxy laminates depending on fiber volume content. **Internacional Journal of Fatigue**, v. 70, p. 85-92, 2015.
- BURKS, B., MIDDLETON, J., KUMOSA, M. Micromechanics modelling of fatigue failure mechanisms in a hybrid polymer matrix composite. **Composites Science and Technology**, v.72, p. 1863-1869, 2012.
- CAI, H., MIYANO, Y., NAKADA, M. Long-term fatigue strength prediction of CFRP structure based on micromechanics of failure. **Journal of Composite Materials**, v.42, p.825-843, 2008.
- CALLISTER JR, W.D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. Editora LTC, 5ª Edição, Rio de Janeiro, 2002.
- CARLSSON, L.A., PIPES, R.B. **Experimental Characterization of Advanced Composite Materials**. Editora Prentice-Hall, New Jersey, 1987.
- CAMPILHO, R.D.S.G., SILVA, L.F.M. Mode I fatigue and fracture behaviour of adhesively-bonded carbon fibre-reinforced polymer (CFRP) composite joints. **Fatigue and Fracture of Adhesively-bonded Composite Joints**, p.93-120, 2015.
- CARLSON, R.L. KARDOMATEAS, G.A. **An Introduction to Fatigue in Metals and Composites**. Editora Springer, 1995.

CARVELLI, V., TOMASELLI, V.N., LOMOV, S.V., VERPOEST, I., WITZEL, V., BROUCKE, B.V. Fatigue and post-fatigue tensile behaviour of non-crimp stitched and unstitched carbon/epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v.70, p.2216–2224, 2010.

CASSU, S.N., FELISBERTI, M.I. Comportamento dinâmico-mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. **Química Nova**, v.28, p.255-263, 2005.

CHARALAMBOUS, G., ALLEGRI, G., HELLETT, S.R. Temperature effects on mixed mode I/II delamination under quasi-static and fatigue loading of a carbon/epoxy composite. **Composites Part A**, v.77, p.75-86, 2015.

CIOFFI, M.O.H., VOLPIANO, G., VOORWALD, H.J.C., REZENDE, M.C. carbon fiber non-crimp multi-axial reinforcement and epoxy mono-component system composite: fatigue behavior. **Procedia Engineering**, v.2, p.341–348, 2010.

CORONADO, P., ARGÜELLES, A., VIÑA, J., MOLLÓN, V., VIÑA, I. Influence of temperature on a carbon–fibre epoxy composite subjected to static and fatigue loading under mode-I delamination. **International Journal of Solids and Structures**, v.49, p.2934-2940, 2012.

COUILLARD, R.A.A., SCHWARTZ, P. Bending fatigue of carbon-fiber-reinforced epoxy composite strands. **Composite Science and Technology**, v.57, p.229-235, 1997.

DANIEL, I.M, ISHAI, O. **Engineering Mechanics of Composite Materials**. Oxford University Press, Nova Iorque,1994.

DAVIS, D.C., WILKERSON, J.W., ZHU, J., AYEWAH, D.O.O. Improvements in mechanical properties of a carbon fiber epoxy composite using nanotube science and technology. **Composite Structures**, v.92, p.2653–2662, 2010.

DEMERS, C.E. Fatigue strength degradation of E-glass FRP composites and carbon FRP composites. **Construction and Building Materials** , v.12, p.311-318, 1998.

FANG, S., CHUNG, D.D.L. Carbon fibre composites with improved fatigue resistance due to the addition of tinlead alloy particles. **Composites**, v21, p. 419-424, 1990.

FENG, Q., YANG, J., LIU, Y., XIAO, H., FU, S. Simultaneously enhanced cryogenic tensile strength, ductility and impact resistance of epoxy resins by polyethylene glycol. **Journal of Material Science and Technology**, vol. 30(1), p. 90-96, 2014.

FOROUGH, S.A., NEJAD, F.M., KHODAIL, A. A comparative study of temperature shifting techniques for construction of relaxation modulus master curve of asphalt mixes. **Construction and Building Materials**, v.53, p.74-82, 2014.

GOUVÊA, A.R. **Crítérios de falha e otimização de estruturas de materiais compósitos usando o método dos elementos de contorno**. Dissertação de Mestrado, Unicamp, 2006.

GREENHALGH E. **Failure analysis and fractography of polymer composites**. Editora CRC Press, 2009.

GRIMMER, C.S., DHARAN, C.K.H. Enhancement of delamination fatigue resistance in carbon nanotube reinforced glass fiber/polymer composites. **Composites Science and Technology**, v.70, p.901–908, 2010.

HARRIS, B. **Fatigue in Composites**, Capítulo 1. CRC Press, Nova Iorque, 2003.

- HILEY, M.J. Delamination between multi-directional ply interfaces in carbon-epoxy composites under static and fatigue loading. p.61-72, 2000.
- JANG, Z. B. **Advanced Polymer Composites**, Capítulo 9. CRC Press, Nova Iorque, 1994.
- JEN, Y-M., WANG, Y-C. Stress concentration effect on the fatigue properties of carbon nanotube/epoxy composites. **Composites: Part B**, v.43, p.1687–1694, 2012.
- JEN, Y-M., YANG, Y-H. A study of two-stage cumulative fatigue behavior for CNT/epoxy composites. **Procedia Engineering**, v.2, p.2111–2120, 2010.
- JONES, R.M. **Mechanics of Composite Materials**, 2ª Edição, Editora CRC, 1998.
- KAR, N.K., BARJASTEH, E., HU, Y., NUTT, S.R. Bending fatigue of hybrid composite rods. **Composites Part A**, v.42, p.328–336, 2011.
- KAR, N.K., BARJASTEH, E., HU, Y., NUTT, S.R. Tension–tension fatigue of hybrid composite rods. **Composites Part B**, v.43, p.2115–2124, 2012.
- KARAHAN, M., LOMOV, S.V., BOGDANOVICH, A.E., VERPOEST, I. Fatigue tensile behavior of carbon/epoxy composite reinforced with non-crimp 3D orthogonal woven fabric. **Composites Science and Technology**, v.71, p.1961–1972, 2011.
- KAWAI, M., KOIZUMI, M. Nonlinear constant fatigue life diagrams for carbon/epoxy laminates at room temperature. **Composites Part A**, v.38, p.2342–2353, 2007.
- KHAN, S.U., MUNIR, A., HUSSAIN, R., KIM, J-K. Fatigue damage behaviours of carbon fiber-reinforced epoxy composites containing nanoclay. **Composites Science and Technology**, v.70, p.2077–2085, 2010.
- KHATIBI, A.A., MAI, Y-W. Characterization of fibre/matrix interfacial degradation under cyclic fatigue loading using dynamic mechanical analysis. **Composites Part A**, v.33, p.1585-1592, 2002.
- KIM, J.-K., MAI, Y.-W. **Engineered interfaces in fiber reinforced composites**. Editora Elsevier, 1ª edição, Kidlington, UK, 1998.
- KIM, J.W., MEDVEDEV, G.A., CARUTHERS. J.M. Nonlinear stress relaxation in an epoxy glass and its relationship to deformation induced mobility. **Polymer**, v. 54, p.3949-3960, 2013.
- KURONUMA, Y., SHINDO, Y., TAKEDA, T., NARITA, F. Crack growth characteristics of carbon nanotube-based polymer composites subjected to cyclic loading. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 78, p.3102–3110, 2011.
- MADENCI, E., GUVEN, I. **The finite element method and applications in engineering using ANSYS**. Editora Springer, 2006.
- MELO, J.D.D., RADFORD, D.W. Time and temperature dependence of the viscoelastic properties of CFRP by dynamic mechanical analysis. **Composite Structures**, v.70, p.240-253, 2005.
- MENARD, K.P. **Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction**. Editora CRC Press, USA, 2008.
- MENEGHETTI, G., QUARESIMIN, M., RICOTTA, M. Damage mechanisms in composite bonded joints under fatigue loading. **Composites: Part B**, v.43, p.210–220, 2012.

MICHEL, S.A., KIESELBACH, R., MARTENS, H.J. Fatigue strength of carbon fibre composites up to the gigacycle regime (gigacycle-composites). **International Journal of Fatigue**, v. 28, p.261–270, 2006.

MIYANO, Y., NAKADA, M., CAI, H. Formulation of long-term creep and fatigue strengths of polymer composites based on accelerated testing methodology. **Journal of Composite Materials**, Vol. 42, 2008.

MIYANO, Y., NAKADA, M., KATOH, H. Accelerated testing methodology for long-term life prediction of CFRP laminates. In: 1ST BRAZILIAN CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS, BCCM1, Trabalho 164, 2012.

MONTESANTO, J., FAWAZ, Z., BOUGHERARA, H. Non-destructive assessment of the fatigue strength and damage progression of satin woven fiber reinforced polymer matrix composites. **Composites: Part B**, v.71, p.122-130, 2015.

NADERI, M., MALIGNO, A.R. Fatigue life prediction of carbon/epoxy laminates by stochastic numerical simulation. **Composite Structures**, v.94, p.1052–1059, 2012.

NIJSSEN, R.P.L. **Fatigue Life Prediction and Strength Degradation of Wind Turbine Rotor Blade Composites**, Holanda, 2007.

ODEGARD, G.M., BANDYOPADHYAY, A. Physical aging of epoxy polymers and their composites. *Journal of polymer science part B: Polymer physics*, v.49(24), p.1695-1716, 2011.

ORNAGHI JR., H.L., PISTOR, V., ZATTERA, A.J. Effect of the epoxy-cyclohexyl polyhedral oligomeric silsesquioxane content on the dynamic fragility of an epoxy resin. **Journal of non-crystalline solids**, v. 358, p. 427-432, 2012.

ORTIZ, E.C. **Avaliação do comportamento dinâmico-mecânico de compósito Carbono/epoxi/termoplástico em espectro amplo de frequências**. Dissertação de Mestrado. Instituto Tecnológico de Aeronáutica ITA, São José dos Campos, 2008.

OZTURK, A., MOORE, R.E. Tensile fatigue behavior of tightly woven carbon/carbon composites. **Composites**, v23, p.39-46, 1992.

PANNKOKE, K., WAGNER, H-J. Fatigue properties of unidirectional carbon fibre composites at cryogenic temperatures. **Cryogenics**, v31, p.248-251, 1991.

PEGORIN, F., PINGKAAWAT, K., DAYNES, S., MOURITZ, A.P. Mode II interlaminar fatigue properties of z-pinned carbon fibre reinforced epoxy composites. **Composites: Part A**, v.67, p.8-15, 2014.

POCHIRAJU, K.V., TANDON, G.P., SCHOEPPNER, G.A. **Long-term durability of polymeric matrix composites**. Editora Springer, Nova Iorque, 2012.

RBAC 23. Regulamentos Brasileiros da Aviação Civil, RBAC 23, ANAC.

REIS, P.N.B., FERREIRA, J.A.M., COSTA, J.D.M., RICHARDSON, M.O.W. Fatigue life evaluation for carbon/epoxy laminate composites under constant and variable block loading. **Composites Science and Technology**, v.69, p.154–160, 2009.

REZENDE, M.C., COSTA, M.L., BOTELHO, E.C. **Compósitos Estruturais Tecnologia e Prática**. Editora ArtLiber, São Paulo, 2011.

RTCA. Environmental Conditions and Test Procedures for Airborne Equipment RTCA/DO-160D, Publicado por RTCA, EUA

SHIINO, M.Y., ALDERLIESTEN, R.C., DONADON, M.V., CIOFFI, M.O.H. The relationship between pure delamination modes I and II on the crack growth rate process in cracked lap shear apesimen (CLS) of 5 hardness satin composites. **Composites part A**, v. 78, p. 350-357, 2015.

TA-144. **Termal Analysis Application Brief**, number TA-144, TA Instruments.

TABOADA, O.M., CARVALHO, R.A., SOBRAL, P.J. Análise dinâmico-mecânica: aplicações em filmes comestíveis. **Química Nova**, v. 31, n. 2, p. 384-393, 2008.

TAI, N.H., MA, C.C.M., LIN, J.M., WU, G.Y. Effects of thickness on the fatigue-behavior of quasi-isotropic carbon/epoxy composites before and after low energy impacts. **Composites Science and Technology**, v.59, p.1753-1762, 1999.

TAI, N.H., MA, C.C.M., WU, S.H. Fatigue behavior of carbon fibre/PEEK laminate composites. **Composites**, v26, p.551-559, 1995.

VALLONS, K., DUQUE, I., LOMOV, S.V., VERPOEST, I. Loading direction dependence of the tensile stiffness, strength and fatigue life of biaxial carbon/epoxy NCF composites. **Composites: Part A**, v.42, p.16–21, 2011.

VASILIEV, V.V.; E.V. MOROZOV. **Mechanics and Analysis of Composite Materials**. Editora Elsevier, 1a. Edição, Inglaterra, 2001.

VASSILOPOULOS, A.P., MANSHADI, B.D., KELLER, T. Influence of the constant life diagram formulation on the fatigue life prediction of composite materials. **International Journal of Fatigue**, v.32, p.659–669, 2010.

WANG, X., CHUNG, D.D.L. Self-monitoring of fatigue damage and dynamic strain in carbon fiber polymatrix composite. **Composites Part B**, v. 29B, p.63-73, 1998.

WEBER, I., SCHWARTZ, P. Monitoring bending fatigue in carbon-fibre/epoxy composite strands: a comparison between mechanical and resistance techniques. **Composites Science and Technology**, v.61, p.849–853, 2001.

WILLIAMS, M.L., LANDEL, R.F., FERRY, J.D. The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. Temperature dependence and relaxation mechanisms, p.3701-3707, 1955.

XIAN, X.J., CHOY, C.L. Fatigue fracture behavior of carbon-fiber-reinforced modified bismaleimide composites. **Composites Science and Technology**, v52, p.93-98, 1994.

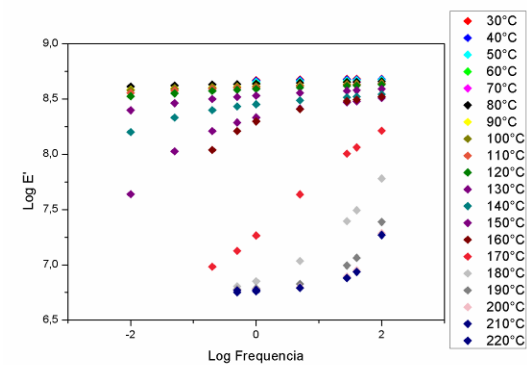
XUE, L-Z., LI, K-Z., JIA, Y., ZHANG, S-Y., CHENG, J. Flexural fatigue behaviour of 2D cross-ply carbon/carbon composites at room temperatures. **Materials Science and Engineering**, V. 634, doi: 10.1016/j.msea.2015.03.029, 2015.

ZHANG, J., PENG, L., ZHAO, L., FEI, B. Fatigue delamination growth rates and thresholds of composite laminates under mixed mode loading. **International Journal of Fatigue**, v.40, p.7–15, 2012.

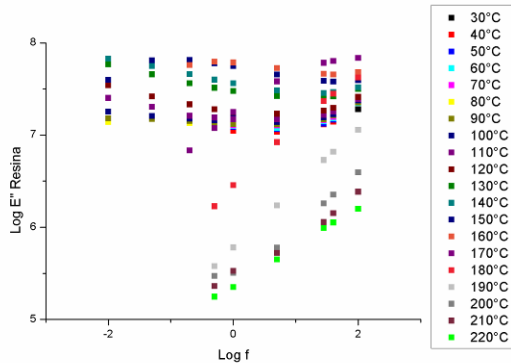
APÊNDICE A – Segmentos de curva necessários para construção das curvas STT

Curvas de Log da propriedade obtida com DMA, como E' , E'' e $\tan\delta$, em função de Log da frequência, aqui denominadas segmentos de curva, foram plotadas para posterior sobreposição para obtenção das curvas STT. A Fig. 1A mostra os segmentos de curva da resina enquanto a Fig. 2A os segmentos de curva para o compósito.

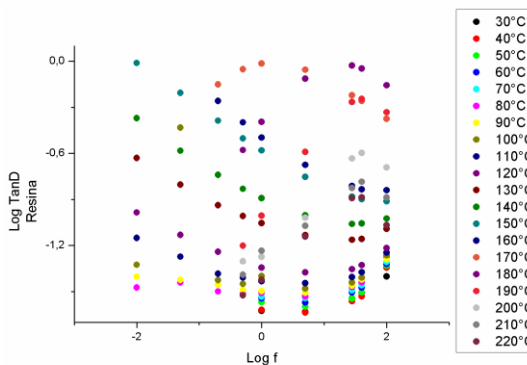
Figura 1A – Segmentos de curva para a) $\text{Log } E' \times \text{Log } f$, b) $\text{Log } E'' \times \text{Log } f$ e c) $\text{Log } \tan\delta \times \text{Log } f$ para a resina epóxi Prism EP 2400.



a)



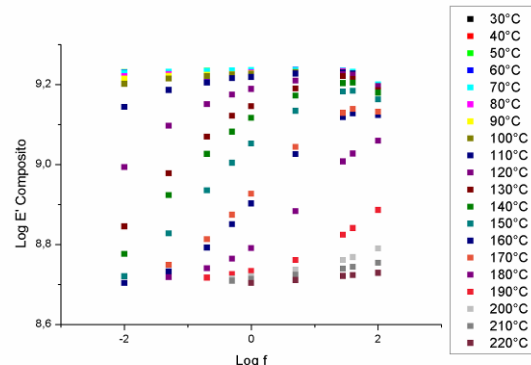
b)



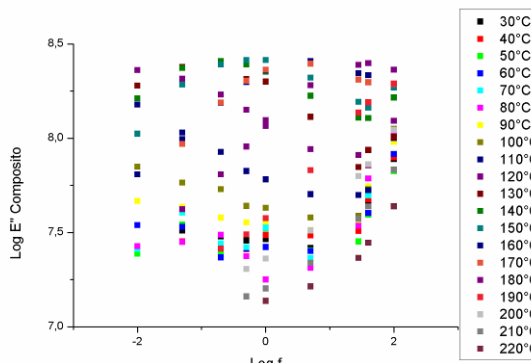
c)

Fonte: (autor)

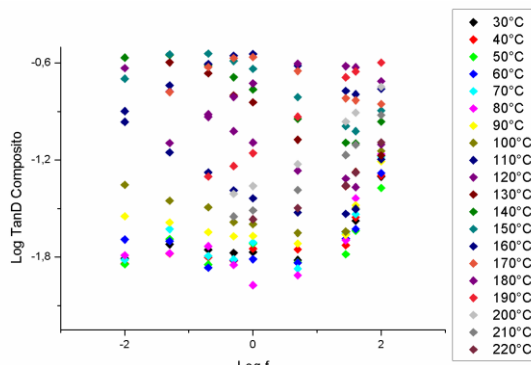
Figura 2A – Segmentos de curva para a) $\text{Log } E' \times \text{Log } f$, b) $\text{Log } E'' \times \text{Log } f$ e c) $\text{Log } \tan\delta \times \text{Log } f$ para o compósito.



a)



b)



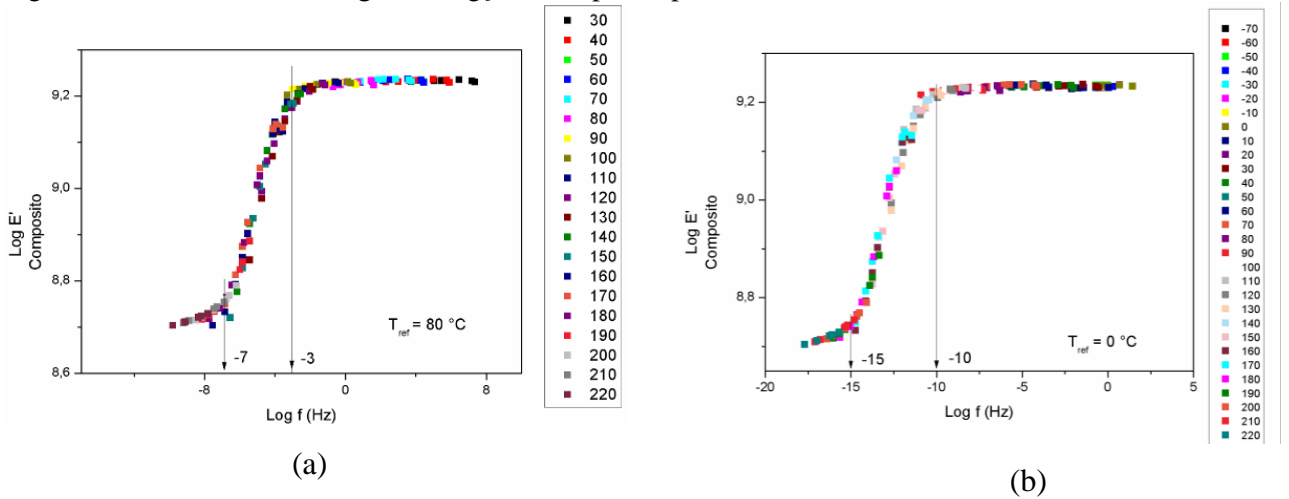
c)

Fonte: (autor)

APÊNDICE B – Curvas STT em função da frequência

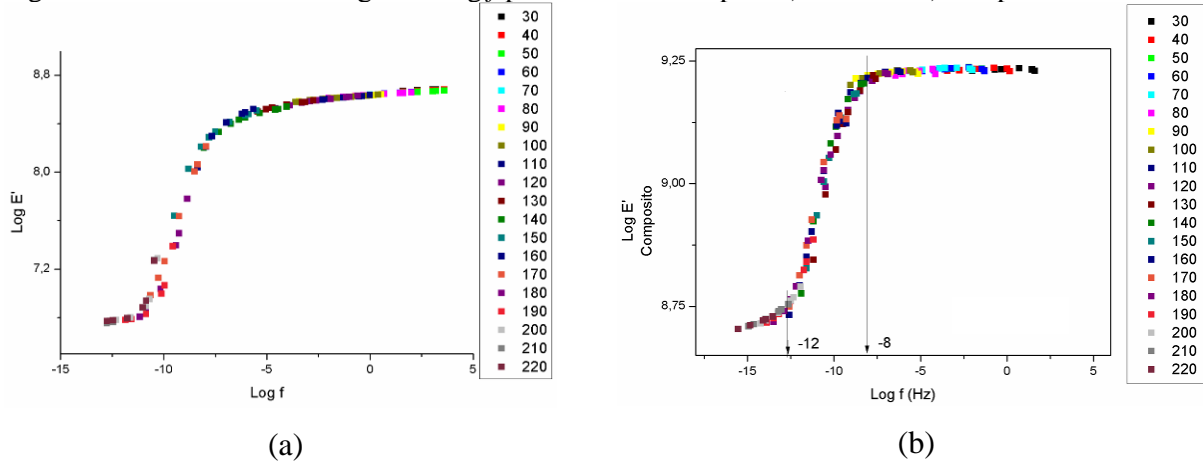
Curvas STT para E' , E'' e $\tan\delta$, em função do Log da frequência foram plotadas para as temperaturas de referência de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ tanto para a resina como para o compósito e são mostradas nas Figuras 1B a 4B.

Figura 1B – Curva STT de $\text{Log } E' \times \text{Log } f$ do compósito para a) $T_{\text{ref}} = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ e b) $T_{\text{ref}} = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$.



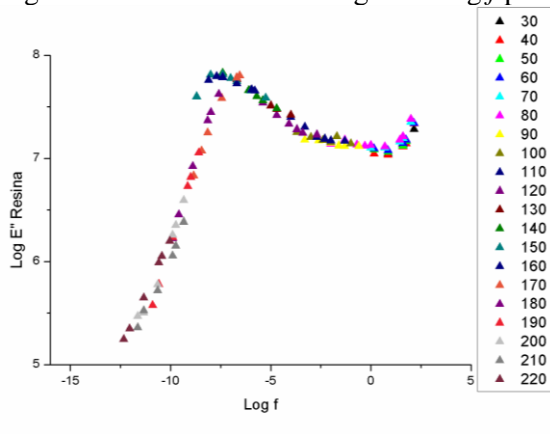
Fonte: (autor)

Figura 2B – Curva STT de $\text{Log } E' \times \text{Log } f$ para $T_{\text{ref}} = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ para a) Resina e b) compósito.

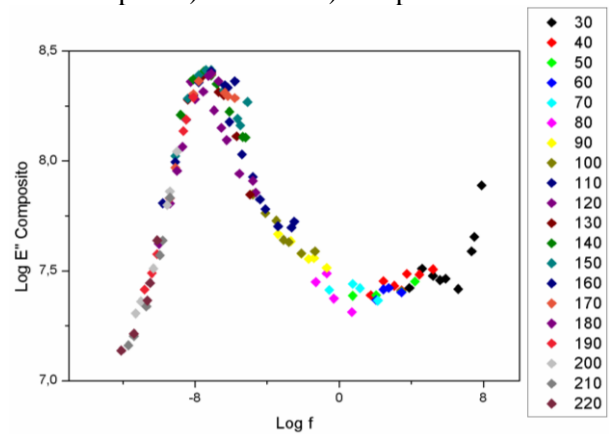


Fonte: (autor)

Figura 3B – Curva STT de $\text{Log } E'' \times \text{Log } f$ para $T_{ref} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) compósito.



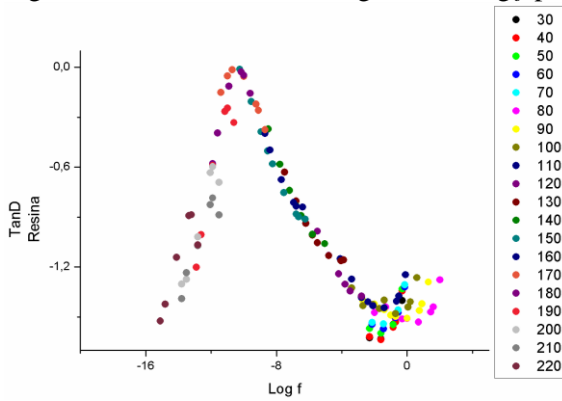
(a)



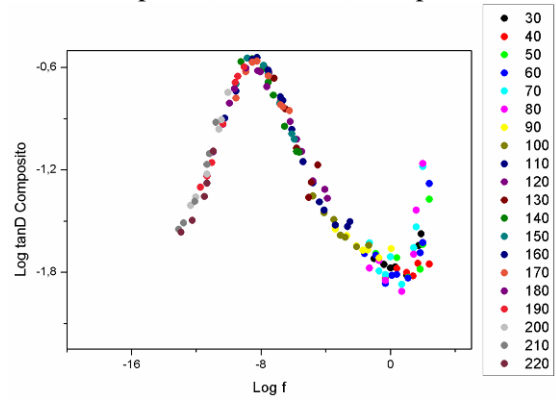
(b)

Fonte: (autor)

Figura 4B – Curva STT de $\text{Log } \tan D \times \text{Log } f$ para $T_{ref} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) compósito.



(a)



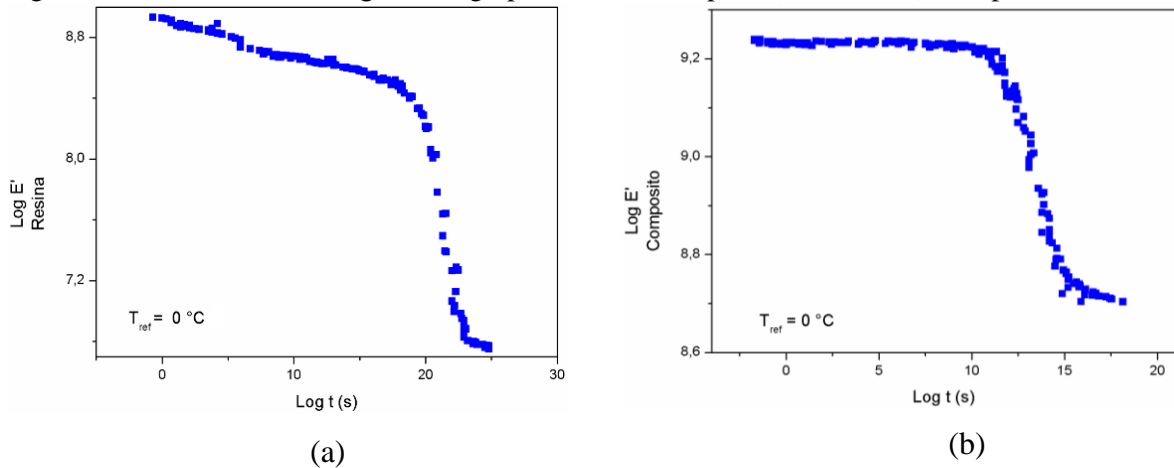
(b)

Fonte: (autor)

APÊNDICE C – Curvas STT em função do tempo

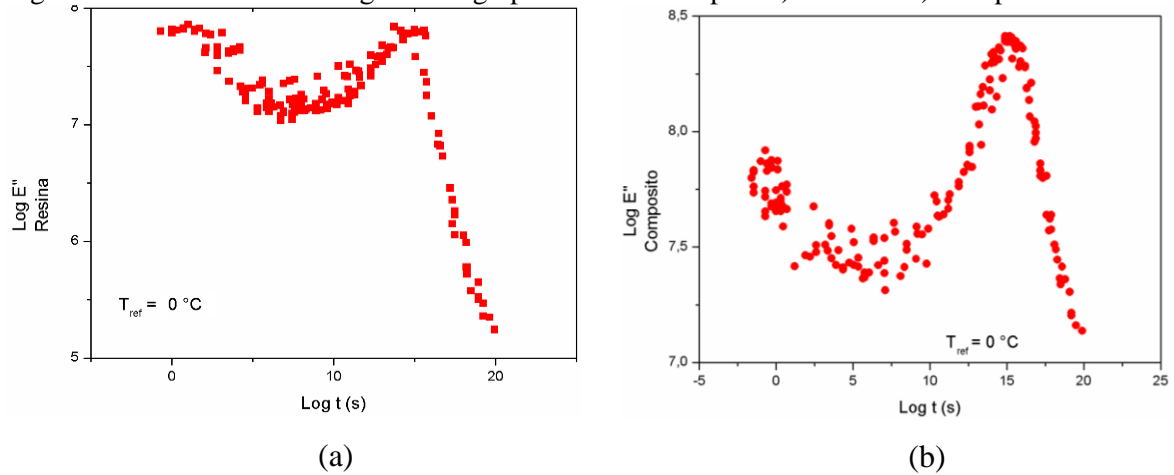
Curvas STT para E' , E'' e $\tan\delta$, em função do Log do tempo foram plotadas para as temperaturas de referência de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ tanto para a resina como para o compósito e são mostradas nas Figuras 1C a 9C.

Figura 1C – Curva STT de $\text{Log } E' \times \text{Log } t$ para $T_{\text{ref}} = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.



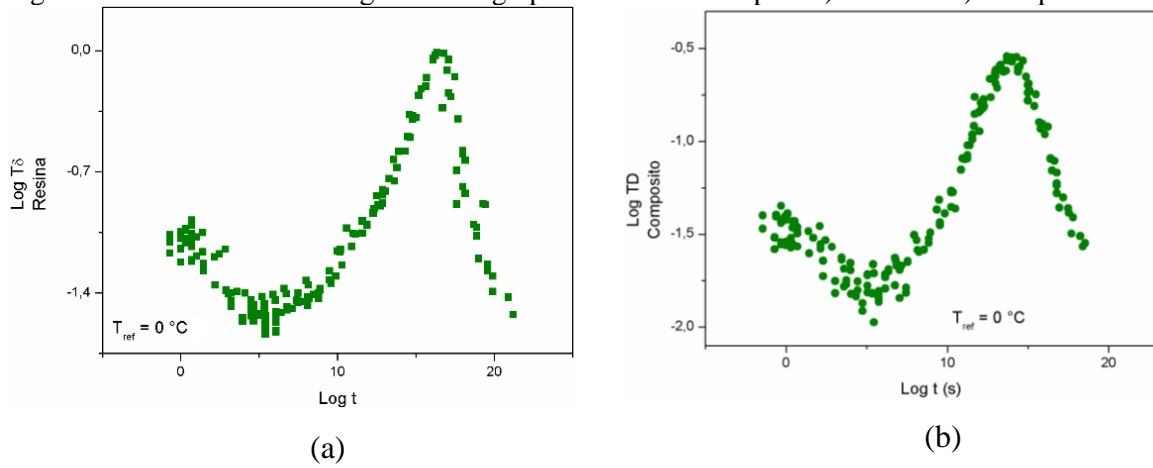
Fonte: (autor)

Figura 2C – Curva STT de $\text{Log } E'' \times \text{Log } t$ para $T_{\text{ref}} = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.



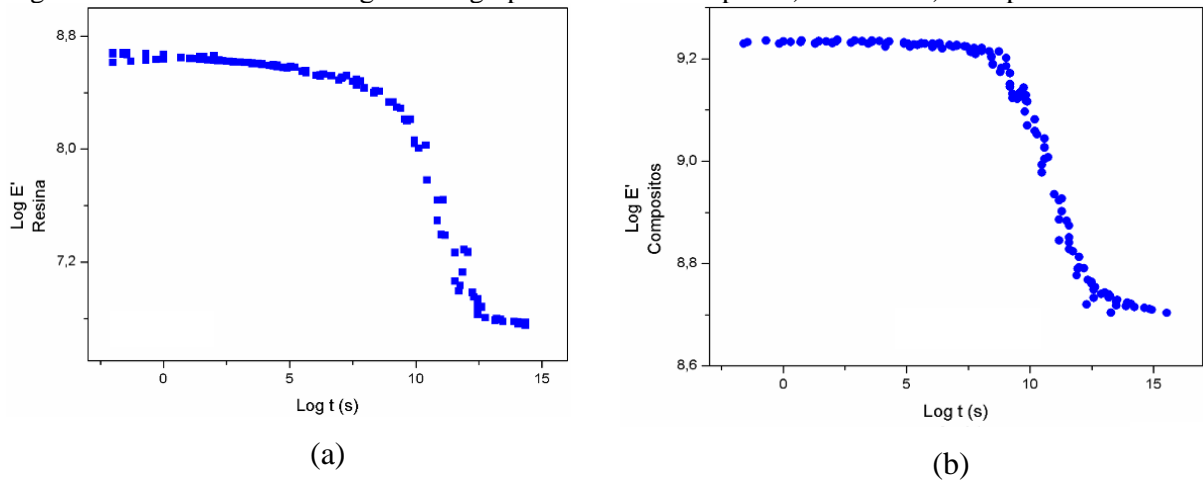
Fonte: (autor)

Figura 3C – Curva STT de $\text{Log tan } \delta \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = -70 \text{ } ^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.



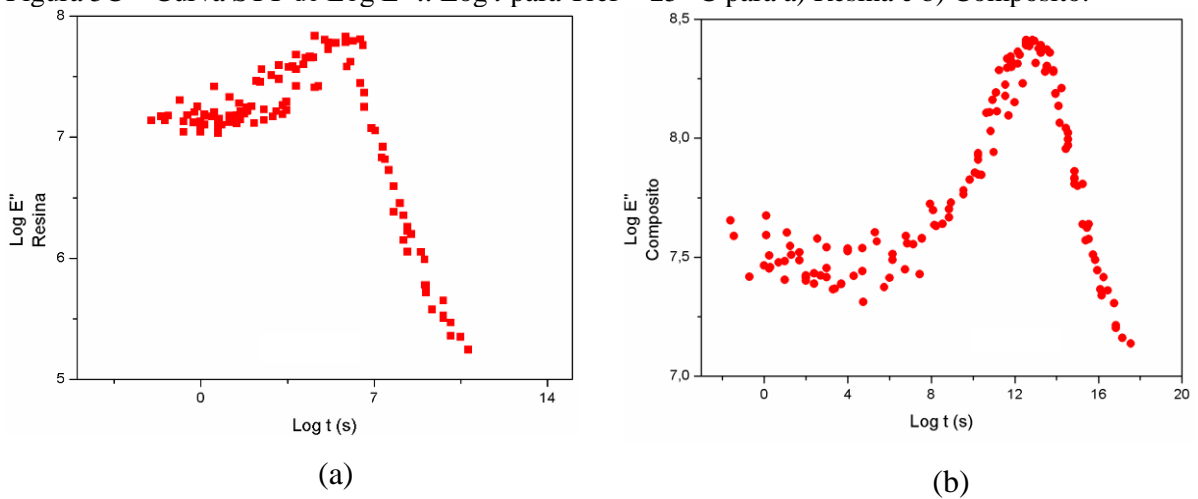
Fonte: (autor)

Figura 4C – Curva STT de $\text{Log } E' \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 25 \text{ } ^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.



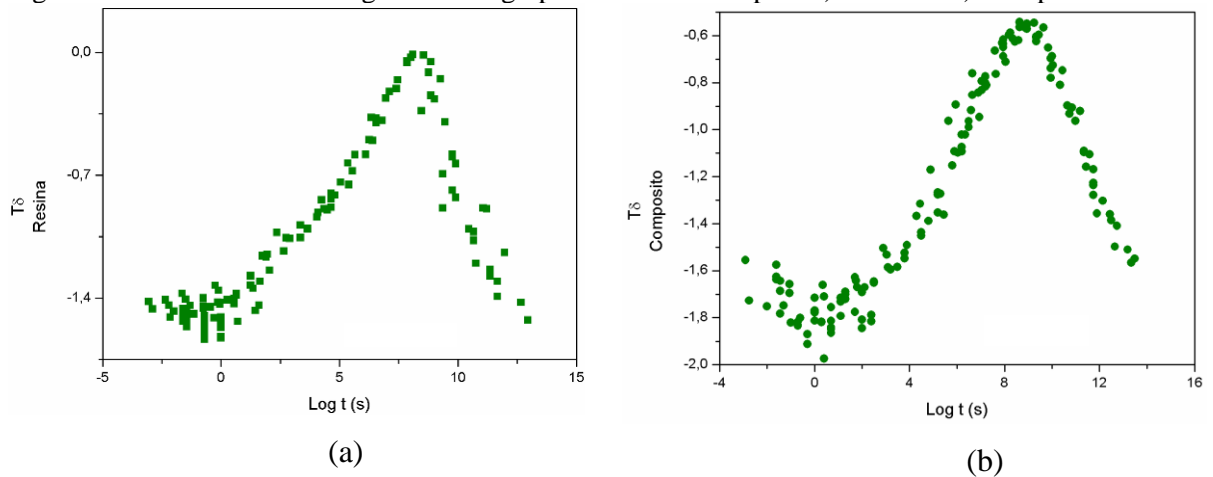
Fonte: (autor)

Figura 5C – Curva STT de $\text{Log } E'' \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 25 \text{ } ^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.



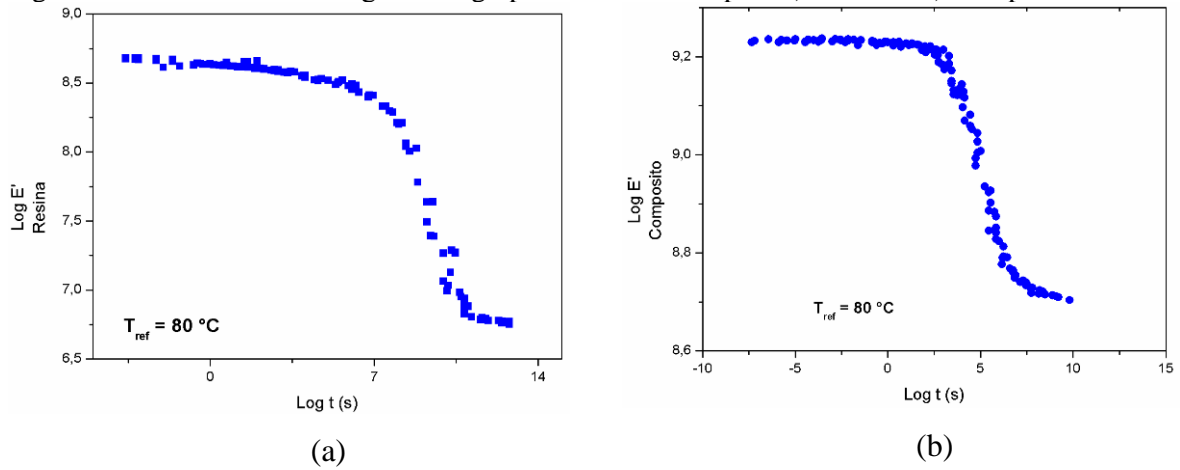
Fonte: (autor)

Figura 6C – Curva STT de $\text{Log tanD} \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.



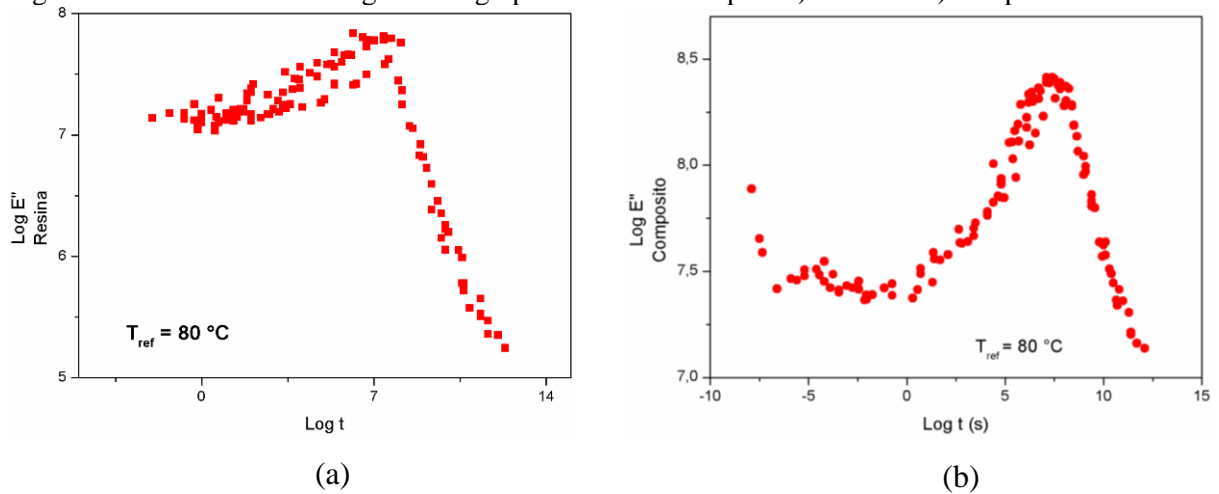
Fonte: (autor)

Figura 7C – Curva STT de $\text{Log E}' \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 80 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.

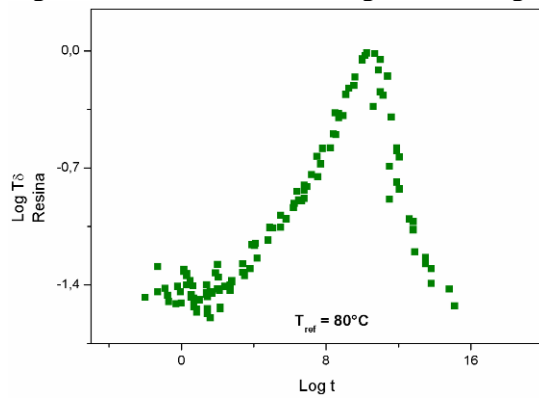


Fonte: (autor)

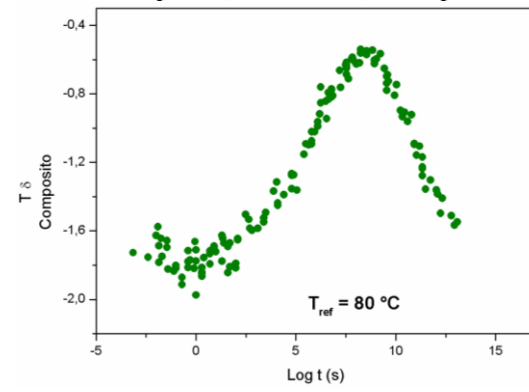
Figura 8C – Curva STT de $\text{Log E}'' \times \text{Log } t$ para $T_{ref} = 80 \text{ }^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) compósito.



Fonte: (autor)

Figura 9C – Curva STT de $\text{Log Tan}\delta \times \text{Log } t$ para $T_{\text{ref}} = 80^\circ\text{C}$ para a) Resina e b) Compósito.

(a)



(b)

Fonte: (autor)