

**FRANCISCO MACIEL MONTICELI**

**OTIMIZAÇÃO DA DETERMINAÇÃO DE VAZIOS EM COMPÓSITOS HÍBRIDOS  
PROCESSADOS POR RTM**

**Guaratinguetá**  
**2017**

**FRANCISCO MACIEL MONTICELI**

**OTIMIZAÇÃO DA DETERMINAÇÃO DE VAZIOS EM COMPÓSITOS HÍBRIDOS  
PROCESSADOS POR RTM**

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

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Odila Hilário Cioffi  
Coorientador: Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro

Guaratinguetá  
2017

M791o Monticeli, Francisco Maciel  
Otimização da determinação de vazios em compósitos híbridos processados  
por RTM / Francisco Maciel Monticeli – Guaratinguetá, 2017.  
125 f : il.

Bibliografia: f. 105-114

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de  
Engenharia de Guaratinguetá, 2017.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Odila Hilário Cioffi

Coorientador: Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro

1. Materiais compostos. 2. Planejamento experimental. I. Título

CDU 620.1(043)

*FRANCISCO MACIEL MONTICELI*

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE  
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA  
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

  
Prof. Dr.ª Ana Paula Rosifini Alves Claro  
Coordenadora

**BANCA EXAMINADORA:**

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

  
Prof. Dr. HERMAN JACOBUS CORNELIS VOORWALD  
UNESP/FEG

  
Prof. Dr. CARLOS YUJIRO SHIGUE  
EEL/USP

## **DADOS CURRICULARES**

### **FRANCISCO MACIEL MONTICELI**

**NASCIMENTO** 14.09.1989 – São José dos Campos / SP

**FILIAÇÃO** José Francisco Monticeli  
Ana Lucia Maciel Monticeli

**2009/2014** Curso de Graduação em Engenharia de Produção com ênfase em Mecânica, pela Faculdade de Tecnologia campus de Resende da Universidade do Estado do Rio de Janeiro.

.... à Deus, aos meus pais José Francisco Monticeli e Ana Lucia  
Maciel Monticeli e a minha esposa Luciana Pereira de Carvalho  
Monticeli

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, pela graça que me alcançou,

à minha orientadora, *Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Odila Hilário Cioffi*, por toda a ajuda nesta jornada científica. Através da sua orientação, dedicação e exemplo me ensinou a me tornar um profissional melhor.

ao meu co-orientador *Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro*, por todo auxílio técnico e científico no desenvolvimento deste trabalho.

aos meus pais *José Francisco Monticeli e Ana Lúcia Maciel Monticeli*, pela instrução do caminho quando ainda moço.

aos professores *Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald e Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein*, pelos ensinamentos, colaborações e apoio.

à minha querida esposa *Luciana Pereira de Carvalho Monticeli*, pela confiança e auxílio em todas as conquistas.

aos amigos do Grupo Fadiga e Materiais Aeronáuticos *Dielly Cavalcanti da Silva Monte Vidal, Marcelo Majewski, Andressa Cecília Milanese, Marcos Yutaka Shiino, Thatiane Brocks, Daniel de Oliveira Magalhães, Kelly Cristina Coelho de Carvalho Benini, Paulo Henrique Fernandes Pererira e Verônica Mara de Oliveira Velloso*, pelo trabalho em conjunto, suporte técnico e conhecimento científico.

aos funcionários da Faculdade de Engenharia do Campos de Guaratinguetá pela dedicação e prontidão no atendimento.

Este trabalho contou com o apoio das seguintes entidades:

- CAPES – Através do Programa de Demanda Social – PDS.
- FAPESP – Através do contrato nº 2015/19967-4



“Nunca despreze os pequenos começos”  
Carlitos Paes

## RESUMO

O compósito híbrido surgiu com o objetivo de reduzir a quantidade de materiais de elevado custo e, ao mesmo tempo, manter as elevadas propriedades mecânicas. Além disso, viu-se a possibilidade de, em se usando reforços diferentes, obter um novo material que evidenciasse as vantagens dos reforços e diminuísse as desvantagens simultaneamente. Um importante fator durante o processamento de compósitos poliméricos para aplicação estrutural é o controle da formação de vazios, pois estes atuam como concentradores de tensão. O objetivo deste trabalho foi produzir compósitos híbridos utilizando diferentes disposições de tecidos de fibra de vidro e carbono, sem perda significativa de propriedades mecânicas. Para a produção do compósito, a pré-forma foi inicialmente caracterizada quanto à impregnação, sendo, para isto desenvolvido um modelo analítico geral que determina o parâmetro de permeabilidade dos compósitos híbridos. O modelo foi validado através de teste de permeabilidade e a qualidade dos laminados (híbridos, e não híbridos) foi certificada pelo processamento dos compósitos e pela quantificação da fração volumétrica de vazios. Este projeto propôs, ainda, a melhoria da análise de vazios pela técnica de porosimetria de Hg com auxílio do planejamento de experimentos. Assim foi possível determinar a fração volumétrica de poros abertos e fechados, a distribuição do diâmetro dos poros e a distância entre os poros dos compósitos, em uma análise conjunta com as técnicas de digestão ácida e microscopia óptica. A pré-forma de carbono apresentou elevada taxa de resistência ao fluxo; por outro lado, observou-se um comportamento oposto para a pré-forma de vidro. Contudo, as pré-formas híbridas apresentaram um efeito híbrido positivo, resultado de uma sinergia que proporcionou um maior valor de permeabilidade. Consequentemente, pode-se conseguir uma otimização do tempo de injeção, considerando uma combinação de tecidos de vidro e carbono equilibrados. O modelo analítico foi capaz de prever o comportamento da frente de fluxo mostrando um valor superestimado de 10%. A técnica de porosimetria de Hg foi validada para análise de poro em compósito avançados com valores próximos obtidos pelas técnicas de digestão ácida e de microscopia óptica. Em função dos resultados obtidos dos valores de diâmetro dos poros, que foi semelhante para todos os compósitos, concluí-se que este ocorre em função do tipo de processo e da resina. Do mesmo modo, a distância e a fração de poros abertos dependem diretamente da quantidade de poros presente no material. Os resultados encontrados indicaram que os compósitos híbridos estudados neste trabalho são materiais promissores para a aplicação aeronáutica, combinando as excelentes propriedades mecânicas da fibra de carbono com a viabilidade do ciclo de injeção da fibra de vidro. Com isso, o laminado híbrido 2 foi o compósito ideal para um processamento com fração de vazios próximo ao uso aeronáutico, resultando em uma redução de custo de matéria prima e tempo de processamento.

**PALAVRAS-CHAVE:** Compósito híbrido. Vazios. RTM. Planejamento de experimentos.

## ABSTRACT

Hybrid composite arose with the aim of reducing high cost materials and, at the same time, maintaining mechanical properties suitable for use. In addition, using different reinforcements, a new material could be obtained which would evidence the advantages of the reinforcements and decrease the disadvantages simultaneously. An important factor, during the processing of polymeric composites for structural application, is the voids formation control, since they act as stress concentrators. The aim of this work was to produce hybrid composites using different stacking of glass and carbon fabrics without significant loss of mechanical properties. For the composite manufacturing, the preform was initially characterized as the impregnation, for which a general analytical model was developed that determines the permeability parameter of the hybrid composites. In addition, the model was validated by conducting permeability test and the quality of several laminates (hybrid, and non-hybrid) was certified by processing them, and voids were quantified thereof. This project also proposed the improvement of voids analysis by the Hg porosimetry technique with the support of design of experimental. Therefore, it was possible to determine the volumetric fraction of open and closed voids, pore diameter distribution and the distance between voids, in an ensemble analysis with acid digestion and optical microscopy. Carbon preform presented high flow resistance; on the other hand, an opposite behavior was observed for the glass preform. The hybrid architecture presented a positive hybrid effect, which means a synergy that provided a higher permeability value. Therefore, optimization in injection time can be achieved, considering a combination of balanced glass and carbon fabrics. The analytical model was enabled to predict the flow front behavior by showing an overestimated value of 10%. The Hg porosimetry technique was validated for advanced composite voids analysis with similar results obtained by acid digestion techniques and optical microscopy. Based on the results obtained from pore diameter values, which were similar for all composites, it was concluded that this occurs as a function of the type of process and the resin. Although, the distance and the open pores fraction depend directly on the amount of pores along the laminate. Hybrid composites have proven to be a promising material in which it combines the excellent mechanical properties of carbon fiber with the viability of the fiberglass injection cycle. With that, hybrid 2 laminate is the ideal composite for a processing with voids fraction close to the aeronautical use requirement with reduction of high-cost material and processing time.

**KEYWORDS:** Hybrid composite. Void. RTM. Design of experiments.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Comportamento mecânico de um compósito.....	24
Figura 2. Comparação entre metais convencionais e compósitos .....	25
Figura 3. Classificação dos compósitos segundo a matriz .....	25
Figura 4. Classificação dos compósitos segundo o reforço.....	26
Figura 5. Representação do tecido de fibra de carbono plain weave .....	29
Figura 6. Compósitos híbrido reforçado com fibra de vidro e de carbono.....	30
Figura 7. Regra da mistura em compósitos .....	31
Figura 8. Processo via RTM.....	33
Figura 9. Frente de fluxo de resina no ensaio de permeabilidade .....	34
Figura 10. Diferentes posições de formação de vazios .....	37
Figura 11. Ilustração de poros abertos e fechados.....	38
Figura 12. Causas que resultam como efeito os vazios no processamento de compósitos .....	38
Figura 13. Ângulo de contato entre uma superfície e um líquido .....	40
Figura 14. Modelo genérico de simulação no planejamento de experimentos.....	44
Figura 15. Fluxogramas das etapas realizadas neste trabalho de pesquisa.....	46
Figura 16. Disposição dos tecidos nas quatro pré-formas .....	48
Figura 17. Esquema de montagem do molde para ensaio de permeabilidade.....	50
Figura 18. Vista superior do molde .....	50
Figura 19. Permeabilidade da pré-forma híbrida.....	51
Figura 20. Esquema de processamento via RTM.....	53
Figura 21. Esquema de análise de cada laminado .....	54
Figura 22. Nomenclatura utilizada para definição de cada amostra.....	54
Figura 23. Eixos de análise para distribuição de Weibull .....	56
Figura 24. Resultado de temperatura de degradação da Resina epóxi PRIMTM EP 2400 .....	61

Figura 25. Resultado do DSC dinâmico da resina epóxi PRIMTM EP 2400 .....	62
Figura 26. Resultado do DSC isotérmico da resina epóxi PRIMTM EP 2400 .....	63
Figura 27. Resultado de viscosimetria da resina epóxi PRISMTEM EP 2400.....	64
Figura 28. Permeabilidade da pré-forma de carbono .....	65
Figura 29. Permeabilidade da pré-forma de vidro.....	66
Figura 30. Permeabilidade da pré-forma híbrido 1.....	67
Figura 31. Permeabilidade da pré-forma híbrido 2.....	67
Figura 32. Distância de frente de fluxo ao quadrado pelo tempo de impregnação .....	68
Figura 33. Permeabilidade Adimensional comparada com volume de fibra.....	70
Figura 34. Permeabilidade versus taxa resistência ao fluxo.....	71
Figura 35. Mapa de atenuação C-scan dos compósitos .....	73
Figura 36. Confiabilidade versus porosidade da entrada de cada compósito.....	79
Figura 37. Distribuição de Weibull para fração de vazios da digestão ácida.....	80
Figura 38. Efeitos principais para a média do resultado para o compósito de carbono .....	82
Figura 39. Efeitos principais para a relação S/R para o compósito de carbono .....	82
Figura 40. Superfície de resposta entre fatores tempo e pressão.....	85
Figura 41. Injeção de mercúrio por pressão extraído do porosímetro de Hg .....	86
Figura 42. Distribuição de Weibull para porosidade aberta do porosímetro de Hg .....	87
Figura 43. Distribuição de Weibull para poro total da amostras via porosímetria.....	88
Figura 44. Histograma de distribuição de diâmetro de poros via Porosímetro de Hg.....	89
Figura 45. Imagem da seção transversal do compósito de carbono .....	90
Figura 46. Ampliação dos defeitos no compósito de carbono.....	91
Figura 47. Ilustração da seção transversal do compósito de vidro .....	91
Figura 48. Concentração de porosidade na costura da fibra de vidro.....	92
Figura 49. Seção transversal dos compósitos híbridos .....	93

Figura 50. Concentração de porosidade .....	93
Figura 51. Tratamento de imagens para análise quantitativa de porosidade .....	94
Figura 52. Distribuição de Weibull para os resultados de porosidade por MO.....	96
Figura 53. Imagem tridimensional da distribuição da porosidade em cada laminado .....	97
Figura 54. Vista lateral da imagem tridimensional.....	98
Figura 55. Histograma de distribuição de diâmetro de poros via MO .....	99
Figura 56. Comparação entre permeabilidade e mapa de atenuação C-scan .....	100
Figura 57. Porosidade pela distribuição de Weibull (compósitos de carbono e vidro).....	102
Figura 58. Porosidade pela distribuição de Weibull (compósitos híbridos).....	102

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Utilização do porosímetro de Hg para análise de porosidade.....	42
Tabela 2. Propriedades da resina epóxi EP 2400.....	47
Tabela 3. Representação do reforço fibroso de cada pré-forma .....	49
Tabela 4. Parâmetros de análise de vazios do equipamento porosímetro de Hg .....	57
Tabela 5. Arranjos ortogonais .....	57
Tabela 6. Matriz ortogonal de Taguchi L <sub>4</sub> .....	58
Tabela 7. Matriz ortogonal adaptada para os parâmetros do porosímetro de mercúrio .....	58
Tabela 8. Parametros e análise do sistema de alta pressão.....	59
Tabela 9. Resultados dos ensaios de permeabilidade .....	69
Tabela 10. Tortuosidade das pré-formas .....	71
Tabela 11. Resultado de massa específica e volume das amostras de carbono.....	74
Tabela 12. Resultado de massa específica e volume das amostras de vidro .....	74
Tabela 13. Resultado de massa específica e volume das amostras do híbrido 1 .....	75
Tabela 14. Resultado de massa específica e volume das amostras do híbrido 2.....	75
Tabela 15. Média dos resultade de picnometria de He.....	76
Tabela 16. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito de carbono.....	77
Tabela 17. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito de vidro .....	77
Tabela 18. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito híbrido 1 .....	77
Tabela 19. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito híbrido 2.....	78
Tabela 20. Visão geral do resultado de vazios da digestão ácida dos quatro laminados.....	78
Tabela 21. Resultados da porosimetria de mercúrio pela matriz ortogonal L <sub>4</sub> .....	81
Tabela 22. Resultados da Análise de Variância ANOVA .....	83
Tabela 23. Valores de resposta para relações S/R: Maior é melhor .....	84

Tabela 24. Valores de resposta para a média.....	84
Tabela 25. Valores de resposta para desvio padrão.....	84
Tabela 26. Resultado de vazios por porosimetria de Hg.....	86
Tabela 27. Resultado da distribuição de diâmetro em cada compósito.....	88
Tabela 28. Fração de vazios analisada via MO.....	95
Tabela 29. Poros conectados a superfície das amostras tridimensionais.....	98
Tabela 30. Distância entre os poros.....	99



## LISTA DE ABREVIATURA

S/R	Sinal/Ruído
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i> (Análise de Variância)
NCF	<i>Nom crimp fabric</i>
PMMA	Polimetil-metacrilato
DA	Digestão Ácida
MO	Microscopia Óptica
PHg	Porosimetria de Mercúrio
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry's</i>

## LISTA DE SIMBOLOS

$\varphi$	Porosidade da pré-forma
$V_f$	Fração volumétrica de fibra
$x^2/t$	Coefficiente angular da curva da permeabilidade
$K$	Permeabilidade
$V$	Velocidade de fluxo
$\Delta P/\Delta x$	Varição da pressão em função da distância
$\mu$	Viscosidade
$D$	Diâmetro
$K/D^2$	Permeabilidade adimensional
$\tau_c$	Tortuosidade
$S$	Área superficial
$\Delta V_i$	A mudança do volume do poro dentro de um intervalo de tamanho de poro $i$
$D_i$	Diâmetro médio dentro de um intervalo de tamanho de poro $i$
$E$	Exponencial do formato do poro
$V_a$	Volume da amostra
$V_i$	Volume de mercúrio introduzido
$n$	Número de experimentos
$H_0$	Hipótese 0
$H_1$	Hipótese 1
$F$	Fator da ANOVA
$F_{\text{crítico}}$	Fator crítico da ANOVA
p-valor	Erro de análise da ANOVA
$\alpha$	Confiabilidade da ANOVA
$x_i$	Função de variação do eixo principal
$x_j$	Função de variação do eixo secundário

$Y$	Função resposta da análise
$\beta$	Correção da curva
$n_f$	numero de pré-formas
$A_t$	Área total do tecido
$\delta$	Gramatura do tecido
$\rho_f$	Densidade da fibra
$V_m$	Volume do molde
$Q_i$	Fluxo de impregnação
$t$	Espessura do tecido
$w$	Largura do tecido

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>20</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVO .....</b>	<b>22</b>
2.1	Objetivo Específico .....	22
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>24</b>
3.1	Compósito.....	24
3.1.1	Matriz .....	26
3.1.2	Reforço .....	27
3.2	Moldagem por Tranferência de Resina .....	32
3.2.1	Permeabilidade .....	33
3.3	Vazios .....	37
3.4	Porosimetria de Mercúrio .....	40
3.5	Análise da distribuição de Weibull.....	43
3.6	Planejamento de Experimentos .....	44
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>46</b>
4.1	Caracterização da Resina.....	46
4.1.1	TGA da resina.....	47
4.1.2	Estudo da Cura da Resina.....	47
4.1.3	Viscosimetria .....	48
4.2	Caracterização do reforço fibroso.....	48
4.2.1	Permeabilidade .....	49
4.2.2	Desenvolvimento do modelo analítico de permeabilidade híbrida .....	51
4.2.3	Tortuosidade .....	52
4.3	Processo via RTM .....	53
4.4	Inspeção Acústica por ultrassom .....	53
4.5	Preparo das Amostras .....	54
4.6	Picnometria de hélio .....	55
4.7	Digestão Ácida .....	55
4.8	Análise de porosidade via distribuição de <i>Weibull</i> .....	56
4.9	Metodologia de Taguchi .....	56
4.10	Porosimetria de Mercúrio .....	58
4.11	Determinação de poro por Microscopia óptica .....	60
<b>5</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>61</b>

5.1	Caracterização da Resina.....	61
5.1.1	TGA.....	61
5.1.2	DSC Dinâmico e Isotérmico.....	62
5.1.3	Viscosidade.....	63
5.2	Caracterização do Reforço.....	64
5.2.1	Permeabilidade .....	65
5.3	Caracterização das Amostras.....	72
5.3.1	Inspeção Acustica por Ultrassom .....	72
5.3.2	Picnometria de Hélio .....	73
5.3.3	Digestão Ácida .....	76
5.3.4	Metodologia de Taguchi – Porosímetro de Hg.....	80
5.3.5	Análise da Relação Sinal / Ruído e ANOVA.....	81
5.3.6	Porosimetria de Hg .....	86
5.3.7	Microscopia Óptica.....	90
<b>6</b>	<b>DISCUSSÕES .....</b>	<b>100</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>104</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>105</b>
	<b>APÊNDICE A - PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS .....</b>	<b>115</b>
	<b>APÊNDICE B - GRÁFICOS DAS ANÁLISE ESTATÍSTICA S/R. ....</b>	<b>121</b>
	<b>APÊNDICE C - MACRO PARA ANÁLISE DE POROSIDADE VIA <i>IMAGEJ</i>.....</b>	<b>123</b>
	<b>ANEXO A – DATASHEET DA RESINA EPÓXI PRIM EP 2400.....</b>	<b>124</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Diversos setores, incluindo o aeronáutico, militar, automotivo e de materiais esportivos têm investido em componentes compósitos, na tentativa de tonar seus produtos mais leve, mantendo uma elevada resistência mecânica. Isso ocorre em resposta ao objetivo de economia de consumo de combustível, principalmente para as indústrias aeronáuticas e aeroespaciais.

Em particular, os compósitos estruturais têm, assim, ganhado maior utilidade mediante as possibilidades diversificadas de combinações entre matriz/reforço e processamentos automatizado, possibilitando a reprodutibilidade e permitindo assim grandes escalas de produção industrial (CÂNDIDO *et al.*, 2000; WILLIANS *et al.*, 2003). Considerando a necessidade de alto volume de fibras, para ser caracterizado como material para utilização estrutural, o processo de moldagem por transferência de resina é eficaz para a obtenção de compósitos avançados, sendo considerado um método capaz de contribuir com os processos em larga escala e para diferentes finalidades, considerando a versatilidade da utilização de diferentes formatos de molde (COOPER, 1981; BROCKS *et al.*, 2013).

O conceito de compósito híbrido surgiu com a necessidade de diminuir o uso de materiais com elevado custo, considerando garantir uma interação entre as propriedades de ambos os reforços adequada. O compósito híbrido é a formação de dois ou mais reforços em uma mesma matriz, com o objetivo de alcançar propriedades que supram desvantagens específicas do reforço, e aumentem as vantagens entre si. Como exemplo, compósitos híbridos podem resultar em compósitos mais leves, com melhor tenacidade à fratura, maior resistência ao impacto e à fadiga como consequência da diferença entre as propriedades no uso de diferentes fibras (TARPANI *et al.*, 2011; SATISH *et al.*, 2010).

Um importante fator a se observar na obtenção de compósitos poliméricos avançados para aplicação estrutural primária é o controle da formação de vazios, que são geradores de trinca e fratura nos materiais (COSTA *et al.*, 2001; MONTORO *et al.*, 2011). A grande importância de uma análise de porosidade nos compósitos está no fato que efeitos danosos significativos são causados pelos vazios na estrutura, tais como: a diminuição da vida em fadiga dos laminados; diminuição de resistência estática, na resistência a compressão e no cisalhamento interlaminar, levando à falhas catastróficas no material (ALMEIDA *et al.*, 1994; ONUR *et al.*, 2005).

A utilização da técnica de determinação de vazios via porosimetria de Hg para compósitos é uma aplicação nova pouco encontrada na literatura, sendo observada a utilização

dessa medida principalmente em materiais cerâmicos. Nas pesquisas desenvolvidas pelo grupo, observou-se a necessidade de se obter uma melhoria no processo RTM e, portanto, análises mais precisas de porosidade tendo sido observadas as possibilidades de estudos dos materiais processados por RTM, que apresentam baixo volume de vazios, utilizando o porosímetro, ao mesmo tempo, um tema de interesse da indústria aeronáutica nacional.

## 2 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi, utilizando o processamento via moldagem por transferência de resina, manufaturar compósitos híbridos de reforço vidro/carbono de alto volume de fibra e baixo volume de vazios com diferentes arquiteturas e, ao mesmo tempo, reduzir o uso de fibra de carbono como reforço, uma vez que se trata de uma fibra mais cara.

Para que o material fosse processado os reforços foram previamente caracterizados quanto à permeabilidade, velocidade de impregnação; a resina quanto ao comportamento térmico e, finalmente os compósitos obtidos quanto à impregnação e a formação de vazios.

Este projeto propõe, como uma nova contribuição, a utilização do equipamento porosímetro de Hg para determinação da fração volumétrica de vazios conectados a superfície da amostra e da distribuição do tamanho dos poros. Além disso essa análise permite uma análise integral para a verificação de poros abertos e poros fechados por meio de uma correlação com a fração volumétrica de vazios obtida na digestão ácida e análise da superfície via microscopia óptica.

A intensão foi a melhoria da rotina de análise atualmente utilizada com o porosímetro de Hg e a obtenção da melhor forma de seccionamento do material para a microscopia óptica. Essas duas técnicas possibilitarão a realização de uma análise completa do material, quantificando os poros abertos, fechados e a distribuição do diâmetro dos poros nos compósitos.

Este projeto de pesquisa vem contribuir com o desenvolvimento científico e com futuras pesquisas, visando ampliar a caracterização de vazios em compósitos poliméricos avançados através da união de diferentes técnicas de medição de vazios.

### 2.1 Objetivo Específico

Para validação do processamento de compósitos híbridos as pré-formas foram avaliadas nos ensaios de permeabilidade, de forma a se obter os perfis de impregnação, a velocidade do fluxo penetrante, a tortuosidade do meio poroso e a determinação da taxa de resistência. Um aspecto relevante tratado nesta pesquisa foi a proposta de um modelo analítico que permiti prever a permeabilidade e velocidade de impregnação em pré-formas híbridas. Os resultados encontrados foram aplicados para o processamento dos compósitos os quais foram submetidos a inspeção acústica por ultrassom para verificação de defeitos ocorridos durante o processo.

Um profundo estudo da porosidade foi realizado para a avaliação da distribuição, do tamanho, da distância entre poros, da fração volumétrica de vazios abertos e fechados.



As técnicas de digestão ácida, análise de superfície via microscopia óptica, picnometria de hélio e porosimetria de mercúrio foram usadas na caracterização dos compósitos híbridos. De modo a se obter uma análise comparativa, foram também utilizadas as mesmas análises nos compósitos reforçado somente com fibra de carbono e àquele somente com fibra de vidro. Foi observado ainda a relação da disposição dos tecidos na formação de vazios nas pré-formas híbridas.

A porosimetria de mercúrio foi realizada variando seus parâmetros de análise. São eles: pressão de intrusão, velocidade de intrusão e tempo de pressão. A manipulação desses parâmetros foi feita com auxílio da metodologia de Taguchi para minimizar a quantidade de experimentos e manter uma relevância estatística de melhoria de rotina de análise, o que pode simplificar a caracterização de porosidade em ensaios futuros.

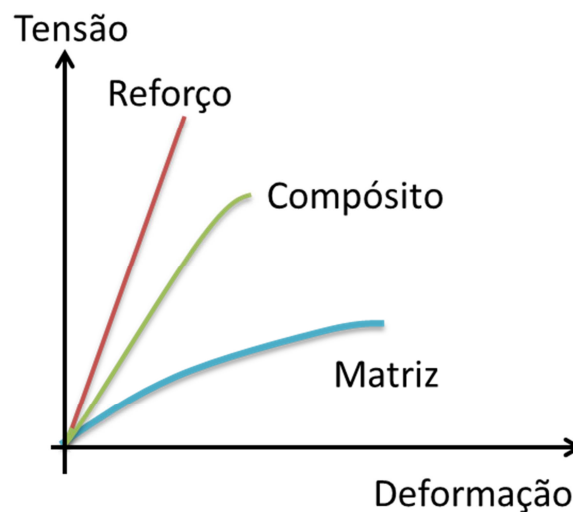
A partir dos resultados, foram realizadas análises estatísticas com os dados fornecidos pelo método de Taguchi, via análise de Sinal/Ruído e análise de variância ANOVA. Assim, com todos os resultados analisados foi possível determinar os parâmetros ideais para a análise de porosidade em compósitos e a influência na disposição de tecidos nos compósitos híbridos na formação de vazios.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Compósito

Devido à necessidade de economia de combustíveis fósseis, a atual preocupação para a indústria aeronáutica e automotiva é a diminuição de peso para reduzir o consumo de combustíveis. Outro aspecto foi o alto crescimento da aviação civil, que gerou preocupações ambientais com alto nível de emissão de gases poluentes (SIMÕES *et al.*, 2002; AMEIDA *et al.*, 2015; LEITE, 2014). Com isso, surgiu um grande número de estudos voltados a materiais com novas características mecânicas, térmicas e que tenham a possibilidade de manter alta rigidez e baixa massa específica. A definição de compósitos é a combinação de dois ou mais materiais para a produção de um novo material com características diferentes de seus componentes individuais, ilustrado na Figura 1. Portanto, esse material deve ser construído considerando as necessidades e aplicações (BAKER *et al.*, 2004).

Figura 1. Comportamento mecânico de um compósito

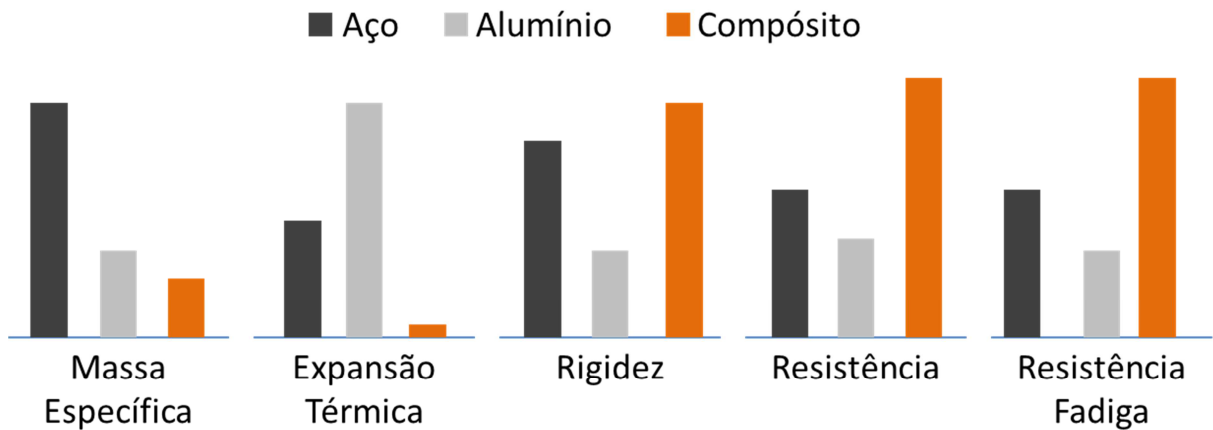


Fonte: Adaptado de Baker *et al.* (2004).

Conforme ilustrado na Figura 1, o compósito é formado de matriz e reforço, onde unidos resultam em uma característica mecânica intermediária, gerada através de uma cooperação e sinergia de propriedades. Via de regra, um compósito pode ser capaz de fornecer propriedades nas quais seu material base isolado não seria capaz, como por exemplo a fibra de carbono só poderia ser utilizada em esforços de tração caso não houvesse a matriz que a protegesse e a adequasse para os demais usos, tais como flexão e fadiga (CÂNDIDO *et al.*, 2014; PIVATTO, 2014; PARDINI *et al.*, 2006). A Figura 2 propõe uma ilustração

comparativa genérica entre as propriedades do compósito, alumínio e aço, evidenciando algumas vantagens na utilização dos compósitos (CHAWLA, 1998).

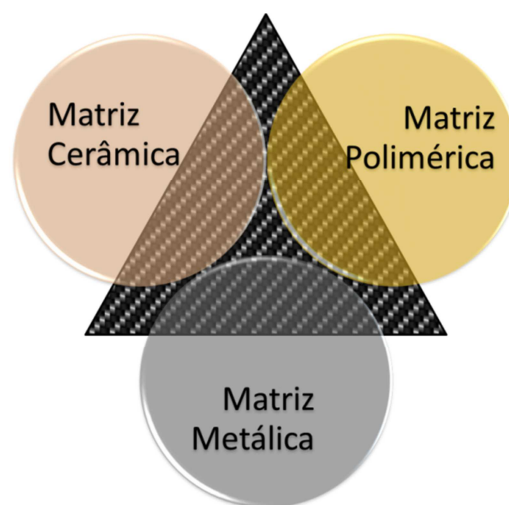
Figura 2. Comparação entre metais convencionais e compósitos.



Fonte: Adaptada de Chawla (1998).

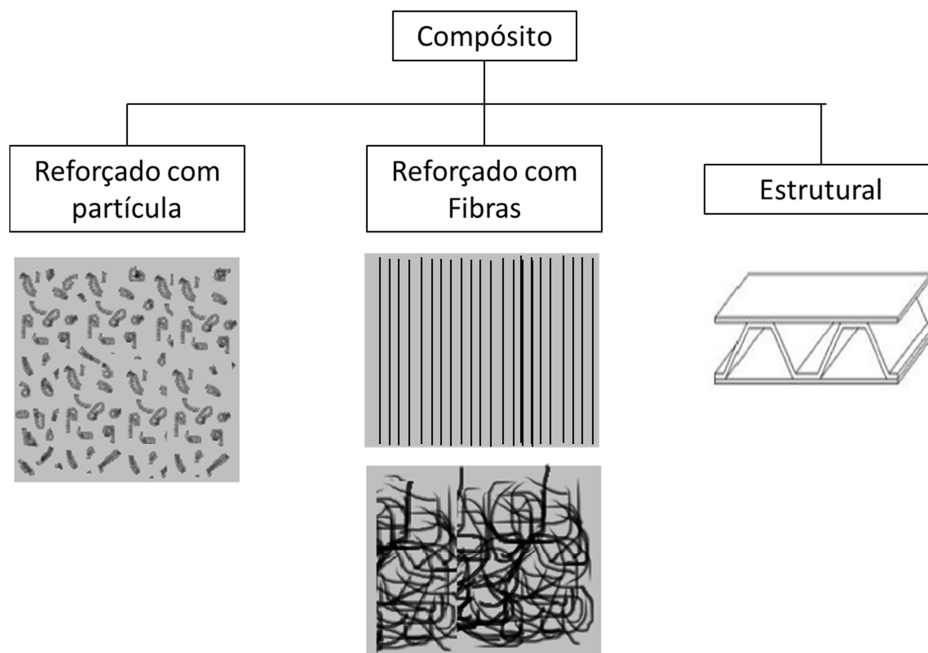
Os compósitos podem ser classificados conforme ilustrado nas Figuras 3 e 4. Na Figura 3 é possível visualizar a possibilidade de utilizar matriz polimérica, matriz metálica ou matriz cerâmica unidas a um reforço para formação de três tipos de compósitos baseados na matriz. Em seguida, a Figura 4 demonstra uma classificação segundo o reforço, evidenciando um grande número de combinações para compósitos, que vai depender da necessidade e aplicação.

Figura 3. Classificação dos compósitos segundo a matriz.



Fonte: Adaptado de Pardini *et al.* (2006).

Figura 4. Classificação dos compósitos segundo o reforço.



Fonte: Adaptada de Baker (2004).

Os compósitos formados por matrizes poliméricas e reforçados com fibras contínuas são atraentes para a utilização aeronáutica devido à baixa massa específica e elevada resistência mecânica. O trabalho realizado por Brocks *et al.* (2013) demonstrou uma boa reprodutibilidade para produção de compósitos poliméricos com reforço fibroso em laboratório para ensaios térmicos e mecânicos. Segundo Bodaghi (2016), a aplicação de elevado volume de fibra de carbono com matriz polimérica em um sistema de alta pressão via moldagem por transferência de resina diminui a porcentagem de vazios no material. Tais pesquisas foram inspiradoras para a escolha dos materiais base para processamento do compósito no presente trabalho.

### 3.1.1 Matriz

Nos compósitos, a matriz é o material responsável por envolver o reforço e também pela sua união e distribuição da carga aplicada ao material. A utilização de matrizes poliméricas tem sido atrativa devido a baixa massa específica, comparada a matrizes metálicas por exemplo. As interações entre matriz e reforço podem ser divididas em duas partes, que são: interação física (ancoramento mecânico – adesão mecânica entre a matriz e o reforço) e interação química (ligação química). Para uma distribuição constante da carga aplicada, é necessária uma matriz tenacificada com dureza relativamente baixa e uma boa adesão matriz/reforço (CIOFFI, 2011; SONG *et al.*, 2011).

A resina epóxi tem grande destaque como matriz devido ao módulo de elasticidade e resistência a tração serem maiores do que outras matrizes poliméricas (BEL *et al.*, 2011; CHENG *et al.*, 2010; REIA DA COSTA *et al.*, 2012). Outros fatores importantes que tornam as resinas epóxi atrativas para uso aeronáutico são: resistência química, à umidade e à corrosão, além de boas propriedades térmicas e propriedade adesiva. (SONG *et al.*, 2011; PANZERA *et al.*, 2010; PIRES *et al.*, 2012; SHIINO *et al.*, 2012).

Muito embora as resinas possuam as vantagens citadas acima, elas podem limitar a temperatura de trabalho do compósito, tornando importante uma minuciosa análise térmica antes da sua utilização. O aquecimento do compósito acima da temperatura de estabilidade térmica da resina epóxi resulta na sua degradação. Devido a esta questão, utiliza-se como temperatura de trabalho a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), para garantir que o polímero não passe de um estado rígido para o estado borrachoso, o que prejudicaria suas propriedades mecânicas (CIOFFI, 2011; DONG *et al.*, 2016).

A principal vantagem da resina epóxi para este trabalho é a capacidade de obtenção de baixa viscosidade com a variação da temperatura, fato esse que a torna vantajoso para o processo na moldagem por transferência de resina. Com a baixa viscosidade durante a impregnação, compósitos processados com resinas epóxi possuem uma fração volumétrica de vazios consideravelmente baixa, garantindo boas propriedades mecânicas em um material sem grandes concentrações de imperfeições na impregnação ao longo do laminado. A matriz é a responsável pelo formato do material e possui baixa contração durante a cura, que poderia gerar tensões residuais internas no material (ZACHARUK *et al.*, 2011; LOPES *et al.*, 2010; VAN VELTHEM *et al.*, 2015).

### **3.1.2 Reforço**

O reforço é o material que possui a responsabilidade estrutural, por consequência, contribui com maior resistência mecânica. Este pode apresentar formas contínuas, picadas ou em formato de partículas. A fibra é o reforço comumente utilizado na indústria aeronáutica. Elas são formadas de milhares de filamentos que possuem diâmetro entre 5 e 20  $\mu\text{m}$ . A medida em que as fibras se tornam mais finas, ocorre a tendência do material se tornar mais resistente, devido a diminuição de defeitos no material que poderia induzir a falhas (PARDINI *et al.*, 2006; GAY *et al.*, 2003).

Os formatos dos reforços fibrosos podem ser unidirecionais, na qual o reforço tem resistência máxima na direção da fibra; bidirecionais, conhecida como tecidos ou não tecido e o formato tridimensional, onde a orientação da fibra é multidirecional. A grande vantagem da

fibra nos compósitos é a elevada capacidade de adesão matriz/reforço devido à relação comprimento/diâmetro da fibra, que gera uma elevada superfície de contato (GAY *et al.*, 2003; PARDINI *et al.*, 2006; WU *et al.*, 2016).

#### 3.1.2.1. Fibra de Vidro

São as mais utilizadas em compósitos poliméricos devido à sua ampla aplicabilidade, baixo custo e alta resistência a tração. A fibra de vidro possui, na sua composição, maior porcentagem de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) que é o óxido mais abundante da crosta terrestre. A fibra de vidro apresenta uma boa adesão com matriz polimérica, por meio dos promotores de ligação do tipo organossilanos, que proporciona uma ligação estável, a qual possui material orgânico e inorgânico, representado na estrutura  $\text{Y}-(\text{CH}_2)-\text{Si}-(\text{X})_3$ , sendo que X é o grupo que possui afinidade inorgânica e o Y, o que possui afinidade orgânica (GAY *et al.*, 2003; PARDINI *et al.*, 2006).

Outra vantagem da fibra de vidro é a baixa degradabilidade, devido a sua resistência a ambientes alcalinos e salinos ou radiação ultravioleta, auxiliando o material a obter maior tempo de vida útil. Além de apresentarem características como isolantes térmicos e acústicos, a fibra de vidro é a prova de fogo, apresentam resistência química considerável e baixa massa específica. Somando ainda com as características de baixo coeficiente de expansão térmica, facilidade de manufaturar a fibra devido a alta resistência a partir do seu estado fundido (BRANDY *et al.*, 1984; GAY *et al.*, 2003; REZENDE *et al.*, 2011).

Mesmo com tantas vantagens, as fibras de vidro não apresentam a rigidez necessária para algumas aplicações avançadas, possuindo baixo módulo de elasticidade, auto-abrasividade e a baixa resistência à fadiga em compósitos (GAY *et al.*, 2003; ARAVIND *et al.*, 2015).

#### 3.1.2.2. Fibra de Carbono

A fibra de carbono é um reforço interessante para a indústria aeronáutica, pois o comportamento mecânico é similar ao do aço, porém é leve como plástico. Alvo de estudo para melhoria de eficiência mecânica, as fibras têm foco no aumento dessa resistência e no módulo de elasticidade, com consequente diminuição de ocorrências de falhas. Sua massa específica é da grandeza de  $1,80 \text{ g/cm}^3$  e seus principais precursores são poliácridonitrila, fibra de celulose e piches de petróleo (PARDINI *et al.*, 2006; DONG *et al.*, 2016).

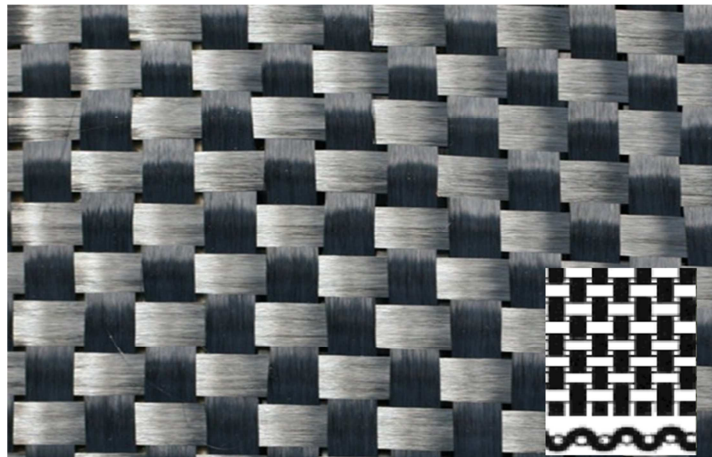
Como desvantagens, a fibra de carbono possui baixa compatibilidade com certas matrizes poliméricas, o que dificulta no processamento de compósitos, acarretando em

imperfeições, tais como vazios. Além disso, a fibra de carbono apresenta baixa resistência ao impacto, fratura frágil, baixa deformação antes da fratura e custo elevado (REZENDE *et al.*, 2007; ZHANG *et al.*, 2011). As utilizações mais predominantes das fibras de carbono são na forma de tecido, os quais secos são utilizados nos processos de moldagem por transferência de resina (YASHIRO *et al.*, 2007; HASIM *et al.*, 2002).

Existe uma ampla variedade de tecidos, os quais estão basicamente relacionados a relação trama e urdume, ao direcionamento de fibras e ao número de fios por filamentos. Os tecidos mais encontrados na literatura são: *plain*, *Satin* e *Twill weave* e também o não-tecido mais conhecido é o *Non-Crimp Fabric* (NCF), sendo este unidirecional, bidirecional ou quadriaxial (HASIM *et al.*, 2002; YASHIRO *et al.*, 2007; ZHANG *et al.*, 2011).

O tecido tipo *plain* tem a relação trama/urdume 1x1 e tem sido utilizado na última década nas indústrias aeronáuticas, automotivas e em pesquisas devido a elevada resistência no formato do tecido e estabilidade estrutural (YASHIRO *et al.*, 2007; HASIM *et al.*, 2002; ZHANG *et al.*, 2011). Os compósitos com tecidos *plain weave* podem ser estudados com base nas propriedades obtidas dos fios de fibras, devido a sua estrutura ser mais regular. A Figura 5 ilustra um tecido *plain weave*, junto com seu desenho e perfil de trama 1x1 (GOU *et al.*, 2015)..

Figura 5. Representação do tecido de fibra de carbono *plain weave*.



Fonte: Adaptada de Chawla (1998).

Mesmo com maior resistência mecânica e menor massa específica do que a fibra de vidro, o elevado custo da fibra de carbono conduz à necessidade de uma linha de pesquisa alternativa para viabilizar seu uso. Além disso, nova demanda por sustentabilidade, também em vista da escassez de oferta de combustíveis fósseis, torna possível e imperativo a adoção de compósitos híbridos como resposta. A adição de fibras de vidro em um compósito de

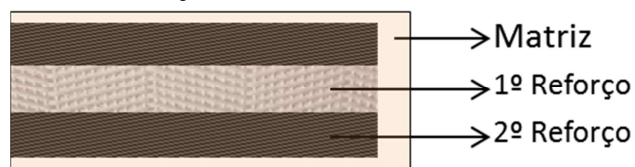
carbono pode diminuir o custo como consequência da quantidade de fibras de carbono. Portanto, é possível obter uma cooperação entre duas fibras em uma mesma matriz, sendo que as vantagens de um reforço podem suprir as desvantagens de outro (ZHANG *et al.*, 2012; SWOLFD *et al.*, 2014; DONG *et al.*, 2015).

### 3.1.2.3. Compósito Híbrido

A definição de um compósito híbrido é a utilização de dois ou mais tipos de reforços em uma mesma matriz, ilustrado na Figura 6. O objetivo é um efeito sinérgico com reforços diferentes para obtenção de um novo material, evidenciando as vantagens dos dois reforços para diminuir desvantagens dos mesmos (TARPANI *et al.*, 2011; SOUSA *et al.*, 2007).

Compósito híbrido é um conceito importante para se explorar, pois no mesmo sentido da definição de compósitos, um híbrido pode ser capaz de fornecer características e propriedades que seus compósitos base não poderiam fornecer. Um exemplo é o compósito híbrido de carbono/vidro, no qual a alta rigidez do carbono é capaz de suprir a baixa resistência mecânica do vidro; e a resistência ao impacto e menor custo da fibra de vidro geram um compósito com maior equilíbrio mecânico além de apresentar menor custo (GUERMAZI *et al.*, 2014; TARPANI *et al.*, 2011; SOUSA *et al.*, 2007).

Figura 6. Compósitos híbrido reforçado com fibra de vidro e de carbono.

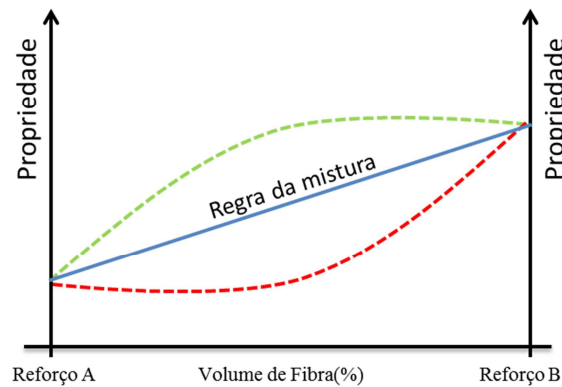


Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 7 ilustra um a regra da mistura para compósitos, na qual a adição do terceiro material (reforço) pode acarretar em uma melhora das propriedades diretamente proporcionais a porcentagem de cada tipo de reforço (linha azul); pode apresentar melhores características do que as proporções de volume de fibra (linha tracejada verde); podendo também apresentar pior propriedade do que a proporção de volume de fibra (linha tracejada vermelha). Devido a esta possibilidade tem-se a necessidade de estudos de caracterização de compósitos híbridos (SWOLFS *et al.*, 2014).



Figura 7. Regra da mistura em compósitos.



Fonte: Adaptado de Sowlfs (2014).

As propriedades mecânicas dos híbridos são definidas de acordo com a combinação, arranjo e quantidade de fibras na matriz polimérica, normalmente processados com um reforço de alto módulo e outro de baixo módulo. Os compósitos já apresentam uma boa aceitação no mercado. Os compósitos híbridos podem alcançar uma aceitação ainda maior, em razão de que sua grande vantagem é a adaptação das propriedades de acordo com modificações na disposição e configuração do material (SOUSA *et al.*, 2007; SATISH *et al.*, 2010).

Zhang *et al.* (2012) utilizou compósitos híbridos de fibra de carbono e vidro com 50% (v/v), confirmando 15% de perda em resistência a flexão, comparada ao compósito de fibra de carbono. Badie *et al.* (2011), utilizando-se também de uma proporção de 50% de fibras de carbono e 50% de fibras de vidro, observou uma diminuição 25% de resistência à tração e somente 11% na resistência a flexão, comparados aos resultados do compósito de fibra de carbono. Segundo Guermazi *et al.* (2014), a estabilidade térmica (TGA) dos compósitos híbridos foi semelhante aos resultados de compósitos de carbono ou de vidro, com diferença inferior a 5 °C.

Uma preocupação importante para compósitos híbridos reforçados com fibra de carbono e de vidro é o peso do material que pode aumentar, devido à densidade da fibra de vidro ser pouco superior a de carbono. Contudo, segundo Guermazi *et al.* (2014), que processou compósitos híbridos intercalados de carbono e vidro, a fração volumétrica de vazios apresentou valores inferiores aos dos compósitos base, ou não-híbridos, característica tal que garante uma boa impregnação e sua utilização estrutural aeronáutica.

### 3.2 Moldagem por Transferência de Resina

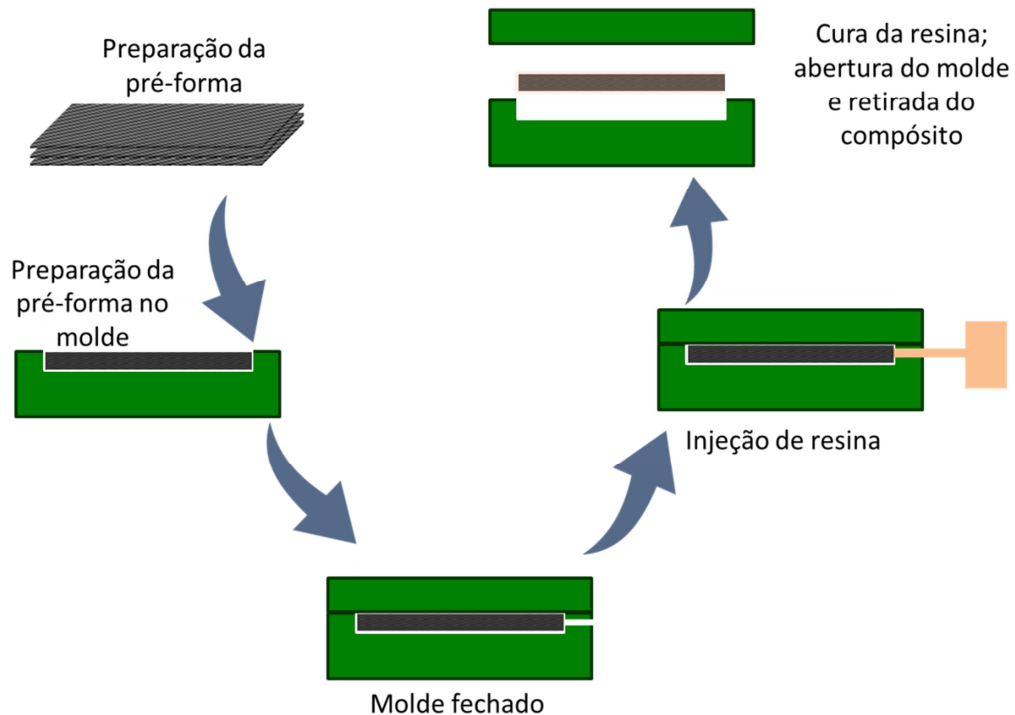
Moldagem por transferência de resina (RTM) é o processamento de compósito no qual a resina é injetada na forma líquida com baixa viscosidade dentro de um molde. Neste molde são pré-montadas camadas de tecidos secos. O Molde também é conectado a um sistema de baixo vácuo para retirada de voláteis e ar aprisionado, os quais podem se tornar vazios durante o processamento. O processo RTM possibilita a fabricação de compósitos com diversidade de formatos, que vai depender principalmente do formato do molde (ROSS *et al.*, 1976).

O RTM surgiu como resposta a uma necessidade de maior produtividade, menores custos e boa impregnação das fibras pela resina, além de um ambiente de trabalho limpo, o que tornou a utilização deste processo viável não só para a indústria aeronáutica, mas também para a civil, militar e setores de materiais esportivos. Em geral um molde para longos ciclos de uso é feito em aço ou em alumínio (ROSS *et al.*, 1976; PARNAS *et al.* 1994; REZENDE *et al.*, 2000; SHIINO *et al.*, 2011).

O sistema do RTM realiza injeção em um molde fechado, sendo considerado um ótimo substituto aos processos tradicionais que utilizam moldes abertos e aos que não são capazes de manter elevadas temperaturas requeridas para cura, podendo contaminar o ambiente de trabalho. A Figura 8 ilustra um processo via RTM com molde fechado (ROSS *et al.*, 1976; PARNAS *et al.*, 1994; CIOFFI, 2011; BROCKS *et al.*, 2013).

Todo o sistema de processamento é fechado, com isso a temperatura pode ser controlada desde a injeção até o molde. O sistema de processamento via RTM pode controlar a temperatura de injeção e temperatura de cura, as quais vão depender da resina utilizada. Esse controle de temperatura é importante para administrar a viscosidade de injeção e o tempo de cura. O sistema também controla a pressão de injeção e a pressão de vácuo. A pressão de injeção normalmente é mais alta do que a pressão de vácuo, pois o vácuo é somente para retirada dos voláteis e bolhas de ar aprisionadas no reforço e não para direcionar o fluxo, no processo via RTM (SPOERRE *et al.*, 1970; Parnas *et al.*, 1994; VARNA *et al.*, 1995).

Figura 8. Processo via RTM.



Fonte: Produção do próprio autor.

Uma grande preocupação com o processamento de compósitos é a formação de vazios ao longo do laminado, que são concentradores de tensão e influenciam diretamente as propriedades mecânica do material. O processo RTM é utilizado por diversos pesquisadores, com reforço sintético e natural e, se bem configurado, pode gerar uma fração volumétrica de poros baixa o suficiente para garantir a capacidade de suportar requisitos mecânicos adequados para a solicitação (SPOERRE *et al.*, 1970; MONTORO, 2014).

### 3.2.1 Permeabilidade

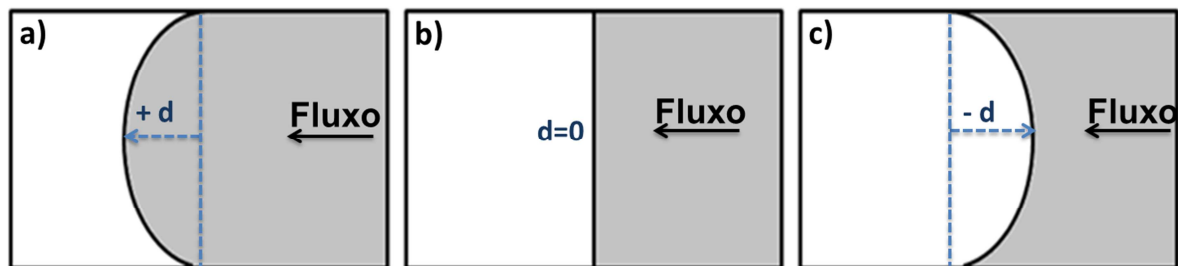
Para que um compósito seja apropriado para uso aeronáutico, é imperativo que a matriz permeabilize a pré-forma com o reforço no interior do molde, do contrário tem-se baixa impregnação da fibra pela resina, o que altera as propriedades mecânicas. O ensaio de permeabilidade é capaz de simular as condições de processamento, sendo a propriedade na qual um reforço pré-montado permite ser penetrado pela matriz polimérica (PARNAS *et al.*, 1994; SCHIMIDT *et al.*, 2009; MORREN *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2011).

Uma condição similar ao efeito de capilaridade ocorre na frente de fluxo da resina durante a impregnação. O raio ou distância de frente de fluxo depende dos mesmos parâmetros de impregnação usados para avaliar a permeabilidade (pressão, temperatura,

viscosidade, fração volumétrica de fibra). A Figura 9 demonstra três tipos de efeitos capilares que podem ocorrer no RTM (MORREN *et al.*, 2009; LI *et al.*, 2010; OUAGNE *et al.*, 2013).

Para uma frente de fluxo positivo e zero, o efeito capilar é favorável para a impregnação de resina, resultando num compósito contínuo e homogêneo, com impregnação igual do início ao final do laminado. Quando ocorre frente de fluxo negativo é comum ocorrer falta de resina na parte central ou no final do compósito, resultando em um compósito heterogêneo. A frente de fluxo negativo ocorre quando a resistência ao fluxo de resina, imputado pelo reforço, é maior do que a pressão ou a viscosidade. Um fenômeno chamado *race-tracking* ocorre em fluxos negativos, neste caso se torna mais fácil para a resina fluir pelas laterais do molde do que pelo meio, onde se encontro o reforço. Este efeito pode ser reparado durante o processo (MORREN *et al.*, 2009; LI *et al.*, 2010; OUAGNE *et al.*, 2013).

Figura 9. Frente de fluxo de resina no ensaio de permeabilidade: a) flrente de fluxo positiva; b) frente de fluxo nula e c) frente de fluxo negativa.



Fonte: Produção do próprio autor.

O ensaio de permeabilidade é importante para avaliar os melhores parâmetros de processamento de compósito, que são: a viscosidade da matriz; a temperatura de injeção; pressão de injeção; arquitetura e disposição do tecido e porcentagem de reforço.

A lei de Darcy rege o ensaio de permeabilidade, Eq. (1), estabelecendo a velocidade de fluxo e a permeabilidade. A integral da lei de Darcy, descrita pela Eq. (2), evidencia a unidade de permeabilidade, onde a nova variável  $\phi$  é a fração de vazios ou porosidade do reforço, que pode ser expresso pela equação  $\phi = 1 - V_f$  (fração volumétrica de fibra). A expressão  $x^2/t$ , é a distância ao quadrado do fluxo dividido pelo tempo, mais precisamente é o coeficiente da equação linear da reta gerado pelo gráfico pontual de distância do fluxo pelo tempo.

$$V = -\frac{K \Delta P}{\mu \Delta x} \quad (1)$$

$$K = \frac{\varphi \mu x^2}{2P_{inj} t} \quad (2)$$

Sendo,

$V$  = Velocidade de fluxo m/s;

$K$  = Permeabilidade em m<sup>2</sup>;

$\Delta P/\Delta x$  = Diferença de pressão / diferença da distância percorrida em Pa/m;

$\varphi$  = Porosidade do tecido unidade adimensional;

$\mu$  = Viscosidade da resina em Pa.s;

$x^2/t$  = distância ao quadrado percorrida pelo fluxo pelo tempo em m<sup>2</sup>/s.

Desenvolvida por Kozeny-Carman a permeabilidade absoluta trata o valor máximo que a permeabilidade pode alcançar em função dos parâmetros do meio poroso, expressa na Eq. (3). A permeabilidade adimensional  $K/D^2$ , exposta pela Eq. (4), é obtida ao isolar o diâmetro da Eq. (3). Esta equação é principalmente utilizada para fibra contínuas, na qual demonstra uma relação de  $\varphi$  em função do diâmetro  $D$ . Sendo  $\tau$  é a tortuosidade do meio e  $s$  a área superficial do reforço, na qual  $s = 6(1 - \varphi)/D$  (SHIMIDT *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2011; NGUYER *et al.*, 2014).

Para fins de engenharia é comum utilizar a permeabilidade adimensional para comparar a permeabilidade para diferentes tipos de tecidos, com diferença entre diâmetros das fibras, arquitetura e disposição dos tecidos. A permeabilidade adimensional gera resultados mais sensíveis à variação da porosidade do meio fibroso (SHIMIDT *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2011; OUAGNE *et al.*, 2013).

$$K_{absoluto} = \frac{1}{2} \frac{\varphi^3}{s^2 \tau^2} \quad (3)$$

$$\frac{K}{D^2} = \frac{1}{72} \frac{\varphi^3}{(1 - \varphi)^2 \tau^2} \quad (4)$$

### 3.3.1.1. Tortuosidade

A tortuosidade é uma medição do quanto uma curva gera desvio ao fluxo de um caminho que poderia ser reto. A tortuosidade, medido pelo porosímetro de mercúrio, contabiliza todos os desvios do caminho de um fluxo de impregnação em um único parâmetro adimensional. Essa medição é utilizada para descrever a dificuldade de permeabilidade de solos, concretos e materiais cerâmicos porosos na engenharia civil e ambiental (LEON, 1998; ZENG *et al.*, 2013; JORNE *et al.*, 2012).

A equação adotada pelo porosímetro de mercúrio utiliza  $\varphi$  como a porosidade do tecido e  $\rho_{Hg}$  como a densidade do mercúrio, correlacionados na Eq. (5), utilizada para calcular a tortuosidade  $\tau_c$ . As constante da equação são uma relação entre pressão de injeção e ângulo da curva. A escala de tortuosidade da Eq. (5) é de até 2,23, onde quanto mais próximo de 2,23 maior é a tortuosidade, para poros abertos (LEON, 1998; GIESCHE, 2006).

$$\tau_c = 2,23 - 1,13\varphi\rho_{Hg} \quad (5)$$

Para um material considerado com alto índice de tortuosidade, vazios fechados e caminhos complexos de porosidade a tortuosidade é superior a 2,23, tornando necessário um equacionamento mais complexo, Eq. (6). Esta equação encontra o valor de tortuosidade para materiais sólidos com caminhos de poros complexos e fechados. Este caso não se aplica às arquiteturas de reforços fibrosos, pois não possuem poros fechados (LEON, 1998; GIESCHE, 2006).

$$\tau_c = (2,23 - 1,13V_{co}\rho_{Hg})(0,92y)^{1+E} \quad (6)$$

Sendo,

$$y = \frac{4}{s} \sum \frac{\Delta V_i}{d_i} \quad (7)$$

As definições das variáveis são dadas por:

$s$  = Área superficial total;

$\Delta V_i$  = A mudança do volume do poro dentro de um intervalo de tamanho de poro  $i$ ;

$d_i$  = O diâmetro médio dentro de um intervalo de tamanho de poro  $i$ ;

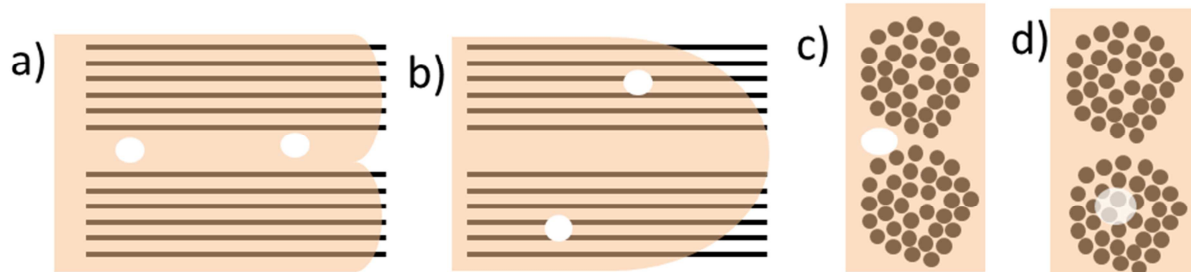
$E$  = Exponencial do formato do poro.

### 3.3 Vazios

Vazios, também conhecidos por porosidades são defeitos resultados de uma descontinuidade na impregnação, falta de impregnação na interface matriz/reforço e por monômeros não reagidos. Este tipo específico de defeito tem gerado importantes temas de melhoria das técnicas de processamento, uma vez que reduzem o desempenho mecânico, tais como resistência ao cisalhamento interlaminar, resistência à flexão e resistência à compressão (VARNAS *et al.*, 1995; PARK *et al.*, 2011; MONTORO, 2014).

A formação de vazios sofre forte influência dos parâmetros de processamento da resina, bem como a fração de reforço e tipo de trama (COSTA *et al.*, 2001; PARK *et al.*, 2011). Segundo Park *et al.* (2011), que estudou a simulação do fluxo de resina, quando a fibra gera uma maior facilidade ao fluxo existe maior possibilidade da formação dos vazios ocorrer entre os filamentos e quando as fibras inferem maior resistência ao fluxo os vazios tendem a ser formados dentro dos filamentos, conforme ilustração da Figura 10.

Figura 10. Diferentes posições de formação de vazios: a) vazios entre filamentos de fibra (fluxo longitudinal); b) vazios junto as fibras (fluxo longitudinal); c) vazios entre os filamentos (fluxo transversal) e d) vazios junto aos filamentos (fluxo transversal).



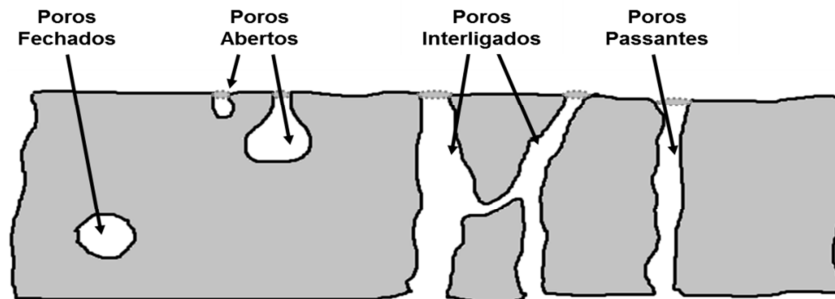
Fonte: Park (2011).

Os compósitos, quando submetidos à aplicação de carga, perdem resistência mecânica visto que os vazios são concentradores de tensões. A grande influência mecânica que um poro pode causar em um compósito é a diminuição da interface entre a matriz e o reforço. Ocorre então a diminuição da área em que a matriz distribui a carga para o reforço, concentrando a tensão aplicada. O resultado disso é o rompimento prematuro (PARK *et al.*, 2011; OLIVEIRA *et al.*, 2014).

Os vazios superficiais prejudicam a resistência mecânica dos compósitos, devido ao fato de que a fratura se inicia em falhas superficiais. Outro ponto importante sobre poros abertos, em materiais onde a aplicação é para fluxo de líquidos ou ar, é a tendência em causar turbulência no fluxo, gerando perda de carga. Os poros sem conexão com a superfície são formados pelo fechamento de poros na superfície ou por gases liberados durante o processo

que não houve tempo de sair do material ou de reagir. A Figura 11 ilustra os tipos de poros com e sem conectividade a superfície (GIESCHE, 2006; PARK *et al.*, 2011; MONTORO, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2014).

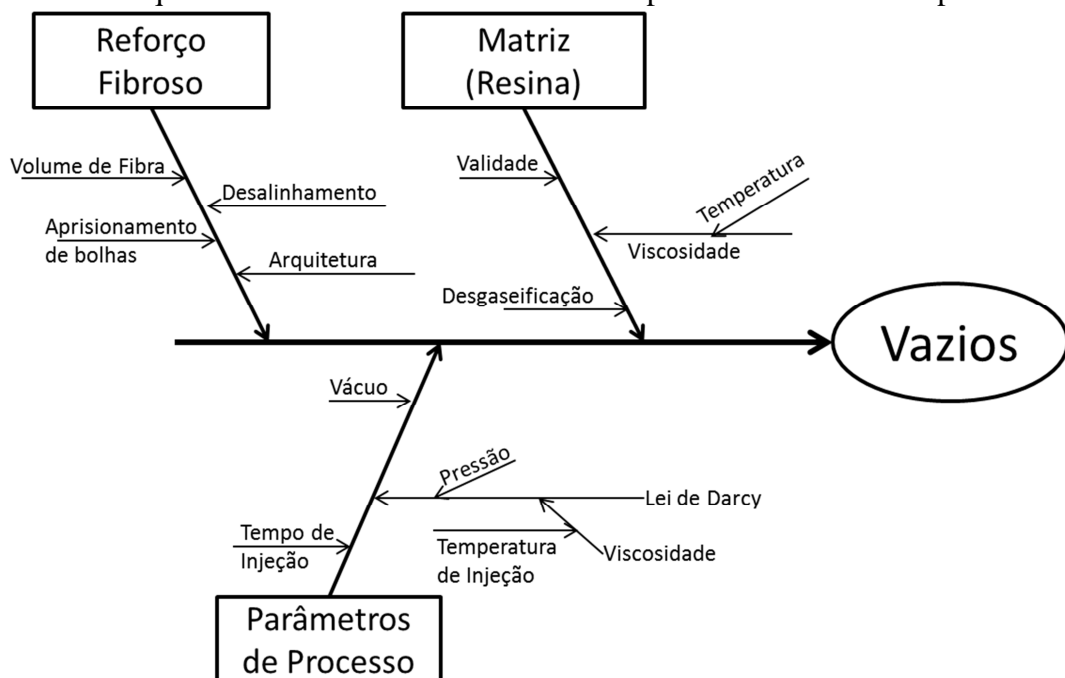
Figura 11. Ilustração de poros abertos e fechados.



Fonte: GIESCHE (2006).

Diversos estudos e pesquisas foram realizados para melhorar os parâmetros da matriz, do reforço e do processamento com o objetivo de garantir uma boa impregnação sem espaços vazios ou bolhas no compósito. Com o objetivo de detalhar a formação de vazios durante o processamento foi feito um diagrama de Ishikawa (ISHIKAWA, 1990), Figura 12, no qual o efeito principal é a formação de vazios e as causas dessa formação (SPOERRE *et al.*, 1970; DA COSTA *et al.*, 2012; KRATZ *et al.*, 2013; VISMARA *et al.*, 2014).

Figura 12. Causas que resultam como efeito os vazios no processamento de compósitos.



Fonte: Produção do próprio autor.

A matriz, representada pela resina epóxi, possui alguns fatores que podem influenciar diretamente na formação de vazios no material final. Segundo Montoro (2014) algumas



resinas epóxis têm a necessidade de desgaseificação, que pode ser feito pelo aquecimento prévio em uma estufa à vácuo para retirada de bolhas da matriz quando na fase líquida. Utilizar a temperatura, tempo e pressão de vácuo adequado para a desgaseificação é um fator que garante um processamento com ausência de bolhas na resina, diminuindo o fator que pode aumentar a fração de vazios no compósito (DA COSTA *et al.*, 2012).

A viscosidade da resina, para o processamento via RTM, é extremamente importante de modo a se obter uma boa permeabilidade e, conseqüentemente, uma boa impregnação da fibra pela matriz. Os fatores que gerenciam a viscosidade da resina são: o catalizador, o endurecedor e principalmente a temperatura. Para se atingir viscosidade baixa o suficiente para o processamento, uma temperatura relativamente alta é necessária, e esta depende da resina utilizada, podendo ser a temperatura ambiente ou até a temperaturas superiores à 100 °C (SPOERRE *et al.*, 1970; PARNAS *et al.*, 1994; VARNAS *et al.*, 1995; SHIINO, 2011).

O processamento ideal é atingido quando se tem a temperatura adequada que mantenha uma viscosidade baixa em tempo o suficiente para processamento. Em outras palavras, a resina precisa atingir uma viscosidade baixa e manter-se com essa viscosidade até o final da injeção, antes do tempo de gelificação. Isso vai garantir impregnação adequada do reforço (SPOERRE *et al.*, 1970; PARNAS *et al.*, 1994; VARNAS *et al.*, 1995; BROCKS *et al.*, 2013)

Ainda sobre a matriz polimérica, uma vertente importante a se observar é a validade e a característica do estoque desta. Algumas resinas necessitam serem estocadas em temperaturas negativas, outras em temperatura ambiente. A grande preocupação é o fato de que após o vencimento ou, ainda, em caso de armazenamento inadequado, as características térmicas da resina são modificadas por se tratar de um termorrígido, e a eficiência para injeção e cura fica completamente comprometida (VISMARA *et al.*, 2014; KRATZ *et al.*, 2013).

Outro fator que pode influenciar na formação de vazios nos compósitos é o reforço fibroso. Mesmo em caso de fibras de carbono e vidro contínuas, amplamente utilizadas, e com diâmetro na escala de 5 à 20 µm, o volume de fibra e a arquitetura, ou, ainda tramagem do tecido são fatores que geram resistência ao fluxo de resina. Para vencer essa resistência os parâmetros de processamento devem se adequados para garantir impregnação completa da pré-forma. Qualquer desalinhamento da fibra, por exemplo, pode causar acúmulo de resina ou aprisionamento de bolhas, o que fazem diminuir a resistência mecânica do material. A partir do cuidado de se obter um meio fibroso sem desalinhamentos, os demais parâmetros de

processamento devem ser adequados para que o fluxo de resina possa vencer o volume e arquitetura das fibras (KEDARI *et al.*, 2011; PARK *et al.*, 2011; OLIVEIRA *et al.*, 2014).

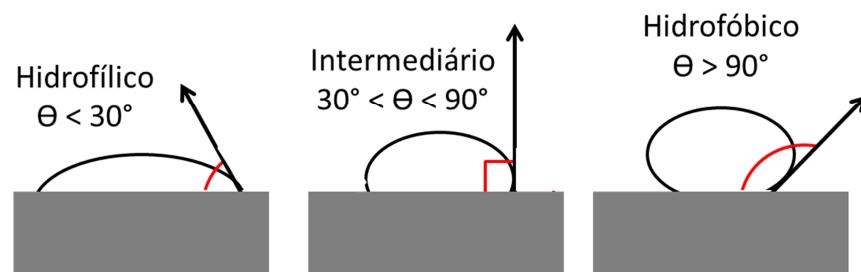
Dentre os parâmetros de processo, o vácuo tem a importante função de retirar os voláteis liberados durante o processamento e a retirada de bolhas aprisionadas no material (PARNAS *et al.*, 1994; BROCKS *et al.*, 2013). A lei de Darcy vem em conformidade com o estudo de permeabilidade, pela qual a temperatura de injeção, viscosidade da resina e pressão do sistema são os parâmetros fundamentais para garantir uma boa impregnação da fibra pela resina. Assim evita-se a presença do *race-tracking*, mantendo a impregnação contínua ao longo de todo laminado. O tempo de injeção deve ser ideal a ponto de garantir a impregnação completa da pré-forma, retirada de bolhas e volateis, e finalmente evitando a formação de porosidade no material (MORREN *et al.*, 2009; LI *et al.*, 2010; OUAGNE *et al.*, 2013).

### 3.4 Porosimetria de Mercúrio

A porosimetria de mercúrio é uma técnica estabelecida para caracterização de porosidade em materiais sólidos. Segundo León 1998, A IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry's*) afirma que a porosimetria de Hg é aceita como uma medida padrão do volume total de vazios, bem como a distribuição do tamanho de poro.

O elevado ângulo de contato com a superfície, na faixa de  $90^\circ$  à  $179^\circ$ , e baixa viscosidade do mercúrio (17 mPa.s) em elevado índice de pureza (99%), rende uma boa capacidade de impregnação no meio poroso. A Figura 13 indica a interação entre líquido e sólido. A grande vantagem na utilização do mercúrio, com ângulo de contato com característica hidrofóbico, é o menor contato com a superfície do material, facilitando a impregnação no meio poroso (LEON, 1998; ZENG *et al.*, 2012).

Figura 13. Ângulo de contato entre uma superfície e um líquido.



Fonte: Produção do próprio autor.

A medição total de poros é realizada pela simples formulação da Eq. (8), onde o volume  $V_a$  é o volume da amostra e  $V_i$  é o volume de mercúrio introduzido até a pressão máxima aplicada (LEÓN, 1998).

$$\text{Porosidade (\%)} = 100 \frac{V_a}{V_i} \quad (8)$$

A medição de porosidade é feita em dois estágios: baixa pressão e alta pressão. A baixa pressão é comumente utilizada para materiais com alta concentração de poros superficiais com diâmetros de vazios maiores. Para materiais de baixa fração volumétrica de vazios e menores diâmetros é utilizado o estágio de alta pressão, onde se tem uma leitura de porosidade mais profundos na amostra, com o auxílio de pressão na intrusão do mercúrio. Para realização do estágio de alta pressão, é necessário passar pelo estágio de baixa pressão, pois a alta pressão é complemento da baixa pressão (GIESCHE, 2006).

A intrusão de mercúrio realiza leitura dos poros que tem alguma ligação com a superfície da amostra, por menor que ela seja. Sendo assim é uma técnica que é capaz de realizar a caracterização da fração volumétrica e distribuição dos tamanhos de poros superficiais. Para realizar a leitura total de porosidade de um material existe a possibilidade da utilização da técnica de porosimetria de Hg unida com outras técnicas já conhecidas, como por exemplo, a digestão ácida. Outra possibilidade é a realização de um seccionamento da amostra para uma varredura completa no material (LYCKFELDT *et al.*, 1998; MOORE *et al.*, 2004; PERES *et al.*, 2011; AGUEDA *et al.*, 2015).

Por se tratar de compósitos para uso estrutural aeronáutico, tem-se a grande preocupação em ampliar a caracterização da fração volumétrica de vazios. Considerando que um importante foco para desenvolvimento de compósitos é, além da baixa massa específica, resistência mecânicas adequada para aplicação do projeto. Nesta vertente, pequenos concentradores de tensão (porosidade) podem ter uma influencia na formação de trincas e causar a fratura do material (MONTORO *et al.*, 2011).

O método de análise via porosimetria de mercúrio é uma técnica amplamente utilizada nas áreas de cerâmica e em outros tipos de materiais, então foi verificada a viabilização da técnica para o uso na área de compósitos avançados. Sendo também de interesse da indústria aeronáutica nacional. Ocorre aqui a oportunidade de realizar um ensaio com um grau de detalhamento elevado, no que diz respeito a distribuição de tamanho do poro e fração volumétrica de vazios, ainda com uma exatidão de acerto de medição, por se tratar de um

equipamento com alto nível de precisão (LI *et al.*, 1986; KIERZKOWSKA *et al.*, 2013; RAMACHANDRAN *et al.*, 2014).

Um grande desafio encontrado será introduzir a técnica amplamente conhecida em outras áreas para a caracterização de vazios em compósitos estruturais, na qual tem-se um limite para utilização de no máximo 2% em volume de vazios. Uma análise geral da Tabela 1 mostra que a maior fração de vazios já realizada foi de 8%, no restante ocorre uma variação média de 36% de vazios. Para uma análise tão sensível tem-se a necessidade de melhoria de rotina dos parâmetros de análise.

Tabela 1. Utilização do porosímetro de Hg para análise de porosidade.

Grande área	Especificação	Fração Volumétrica de vazios [%]	Referência
<b>Cerâmico</b>	Alumina, Magnésio, fécula de batata natural	17-45	Lyckfeldt <i>et al.</i> , 1998
<b>Cerâmico</b>	Cimento	15-60	Li <i>et al.</i> , 1986
<b>Cerâmico</b>	CaO	35-90	Kierzkowska <i>et al.</i> , 2013
<b>Cerâmico</b>	nanopartícula-CaCO <sub>3</sub>	15-60	Xu <i>et al.</i> , 2011
<b>Cerâmico</b>	Carvão	20-80	Yao <i>et al.</i> , 2012
<b>Cerâmico</b>	grafite Gilson Carbono	16-20	Laudone <i>et al.</i> , 2014
<b>Cerâmico</b>	Concreto	15-35	Wyrzykowski <i>et al.</i> , 2014
<b>Cerâmico</b>	Arenitos	8-16	Campos <i>et al.</i> , 2015
<b>Cerâmico</b>	Biocarvão	25-65	Brewer <i>et al.</i> , 2014
<b>Cerâmico</b>	Carvão	12-20	Okolo <i>et al.</i> , 2015
<b>Cerâmico</b>	Xisto	22	Kuila <i>et al.</i> , 2014
<b>Cerâmico</b>	Cimento	60	Antoijevic <i>et al.</i> , 2014
<b>Cerâmico</b>	MgO	26-36	Ramachandran <i>et al.</i> , 2014
<b>Polímero</b>	Andaime de Poli (fumarato de propileno)	70-90	Moore <i>et al.</i> , 2004
<b>Polímero</b>	partículas de hidratos de carbono	20	Peres <i>et al.</i> , 2011
<b>Polímero</b>	Biopolímeros revestido espumas macroporosas de hidroxiapatita	50	Vila <i>et al.</i> , 2011
<b>Polímero</b>	membranas de transporte de oxigênio	26-41	Schulze-Küppers <i>et al.</i> , 2013
<b>Polímero</b>	membrana de Pd	20	Sanz <i>et al.</i> , 2011
<b>Polímero</b>	Filtros de Celulose	25	Gribble <i>et al.</i> , 2011
<b>Metal</b>	UTSA-16 Estrutura de metal orgânico	49-60	Agueda <i>et al.</i> , 2015

Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.5 Análise da distribuição de Weibull

Qualquer descontinuidade de impregnação nos compósitos pode gerar uma grande dispersão nos resultados de fração volumétrica de vazios. Sendo necessário a utilização de uma análise estatística da distribuição dos resultados experimentais (BAKAR *et al.*, 2015; QUERCIA *et al.*, 2016).

A distribuição de *Weibull*, muito utilizada em análise de resultados de fadiga, mostrou-se extremamente útil na análise da confiabilidade de resultados, pois se trata de uma ferramenta com nível de confiabilidade controlada para modelar número de ciclos necessários para ocorrer falha e vida em fadiga (NGUYEN *et al.*, 2014; QUERCIA *et al.*, 2016).

Para utilização da ferramenta estatística de *Weibull*, dois parâmetros são necessários para realização de uma equação funcional, no caso de trabalhos em fadiga são tensão e número de ciclos (WEIBULL *et al.*, 1951).

O equacionamento conhecido como função densidade acumulada, que é a descrição da probabilidade associada aos valores de uma variável aleatória, é descrito pela Eq. (9) (WEIBULL *et al.*, 1951).

$$F_f(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta} \quad (9)$$

Considerando que a função da Eq. (9) é uma probabilidade de falha descrita em porcentagem, uma analogia da confiabilidade pode ser descrita subtraindo o resultado da função acima por um, conforme Eq. (10), gerando uma função de confiabilidade (WEIBULL *et al.*, 1951)

$$R_x = 1 - F_f(x) \quad (10)$$

Aplicando-se logaritmo neperiano em ambos os lados da Eq. (9), o resultado é a Eq. (11), que pode ser associada a uma equação linear da reta, onde para diferentes níveis de confiabilidade são gerados diferentes valores de ciclos em uma determinada tensão, associada a Eq. (12) (WEIBULL *et al.*, 1951).

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - F_f(x)} \right) \right] = \beta \ln(x) - \beta \ln(\alpha) \quad (11)$$

$$Y = mX + c \quad (12)$$

Sendo,

$$\alpha = e^{\frac{-c}{\beta}}$$

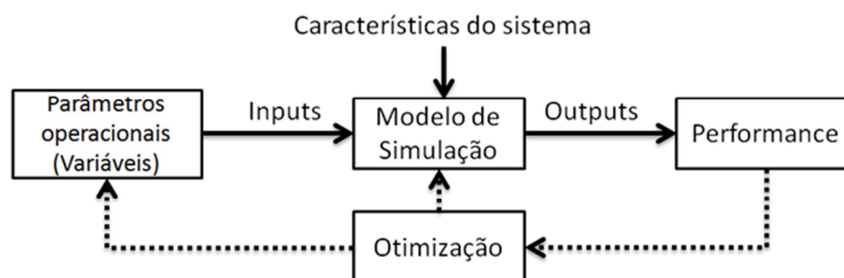
$$m = \beta$$

### 3.6 Planejamento de Experimentos

O desenvolvimento de um produto e a melhoria ou otimização de processo são marcados pelas grandes quantidades de fatores e variáveis que, conseqüentemente, aumentam o tempo de pesquisa, experimentos e análises. Com a necessidade de realização da melhoria de rotina, o planejamento de experimentos se tornou versátil na identificação dos principais fatores que influenciam o processo (PALADINI *et al.*, 2005; PALARDY *et al.*, 2008; PAULO *et al.*, 2017).

O planejamento de experimentos engloba todo o universo de simulação, juntamente com variações externas. Na ocorrência de um resultado indesejado, os parâmetros são ajustados e são realizadas novas simulações. Todos os fatores que são controláveis são classificados como fatores de sinal, enquanto os fatores que não podem ser controlados são denominados como ruído. Finalmente os parâmetros estabelecidos pela pesquisa são chamados de controle, ilustrado na Figura 14 (ROY *et al.*, 2001; MONTGOMERY, 2008; SENTHILKUMAR *et al.*, 2010).

Figura 14. Modelo genérico de simulação no planejamento de experimentos.



Fonte: Adaptada de Montgomery (2008).

Desenvolvida por Genichi Taguchi durante a década de 1950, sua metodologia utiliza técnicas estatísticas de controle de processo, no qual a qualidade é medida pelo desvio de um valor especificado e o atributo é construído pelo *design* e não por conformidade dos limites de tolerância e inspeções. Escolher utilizar a o modelo proposto por Taguchi significa minimizar a quantidade de testes, economizando material para ensaio, horas de trabalho, utilização de equipamento e custos, mantendo a mesma confiabilidade nos resultados encontrados (MONTGOMERY, 2008; ROY *et al.*, 2001; DAS *et al.*, 2016).

Shah *et al.* (2015) utilizou a metodologia de taguchi e a análise estatística de variância (ANOVA) para melhorar o processo de fabricação de distribuição de reforço de SiC em uma matriz metálica de alumínio. Com a diminuição de experimentos provindos da matriz ortogonal, foi possível encontrar os parâmetros que mais influenciam o processo de fabricação

com uma comparação entre a variância da média e as relações entre os valores gerados pela ANOVA.

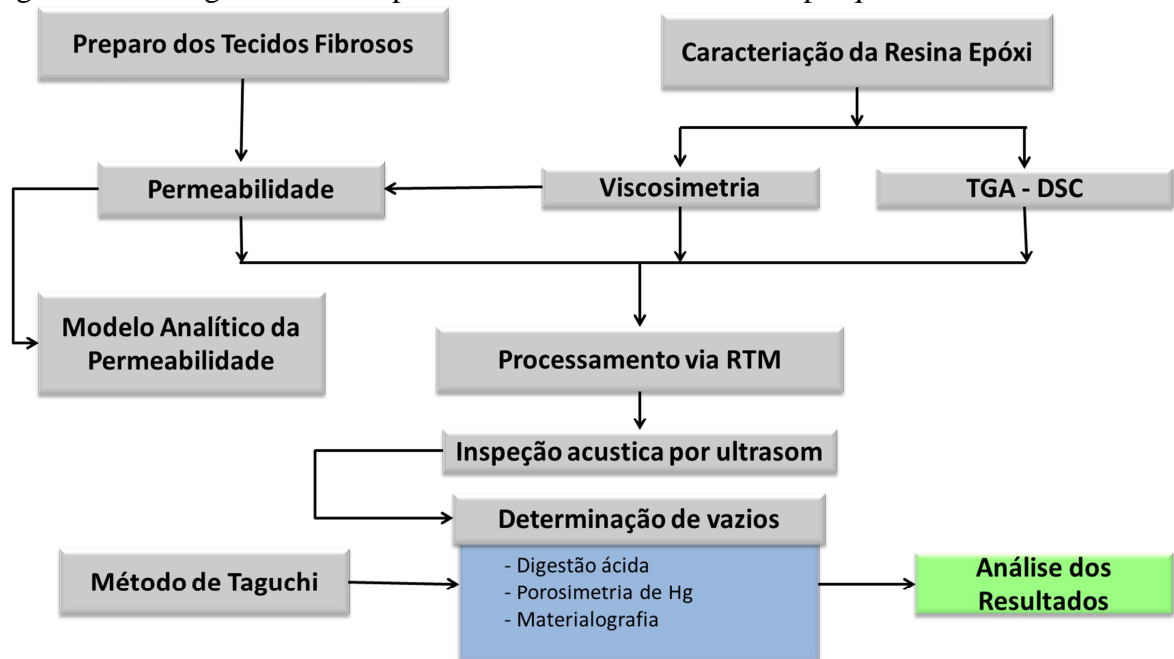
Prasad *et al.* (2014) também realizou um modelo de experimentos com matriz ortogonal de Taguchi e análise de variância, porém, utilizando uma ferramenta mais específica para determinação dos parâmetros de produção do compósito que resulta no melhor comportamento mecânico, que é a superfície de resposta. Além da comparação de variância da média e as relações do quadro de ANOVA, a superfície de resposta mostra visualmente as combinações de parâmetros ótimos para a resposta.

As descrições das matrizes ortogonais, das funções de análise e hipóteses do ANOVA, as equações de análise do Sinal/Ruído e a equação que descreve a superfície de contorno estão descritas no APÊNDICE A.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

No fluxograma, apresentado na Figura 15, é representado todas as etapas que regeram a realização deste trabalho. Para controle de resultados e discussões, os materiais foram caracterizados desde a sua fase resina e reforço, estudo de permeabilidade e processamento dos compósitos, a caracterização do processo via inspeção acústica por ultrassom até a caracterização de fração volumétrica de vazios.

Figura 15. Fluxogramas das etapas realizadas neste trabalho de pesquisa.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 4.1 Caracterização da Resina

A matriz utilizada foi a resina epóxi *PRISM<sup>TM</sup>* EP 2400 fabricada pela *Cytec Engineered Materials*. Essa resina foi escolhida devido ao perfil de viscosidade baixo suficiente à temperatura entre 100 e 120 °C que permite a utilização para moldagem por transferência de resina. A caracterização da resina fornecida pelo fabricante está exposta na Tabela 2, de acordo com ANEXO A.



Tabela 2. Propriedades da resina epóxi EP 2400.

<b>Propriedades</b>	<b>Valores</b>
<b>Densidade da resina curada</b>	1,24 g/cm <sup>3</sup>
<b>Tempo de cura a 180 °C</b>	120 min
<b>Início de cura</b>	120 °C
<b>Viscosidade de injeção</b>	< 100 mPa.s
<b>Viscosidade mínima</b>	40 mPa.s
<b>Tg</b>	179 °C
<b>Tempo de armazenamento</b>	1 Ano (-18 °C)

Fonte: Datasheet Cytec, ANEXO A.

#### 4.1.1 TGA da resina

O equipamento utilizado foi o *SII Nano Technology INC*, modelo TG/DTA 6200, com atmosfera de nitrogênio, na faixa de temperatura de 24 °C até 900 °C, taxa de aquecimento de 10 °C/min, com amostra de aproximadamente 10 mg, ASTM E2550. Equipamento disponível no Laboratório de Reologia e Termoanálise da FEG/UNESP. O objetivo foi analisar a variação de massa das amostras em função de sua temperatura, a fim de confirmar a temperatura de degradação da resina.

#### 4.1.2 Estudo da Cura da Resina

O estudo da cura se consiste na caracterização da resina com o objetivo de obter os parâmetros para processamento e cura da matriz, com o intuito de obter um compósito com adesão entre matriz e reforço adequada.

Para analisar o ciclo de cura da matriz, a resina PRISM<sup>TM</sup> EP 2400, foi utilizado o equipamento da *PerkinElmer*, modelo DSC 8000, obtidos pelo processo CNPq 486083/2012-8 do DMT/FEG/UNESP. Primeiramente foi realizada uma análise dinâmica para encontrar o ponto de início de cura, temperatura de pico e temperatura de final de cura. A análise foi feita em uma célula de alumínio hermeticamente fechada em atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo de gás de 20 mL/min e razão de aquecimento de 10 °C/min. O aquecimento da resina ocorreu entre as faixas de temperatura de 30°C a 300°C.

Depois de realizada a análise dinâmica, foram levantadas três isotermas entre os pontos da temperatura de início e pico, visando encontrar o tempo de cura a determinada temperatura. Utilizou-se o equipamento da *PerkinElmer*, modelo DSC 8000 do DMT/FEG/UNESP. Foi utilizado uma célula de alumínio em atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo de gás de 20 mL/min e razão de aquecimento de 10 °C/min.

### 4.1.3 Viscosimetria

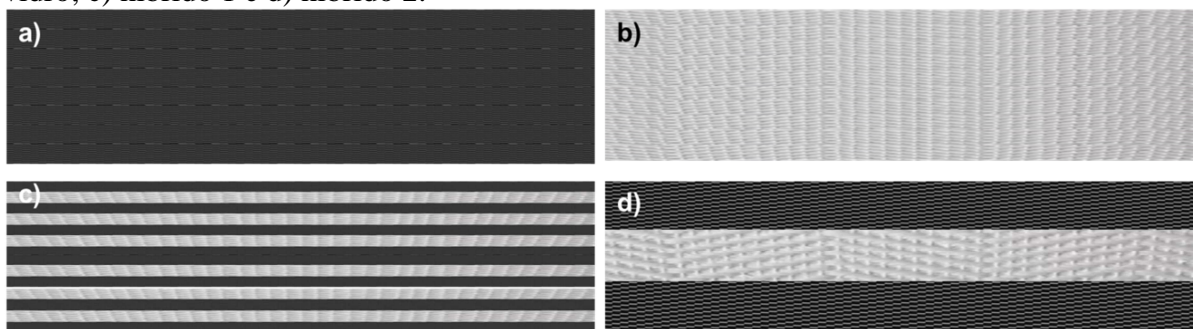
Devido a necessidade de uma matriz fluida para permeabilizar o reforço pré-montado no molde, a viscosidade da resina deve ser baixa o suficiente para tal procedimento. Foram obtidas três curvas isotermas em temperaturas inferiores ao início de cura usadas para medição do cisalhamento interno da matriz, ou viscosidade, e o tempo até o início da gelificação.

O equipamento utilizado foi o viscosímetro *Brookfield* modelo DV-II + PRO – RV, com *spindle* tipo SC4-27 do DMT/FEG/UNESP. O volume de amostragem foi de 10 mL.

## 4.2 Caracterização do reforço fibroso

Foram adotadas quatro arquiteturas de reforços fibrosos para posterior processamento de quatro compósitos, conforme a Figura 16. Para representar a porção de carbono no compósito foi utilizado o tipo *plain weave* AGP 193-P 3k da HexForce™, fibra da Hexcel®, e para representar a porção de vidro no compósito foi utilizado o tipo NCF C-0900 – Biaxial com costura de poliéster da Barracuda®. Os tecidos de fibra de carbono apresentam fibras com 7,1 µm de diâmetro; 1,79 g/cm³ de densidade e cada tecido possui a espessura de 0,2 mm. O reforço de vidro apresenta fibras com diâmetro de 13 µm; densidade de 2,58 g/cm³ e 0,21 mm de espessura do tecido.

Figura 16. Disposição dos tecidos nas quatro pré-formas: a) fibra de carbono; b) fibra de vidro; c) híbrido 1 e d) híbrido 2.



Fonte: Produção do próprio autor.

Essas arquiteturas foram escolhidas para manter os valores de volume de fibra superiores a 50% e o mais próximo entre os compósitos, que permitiria uma análise comparativa. As quatro pré-formas obedeceram também ao balanceamento e à simetria do compósito, ou seja, a partir do meio de qualquer um dos compósitos da Figura 16, um lado é espelho do outro.

Assim, foi processado um compósito somente com fibra de carbono (neste trabalho denominado de compósito de carbono), um somente com fibra de vidro (denominado compósito de vidro), considerados como compósitos não-híbridos. Foram montados outros dois arranjos para os compósitos híbridos, sendo ambos confeccionados com aproximadamente 50% de carbono e 50% de vidro, denominados compósito híbrido 1 e 2.

A partir de 50% (v/v) na pré-forma híbrida é possível montar diferentes compósitos variando a ordem de empilhamento de tecido, neste caso, foram escolhidas duas ordens de empilhamento, intercalado (híbrido 1) e em bloco (híbrido 2).

Ambas apresentam os dois extremos de possibilidades de empilhamento, ou seja, distribuição das fibras de vidro no compósito de carbono e concentração do vidro no carbono. Tais disposições de tecidos foram adotadas para estudar a influência desses arranjos na resistência ao fluxo de resina, permeabilidade, continuidade na distribuição de resina e concentração de vazios ao longo do laminado. A Tabela 3 apresenta a quantidade de tecido de cada pré-forma, o volume de fibra e a disposição dos tecidos.

Tabela 3. Representação do reforço fibroso de cada pré-forma.

	<b>Reforço</b>	<b>Arquitetura</b>	<b><math>V_f</math> (Volume de fibra)</b>
Pré-forma 1	Fibra de carbono	15 tecidos	53.91 %
Pré-forma 2	Fibra de vidro	13 tecidos	55.53 %
Pré-forma 3	Híbrido 1	14 tecidos (carbono e vidro intercalado)	52.55 %
Pré-forma 4	Híbrido 2	14 tecidos $(0^\circ / 90^\circ)_4^C (0^\circ / 90^\circ)_6^V (0^\circ / 90^\circ)_4^C$	52.55 %

Fonte: Produção do próprio autor .

O volume de fibra foi calculado teoricamente pela Eq. (13), sendo  $V_f$  representa o volume de fibra,  $n_f$  o número de tecidos,  $A_t$  a área total do tecido,  $\vartheta$  é a gramatura do tecido,  $\rho_f$  é a densidade da fibra e  $V_m$  é o volume do molde.

$$V_f = \frac{n_f \left( \frac{A_t \vartheta}{\rho_f} \right)}{V_m} 100 \quad (13)$$

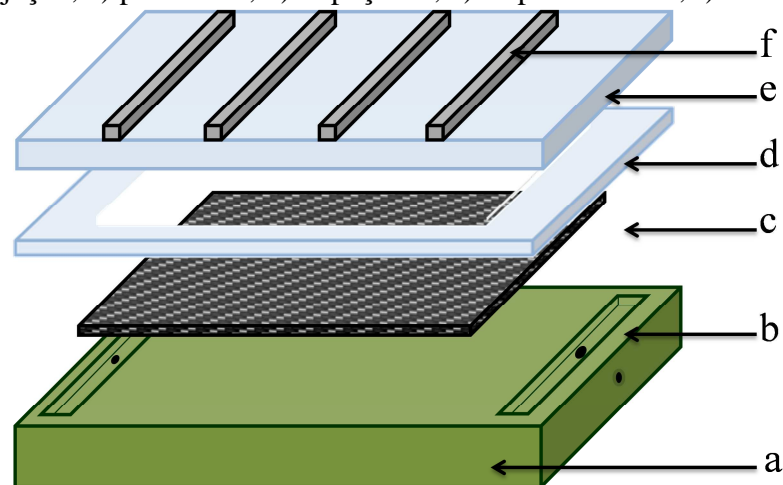
#### 4.2.1 Permeabilidade

Para simular a viscosidade da resina, foi utilizado glicerina P.A-ACS CAS (56-81-5), a qual se permite controlar a viscosidade por meio de diluição com água destilada e reproduzir as mesmas características da resina epóxi a ser utilizada como matriz.

A simulação foi realizada em processo RTM, com algumas diferenças em particular. A base do molde permaneceu a mesma, conforme Figura 17a, que inclui a canaleta de injeção, Figura 17b, para promover uma linha de impregnação ao longo do reforço, Figura 17c. A parte do meio foi substituída por um espaçador de acrílico (PMMA), com a função de manter o compósito com 3 mm de espessura, Figura 17d. A tampa do molde foi também de acrílico transparente o que permitiu a captação de imagens durante o processamento, Figura 17e.

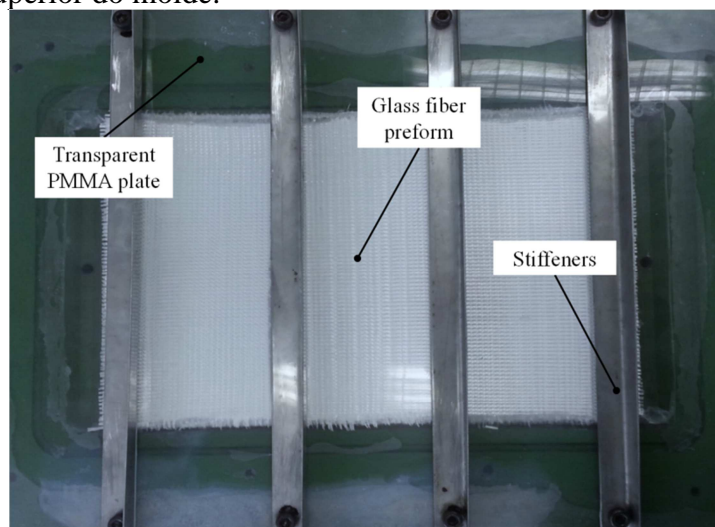
Visando garantir que o molde fosse bem fechado e vedado, foram utilizadas barras de metal para reforçar a fixação sem a danificar as partes em acrílicos, Figura 17f. A vista superior do molde preparada para ensaio de permeabilidade está exposta na Figura 18.

Figura 17. Esquema de montagem do molde para ensaio de permeabilidade: a) base do molde; b) canaleta de injeção; c) pré-forma; d) Espaçador; e) Topo do molde; f) Barras de metal.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 18. Vista superior do molde.



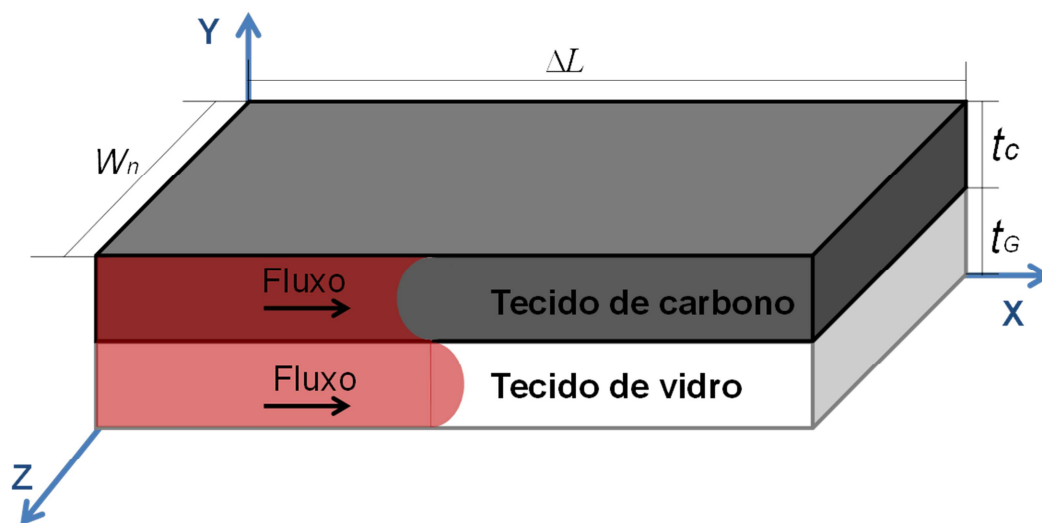
Fonte: Produção do próprio autor.

Silicone em graxa foi utilizado para selar o molde durante a simulação da permeabilidade. Uma câmera foi utilizada para captura de uma sequência de fotografias durante todo o processo e para calcular a velocidade de fluxo (m/s). No processo foram utilizados 2 bar (0,2 MPa) de pressão de injeção e 500 mbar (0,05 MPa) de vácuo conectado na saída do molde.

#### 4.2.2 Desenvolvimento do modelo analítico de permeabilidade híbrida

Neste trabalho foi desenvolvido um modelo analítico para determinar a permeabilidade de uma pré-forma híbrida. Foi considerada a contribuição da frente de fluxo ( $Q_i$ ) em cada camada no fluxo total de resina, como ilustrado na Figura 19 e representado na Eq. (14). Uma vez que a velocidade na camada individual é significativamente diferente e, como consequência, entre eles, é importante assumir algumas premissas: interface fibra/molde aumenta a permeabilidade; Interface vidro/carbono aumenta a permeabilidade; há um número limitado de interfaces de vidro/carbono que podem aumentar a permeabilidade.

Figura 19. Permeabilidade da pré-forma híbrida.



Fonte: Produção do próprio autor.

$$Q_h = Q_G + Q_C + Q_{int} + Q_b \quad (14)$$

Portanto, a frente de fluxo resultante é a soma da frente de fluxo em cada meio poroso, que é descrito pelo subscrito  $Q$  na Eq. (14) como vidro, carbono, interface e interface molde/pré-forma (b), respectivamente. A frente de fluxo pode ser reescrita utilizando a velocidade média multiplicada por cada área de seção transversal, Eq. (15).

$$\bar{v}_h A_h = \bar{v}_G A_G + \bar{v}_C A_C + \bar{v}_{int} A_{int} + \bar{v}_b A_b \quad (15)$$

O subscrito  $h$  representa as pré-formas híbridas,  $G$  para fibra de vidro,  $C$  para fibra de carbono,  $int$  para interface entre camadas e  $b$  para interface entre tecido e molde.

A velocidade de fluxo frontal  $v$  da lei de Darcy, apresentada na Eq. (2), é novamente descrita pela Eq. (16), em que  $i$  representa o tipo de pré-forma. A área da secção transversal é composta pela espessura ( $t$ ) e pela largura ( $w$ ) de cada tecido. A equação pode ser simplificada devido ao fato de  $w$  ser o mesmo valor para todas as camadas de tecido, bem como  $\Delta P/\Delta L$  e  $\mu$ , resultando na Eq. (17) que descreve a permeabilidade para pré-formas híbridas.

$$\bar{v}_i = \frac{K^i \Delta P}{\mu \phi^i \Delta L} \quad (16)$$

$$\frac{K^h}{\phi^h} (n_C t_C + n_G t_G + n_{int} t_{int} + 2t_b) = \frac{K^C}{\phi^C} n_C t_C + \frac{K^G}{\phi^G} n_G t_G + \frac{K^{int}}{\phi^{int}} n_{int} t_{int} + \frac{K^b}{\phi^b} 2t_b \quad (17)$$

Pode-se notar que para pequenas variações de velocidade de fluxo na frente nas interfaces, os dois termos na Eq. (17) desaparecem, o que simplifica o modelo. De um modo mais geral, a Eq. (17) pode ser escrita como na Eq. (18).

$$\frac{K^h}{\phi^h} = \sum_{i=1}^n \frac{1}{(n_i t_i + 2t_b)} \sum_{i=1}^n \left[ \frac{K^i}{\phi^i} n_i t_i + \frac{K^b}{\phi^b} 2t_b \right] \quad (18)$$

Sendo que  $i$  refere-se à espessura correspondente e à fração de volume poroso de uma pré-forma com  $n$  tipos de tecidos.

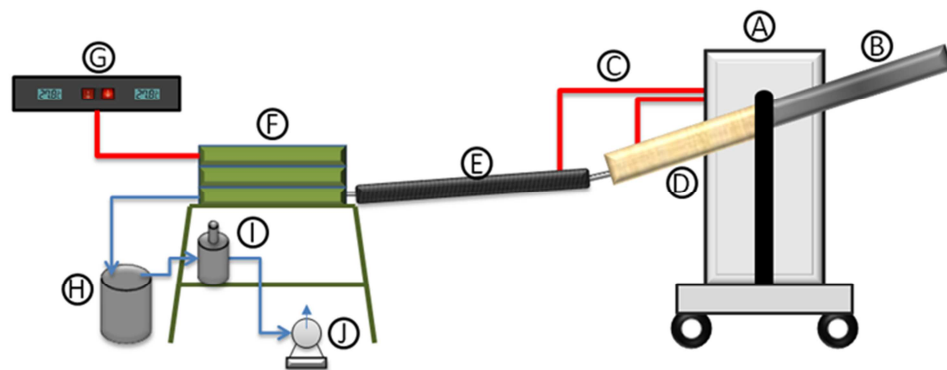
### 4.2.3 Tortuosidade

A caracterização da tortuosidade das pré-formas foi realizada no equipamento da *Quantachrome Instruments*<sup>®</sup>, modelo *POROMASTER*<sup>®</sup> *GT 33*, adquirido através do Processo CNPq n° 483308/2010-2 na função tortuosidade. Para esta análise foi utilizado o mesmo volume e disposição de cada laminado, mostrado na Tabela 3, e mesma pressão de injeção e vácuo, 2 bar (0,2 MPa) e 500 mbar (0,05 MPa), respectivamente.

### 4.3 Processo via RTM

Foram processados quatro compósitos, conforme disposições apresentadas na seção 3.2. O processo foi baseado no esquema ilustrado na Figura 20. Utilizou-se o equipamento Radius 2100cc RTM Injector - adquirido pelo Processo FAPESP nº 2006/02121-6. Este equipamento controla a temperatura de injeção e a pressão de injeção; um molde de aço para pré-montagem do reforço e uma bomba a vácuo para retirada de voláteis e bolhas do sistema durante o processo.

Figura 20. Esquema de processamento via RTM: A) Injetora (controle de pressão de injeção e temperatura de injeção); B) Sistema pneumático de injeção de resina; C) Cabeamento de controle de temperatura de injeção; D) Armazenamento da resina para injeção; E) Tubulação de injeção com controle de temperatura; F) Molde; G) Sistema de Resistência do molde; H) *Trap* de resina e I) *Trap* de voláteis e J) Bomba a Vácuo.



Fonte: Produção do próprio autor.

A temperatura de injeção utilizada foi de 120 °C, a temperatura de cura de 180 °C por 120 min, a pressão de injeção de 2 Bar (0,2 MPa) e o vácuo de 500 mbar (0,05 MPa). Parâmetros semelhantes foram realizados nos estudos do grupo de pesquisa da FEG-UNESP (DMT/GFMA) (SHIINO, 2011; MONTORO, 2014; BROCKS, 2015).

### 4.4 Inspeção Acústica por ultrassom

A inspeção acústica por ultrassom foi realizada no microscópio de inspeção acústica, A-Scan e C-Scan (Processo FAPESP nº 2006/02121-6). O meio de impedância foi a água e as imagens obtidas pelo programa MUIS32<sup>®</sup> da MATEC<sup>®</sup>. Os dados foram coletados por meio de pulso-eco usando um transdutor côncavo de frequência de 2,25 MHz sendo os dados analisados no *software* I-view, desenvolvido pela MATEC<sup>®</sup>. Este *software* permitiu uma visão mais elaborada das atenuações encontradas no equipamento MI-SCAN através de escalas de cores, assim como outros parâmetros importantes para a análise qualitativa dos compósitos. O objetivo foi validar o material quanto a presença de vazios, defeitos,

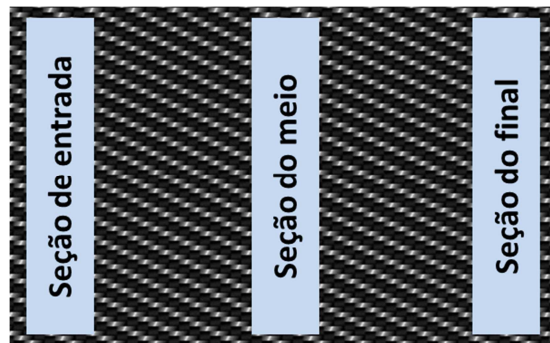
empenamento, continuidade e homogeneidade de impregnação de resina ao longo do reforço e certificar a qualidade do processo.

#### 4.5 Preparo das Amostras

O preparo das amostras para todas as análises foi realizado na cortadeira materialográfica TechCut-5, *Allied High Tech Products* (processo CNPq n° 483308/2010-2), disponível no DMT/UNESP/FEG. O disco de corte utilizado foi *metal bond (high concentration)* da *Allied High Tech Products*, com dimensões 7" x 0.025" x 1/2". O disco utilizado é diamantado para evitar a delaminação do compósito e surgimento de novos vazios ou algum tipo de defeito durante o corte.

O esquema de corte para análise foi feito segundo a Figura 21, onde foram realizadas análises a partir da entrada, no meio e no final de cada laminado de compósitos.

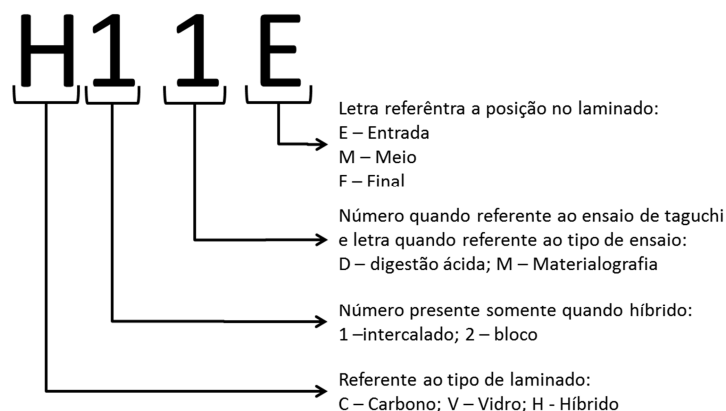
Figura 21. Esquema de análise de cada laminado.



Fonte: Produção do próprio autor.

Com o objetivo de diminuir e padronizar os nomes de cada amostra para cada ensaio, foram determinadas nomenclaturas, seguindo a disposição da Figura 22.

Figura 22. Nomenclatura utilizada para definição de cada amostra.



Fonte: Produção do próprio autor.



#### 4.6 Picnometria de hélio

A determinação do volume de cada corpo de prova foi caracterizada pela técnica de picnometria de hélio, utilizando-se o equipamento da marca *Quantachrome Instruments*<sup>®</sup>, modelo ULTRAPYC 1200e, adquirido através do Processo CNPq n° 483308/2010-2, no Laboratório de Caracterização de Compósitos no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP/FEG. Pressão de uso de 17 Psi (0,12 MPa), sendo o resultado uma média de três corridas para cada amostra.

#### 4.7 Digestão Ácida

A análise por digestão ácida foi realizada com base no padrão ASTM D3171 para resinas epóxi, procedimento B. O digestor utilizado foi da marca Marconi com intrusão de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), sendo todo o sistema aquecido até a temperatura de 150 °C durante um período de 3 h.

Para finalizar o processo foi adicionada uma solução de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 50% (v/v) com 50% de água destilada. A solução obtida foi filtrada através de um funil de Büchner, utilizando vácuo e, em seguida, lavada com água destilada e acetona. Após a lavagem, as fibras resultantes da digestão foram mantidas em estufa a 100 °C por 1 h para secagem e pesagem.

A Eq. (19) demonstra o cálculo realizado para medição de porosidade por digestão ácida. A primeira parte da equação se refere ao volume do reforço e a segunda ao volume da matriz, a simples diferença de 100% da somatória de ambos o resultado é o volume de vazios.

$$V_v = 100 - \left\{ \left[ \left( \frac{m_f}{m_i} \right) \frac{\rho_c}{\rho_r} 100 \right] + \left[ \left( \frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \frac{\rho_c}{\rho_m} 100 \right] \right\} \quad (19)$$

Sendo,

$V_v$  = volume de vazios em %;

$m_f$  = massa final do reforço, pós digestão ácida em g;

$m_i$  = massa inicial do compósito em g;

$\rho_c$  = massa específica do compósito em g/cm<sup>3</sup>;

$\rho_r$  = massa específica do reforço em g/cm<sup>3</sup>;

$\rho_m$  = massa específica da matriz em g/cm<sup>3</sup>.

#### 4.8 Análise de porosidade via distribuição de *Weibull*

Devido a dispersão encontrada nos resultados de fração volumétrica de vazios, surgiu a necessidade de utilização de uma ferramenta estatística de análise com um certo nível de confiabilidade. Para o estudo estatístico de *Weibull* foi necessária a criação de dois eixos de análise: na ordenada está o posicionamento em mm ao longo do laminado, enquanto a abscissa que se refere à fração volumétrica de vazios em %, conforme Figura 23.

Figura 23. Eixos de análise para distribuição de *Weibull*.



Fonte: Produção do próprio autor.

Para esta adaptação da ferramenta, a função  $F_f(x)$  da Eq. (9) é igual a probabilidade de ocorrer vazios e a função  $R_x$ , Eq. (10), é o nível de confiabilidade em que é determinada a posição do laminado, sendo este corresponde a um número máximo de fração volumétrica de vazios.

#### 4.9 Metodologia de Taguchi

Devido ao elevado número de parâmetros de análise da estação de alta pressão do porosímetro de mercúrio, surgiu a necessidade de utilização de uma ferramenta estatística que permitisse diminuir a quantidade de análises, mantendo, porém, a representatividade da melhoria de rotina. A metodologia de Taguchi harmonizou-se perfeitamente em dois motivos: o primeiro foi a ideologia da utilização dos pontos máximos, mínimo e mediano; o segundo foi a possibilidade de utilização da matriz ortogonal para diminuir a quantidade de combinações sem prejudicar a otimização esperada.

Os parâmetros, segundo Quantachrome Instruments (2009), foram citados na seção anterior. Uma dificuldade encontrada foi o fato dos parâmetros possuírem uma limitação em suas combinações, como, por exemplo, quando é utilizado o primeiro modo de operação

(modo ajustável), é possível variar somente a pressão e a velocidade; no segundo modo somente a pressão pode ser controlada, a velocidade é fixada em 25; e no terceiro modo surge uma variável nova que é o tempo em que cada passo de pressão será mantido.

Devido a isto, a matriz ortogonal foi ajustada especialmente para as necessidades deste projeto. O ajuste da matriz ortogonal pode ser realizado de acordo com necessidades específicas, fato esse que não prejudica os resultados (PIMENTA *et al.*, 2012; LIN *et al.*, 2002).

A Tabela 4 expressa os fatores variáveis e controláveis do processo, que são: a pressão; o motor e o tempo. Dentro de cada fator foram distribuídos os níveis mínimo (nível 1), o nível máximo (nível 2) e o nível intermediário (nível 1/2).

Tabela 4. Parâmetros de análise de vazios do equipamento porosímetro de Hg.

Fatores	Nível 1	Nível 1/2	Nível 2
Motor	1	13	25
Pressão (MPa)	6	110	227
Time (s)	10	20	30

Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 5 mostra os modelos de matrizes ortogonais que podem ser utilizados, de acordo com o número de fatores e níveis. Este experimento possui 3 fatores e dois níveis, sendo o nível 1,5 uma triplicata do nível mediano.

Tabela 5. Arranjos ortogonais.

Arranjo Ortogonal	Nº de experimentos	Nº fatores	2 Níveis	3 Níveis	4 Níveis	5 Níveis
L <sub>4</sub>	4	3	3	-	-	-
L <sub>8</sub>	8	7	7	-	-	-
L <sub>9</sub>	9	4	-	4	-	-
L <sub>12</sub>	12	11	11	-	-	-
L <sub>16</sub>	16	15	15	-	-	-
L <sub>18</sub>	18	8	1	7	-	-

Fonte: Adaptada de Montoro (2014).

De acordo com a Tabela 5, a matriz ortogonal L<sub>4</sub> é a mais adequada a este experimento, pois possui 3 fatores e 2 níveis. A combinação entre os fatores da matriz L<sub>4</sub> está expressa na Tabela 6.

Tabela 6. Matriz ortogonal de Taguchi L<sub>4</sub>.

Nº de Experimento	Coluna		
	I	II	III
<b>1</b>	1	1	1
<b>2</b>	1	2	2
<b>3</b>	2	1	2
<b>4</b>	2	2	1

Fonte: Adaptada de Roy *et al.* (2001).

Levando em consideração a presença de limitações nas combinações dos fatores, uma adaptação foi feita na matriz ortogonal L<sub>4</sub>, para que as combinações necessárias para o experimento fossem realizadas. A Tabela 7 expressa a matriz ortogonal L<sub>4</sub> adaptada para este trabalho, é possível observar que os experimentos 1 ao 4 seguem a matriz ortogonal L<sub>4</sub> para o motor e a pressão, bem como os experimentos 5 ao 8 para os fatores pressão e tempo. Os demais experimentos são as triplicatas medianas para as duas combinações de fatores.

Tabela 7. Matriz ortogonal adaptada para os parâmetros do porosímetro de mercúrio.

Experimento	Motor	Pressão (MPa)	Tempo (s)
<b>1</b>	1	6	-
<b>2</b>	1	227	-
<b>3</b>	25	6	-
<b>4</b>	25	227	-
<b>5</b>	-	6	10
<b>6</b>	-	227	30
<b>7</b>	-	6	30
<b>8</b>	-	227	10
<b>9</b>	13	110	-
<b>10</b>	13	110	-
<b>11</b>	13	110	-
<b>12</b>	-	110	20
<b>13</b>	-	110	20
<b>14</b>	-	110	20

Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.10 Porosimetria de Mercúrio

Após a obtenção do volume real de cada amostra, foi determinada a fração volumétrica de vazios nas amostras por meio da técnica de porosimetria de mercúrio, utilizando-se o equipamento marca *Quantachrome Instruments*<sup>®</sup>, modelo *POROMASTER*<sup>®</sup> GT 33, adquirido através do Processo CNPq n° 483308/2010-2, que está locado no Laboratório de Caracterização de Compósitos no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP/FEG.

Visto que a porosidade de compósitos estruturais tem uma fração de vazios baixa, os parâmetros que mais influenciam a análise, descrito na Tabela 8, são àqueles relativos à estação de alta pressão. A velocidade do motor indica o quão rápido o motor gira até atingir a pressão desejada, sua manipulação faz com que a análise seja mais rápida ou mais lenta. A alta pressão é o limite de pressão que o equipamento vai utilizar para introduzir o mercúrio na amostra. O tempo de pausa indica quanto tempo o equipamento deve permanecer em cada nível de pressão. A capacidade do equipamento é de 999 s, porém recomenda-se no máximo 30 s para uma amostra sólida com baixa fração de vazios.

Tabela 8. Parametros e análise do sistema de alta pressão.

<b>Modo de Operação</b>	<b>Parâmetros</b>	<b>Capacidade do Equipamento</b>
<b>Modo ajustável</b>	Velocidade do motor	1 – 25
	Alta pressão (MPa)	0,14 - 227
<b>Auto velocidade</b>	Velocidade do motor	25
	Alta pressão (MPa)	0,14 - 227
<b>Gradual</b>	Velocidade do motor	25
	Tempo de pausa (s)	10 - 30
	Alta pressão (MPa)	0,14 - 227

Fonte: QUANTACHROME INSTRUMENTS (2009).

Para considerar melhoria de rotina de análise na leitura de porosidade foi necessária uma avaliação das combinações dos fatores que mais influenciam os resultados, que são: pressão – motor; pressão – tempo ou somente pressão, se não houver influência significativa nem do tempo nem do motor na análise.

De acordo com a escolha do modo de operação tem-se acesso a diferentes parâmetros, sendo possível variar todos os parâmetros da Tabela 8. Cada combinação apresentada na Tabela 8 poderia gerar elevado número de ensaios experimentais com diferentes valores da capacidade da máquina, porém com a utilização do método de Taguchi, as repetições desnecessárias dos experimentos foram evitadas, e foram consideradas somente as combinações e valores de variações pertinentes para buscar a melhor forma de caracterização.

Os pontos máximo, médio e mínimo de cada variação foram determinados para compor a matriz ortogonal ideal, a fim de minimizar as tentativas de análise.

Determinada a metodologia adequada para análise da porosidade conectada à superfície da amostra, foram realizados análises em triplicata na região de injeção, meio e final do laminado de cada um dos compósitos.

Após a análise de poros conectados a superfície, novas amostras foram analisadas. Porém estas amostras foram seccionadas na cortadeira materialográfica com espessura de

aproximadamente 0,10 mm. As seções seccionadas foram posicionadas na porta amostra do porosímetro na tentativa de realizar uma análise completa de porosidade sobre o material.

#### **4.11 Determinação de poro por Microscopia óptica**

Para determinação de porosidade via MO do compósito, foi necessário o seccionamento da amostra na escala de 0,10 mm, feito em cortadeira metalográfica. As amostras foram embutidas em baquelite, com cura a 170 °C durante 7,5 min. Para nivelamento e retirada de riscos as amostras passaram por uma seção de lixamento, utilizando a sequência de lixas d'água de 400 à 2000 *mesh* com água como lubrificante. Após o lixamento as amostras foram submetidas a uma seção de polimento na seguinte sequência: pano de polimento DIAMAT com suspensão de diamante de 6 µm; pano de polimento DIAMAT com suspensão de diamante de 1 µm; e pano de polimento CHEM-POL com suspensão de 0,05 µm de alumina. Todas as etapas de polimento foram realizadas na politriz da ALLIED MetPREP 3TM PH-3TM, localizada no Laboratório de Imagens de Materiais (LAIMat/FEG/UNESP).

Após o polimento foi realizada a análise de microscópica óptica (MO) no equipamento da Zeiss Axio imager 72m, localizado no LAIMat/FEG/UNESP, para análise da superfície. As imagens obtidas foram tratadas, seção por seção, através do programa *ImageJ* para obtenção de da fração de vazios, diâmetro de poros e distância entre poros. Após análise, foram construídas as imagens tridimensionais das amostras destacando a distribuição de poros de forma a obter uma análise interplanar de vazios.

## 5 RESULTADOS

Seguindo o fluxograma apresentado na Figura 15, os resultados foram apresentados sequencialmente.

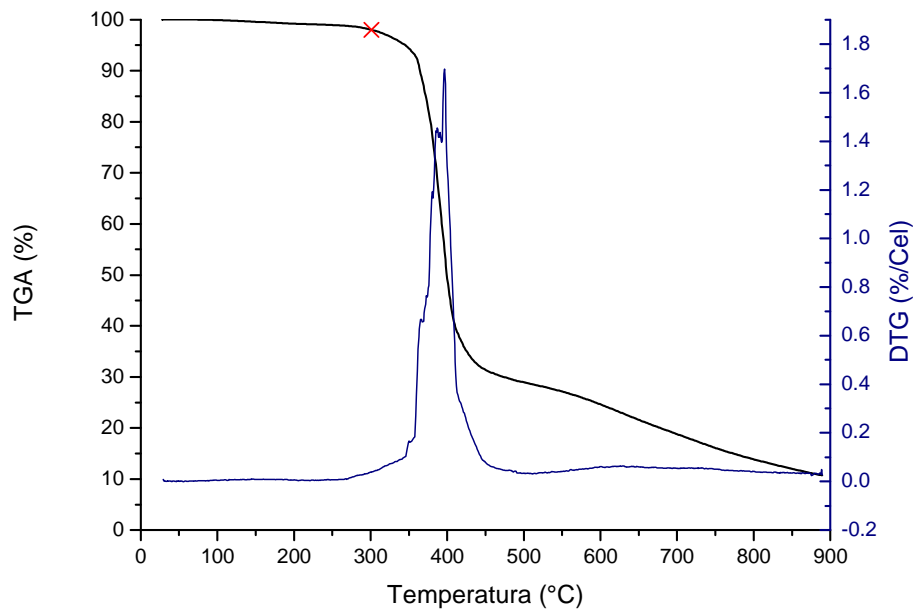
### 5.1 Caracterização da Resina

#### 5.1.1 TGA

O resultado de TGA da resina, visualizado na Figura 24, foi unicamente obtido para se conhecer a temperatura de estabilidade térmica, limitando, assim, a faixa de temperatura na análise do ciclo de cura via DSC. A partir do resultado encontrado, 310 °C, o ensaio de DSC deve limitar-se a temperatura abaixo da degradação.

Na Figura 24 é expressa a perda de massa da resina, em porcentagem, pelo aumento da temperatura de análise. O TGA foi também utilizado para a determinação do número de estágios de perda, que neste caso foi somente um, visualizada na curva da DTG. A escolha da temperatura de degradação for marcada com um demarcação em vermelho, obtida através da ampliação da curva.

Figura 24. Resultado de temperatura de degradação da Resina epóxi PRIM™ EP 2400.



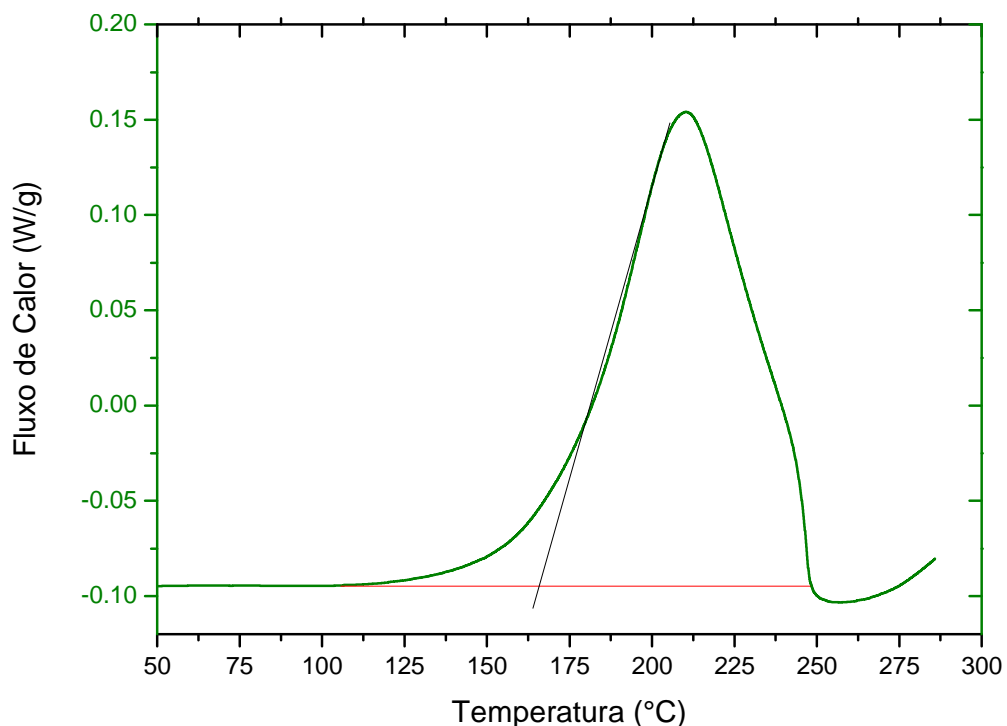
Fonte: Produção do próprio autor.

### 5.1.2 DSC Dinâmico e Isotérmico

O DSC foi realizado para estudar os níveis de temperatura na qual ocorre a reação de ligações cruzadas na resina. A importância deste estudo foi analisar os pontos de temperatura adequados tanto para injeção quanto para cura do material, bem como o tempo de cura. A mesma resina foi utilizada nos trabalhos de Brocks (2015) e Montoro (2014), nos quais a temperatura de injeção utilizada foi de 120 °C e a temperatura de cura foi de 180 °C por 120 min. Os mesmos parâmetros de injeção e cura são orientados pelo *datasheet* da Cytec, ANEXO A. O objetivo desta nova análise é avaliar os melhores valores para processo, e compara-los com trabalhos já realizados.

Primeiramente foi realizado um ensaio dinâmico, exibido pela Figura 25, na qual a temperatura de início de cura foi de 125 °C. Isso significa que a temperatura de injeção deve ser inferior à 125 °C, assim garantindo uma viscosidade baixa sem que o material entre em estágio de cura. A temperatura de pico foi de 220 °C. A faixa de temperatura entre início e pico é a região de maior eficiência de cura da resina.

Figura 25. Resultado do DSC dinâmico da resina epóxi PRIM™ EP 2400.



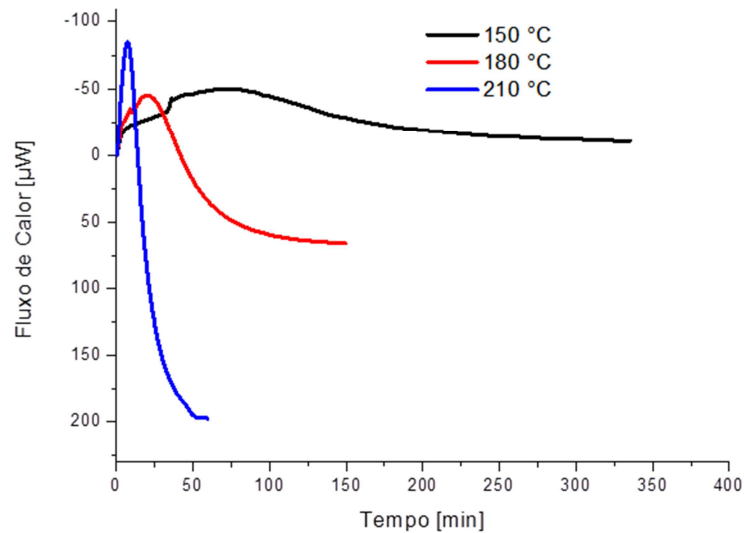
Fonte: Produção do próprio autor.

Para encontrar o tempo necessário para curar a resina foi necessário fazer DSC isotérmico, ocorrendo somente a variação do fluxo do calor pelo tempo. Recordando que a reação de cura começa a partir da temperatura de início e tem sua eficiência máxima entre a



temperatura de início e de pico do DSC dinâmico, Figura 25. Foram escolhidas três temperaturas para realização do DSC isotérmico, Figura 26. À 150 °C, por estar próxima a temperatura de início de cura; à 180 °C, uma temperatura intermediária; e a última isoterma foi à 210 °C, pois se encontra próximo a temperatura de pico.

Figura 26. Resultado do DSC isotérmico da resina epóxi PRIM<sup>TM</sup> EP 2400.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os resultados das isotermas demonstraram que a característica de cura da resina permanece a mesma utilizada pelos trabalhos anteriores e mantém a recomendação do fabricante. A área sob cada curva é a mesma para todas as temperaturas, ou seja, significa que a entalpia é igual para todas as isotermas, porém com tempo de reação diferente. A temperatura de 210 °C resulta em um tempo de cura rápido demais, próximo aos 60 min, este fato pode acarretar no acúmulo de tensões residuais internas no material e falta de tempo para o posicionamento das moléculas que pode gerar imperfeições e vazios durante a cura.

Na temperatura de 150 °C o material leva algo em torno de 340 minutos para curar, tempo muito elevado, que pode gerar gastos e tempo de trabalho excessivo. A temperatura de cura escolhida foi de 180 °C a 120 min, pois apresenta um tempo intermediário adequado para cura do material sem trazer nenhum tipo de imperfeição no compósito, além de ser a recomendação do fabricante.

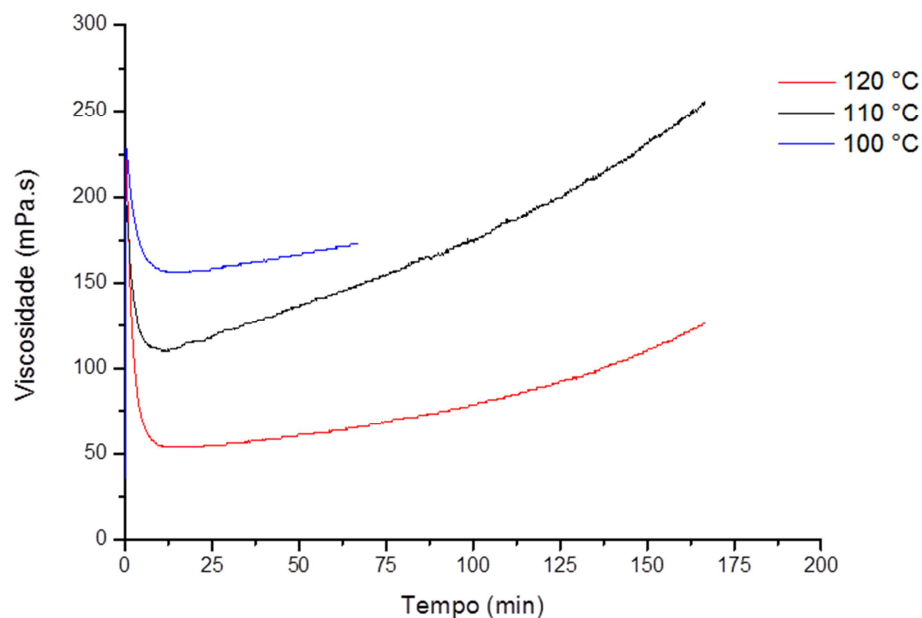
### 5.1.3 Viscosidade

A viscosidade da resina foi realizada através de isotermas para encontrar o valor de viscosidade (mPa.s) por tempo (min). A grande preocupação com a viscosidade é obter uma temperatura ideal de trabalho. A viscosidade da resina deve ser baixa por tempo o suficiente

para processamento e limpeza dos equipamentos de processo, antes que o material entre em estado de gelificação ou cure. Para isso é importante escolher temperaturas abaixo da temperatura de início de cura obtidos no gráfico de DSC dinâmico, da Figura 25.

Foram escolhidas as temperaturas de 100 °C, 110 °C e 120 °C, todas abaixo de 125 °C que é a temperatura de início de cura do material. A viscosimetria à 100 °C da Figura 27 apresentou uma viscosidade acima do valor ideal para processamento via RTM. À 110 °C, houve uma diminuição significativa da viscosidade, porém a isoterma à 120 °C mostrou uma viscosidade abaixo de 100 mPa.s por mais de duas horas sendo, portanto, escolhida essa temperatura considerando um tempo de processo de 1h.

Figura 27. Resultado de viscosimetria da resina epóxi PRISM™ EP 2400.



Fonte: Produção do próprio autor.

Quanto maior a temperatura escolhida, maior será a aceleração do tempo de gelificação, na qual resulta no aumento da viscosidade da resina. A medição do tempo de gelificação não foi necessário, considerando que a 120 °C a viscosidade se manteve abaixo de 100 mPa.s durante um período de tempo suficiente para a injeção em todo o reforço.

## 5.2 Caracterização do Reforço

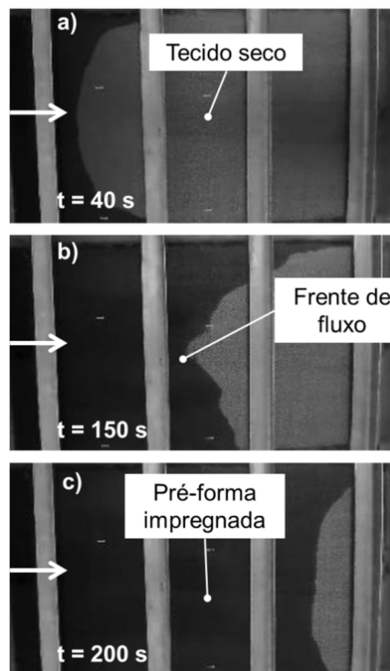
Para a caracterização dos tecidos foram realizados ensaios de permeabilidade e tortuosidade, para avaliar a diferença de disposição de tecido no fluxo de impregnação. Ambos os ensaios foram realizados com os mesmos parâmetros para as quatro pré-formas.

### 5.2.1 Permeabilidade

A presença do fenômeno de *race-tracking* pode ser percebida visualmente pela concavidade positiva ou negativa, expressa pela distância do centro de fluxo do molde em relação aos fluxos de ambas laterais. O fluxo de injeção de glicerina estão indicadas pelas setas brancas nas Figuras 28 a 31.

A permeabilidade da pré-forma de carbon, indicado na Figura 28, domonstrou elevada resistênciã ao fluxo de glicerina, fato evidenciado pela presença do *race-tracking*, tendo sido mais fácil para o fluxo de impregnação passar pelas laterais do molde do que pelo centro.

Figura 28. Permeabilidade da pré-forma de carbon: a) Começo; b) Meio e c) Fim.



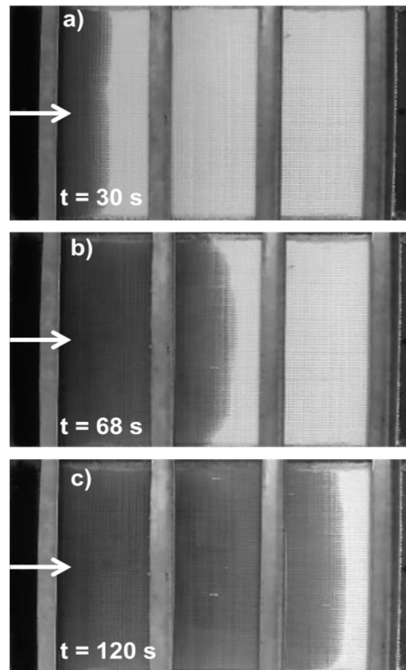
Fonte: Produção do próprio autor.

A permeabilidade da pré-forma de vidro, indicado na Figura 29, demonstrou um fluxo de impregnação sem a presença de *race-tracking*. Evidenciada pela concavidade positiva, assemelhando-se a um fluxo laminar. A análise visual do resultado de permeabilidade levou a conclusão de uma menor resistênciã do fluxo de resina à pré-forma de vidro, quando comparado com o resultado da Figura 28 para a pré-forma de carbon.

A diferença entre o perfil de impregnação da pré-forma de fibra de carbon e da pré-forma de fibra de vidro podem ser explicadas, primeiramente, pela diferença na arquitetura dos tecidos. O tecido de fibra de carbon é tramado e apresenta curvas contínuas dos filamentos fibrosos, enquanto o reforço de fibra de vidro é bidirecional, não apresentando as mesmas curvaturas de tecido de fibra de carbon. Este fato pode ter gerado a maior dificuldade de impregnação para o tecido de carbon.

Outro fator, se dá pela diferença entre a densidade e o diâmetro das fibras, na qual a fibra de carbono apresenta aproximadamente a metade dos valores de densidade e diâmetro apresentado pela fibra de vidro. Considerando que o volume total de fibra foi o próximo entre si, a pré-forma de carbono apresentou maior quantidade de fios de fibras com diâmetros muito pequenos, aumentando a dificuldade à impregnação em espaços tão pequenos entre as fibras.

Figura 29. Permeabilidade da pré-forma de vidro: a) Começo; b) Meio e c) Fim.

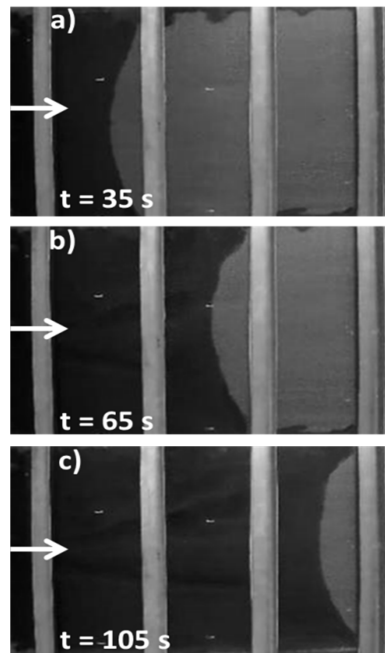


Fonte: Produção do próprio autor.

O comportamento da pré-forma de fibra de vidro demonstrou que as porosidades intra-fibroso têm características geométricas mais adequadas para o fluxo de resina, resultado em semelhante ao encontrado por Tamayol et al., 2009. Por outro lado, o reforço de tecido de carbono tende a restringir o fluxo de resina, o qual encontra um caminho mais fácil nas laterais do molde e, como consequência, cria-se uma frente de fluxo concavo.

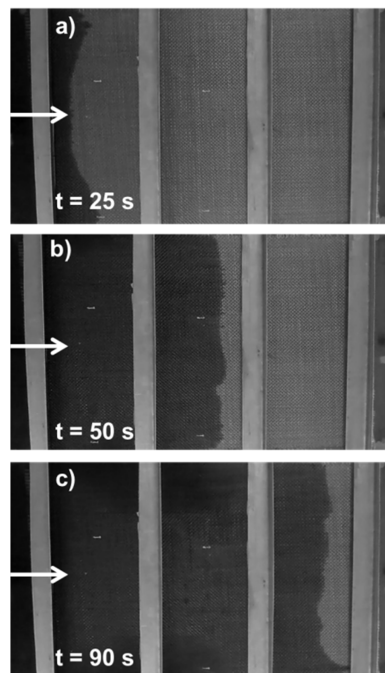
Um efeito híbrido positivo foi encontrado na análise visual da permeabilidade. Embora ambas disposições dos híbridos tenham apresentado frente de fluxo negativo, comparado àquele para a pré-forma de carbono foi observada uma menor concavidade. Em outras palavras, a presença de fibra de vidro, que tem um bom aspecto visual de permeabilidade, diminuiu o grau da concavidade negativa, atribuído à presença de fibra de carbono, para ambos híbridos, Figuras 30 e 31. Foi possível observar que no híbrido 2 houve momentos em que o fluxo não apresentou nenhuma concavidade, sendo o que mais se aproximou visualmente da pré-forma de vidro.

Figura 30. Permeabilidade da pré-forma híbrido 1: a) Começo; b) Meio e c) Fim.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 31. Permeabilidade da pré-forma híbrido 2: a) Começo; b) Meio e c) Fim

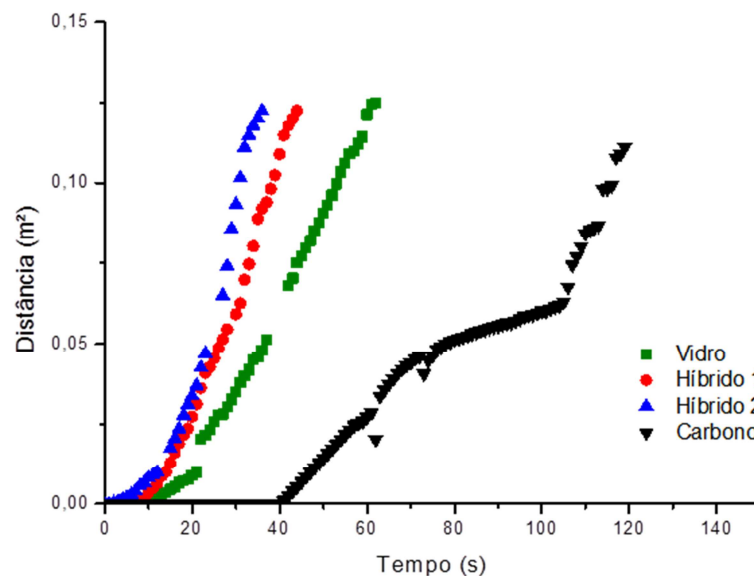


Fonte: Produção do próprio autor.

O fato da presença da fibra de vidro melhorar a permeabilidade dos híbridos, diminuindo a resistência ao fluxo, permitiu uma pré-forma com impregnação mais contínua. Porém este fato foi realmente evidenciado com os demais resultados encontrados neste trabalho.

A partir da sequência de fotos tiradas em um período de 1 em 1 seg, foram realizadas medições da distância ao quadrado pelo tempo de permeabilidade para cada uma das disposições dos tecidos, evidenciado na Figura 32. Por meio deste gráfico foi possível extrair a equação da reta ou o coeficiente angular de cada reta, que representa o parâmetro  $x^2/t$  da Eq. (2). Uma análise visual do gráfico já demonstra uma boa linearidade do vidro e de ambos os híbridos, e uma desregularidade na fibra de carbono, resultado da dificuldade de impregnação, notada nas análises visuais anteriores.

Figura 32. Distância de frente de fluxo ao quadrado pelo tempo de impregnação.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os resultados numérico de permeabilidade  $K$ , velocidade de fluxo  $V$  e  $K$  do modelo analítico da Eq. (18) estão expostos na Tabela 9, juntamente com o volume de fibra  $V_f$ , porosidade do tecido  $\phi$  e o valor de  $x^2/t$ . A pré-forma de carbono resultou no menor valor de permeabilidade comparado a pré-forma de vidro, confirmando o sentido da concavidade e a presença de *race-tracking* da análise visual.

Utilizando o modelo analítico da Eq. (18) para determinar a permeabilidade da pré-forma híbrida, os resultados para o híbrido 1 e 2 foram de  $3,70 \times 10^{-10} \text{ m}^2$  e  $3,84 \times 10^{-10} \text{ m}^2$ , respectivamente. Valores estes que superestimou a permeabilidade em 10% em comparação com os resultados experimentais. A diferença entre os resultados teóricos e experimentais de permeabilidade indica pequenas variações nas frações de volume de fibras, especialmente para o NCF que é susceptível a variações na massa específica do tecido, portanto, a mudanças na velocidade da frente do fluxo. Shiino *et al.* (2012) observou o mesmo comportamento sobre a impregnação do reforço NCF pela resina, causado também pela variação da massa específica em processo experimental.

Foi possível observar que ocorreu algo diferenciado no resultado da permeabilidade, considerando que ambos os híbridos obtiveram melhores resultados de permeabilidade e velocidade de fluxo de impregnação. Este resultado indica que a interface entre a fibra de carbono e a fibra de vidro proporcionaram um melhor meio para impregnação da resina, gerando um material com permeabilidade superior comparado ao carbono e vidro e conseqüentemente foi obtido o efeito de superhíbridização.

Tabela 9. Resultados dos ensaios de permeabilidade.

	Característica da pré-forma		Resultados Experimentais			Modelo Analítico
	$V_f$ (%)	$\phi$ (%)	$x^2/t$ ( $m^2/t$ )	Velocidade (m/s)	K ( $m^2$ )	K ( $m^2$ )
<b>Carbono</b>	53,91	46,09	$6 \times 10^{-4}$	$3,29 \times 10^{-4}$	$0,62 \times 10^{-10}$	-
<b>Vidro</b>	55,53	44,47	$26 \times 10^{-4}$	$13,76 \times 10^{-4}$	$2,57 \times 10^{-10}$	-
<b>Híbrido 1</b>	52,55	47,45	$32 \times 10^{-4}$	$18,07 \times 10^{-4}$	$3,38 \times 10^{-10}$	$3,70 \times 10^{-10}$
<b>Híbrido 2</b>	52,55	47,45	$34 \times 10^{-4}$	$19,20 \times 10^{-4}$	$3,59 \times 10^{-10}$	$3,84 \times 10^{-10}$

Fonte: Produção do próprio autor.

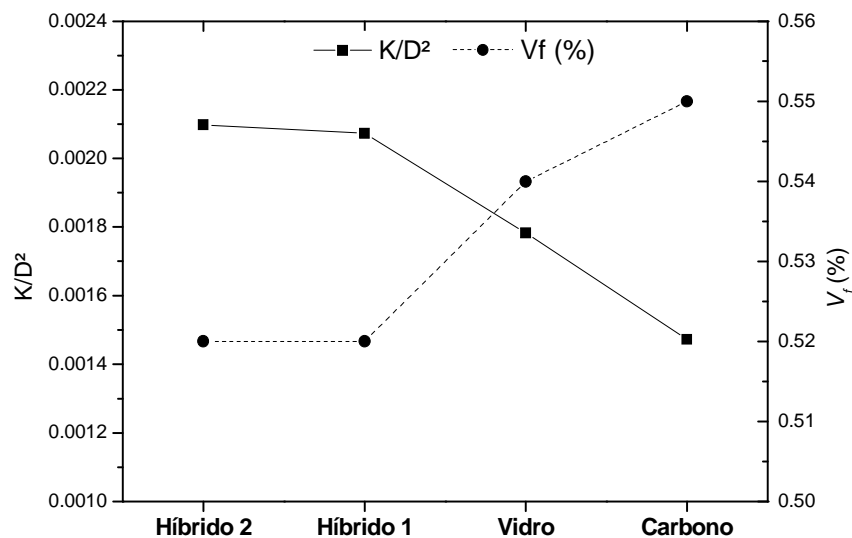
A capacidade da matriz fluir através da pré-forma híbrida foi maior devido à diferença da fração de volume de fibra, resultando em uma maior permeabilidade e maior velocidade do que as pré-formas não-híbridas. Com base em Centea *et al.* (2016), custos de matéria prima e parâmetros de processamentos possuem influência direta no custo de fabricação dos compósitos. Por exemplo, o tempo de injeção utilizando pré-formas híbridas foi reduzido, mostrando o benefício do efeito híbrido na permeabilidade, resultando em um impacto direto na viabilidade do processo.

Para explicar numericamente o fato dos híbridos possuírem maiores valores de permeabilidade do que o vidro e o carbono, foi necessário entender cada fator que rege a Eq. (2), para determinação de permeabilidade segundo a lei de Darcy. Na Eq. (2) todos os parâmetros da resina (viscosidade e pressão) foram constantes para as quatro pré-formas; o valor de  $x^2/t$  é a correlação entre o fluxo de resina sobre a pré-forma, e sofre influência tanto dos parâmetros da resina (fatores constantes) quanto dos parâmetros da fibra (fatores variáveis); e finalmente a porosidade do tecido, que é o único parâmetro pertencente somente aos tecidos e no qual houve uma pequena variação para cada pré-forma. Para confirmar a influência da porosidade da fibra sobre a permeabilidade foi utilizado o equacionamento da permeabilidade adimensional.

A permeabilidade adimensional, expressa na Figura 33, resulta em uma unidade adimensional, pois é a leitura de uma área do fluxo perpendicular ao molde dividido pelo

diâmetro ao quadrado ( $m^2/m^2$ ). Segundo Cho *et al.* (2013) e Fratta *et al.* (2015), a permeabilidade adimensional possui elevada sensibilidade à variação da fração volumétrica da fibra. Foi possível notar que os híbridos possuem maior permeabilidade adimensional devido a presença de menor teor de fibra. A medida que é aumentada a porcentagem de fibra ocorre uma diminuição na permeabilidade adimensional.

Figura 33. Permeabilidade Adimensional comparada com volume de fibra.



Fonte: Produção do próprio autor.

Assim, como o ensaio sofreu a influência da fração de porosidade das pré-formas, foi necessário explicar o motivo pelo qual os híbridos obtiveram diferentes valores de permeabilidade para os mesmos valores de volume de fibra. Foi então concluído que a variável influenciada foi o valor de  $x^2/t$ , a qual sofre influência diretamente das condições da resina, do volume da fibra e da sequência de empilhamento do tecido. Para aferir a influência da arquitetura e disposição do tecido, foi realizado o ensaio de tortuosidade.

A tortuosidade descreve a difusão do fluido através do tecido poroso. Por meio do porosímetro de mercúrio foi possível obter a constante adimensional para cada pré-forma, como indicado na Tabela 10. O equipamento considera um erro de 5% nas análises. A arquitetura do tecido de carbono apresentou maior tortuosidade, devido a relação trama x urdume ser 1x1, gerando curvas contínuas no fluxo de impregnação. O vidro apresentou menor tortuosidade, ou seja, a porosidade no tecido com arquitetura bidirecional do NCF proporcionou um caminho ao fluxo com menor grau de complexidade. Os híbridos apresentaram valores de tortuosidade intermediária, com uma pequena diferença de um



centésimo entre eles. Essa pequena diferença foi perceptível nos resultados de permeabilidade entre os dois híbridos.

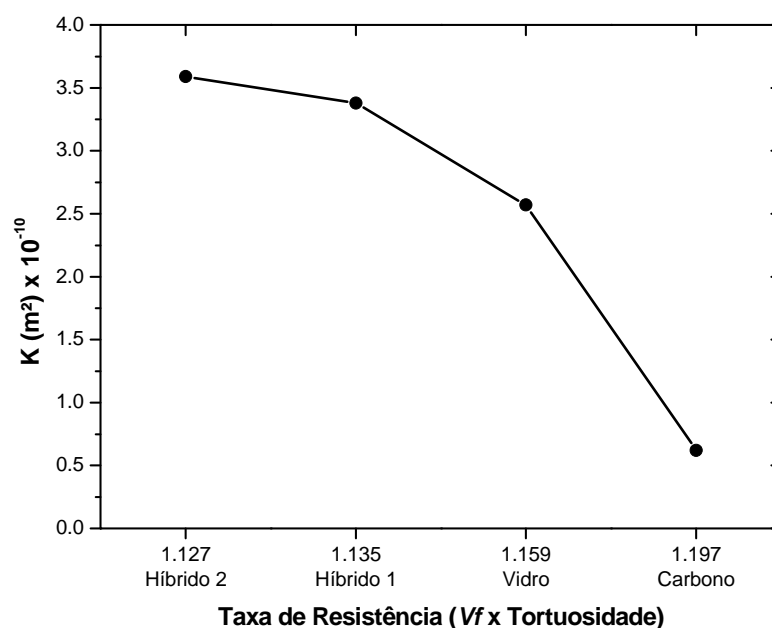
Tabela 10. Tortuosidade das pré-formas.

Arquitetura	Tortuosidade
<b>Carbono</b>	2,22
<b>Vidro</b>	2,08
<b>Híbrido 1</b>	2,15
<b>Híbrido 2</b>	2,14

Fonte: Produção do próprio autor.

A tortuosidade e a fração volumétrica de fibras são as características dos reforços responsáveis pela resistência ao fluxo de resina. Integrando a lei de Darcy, Eq. (1), pode ser observado que a porosidade da pré-forma é inversamente proporcional à permeabilidade; porém a tortuosidade não é visível, já que é um fator intrínseco nesta equação. Além disso, Leon (1998) demonstrou que combinando a integração das leis de Darcy e a lei Poiseuille, obtém-se a equação de permeabilidade, evidenciando que da tortuosidade também é inversamente proporcional à permeabilidade. Portanto, multiplicando a tortuosidade pela fração de volume de fibra (ambos são parâmetros adimensionais) tem-se uma característica do meio poroso, referido neste trabalho como taxa de resistência. Na Figura 34, os dados de permeabilidade podem ser explicados pela taxa de resistência.

Figura 34. Permeabilidade versus taxa resistência ao fluxo.



Fonte: Produção do próprio autor.

Comparado os resultados do híbrido 1 e 2, foi possível observar que ambos possuem o mesmo teor de fibra. A diferença na disposição dos tecidos, intercalado ou em blocos, respectivamente, geraram diferentes valores de permeabilidade. Porém a tortuosidade foi o único dado capaz de mostrar essa diferença. A pequena diferença apresentada entre os resultados, indicam que ambas disposições híbridas apresentaram a menor taxa de resistência ao fluxo, ou seja, maior permeabilização do fluxo em meio fibroso.

Os resultados de permeabilidade podem ser explicados com maior nível de precisão pela taxa de resistência ao fluxo, pois essa medida foi capaz de avaliar não só o volume de espaços livre onde a matriz permeabiliza o tecido, mas também a complexidade do caminho a percorrer. A taxa de resistência pode descrever como volume de fibra e arquitetura do tecido influenciam a permeabilidade.

### **5.3 Caracterização das Amostras**

Mediante aos resultados encontrados nas caracterizações da resina e do reforço, foram processados 4 compósitos, mantendo a arquitetura indicada na seção 3.2. Foram processadas via RTM com os parâmetros: temperatura de injeção de 120 °C com aproximadamente 89 mPa.s; temperatura de cura a 180 °C por 120 min; pressão de injeção de 2 bar (0,2 MPa) e vácuo com limite de 500 mbar (0,05 MPa).

#### **5.3.1 Inspeção Acústica por Ultrassom**

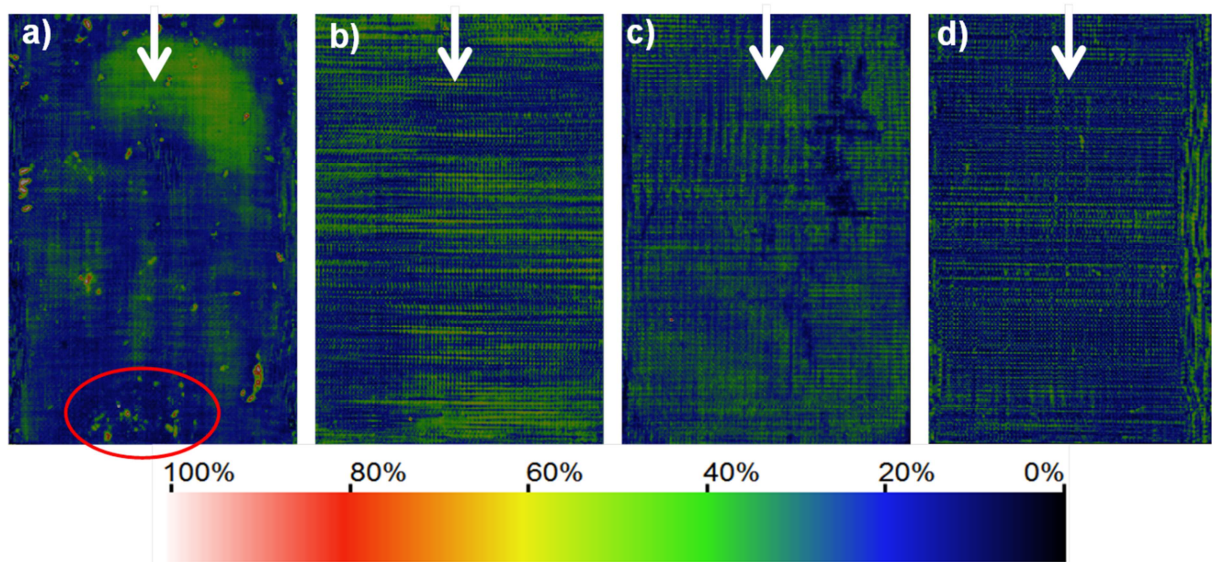
O primeiro ensaio realizado após o processamento foi a inspeção acústica por ultrassom, um ensaio não destrutivo com a finalidade de validar o processamento quanto a uniformidade de impregnação ao longo do laminado e verificação de imperfeições.

Foram utilizados os resultados do mapa de atenuação do laminado, pelo método da inspeção acústica C-scan. O sentido de impregnação está identificado pela seta branca. A Figura 35 indica a escala de cores utilizada, sendo que quanto mais próximo de 100% menor atenuação, ou seja, menor desvio de onda; e quanto mais próximo de 0%, ocorre maior atenuação, com maior possibilidade a presença de defeitos.

O resultado gerado pelo mapa de cores dos 4 laminados foi exposto na Figura 35. Os quatro compósitos apresentaram elevada atenuação, o que não significa ausência de resina, mas, de fato, em compósitos híbridos indica dispersão ultra-sônica entre interfaces, considerando que a fibra de carbono e a fibra de vidro têm diferentes impedâncias acústicas. Apesar da dificuldade na análise de inspeção ultra-sônica com compósito híbrido (devido à presença de três tipos de materiais para a trajetória das ondas), os quatro laminados

apresentaram um nível de atenuação semelhante ao observado por Shiino *et al.* (2012) e Pelivanov *et al.* (2016); onde a diferença é atribuída a outras variáveis.

Figura 35. Mapa de atenuação C-scan dos compósitos: a) Carbono; b) Vidro; c) Híbrido 1 e d) Híbrido 2.



Fonte: Produção do próprio autor.

O laminado de compósito de carbono, Figura 35a, apresentou acúmulo de resina na região de injeção, notado pela coloração verde próximo a seta branca. Ao longo do laminado houveram diversos pontos com imperfeições, especialmente no final do laminado, confirmando o perfil de impregnação com concavidade negativa. O laminado de vidro muito embora tenha apresentado uma variação de atenuação entre as 20 e 40%, mostra homogeneidade ao longo de todo o laminado.

Considerando a dificuldade de leitura citada anteriormente, ambos híbridos apresentaram padrões de retorno de onda semelhante ao compósito de vidro, com uma continuidade ao longo de todo o laminado. Embora o híbrido 1 tenha apresentado uma seção mais escura próximo a injeção na direita do material, que indica defeito de impregnação.

### 5.3.2 Picnometria de Hélio

A picnometria de hélio foi realizada para todas as amostras analisadas por digestão ácida e por porosimetria de mercúrio, pois ambos os ensaios necessitam do conhecimento da massa específica e do volume real do corpo de prova. Para o ensaio de digestão ácida foram utilizadas 9 amostras de cada laminado e 14 amostras de compósitos de carbono para os ensaios de melhoria de rotina de análise de vazios por porosimetria de Hg, conforme matriz

ortogonal. Os valores de volume e massa específica de cada amostra estão listados nas Tabelas de 11 a 14.

Tabela 11. Resultado de massa específica e volume das amostras de carbono.

Nomenclatura			Massa (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )
C	D	E	0,76	0,51	1,48
C	D	E	0,85	0,58	1,47
C	D	E	0,83	0,56	1,49
C	D	M	0,79	0,53	1,47
C	D	M	0,76	0,52	1,48
C	D	M	0,74	0,50	1,48
C	D	F	0,71	0,49	1,45
C	D	F	0,85	0,59	1,45
C	D	F	0,79	0,55	1,45
C	1	E	0,88	0,60	1,47
C	2	E	0,82	0,56	1,48
C	3	E	0,79	0,51	1,56
C	4	E	0,81	0,55	1,47
C	5	E	0,65	0,44	1,47
C	6	E	0,70	0,48	1,46
C	7	E	0,83	0,56	1,47
C	8	E	0,84	0,57	1,48
C	9	E	0,79	0,54	1,47
C	10	E	0,78	0,53	1,47
C	11	E	0,84	0,57	1,47
C	12	E	0,80	0,54	1,48
C	13	E	0,79	0,54	1,48
C	14	E	0,75	0,51	1,46

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 12. Resultado de massa específica e volume das amostras de vidro.

Nomenclatura			Massa (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )
V	D	E	1,14	0,62	1,85
V	D	E	1,11	0,61	1,81
V	D	E	1,09	0,58	1,86
V	D	M	1,12	0,61	1,85
V	D	M	1,09	0,58	1,87
V	D	M	1,19	0,65	1,81
V	D	F	1,06	0,59	1,81
V	D	F	1,06	0,58	1,83
V	D	F	1,08	0,58	1,87

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 13. Resultado de massa específica e volume das amostras do híbrido 1.

Nomenclatura			Massa (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )
H1	D	E	0,95	0,59	1,61
H1	D	E	0,95	0,60	1,59
H1	D	E	0,89	0,56	1,59
H1	D	M	0,96	0,60	1,60
H1	D	M	0,94	0,59	1,59
H1	D	M	0,97	0,61	1,59
H1	D	F	0,97	0,60	1,63
H1	D	F	0,96	0,61	1,56
H1	D	F	1,06	0,68	1,55

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 14. Resultado de massa específica e volume das amostras do híbrido 2.

Nomenclatura			Massa (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )
H2	D	E	0,96	0,61	1,59
H2	D	E	0,99	0,62	1,60
H2	D	E	1,01	0,64	1,58
H2	D	M	1,01	0,64	1,58
H2	D	M	0,96	0,60	1,59
H2	D	M	0,99	0,62	1,60
H2	D	F	1,01	0,62	1,63
H2	D	F	0,93	0,57	1,64
H2	D	F	0,97	0,60	1,62

Fonte: Produção do próprio autor.

Todas as amostras analisadas foram cortadas nas dimensões de 23 x 7 x 3 mm. Na Tabela 15 foi apresentada a média de todas as análises para cada compósito, onde é possível observar que todos possuem valores aproximados de volume. Comparado ao compósito de carbono, ocorreu um aumento de massa (g) e massa específica (g/cm<sup>3</sup>) para os compósitos híbridos, já que a massa específica do compósito de vidro é maior do que a de carbono, devido diferença de densidade entre as fibras. Esses resultados, semelhantes para ambos os híbridos, comprovam que foram utilizadas a mesma fração de fibra de carbono e vidro alternando somente a ordem de empilhamento dos tecidos.

Tabela 15. Média dos resultados de picnometria de He.

<b>Compósito</b>	<b>Massa (g)</b>	<b>Volume (cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Massa específica (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>C</b>	0,79 ± 0,05	0,54 ± 0,03	1,47 ± 0,02
<b>V</b>	1,11 ± 0,04	0,59 ± 0,02	1,85 ± 0,03
<b>H1</b>	0,95 ± 0,05	0,59 ± 0,03	1,59 ± 0,01
<b>H2</b>	0,97 ± 0,05	0,60 ± 0,03	1,59 ± 0,01

Fonte: Produção do próprio autor.

### 5.3.3 Digestão Ácida

Com os dados de massa específica, volume e peso de cada amostra, obtidos pela técnica de picnometria de He, foi possível realizar o ensaio de digestão ácida para obtenção da fração volumétrica real da fibra, fração volumétrica real da matriz e fração volumétrica de vazios através da Eq. (19). O ensaio foi realizado nove vezes para cada laminado, sendo uma triplicata para a região de injeção (entrada), triplicata para a região do meio e triplicata para a região final do laminado, conforme resultados apresentados nas Tabelas de 16 a 19.

Os resultados demonstraram que as frações volumétricas reais de reforço para os compósitos de vidro e para ambos os híbridos foram superiores a 50%. A média de volume real de reforço no compósito de carbono foi de 48%, devido ao acúmulo de resina e defeitos presentes.

Com relação à fração volumétrica de vazios, o compósito de carbono apresentou um valor próximo ao requerido para aplicação aeronáutica na região próxima à injeção, porém ao longo do laminado houve um aumento desse valor, sendo o dobro no final do laminado. O compósito de vidro, por outro lado, apresentou a menor fração de vazios, com todos resultados inferiores a 2%.

O híbrido 1 apresentou o perfil da fração volumétrica de vazios semelhantes ao observado para o compósito de carbono. A união das fibras de vidro no compósito de carbono apresentou um resultado positivo para o compósito híbrido 2, com relação a formação de vazios, mantendo os resultados entre os resultados dos compósitos de carbono e vidro e se aproximando mais daquele requerido para aplicação aeronáutica de 2%.

Tabela 16. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito de carbono.

Compósito	Massa fibra (g)	Volume Reforço (%)	Volume Matriz (%)	Volume de vazios (%)	Média	Desvio
CDE	0,44	47,71	50,15	2,15		
CDE	0,49	47,07	50,78	2,15	<b>2,13</b>	<b>0,03</b>
CDE	0,50	49,30	48,60	2,10		
CDM	0,46	50,02	47,63	2,35		
CDM	0,51	54,96	39,73	5,31	<b>3,73</b>	<b>1,77</b>
CDM	0,44	49,30	48,55	2,15		
CDF	0,40	50,70	45,41	3,89		
CDF	0,52	50,18	44,66	5,17	<b>4,24</b>	<b>0,81</b>
CDF	0,46	50,85	45,49	3,66		

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 17. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito de vidro.

Compósito	Massa fibra (g)	Volume Reforço (%)	Volume Matriz (%)	Volume de vazios (%)	Média	Desvio
VDE	0,69	58,75	43,39	2,14		
VDE	0,68	56,79	43,03	0,18	<b>0,87</b>	<b>1,10</b>
VDE	0,70	53,94	46,35	0,29		
VDM	0,71	55,45	45,20	0,64		
VDM	0,70	54,13	46,46	0,59	<b>0,56</b>	<b>0,09</b>
VDM	0,71	58,19	42,27	0,46		
VDF	0,64	57,78	42,30	0,08		
VDF	0,69	51,06	46,23	2,71	<b>1,24</b>	<b>1,34</b>
VDF	0,72	51,06	48,02	0,92		

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 18. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito híbrido 1.

Compósito	Massa Fibra (g)	Volume Reforço (%)	Volume Matriz (%)	Volume de vazios [%]	Média	Desvio
H1DE	0,58	50,89	45,47	3,64		
H1DE	0,54	55,92	41,64	2,44	<b>2,83</b>	<b>0,70</b>
H1DE	0,53	52,09	43,99	2,42		
H1DM	0,60	47,71	47,01	5,28		
H1DM	0,53	55,22	42,10	2,68	<b>3,46</b>	<b>1,58</b>
H1DM	0,55	55,28	42,30	2,42		
H1DF	0,58	51,87	45,72	2,41		
H1DF	0,57	51,05	43,25	3,70	<b>3,79</b>	<b>1,43</b>
H1DF	0,61	53,24	41,50	5,26		

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 19. Resultados da técnica de digestão ácida para o compósito híbrido 2.

Compósito	Massa Fibra (g)	Volume Reforço (%)	Volume Matriz (%)	Volume de vazios [%]	Média	Desvio
H2DE	0,54	56,88	40,97	2,15		
H2DE	0,60	50,72	45,16	1,82	<b>2,06</b>	<b>0,21</b>
H2DE	0,57	55,35	41,44	2,21		
H2DM	0,61	51,55	46,22	2,23		
H2DM	0,57	50,82	46,82	2,06	<b>2,16</b>	<b>0,09</b>
H2DM	0,58	52,60	45,22	2,18		
H2DF	0,56	56,76	40,90	2,35		
H2DF	0,55	55,27	42,20	2,53	<b>2,36</b>	<b>0,17</b>
H2DF	0,58	53,88	43,42	2,20		

Fonte: Produção do próprio autor.

Uma visão geral dos resultados, apresentado na Tabela 20, demonstra claramente que o compósito de carbono e o híbrido 1 apresentaram elevados valores de porosidade, e muito próximos entre si. Todavia, o desvio padrão do compósito de carbono indicou maior heterogeneidade do que os demais compósitos. A média geral do compósito de vidro foi inferior a 1%, e a presença do vidro e carbono na disposição do híbrido 2 favoreceu o compósito estando bem próximo a 2 %, com o menor desvio padrão, indicando a maior homogeneidade de impregnação.

Tabela 20. Visão geral do resultado de vazios da digestão ácida dos quatro laminados.

Compósito	Média de vazios (%)	Desvio padrão
<b>Carbono</b>	3,37	1,09
<b>Vidro</b>	0,89	0,34
<b>Híbrido 1</b>	3,36	0,48
<b>Híbrido 2</b>	2,19	0,15

Fonte: Produção do próprio autor.

Os resultados da digestão ácida já demonstraram uma tendência na qual o compósito de vidro apresenta a menor fração de vazios. O compósito híbrido 2 apresentou melhor disposição dos tecidos para menor formação de vazios durante o processamento, comparado ao compósito de carbono e híbrido 1. Porém devido aos elevados valores de desvio padrão encontrados em todos os resultados da digestão ácida, que na maioria das vezes supera e mais de 10% dos valores da média, optou-se por utilizar a análise dos resultados com a ferramenta estatística de distribuição de *Weibull*, pois assim foi possível visualizar a formação de vazios ao longo do laminado com determinada confiabilidade.

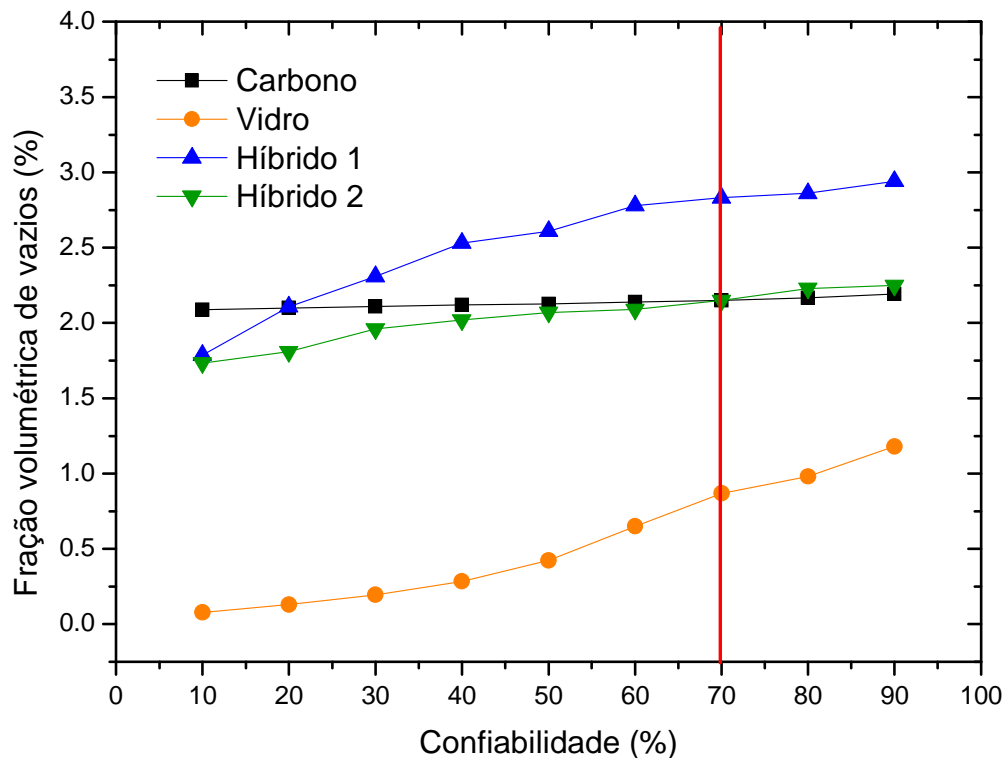
A grande diferença da aplicação da distribuição de *Weibull* neste trabalho é a falta de dois eixos para adequação da ferramenta. Para isso foram criados um eixo de posicionamento



de leitura em mm ao longo do compósito e um segundo eixo com valores de formação de vazios. Assim para cada posicionamento foi possível determinar a fração de porosidade com um certo nível de confiabilidade. Antes de realizar esse equacionamento foi necessário adequar o nível de confiabilidade.

A confiabilidade é normalmente escolhido de acordo com o projeto ou aplicação específica, sendo os níveis de confiabilidade mais elevados para aplicações mais rigorosas e níveis menores para aplicações como menor rigorosidade. Em outras palavras, quanto maior a confiabilidade mais os valores de porosidade se deslocaram para a direita dos gráficos. Para determinação da confiabilidade foi gerado um gráfico de porosidade por confiabilidade entre 10 e 90%, conforme Figura 36.

Figura 36. Confiabilidade versus porosidade da entrada de cada compósito.



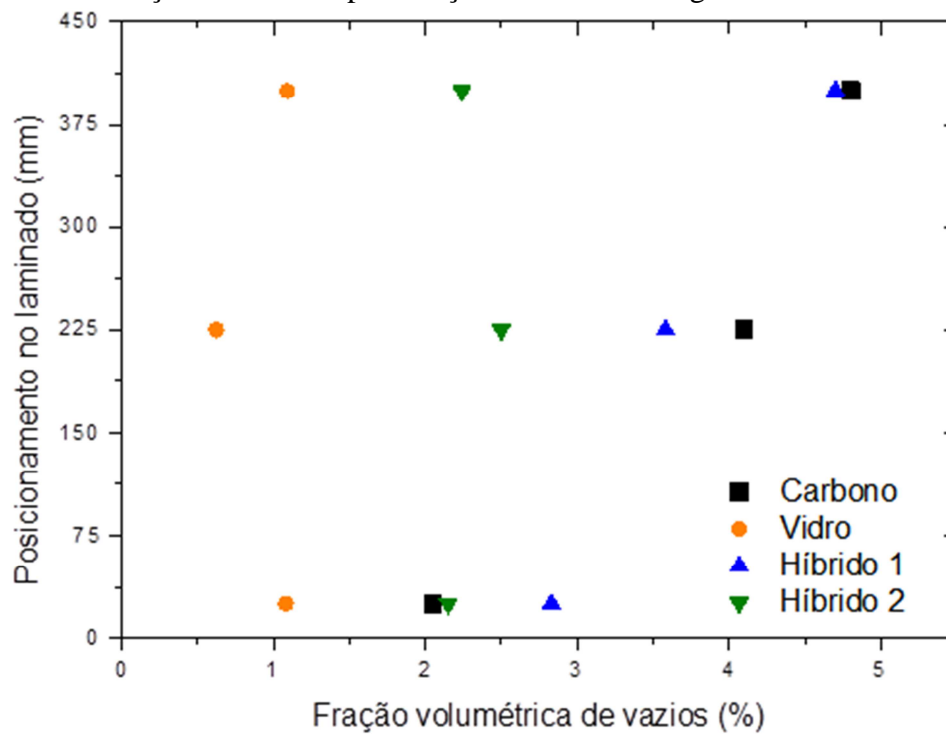
Fonte: Produção do próprio autor.

Foi escolhido o nível de confiabilidade de 70%, demarcado pela linha vermelha da Figura 36, pois é um nível elevado o suficiente para uma aplicação rigorosa. Com 70% de confiabilidade os valores já se apresentam maiores do que os valores da média, indicando maior rigorosidade de análise. Níveis mais elevados são aplicados quando estudadas aplicações específicas, porém todos os valores seriam deslocados para a direita.

A partir da escolha do nível de confiabilidade, todos os demais resultados foram demarcados no gráfico da Figura 37. Com isso, foi possível visualizar a baixa fração de vazios

e a boa continuidade de impregnação ao longo do laminado de vidro e híbrido 2, pois ambos geraram uma tendência bem próxima a uma linha vertical. Já os compósitos de carbono e híbrido 1 apresentaram uma tendência crescente de vazios do começo ao final dos compósitos, confirmando uma dificuldade na impregnação nestes materiais.

Figura 37. Distribuição de *Weibull* para fração de vazios da digestão ácida.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os pontos gerados através do gráfico de distribuição de *Weibull* obedecem a confiabilidade de 70%. A escolha de maiores níveis de confiabilidade deslocaria todos os resultados uniformemente para a direita, contudo, mantendo a mesma análise comparativa.

#### 5.3.4 Metodologia de Taguchi – Porosímetro de Hg

Mediante a escolha e adaptação da matriz ortogonal  $L_4$ , foram realizados os ensaios de porosimetria de Hg variando os parâmetros de acordo com a matriz ortogonal para melhoria de rotina de análise. Os ensaios de melhoria de rotina foram realizados somente no compósito de carbono na região de injeção, pois foi o material e a região que apresentou o menor desvio padrão, indicando a menor presença de ruído, fator importante para melhor análise estatística. A Tabela 21 apresenta os resultados obtidos por cada experimento.

Há uma grande variação entre a utilização de cada um dos parâmetros, porém os resultados dos experimentos de 9 a 11 e de 12 a 13, que são triplicatas, apresentaram valores

mais próximos entre si. A pequena variação indica ainda a presença da heterogeneidade que material possui. Essa heterogeneidade é o ruído, fator externo aos parâmetros que podem influenciar nos resultados.

Tabela 21. Resultados da porosimetria de mercúrio pela matriz ortogonal L<sub>4</sub>.

<b>Experimento</b>	<b>Compósito de carbono (%)</b>
<b>1</b>	0,58
<b>2</b>	1,27
<b>3</b>	0,34
<b>4</b>	1,36
<b>5</b>	1,81
<b>6</b>	1,19
<b>7</b>	1,98
<b>8</b>	1,44
<b>9</b>	1,58
<b>10</b>	1,44
<b>11</b>	1,63
<b>12</b>	2,04
<b>13</b>	1,85
<b>14</b>	1,94

Fonte: Produção do próprio autor.

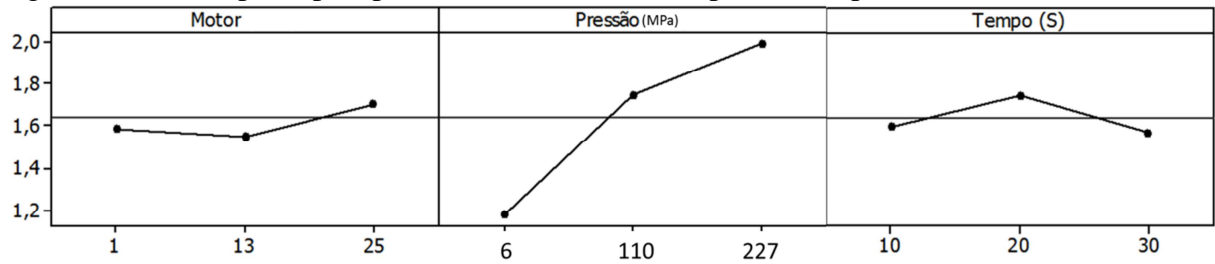
A porosidade conectada a superfície é uma leitura das seis faces da amostra, mas também é a resultante de todos os parâmetros de processamento e de acabamento do molde. Isto é, riscos e imperfeições no molde são passados para a superfície do laminado que podem ser lidos como vazios através do porosímetro de mercúrio.

### **5.3.5 Análise da Relação Sinal / Ruído e ANOVA**

A análise do sinal/ruído foi realizada com o objetivo de avaliar quanto os parâmetros, comparados ao ruído, influenciam na resposta. O importante para as análises foi saber quais os fatores mais influenciaram nos resultados para obtenção da melhor rotina de análise. O segundo passo, sabendo quais os fatores mais importantes, foi a escolha dos níveis em que ocorre a melhor leitura de porosidade.

A Figura 38 mostra o efeito dos níveis dos fatores sobre a média da resposta. Nos gráficos existem um ponto para cada nível de cada parâmetro, que é representado pela média (eixo vertical) dos resultados obtidos pela matriz ortogonal sempre que este parâmetro foi utilizado. Por exemplo, o motor 1 para o compósito de carbono tem como resultados os experimentos 1 e 2, que foram as combinações com a pressão 6 e 227 MPa, respectivamente e tem resultado de média próximo a 1,60 % de porosidade.

Figura 38. Efeitos principais para a média do resultado para o compósito de carbono.

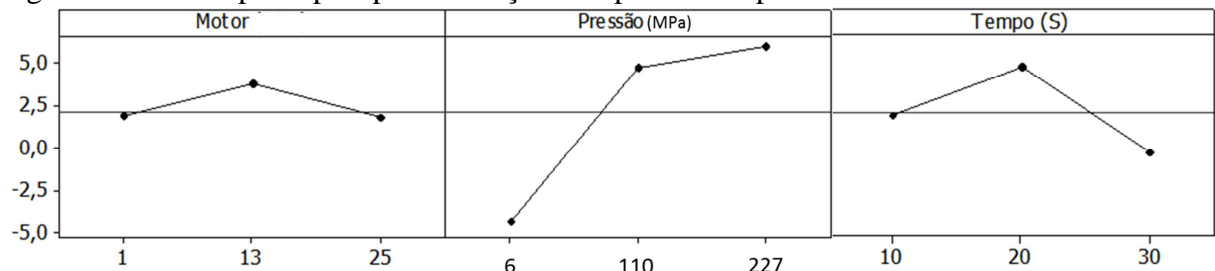


Fonte: Produção do próprio autor.

A avaliação do efeito da média dos resultados sob a perspectiva de cada um dos parâmetros variados mostrou que a pressão tem maior influência sobre os resultados de porosimetria. Esse fato foi evidente, pois a partir da alternância entre a pressão mínima e máxima pôde-se verificar que o resultado tem uma elevada variação como resposta. Mediante as análises dos gráficos da Figura 38 não foi possível afirmar qual o segundo parâmetro que ofereceu a maior influência na média das respostas.

Foi realizada a análise da influência do S/R sobre a resposta, ou resultado. Para tal análise foi determinada a função maior é melhor, das equações do APÊNDICE A, pois quanto maior for o valor da resposta significa que o sinal, ou os parâmetros, apresenta maior influência sobre a resposta comparado ao ruído. A Figura 39 apresentara os gráficos S/R de cada fator do compósito de carbono.

Figura 39. Efeitos principais para a relação S/R para o compósito de carbono.



Fonte: Produção do próprio autor.

A relação S/R para o compósito de carbono também apresentou a pressão como o fator que mais influencia a resposta. A maior relação S/R foi para o fator pressão 227 MPa, porém o pequeno aumento entre o nível mediano e máximo da pressão indicaram que a influência pode pertencer ao ruído e não do próprio fator. Os níveis mais favoráveis para o tempo e motor foram os medianos.

Visando confirmação dos resultados encontrados, foi utilizada a tabela dos resultados da ANOVA para avaliação das respostas da análise no porosímetro de Hg. Para considerar maximizar a leitura de porosidade é necessária uma avaliação dos principais fatores que

influenciam os resultados, que neste caso podem ser três combinações, que são: Pressão – Motor; Pressão – tempo ou somente pressão, para o caso de não haver influência significativa nem do tempo nem do motor na análise. A Tabela 22 apresentou o resultado da ANOVA para o compósito de carbono.

Tabela 22. Resultados da Análise de Variância ANOVA.

<b>Carbono</b>	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>p-valor</b>	<b>F<sub>crítico</sub></b>
<b>Motor</b>	0,17	2,00	0,09	0,14	0,87	6,94
<b>Pressão</b>	1,42	2,00	0,71	4,18	0,03	3,98
<b>Tempo</b>	0,02	2,00	0,01	0,95	0,46	6,94

Fonte: Produção do próprio autor.

Os resultados da ANOVA para o compósito de carbono apresentou maior valor  $F$  para a pressão. Com  $F > F_{\text{crítico}}$  e  $p\text{-valor} < 0,05$ , houve a confirmação de que a pressão é o fator que mais influencia na resposta da leitura de porosidade. O segundo maior fator foi o tempo e o terceiro foi o motor. Entretanto, em ambos os casos o  $p\text{-valor}$  é superior a 0,05, que indica a falta de confiabilidade nesta análise. Visto que o  $p\text{-valor}$  do motor é muito superior do que o  $p\text{-valor}$  do tempo, a confiabilidade da leitura pelo fator tempo é maior do que pelo motor.

Com a leitura realizada através da Tabela 22 foi possível concluir o fator pressão como o fator que mais influenciou os resultados. Segundo os valores de  $F$  da Tabela 22 a tendência do tempo como o segundo parâmetro mais importante para realização da melhor análise de porosidade em compósitos foi confirmada.

Para finalizar as conclusões anteriores dos principais fatores que influenciam a resposta medição de porosidade foi realizado uma regressão numérica das análises de taguchi e S/R, onde as respostas foram analisadas em comparações simultâneas entre motor, pressão e tempo. Esta regressão visou encontrar o maior delta da relação S/R, maior delta da relação de média e maior delta da relação de desvio padrão. Com esses dados, o próprio programa MiniTab<sup>®</sup> 15 foi capaz de gerar uma classificação, exposta na Tabela 23 a 25.

Tabela 23. Valores de resposta para relações S/R: Maior é melhor.

<b>Nível</b>	<b>Motor</b>	<b>Pressão</b>	<b>Tempo</b>
<b>1</b>	-9,62	-6,07	-10,39
<b>2</b>	-7,45	-3,13	-7,45
<b>3</b>	-6,67	-10,73	-5,91
<b>Delta</b>	2,94	7,59	4,48
<b>Classificação</b>	3°	1°	2°

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 24. Valores de resposta para a média.

<b>Nível</b>	<b>Motor</b>	<b>Pressão</b>	<b>Tempo</b>
<b>1</b>	0,83	0,41	0,63
<b>2</b>	0,75	0,51	0,51
<b>3</b>	0,52	1,07	0,85
<b>Delta</b>	0,30	0,65	0,34
<b>Classificação</b>	3°	1°	2°

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 25. Valores de resposta para desvio padrão.

<b>Nível</b>	<b>Motor</b>	<b>Pressão</b>	<b>Tempo</b>
<b>1</b>	0,60	0,23	0,57
<b>2</b>	0,20	0,13	0,13
<b>3</b>	0,42	0,98	0,63
<b>Delta</b>	0,39	0,84	0,49
<b>Classificação</b>	3°	1°	2°

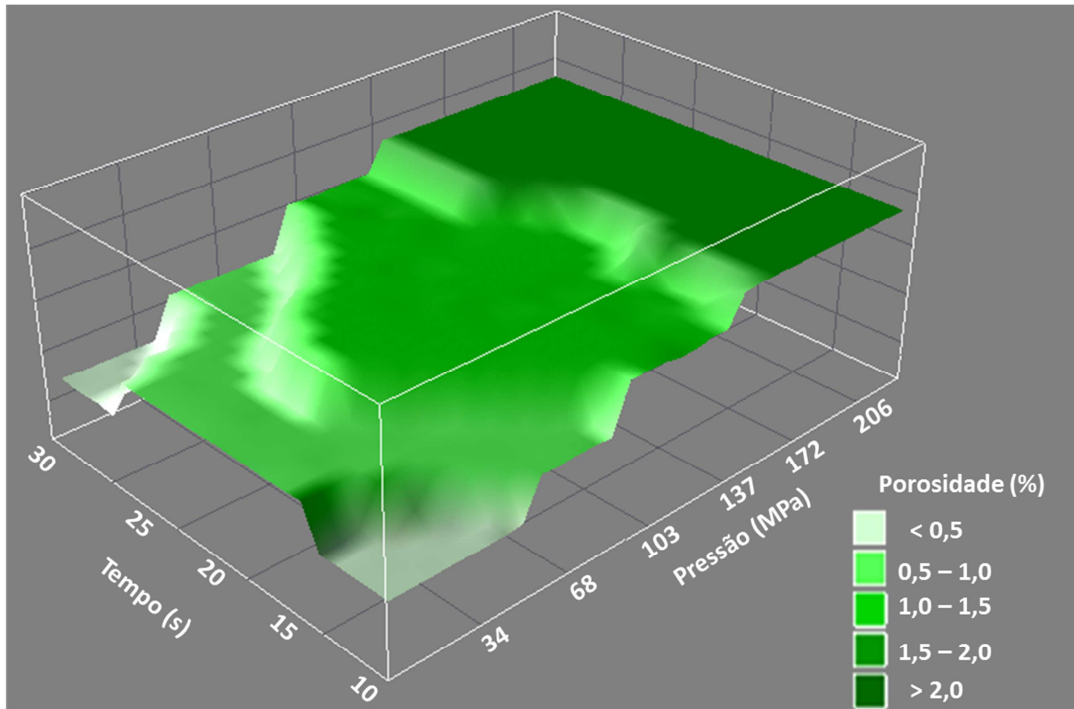
Fonte: Produção do próprio autor.

As Tabelas 23 a 25 apresentam um resumo numérico de todas as análises estatísticas realizadas, confirmando a classificação em primeiro lugar para o fator pressão como o parâmetro que mais influencia a resposta. O segundo fator que mais influencia a resposta foi o tempo, mesmo com a diferença entre a média e o desvio padrão sendo tão pequena comparada ao fator motor, o que aliás comprova a dificuldade dessa conclusão com os dados e gráficos anteriormente apresentados. Foi possível descartar as combinações de análise de pressão – motor, porém ainda foi necessário avaliar a combinação pressão – tempo ou somente pressão.

Como os resultados da Tabela 23, relação S/R, apresentaram uma diferença significativa entre o Delta do tempo e motor, conseqüentemente a variação dos fatores tem maior influência do que o ruído da análise. Com isso conclui-se que os melhores fatores para utilizar na leitura de porosidade em compósitos é a combinação entre pressão e tempo.

A Figura 40 mostra os gráficos de superfície de resposta para o compósito de carbono. A variação da coloração representa o terceiro eixo que foi a resposta, sendo representado pela fração volumétrica de porosidade (%) na legenda ao lado da figura.

Figura 40. Superfície de resposta entre fatores tempo e pressão.

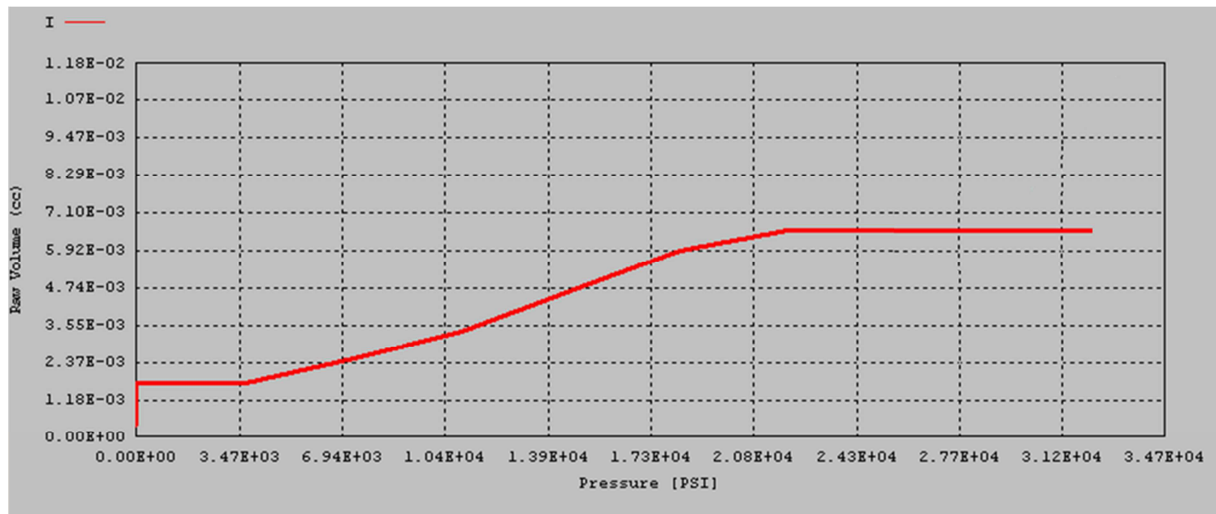


Fonte: Produção do próprio autor .

Foi possível observar que existem diversas regiões em que os gráficos se igualam, como por exemplo sempre que a pressão é muito baixa, nos pontos extremos do tempo encontraram-se os piores pontos de leitura de porosidade. A medida em que a pressão aumenta ocorre o aumento do valor de vazios lidos, sendo possível visualizar claramente que a leitura tem uma dependência muito maior da pressão comparada ao fator tempo. A pressão sofre influência do fator tempo somente quando ela foi baixa demais para garantir uma boa leitura de porosidade.

A partir de aproximadamente 137 MPa na pressão os valores de porosidade basicamente não mudão, isso é comprovado pelo gráfico de injeção de mercúrio do equipamento porosímetro de Hg, no qual o eixo vertical é a quantidade de mercúrio introduzido na amostra em  $\text{cm}^3$  e o eixo horizontal é a faixa de pressão, Figura 41. A partir de 144 MPa para a amostra C7E ocorre uma estabilização na injeção de mercúrio, onde não ocorre mais leitura nenhuma de porosidade.

Figura 41. Injeção de mercúrio por pressão extraído do porosímetro de Hg.



Fonte: Produção do próprio autor.

As mesmas análises foram realizadas com os compósitos de vidro e híbrido 1 e 2, apresentadas no APÊNDICE B. Os resultados foram muito semelhantes à análise realizada para o compósito de carbono tendo a conclusão sido a mesma.

### 5.3.6 Porosimetria de Hg

Através dos resultados da melhoria de rotina da leitura de vazios por porosimetria de Hg, foram realizados novos ensaios com o nível para pressão 172 MPa e tempo de 20 s, extraídos dos resultados anteriores. Os resultados foram feitos em triplicata para cada um dos compósitos na região de entrada, meio e fim do laminado, listados na Tabela 26. Em todos os casos a porosidade conectada a superfície não ultrapassa a metade de porosidade total.

Tabela 26. Resultado de vazios por porosimetria de Hg.

Compósito	Carbobo	Vidro	Híbrido 1	Híbrido 2
<b>Entrada</b>	0,72	0,36	1,08	1,27
	0,88	0,57	0,81	0,61
	0,79	0,48	1,01	0,82
<b>Meio</b>	1,77	0,39	1,56	0,98
	0,88	0,25	1,42	0,74
	1,53	0,56	1,31	0,85
<b>Fim</b>	1,91	0,66	1,52	0,84
	1,21	0,45	1,51	0,56
	1,57	0,58	1,74	0,88

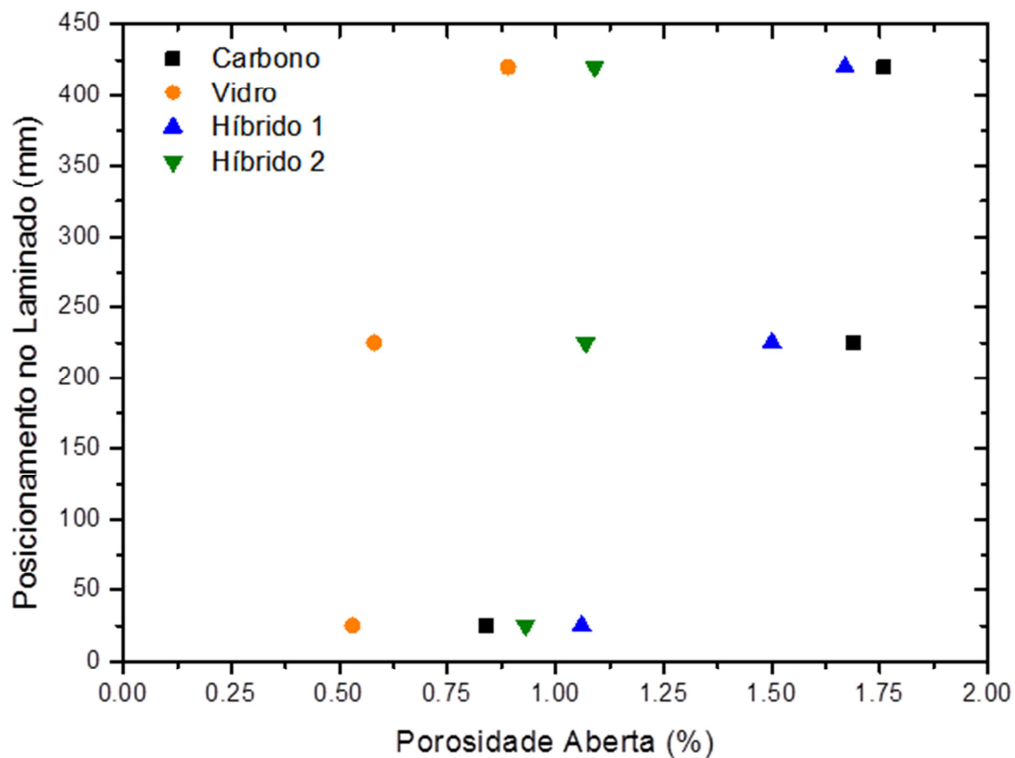
Fonte: Produção do próprio autor.



Devido a elevada variação de resultados de porosidade conectado a superfície da amostra, foi necessária a análise estatística pela distribuição de *Weibull* para estabelecimento dos níveis de confiabilidade.

A Figura 42 apresenta o gráfico de distribuição de *Weibull* para os resultados da porosimetria segundo o posicionamento no laminado. Pode-se observar que o comportamento é bastante semelhante ao apresentado para a digestão ácida, o que indica que a fração de poros abertos é proporcional a porosidade total presente no material. Em outras palavras, quanto maior a fração de poros, maior a quantidade de poros conectados a superfície. Em todos os casos a porosidade da entrada é menor, pois é uma região onde houve maior impregnação em todos os laminados por estar mais próximo à injeção de resina. Em uma análise entre os valores encontrados na porosidade integral, ou total, da amostra feitas pela digestão, é possível concluir que no máximo 45% dos poros estão conectados a superfície da amostra.

Figura 42. Distribuição de *Weibull* para porosidade aberta do porosímetro de Hg.

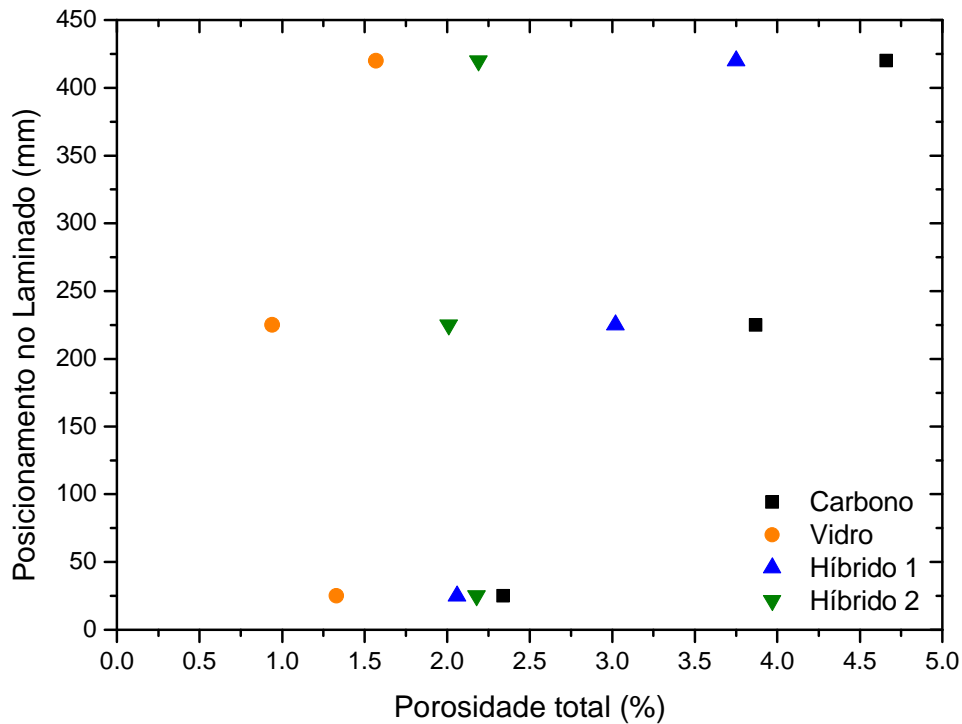


Fonte: Produção do próprio autor.

A partir do seccionamento das amostras, a Figura 43 mostra a distribuição de *Weibull*, segundo o posicionamento, da leitura de porosidade integral da amostra realizada no porosímetro de mercúrio. A pequena diferença entre os resultados da digestão ácida e do porosímetro indica que existem poros dentro da espessura de 10  $\mu\text{m}$  que não foram lidos, considerando que a análise apresentou frações de poros menor do que esse diâmetro. Porém, a

proximidade dos valores e as mesmas tendências de formação de vazios ao longo de cada laminado encontrados na técnica da digestão ácida validam essa técnica para leitura de porosidade total de compósitos avançados.

Figura 43. Distribuição de *Weibull* para poro total da amostras via porosímetria.



Fonte: Produção do próprio autor.

A distribuição dos valores de diâmetro nos compósitos, apresentado pela Tabela 27, apresentou a faixa de vazios encontrados nos compósitos, a média ponderada, a mediana e a moda dos diâmetros de cada um dos materiais. Todos os valores são descritos em microns.

Tabela 27. Resultado da distribuição de diâmetro em cada compósito.

Compósitos	Faixa de Diâmetro ( $\mu\text{m}$ )	Média ponderada De diâmetros ( $\mu\text{m}$ )	Mediana ( $\mu\text{m}$ )	Moda ( $\mu\text{m}$ )
<b>Carbono</b>	0,01 – 212,51	4,54	4,70	1,87
<b>Vidro</b>	0,01 – 217,40	3,52	4,40	1,42
<b>Híbrido 1</b>	0,01 – 210,53	5,32	4,38	3,69
<b>Híbrido 2</b>	0,01 – 217,40	3,25	2,99	2,11

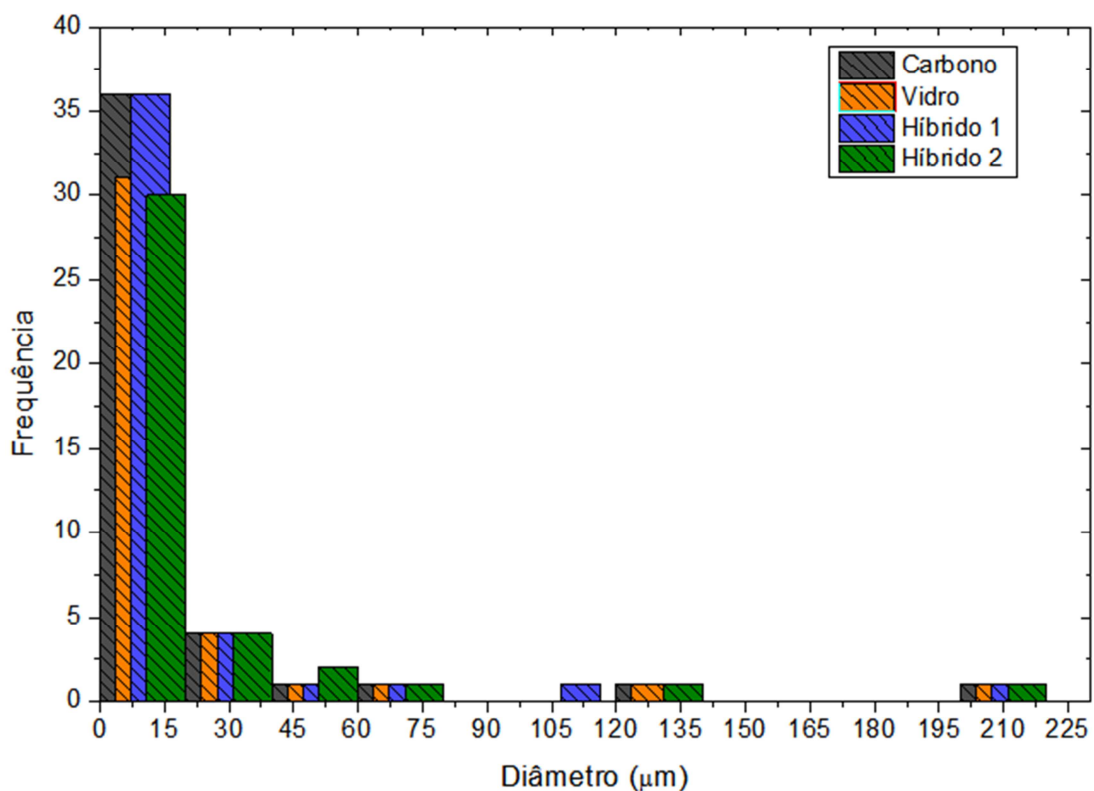
Fonte: Produção do próprio autor.

Mediante a grade faixa de diâmetros lidos no porosímetro de Hg, pode-se considerar que a maior concentração de porosidade estão nas menores faixas de diâmetros (aproximadamente  $5 \mu\text{m}$ ), devido aos baixos valores de média ponderada. O fato dos valores

da média ponderada, mediana e moda estarem tão próximos entre si corroboram com essa afirmativa. O histograma da Figura 44 demonstra graficamente essa distribuição.

As faixas de diâmetros encontradas foram muito semelhantes em todos os compósitos, conforme histograma da Figura 44. A maior concentração de poros é de 5  $\mu\text{m}$  em todos os compósitos, sendo a faixa de maior leitura de 0,01  $\mu\text{m}$  até 20 $\mu\text{m}$ . Esses dados são confirmados pela maior frequência de poros pequenos na Figura 44 e pelos valores de média, moda e media estarem próximos entre si e concentrados na faixa de menores diâmetros.

Figura 44. Histograma de distribuição de diâmetro de poros via Porosímetro de Hg.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os valores encontrados são superestimados dos valores encontrados nas demais técnicas, pois riscos e imperfeições na superfície do molde podem ter influenciado na leitura do porosímetro.

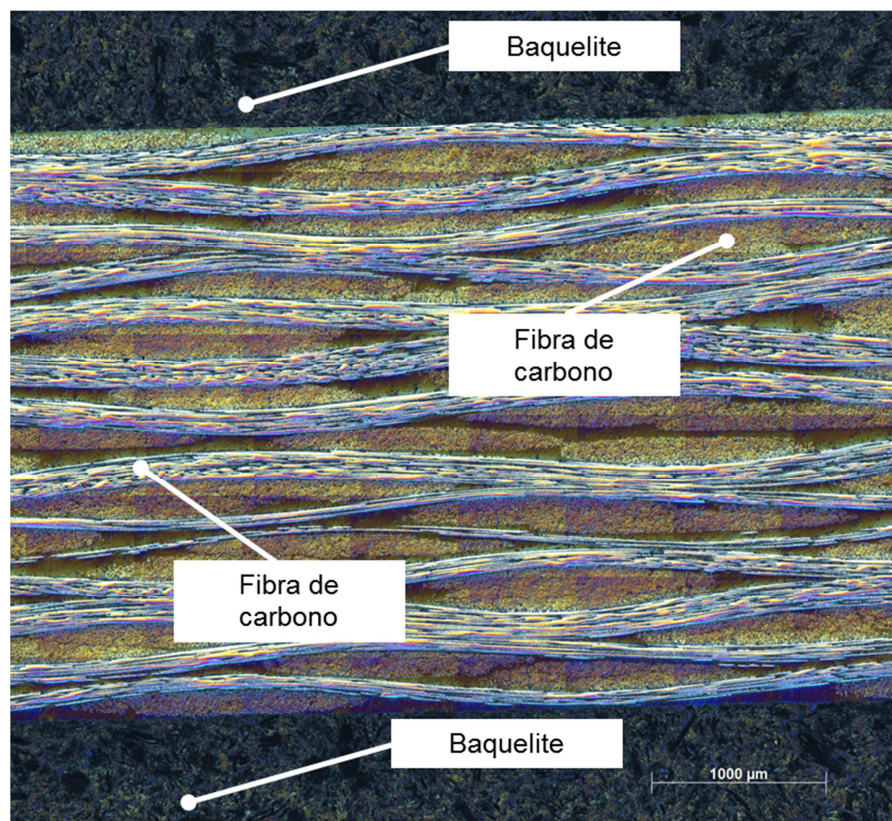
Entretanto, os resultados confirmam a mesma distribuição diâmetro de porosidade para os quatro laminados. Isso leva a concluir que o formato e tamanho de poros, apresentados na Tabela 27 e Figura 44, são características proveniente da resina e do tipo de processo, não sofrendo influência significativa da variação da pré-forma.

### 5.3.7 Microscopia Óptica

A microscopia óptica foi realizada no presente trabalho para uma análise qualitativa da seção transversal dos materiais e, mediante o uso da ferramenta de tratamento de imagem *imageJ*, uma análise quantitativa da fração de poros e sua distribuição sobre os materiais. Foram tiradas cerca de 200 imagens com ampliação de 100 vezes para obtenção do mapa da face transversal do material

A Figura 45 mostra uma imagem da seção transversal do compósito de carbono. É possível visualizar a baquelite na parte superior e inferior, demarcadas na imagem. Assim como as fibras na direção transversal e perpendicular à imagem, representações da trama e urdume. As duas superfícies, superior e inferior, estão bem planificadas, aparentemente sem a presença de porosidade com dimensões muito grande.

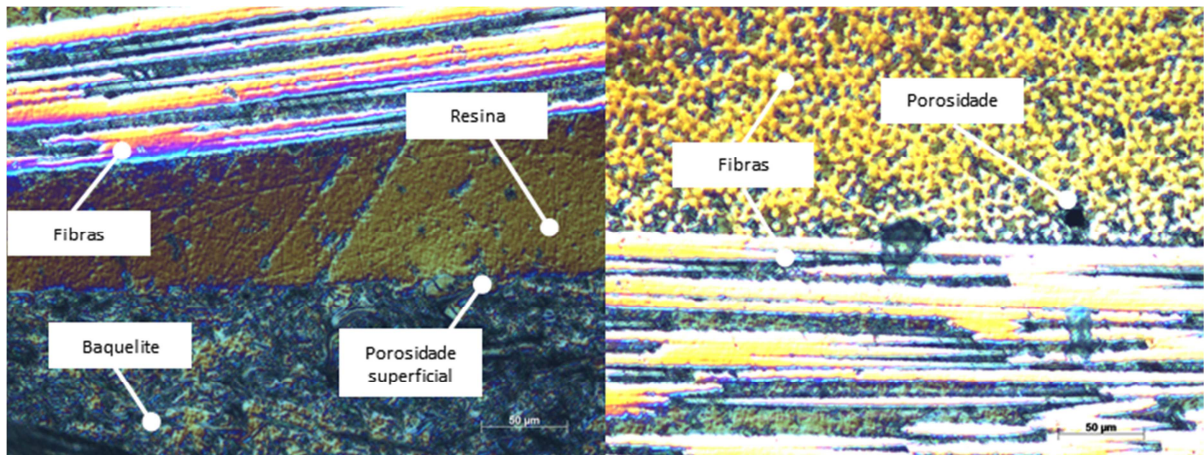
Figura 45. Imagem da seção transversal do compósito de carbono.



Fonte: Produção do próprio autor .

Entretanto, com uma ampliação de 200 vezes é possível observar pequenas formações de porosidade na superfície do compósito de carbono, bem como entre as fibras, locais com maior concentração de porosidade, devido à dificuldade de impregnação, apresentados na Figura 46.

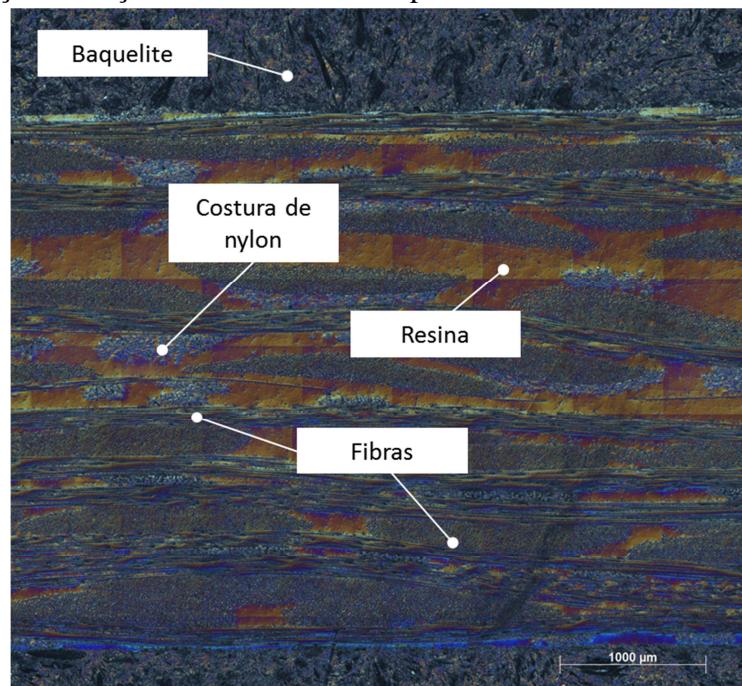
Figura 46. Ampliação dos defeitos no compósito de carbono.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os compósitos com fibra de vidro na sua composição apresentaram a análise dificultada pois as fibras de vidro são mais transparentes do que as fibras de carbono. Isso fez com que a luz não fosse refletida e, como consequência, as fibras perdessem a nitidez. A Figura 47 apresenta a seção transversal do compósito de vidro.

Figura 47. Ilustração da seção transversal do compósito de vidro.

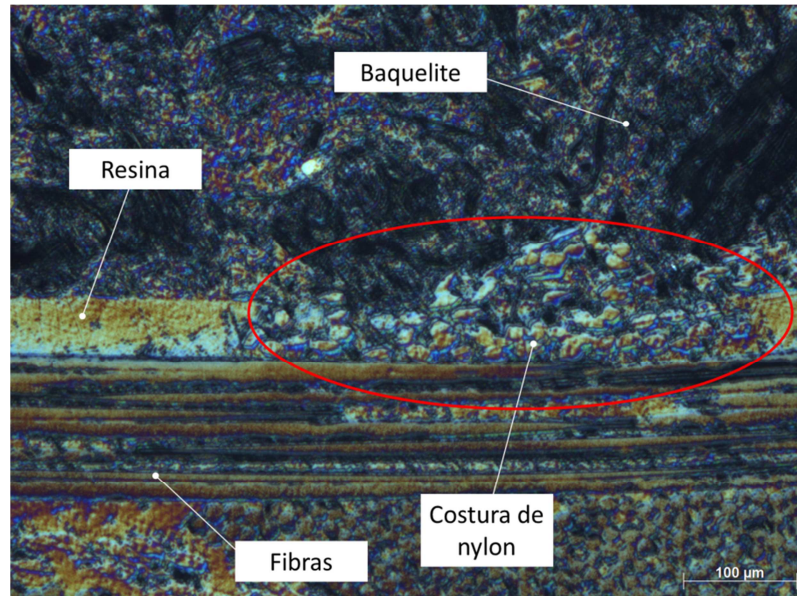


Fonte: Produção do próprio autor.

O compósito de vidro apresentou uma maior dificuldade de leitura de porosidade devido a menor formação de vazios encontrados neste material. Entretanto, é possível visualizar, através da Figura 48, uma concentração de porosidade nas costuras de poliéster,

circulada em vermelho. Embora o entrelaçamento da costura de poliéster possa gerar uma ancoragem mecânica, ela não tem adesão química com a resina, fato que resultou na dificuldade de impregnação, aumentando, assim, a concentração de porosidade nestes pontos. Isto resultou na concentração de poros na costura, esteja ela na superfície ou no interior do material.

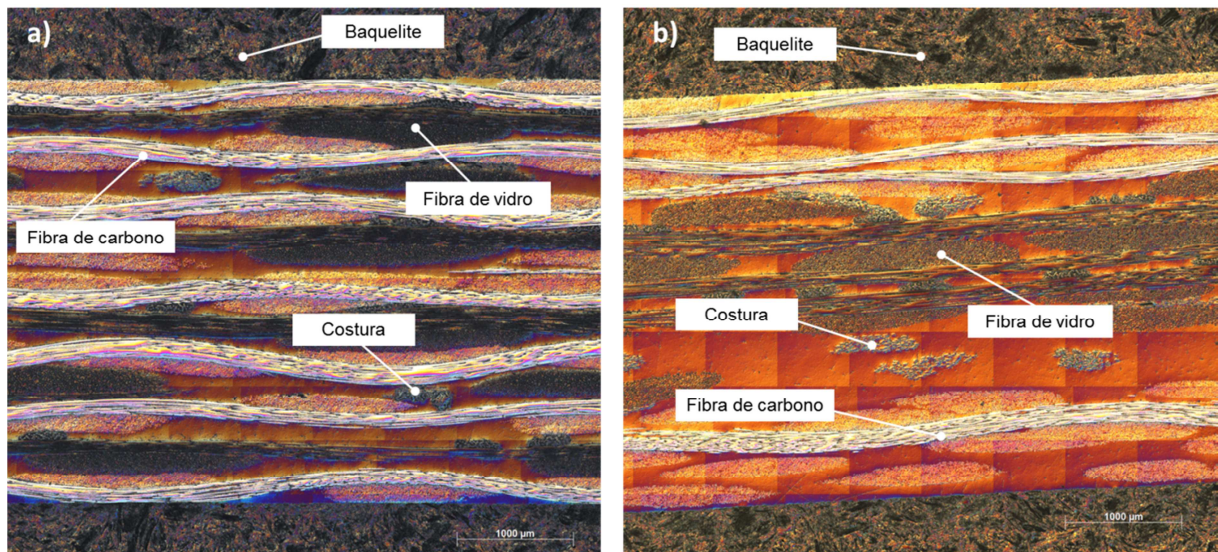
Figura 48. Concentração de porosidade na costura da fibra de vidro.



Fonte: Produção do próprio autor.

Para realização das análises dos compósitos híbridos as fibras de vidro e as fibras de carbono são melhor visualizadas pela variação do reflexo de ambas, Figura 49. No compósito híbrido 1, Figura 49a, é possível observar a alternância na ordem de empilhamento dos tecidos. Já no compósito híbrido 2, Figura 49b, é possível ver a concentração dos tecidos de vidro no meio do compósito.

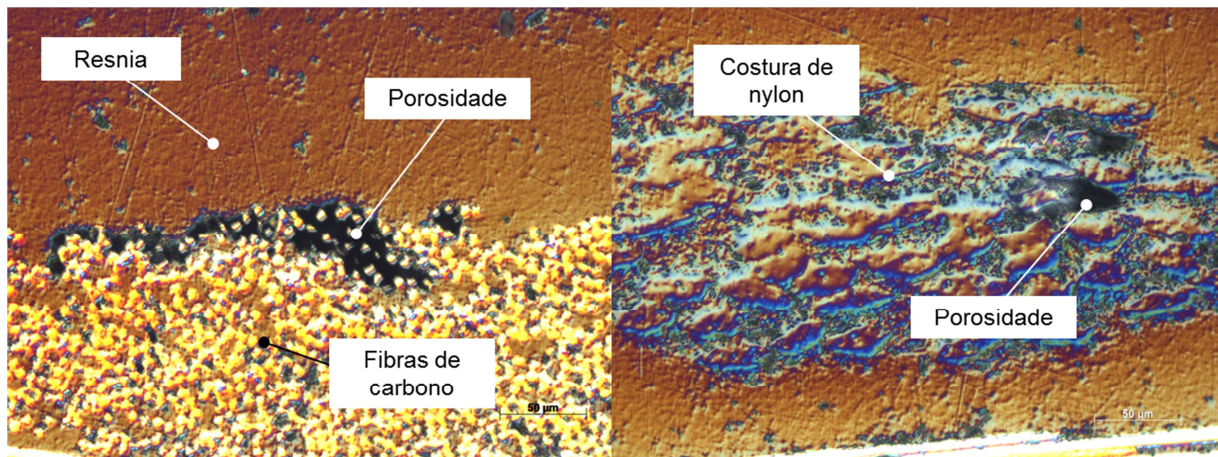
Figura 49. Seção transversal dos compósitos híbridos: a) híbrido 1 e b) híbrido 2.



Fonte: Produção do próprio autor.

Em ambos os compósitos híbridos a concentração maior de porosidade é encontrada entre as fibras de carbono e na costura das fibras de vidro, apresentado na Figura 50. A concentração de porosidade é maior nas fibras de carbono do que nas costuras, devido a maior volume de fibras de carbono do que de costura de poliéster.

Figura 50. Concentração de porosidade: a) fibras de carbono e b) costura de poliéster da fibra de vidro.

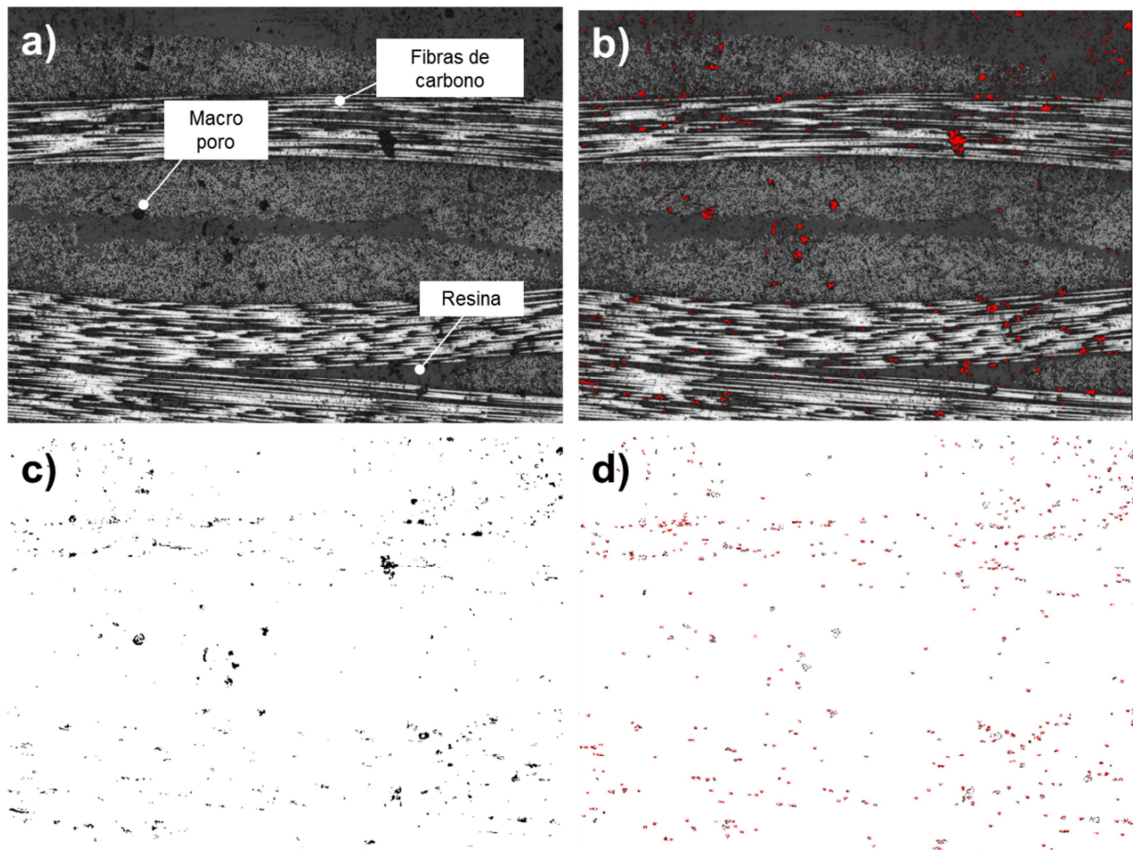


Fonte: Produção do próprio autor.

O acabamento do molde pode ter sido um fator para formação de porosidade em ambas as faces dos laminados. Outros fatores como a impregnação nas fibras de carbono e na costura das fibras de vidro influenciaram a formação de porosidade tanto na superfície quanto no interior do material, pois foram os locais onde se concentraram os maiores volumes de porosidade.

Para realização da análise quantitativa, a partir das imagens obtidas na MO, as imagens foram tratadas no programa *imagenJ*, conforme ilustrado na Figura 51. A Figura 51a mostra uma seção do compósito de carbono com elevada concentração de poro para ilustração do tratamento de imagens. Na Figura 51b a imagem foi tratada utilizando o *threshold* para destacar os poros no material (em vermelho). Ao aplicar o tratamento de cores gerou-se a imagem da Figura 51c, da qual são retiradas as fibras e a resina. A partir da última imagem, Figura 51d, foi possível obter os valores de fração de porosidade, tamanho médio de poro e distância média entre os poros.

Figura 51. Tratamento de imagens para análise quantitativa de porosidade.



Fonte: Produção do próprio autor.

Para facilitar a reprodutibilidade das análises das 2000 imagens geradas para todos os quatro lamindados foi criado um modelo de tratamento de imagem no *ImageJ*, conforme apresentado no APÊNDICE C. Assim os níveis de tratamento foram iguais para todas as imagem, diminuindo o erro de análise.

Foi realizada a convexidade de área para confirmação do formato geral dos poros através do *solidity*, extensão do *imageJ*. O resultado médio do *solidity*, que é gerido pela área real de cada poro dividido pela derivada da área convexa, foi igual a 0,94. O círculo possui



uma forma convexa e apresenta resultado do *solidity* igual a 1, então pode-se considerar que os poros dos compósitos são em formatos circulares.

A Tabela 28 apresenta os valores de fração de vazios por área analisada. Considerando o teorema geral de esteriologia, onde a fração de área é aproximadamente igual a fração de volume, os resultados encontrados foram comparados com os resultados das demais técnicas (Baddeley *et al.*, 1986).

Tabela 28. Fração de vazios analisada via MO.

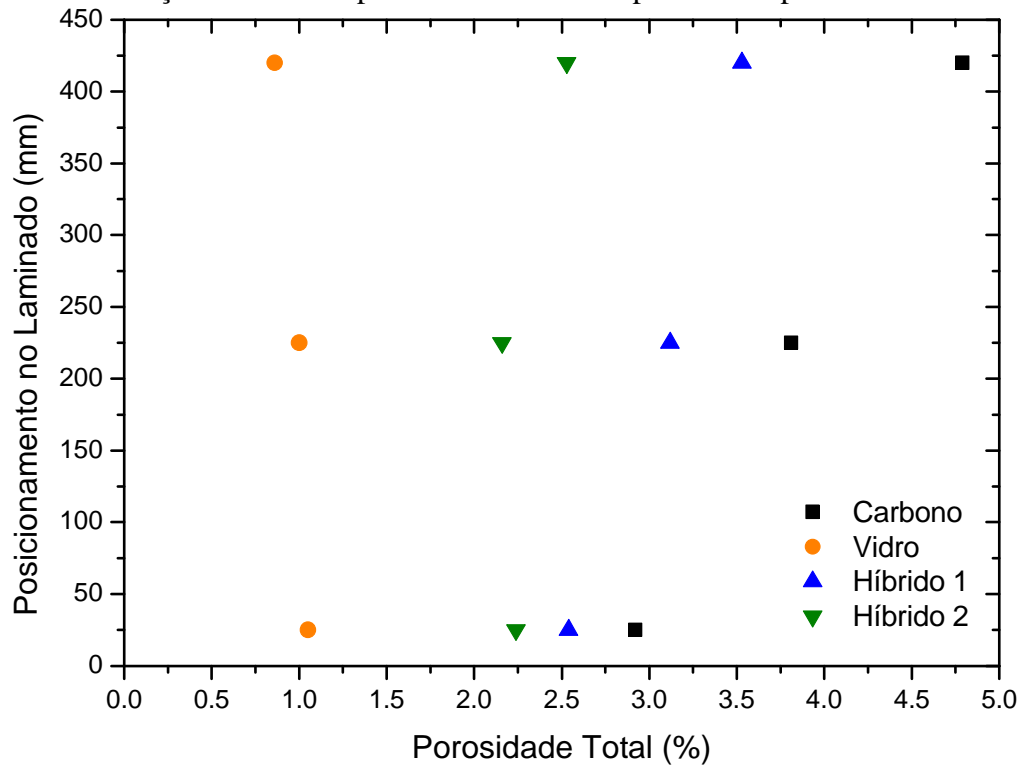
	<b>Carbono</b>	<b>Vidro</b>	<b>Híbrido 1</b>	<b>Híbrido 2</b>
	3,62	0,66	2,45	2,38
<b>Entrada</b>	2,68	1,39	2,06	2,54
	2,17	1,12	3,70	2,18
	3,71	0,64	3,15	1,43
<b>Meio</b>	3,32	1,12	2,85	2,04
	4,17	1,07	3,22	2,76
	3,79	0,62	3,86	2,48
<b>Fim</b>	5,66	0,85	3,65	2,54
	4,48	1,01	2,75	2,55

Fonte: Produção do próprio autor.

Os valores apresentaram, como nas demais análises, uma elevada variação entre os resultados, porém pode-se observar que os valores foram superiores às demais análises devido a presença de riscos e até mesmo criação de novos poros durante os processos de lixamento e polimento.

Os compósitos de vidro e híbrido 1 tendem a apresentar a mesma fração ao longo do laminado. Enquanto isso, os compósitos de carbono e híbrido 2 tendem a aumentar a fração de vazios do início ao fim dos compósitos, conforme apresentado na Figura 52, na distribuição de *Weibull* para os resultados da MO.

Figura 52. Distribuição de *Weibull* para os resultados de porosidade por MO.



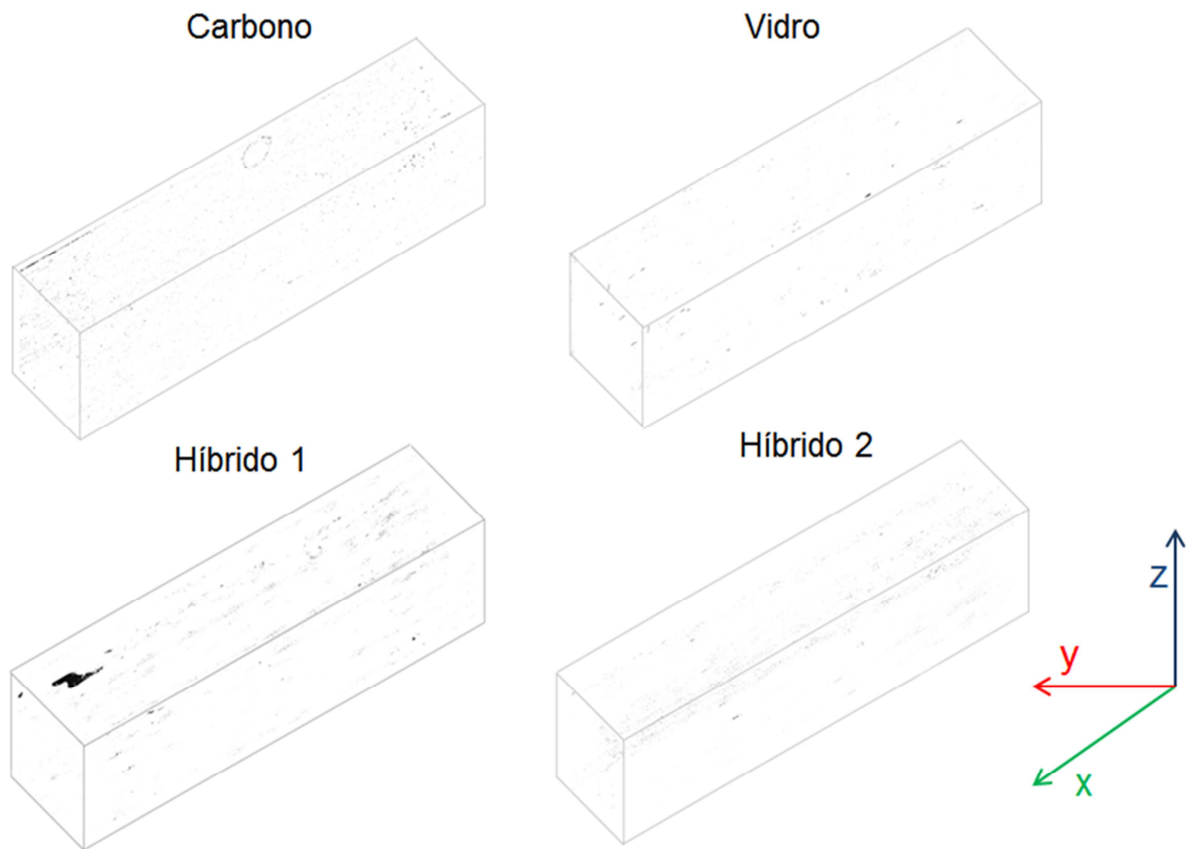
Fonte: Produção do próprio autor.

A partir do mapa das imagens tratadas foi possível montar uma imagem tridimensional de cada laminado para avaliar a porcentagem de poros conectados à superfície da amostra e sua distribuição ao longo da amostra, Figura 53. O eixo Z, apresentado no canto inferior da amostra indica a espessura do laminado, o X o comprimento e Y a largura.

Hernández *et al.* (2011) confirmou a dificuldade de impregnação das fibras de carbono realizando a análise da distribuição de poros por imagem tridimensional do laminado. As imagens geradas por Hernández *et al.* (2011) demonstraram uma semelhante com a Figura 53a, na qual os poros são distribuídos ao longo de todo o laminado.

As análises de porosidade via digestão ácida e porosimetria de mercúrio apresentaram maior fração volumétrica de vazios nos compósitos de carbono. Isto é confirmado com a técnica de microscopia óptica, pois o compósito de carbono apresentou uma concentração de porosidade distribuída em toda extensão da amostra. O mesmo ocorreu com o compósito híbrido 1, que possui as fibras distribuídas em todo o laminado. Por outro lado, o compósito de vidro, confirmando resultados anteriores, apresentou baixa fração de porosidade. O compósito híbrido 2 apresentou uma concentração de porosidade na região superior e inferior da espessura, onde estavam localizadas as fibras de carbono, confirmando que as fibras de carbono são responsáveis pela maior concentração de porosidade.

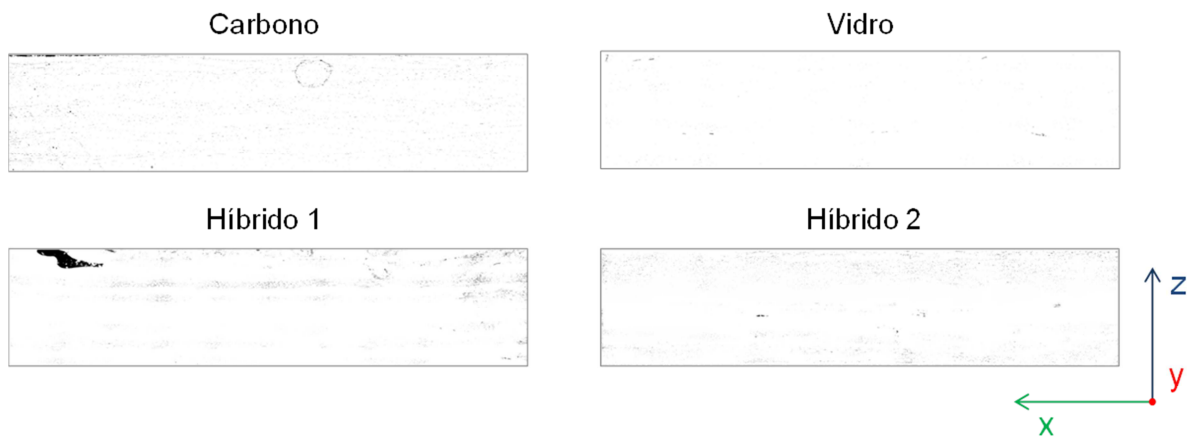
Figura 53. Imagem tridimensional da distribuição da porosidade em cada laminado.



Fonte: Produção do próprio autor.

As imagens tridimensionais podem ser visualizadas a partir da vista lateral na Figura 54. A elevada concentração de poros ocorre devido ao sobreposicionamento de poros ao longo do eixo  $y$ . Nestas imagens é possível ver com maior clareza a concentração de poros nas fibras de carbono, que é distribuída em toda espessura do compósito de carbono e híbrido 1. Este fato é também confirmado pela concentração de vazios na parte superior e inferior do híbrido 2, de acordo com a disposição de tecidos. No compósito de vidro há concentrações principalmente nas costuras do tecido, que também é possível visualizar essa mesma ocorrência no meio do compósito híbrido 2.

Figura 54. Vista lateral da imagem tridimensional.



Fonte: Produção do próprio autor.

Mediante as análises tridimensionais das amostras os valores de poros conectados a superfície estão apresentados na Tabela 29. Foram encontrados no máximo 42% da fração total de vazios conectados às seis faces da amostra, valor inferior ao apresentado pelo porosímetro, que foi 45%. Este fato ocorreu, pois, as amostras analisadas via microscopia foram lixadas e polidas, fato que pode ter retirado marcas de cortes e até mesmo poros menores que estavam conectados a superfície que o porosímetro de Hg contabilizou como poro superficial. Sobre tudo, a diferença dos resultados entre ambas as técnicas é relativamente baixa, 3%.

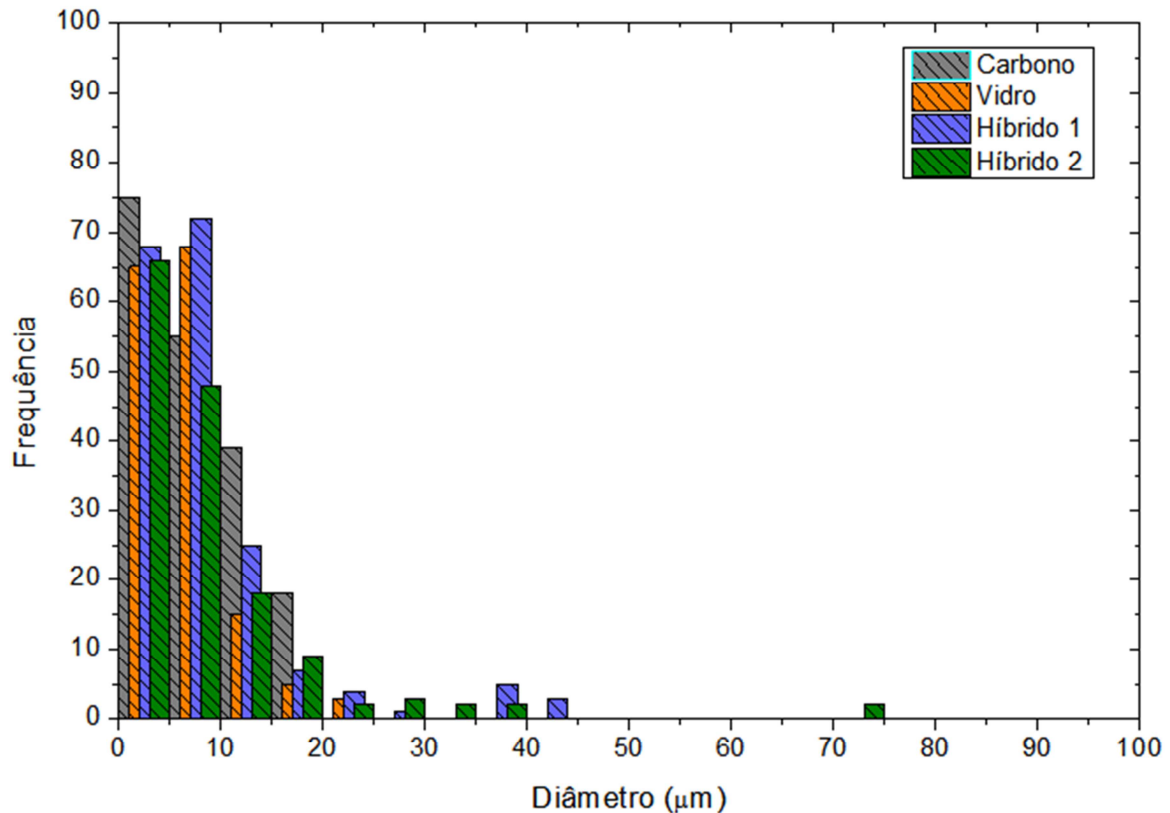
Tabela 29. Poros conectados a superfície das amostras tridimensionais.

Laminado	Carbono	Vidro	Híbrido 1	Híbrido 2
<b>Poros aberto (%)</b>	1,27	0,38	1,57	0,91

Fonte: Produção do próprio autor.

Na análise dos diâmetros de porosidade encontrados, apresentada na Figura 55, a concentração da maior quantidade de porosidade encontra-se até 20  $\mu\text{m}$ . Porém a faixa de diâmetros foi bem menor do que a analisada pelo porosímetro de Hg, pois a contabilização de porosidade via *imageJ* considerou poros maiores como a soma de diversos poros pequenos. Na macro criada foi necessário aumentar a sensibilidade para captar os poros menores, isso fez com que os poros maiores se igualem à soma de diversos poros pequenos. Esse fato é evidenciado pelo aumento considerável da frequência dos diâmetros menores (na região até 20  $\mu\text{m}$ ) e o desaparecimento dos diâmetros maiores (nas regiões de 100 e 200  $\mu\text{m}$ ), comparada ao histograma de diâmetro do porosímetro de Hg.

Figura 55. Histograma de distribuição de diâmetro de poros via MO.



Fonte: Produção do próprio autor.

As medições da distância entre os poros foram realizadas no *imageJ*. A tabela 30 apresenta os resultados da média e do desvio padrão da distância entre os vazios. Pode-se perceber que o desvio é muito alto, pois há uma enorme variação entre o posicionamento de porosidade.

Os compósitos de carbono e híbrido 1 apresentam uma tendência de diminuir a distância entre poros ao longo do laminado. Já os compósitos de vidro e híbrido 2 esse valor apresenta uma pequena flutuação mediante a baixa variação de poros do início ao fim dos referidos laminados. Isso era esperado, já que com maior fração de poros próximo ao final do laminado, nos casos do carbono e híbrido 1, a distância entre a porosidade tende a diminuir.

Tabela 30. Distância entre os poros.

	Carbono			Vidro			Híbrido 1			Híbrido 2		
	E*	M*	F*	E	M	F	E	M	F	E	M	F
<b>Média (μm)</b>	100	76	53	174	191	182	142	127	93	138	102	103
<b>Desvio Padrão</b>	79	70	79	147	99	75	135	81	76	117	56	45

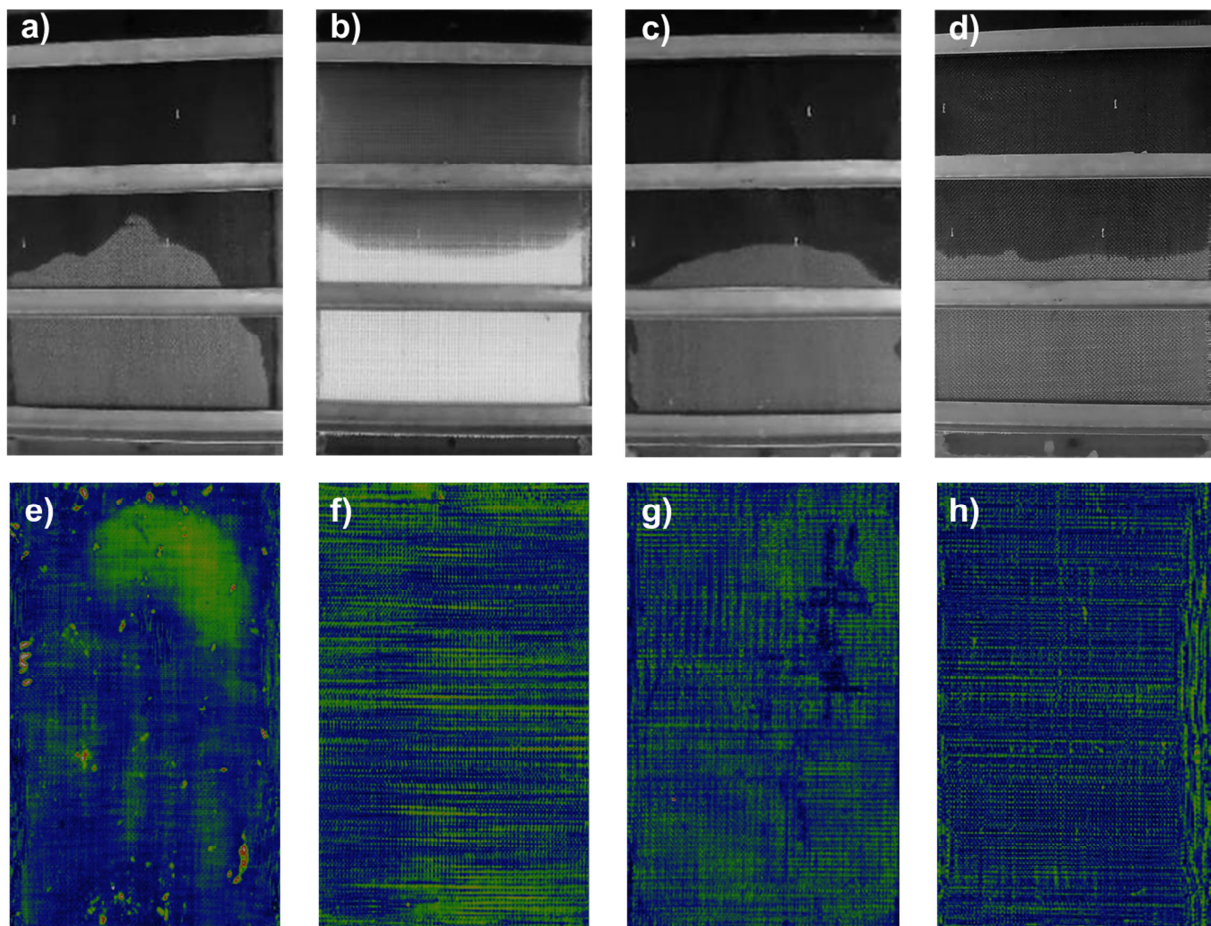
Legenda: E – Entrada; M – Meio; F – Fim.

Fonte: Produção do próprio autor.

## 6 DISCUSSÕES

Relacionando as imagens da permeabilidade com as imagens geradas na inspeção acústica por ultrassom, Figura 56, é possível notar a influência do perfil de impregnação na continuidade e homogeneidade de cada laminado. A pré-forma de carbono, Figura 56a, apresentando perfil de impregnação negativo, elevada tortuosidade e taxa de resistência ao fluxo de impregnação gerou um compósito com elevada heterogeneidade no mapa de atenuação C-scan, Figura 56e. Por outro lado a pré-forma de vidro, Figura 56b, mesmo com maior volume de fibra do que a pré-forma de carbono, apresentou a menor tortuosidade, gerada pela arquitetura biaxial, diâmetro e densidade da fibra, facilitando um perfil de impregnação positivo e, conseqüentemente, um mapa de atenuação C-scan com impregnação contínua do início ao fim do laminado.

Figura 56. Comparação entre permeabilidade e mapa de atenuação C-scan.



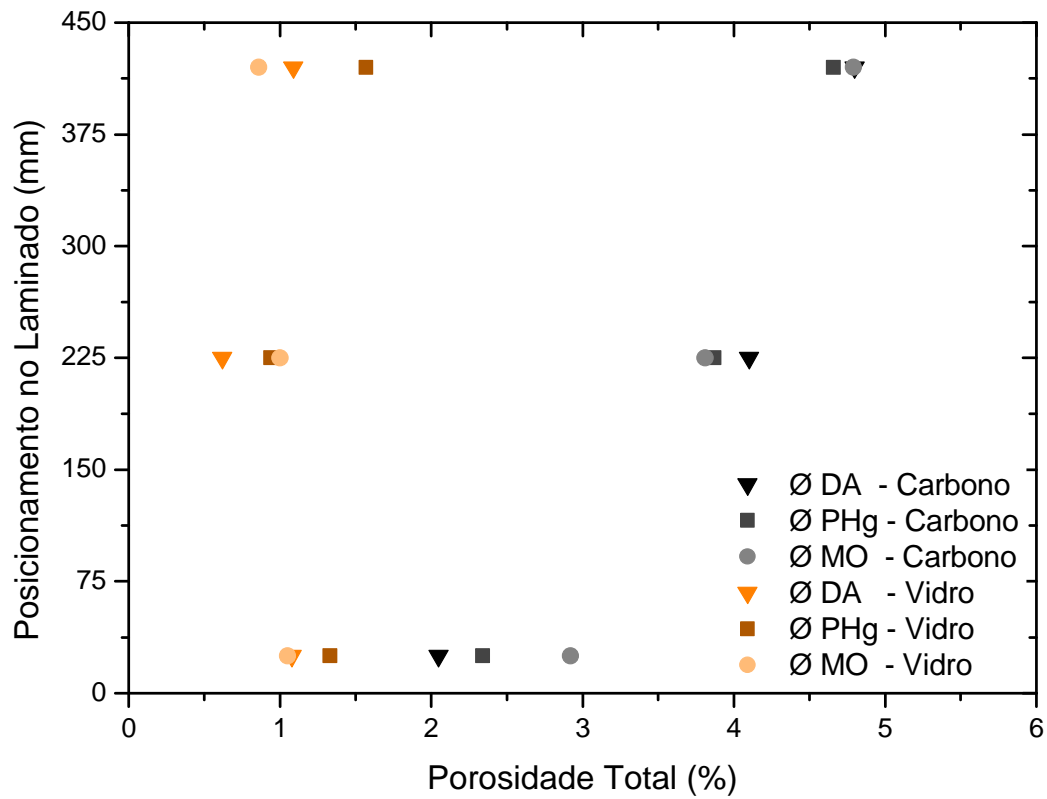
Fonte: Produção do próprio autor.

A presença do vidro melhorou consideravelmente o perfil de impregnação dos laminados híbridos, aumentando os valores de permeabilidade. A presença do vidro foi possível diminuir a tortuosidade e conseqüentemente a taxa de resistência ao fluxo de impregnação. Considerando o melhor fluxo de impregnação da pré-forma híbrida, os melhores valores de permeabilidade e a continuidade de impregnação nos mapas C-scan, os compósitos híbridos podem apresentar vantagens em termos de tempo de processamento e qualidade de impregnação para manufatura, comparados ao compósito de carbono.

No presente trabalho, o teste de permeabilidade permitiu prever como a frente de fluxo comportou-se em uma pré-forma híbrida, e assim prever eventuais defeitos no compósito. O modelo analítico foi capaz de prever a permeabilidade para diferentes pré-formas híbridas, como conseqüência a posição frontal do fluxo pode ser determinada. A taxa de resistência foi capaz de fornecer dados importantes para analisar e avaliar a influência da arquitetura da pré-forma na permeabilidade. O valor da baixa permeabilidade, para além da alta taxa de resistência, pode indicar uma aquisição de um compósito heterogêneo que é propenso a aumentar a formação de vazios. Otimizando o fator de tortuosidade, poderia oferecer boas vantagens tais como tempo reduzido na produção de componentes grandes ou permitindo a adoção de parâmetros flexíveis, como por exemplo a temperatura do ciclo de injeção e resinas de alta viscosidade.

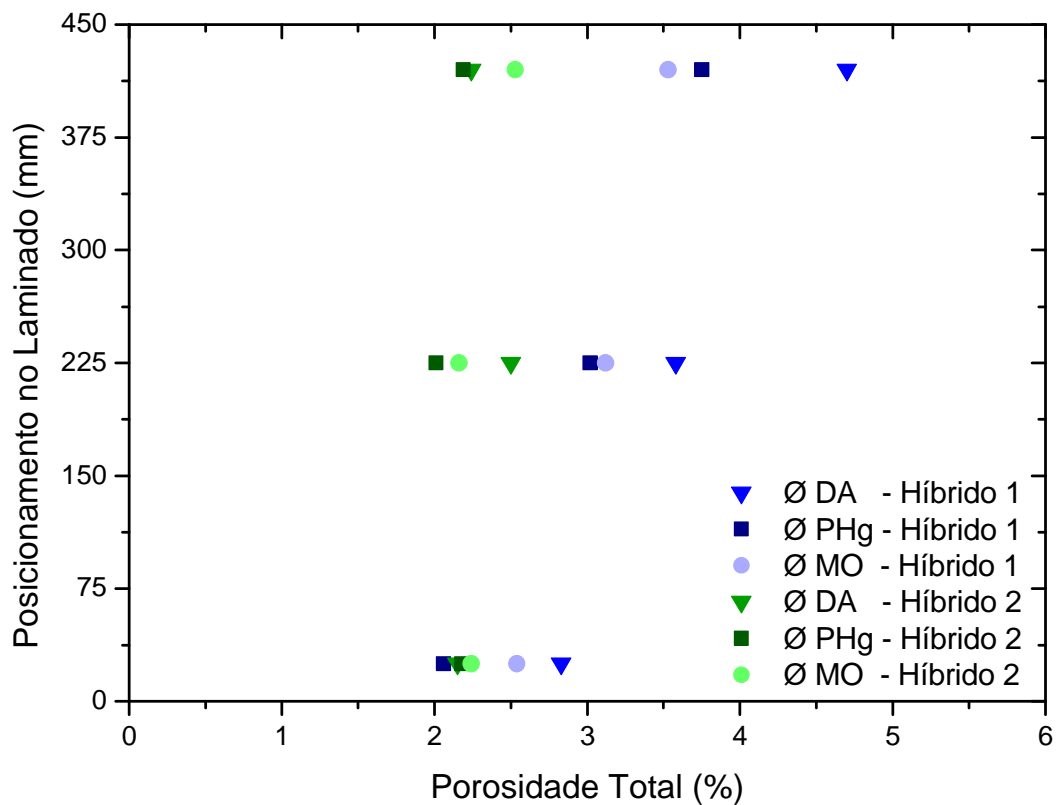
Em confirmação com os resultados de permeabilidade e mapa de atenuação, os resultados de porosidade, pelas diferentes técnicas analisadas, apresentaram tendências em aumentar a fração de poro ao longo do laminado para os compósitos de carbono e híbrido 1. Enquanto para os compósitos de vidro e híbrido 2 a tendência foi uma fração volumétrica de poro praticamente igual no começo meio e fim de cada laminado. As Figuras 57 e 58 apresentam a união dos gráficos de porosidade analisados pela distribuição de *Weibull*, para a técnica de digestão ácida - DA, microscopia óptica - MO e porosímetro de mercúrio - PHg para amostra seccionada (porosidade total). Todas as análises com 70% de confiabilidade.

Figura 57. Porosidade pela distribuição de *Weibull* (compósitos de carbono e vidro).



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 58. Porosidade pela distribuição de *Weibull* (compósitos híbridos).



Fonte: Produção do próprio autor.



Muito embora exista uma pequena diferença entre os valores encontrados pelas diferentes técnicas de análise de poro, que era um fato esperado devido a heterogeneidade intrínseca em cada laminado, os gráficos mostram as mesmas tendências. Confirmando assim a viabilização da técnica de porosímetria de mercúrio para aferição de poros em compósitos avançados.

Os resultados da distribuição de diâmetro analisados pelo porosímetro de mercúrio e microscopia óptica foram próximos para todos os laminados e ambos obtiveram maior concentração de vazios pequenos na faixa de 0,01  $\mu\text{m}$  a 20  $\mu\text{m}$ . Conclui-se que os diâmetros de vazios analisados foram formados mediante ao tipo de processamento, matriz utilizada e parâmetros de processamento e não sofre influência significativa da disposição dos tecidos e variação da pré-forma. Os valores de vazios conectados a superfície da amostra seguem uma boa linearidade comparada com a leitura de porosidade total, ou seja, quanto maior o valor de porosidade total maior o valor de poros conectados a superfície.

A análise de porosidade por digestão ácida é normalizada. Esta técnica foi capaz de fornecer os valores totais de fração volumétrica de fibra, de matriz e de vazios. Trata-se de uma análise de vazios de mais baixo custo quando comparada às demais técnicas devido à simplicidade dos equipamentos e, ainda, pelo uso de reagentes comuns ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  e  $\text{H}_2\text{O}_2$ ). Entretanto, é uma análise que gera uma quantidade considerável de resíduos, além da periculosidade na manipulação dos reagentes químicos.

Os resultados encontrados por meio da porosimetria de mercúrio se mostraram viáveis na determinação de vazios abertos e fechados, além da distribuição dos tamanhos dos poros. Contudo, é uma análise mais cara, considerando o elevado custo do equipamento de análise e pelo uso de mercúrio líquido, que é um agente contaminante de elevada periculosidade, muito embora sua manipulação ocorre em sistema fechado sem contato com o meio externo durante a leitura de poros.

A leitura de porosidade por MO foi capaz de fornecer todas as informações encontradas pelas técnicas anteriores. Além disso, é uma análise mais limpa, ou seja, sem geração de resíduos. Contudo, é uma técnica com maior custo de análise, pois utilizou-se diversas etapas de lixamento e polimento, nas quais foram necessários o uso de diversos materiais, tais como lixas, panos de polimentos, abrasivos com variações de diâmetros e equipamentos específicos para realização do preparo da amostra (politriz e embutidora metalográfica). Foi necessária também a utilização de um microscópio com base automatizada para mapeamento das imagens, com boa qualidade do receptor destas, fatores que agregam ao elevado custo de análise.

## 7 CONCLUSÕES

Os resultados encontrados indicaram que os compósitos híbridos estudados neste trabalho são materiais promissores para a aplicação aeronáutica, uma vez que combina as excelentes propriedades mecânicas da fibra de carbono com a viabilidade do ciclo de injeção da fibra de vidro. Sobretudo, o compósito híbrido 2, que apresentou vantagens de melhoria na permeabilidade e manteve a característica do compósito de vidro, que tem baixa tendência de formação de poro com um perfil de impregnação contínua, característica relacionada à baixa taxa de resistência da pré-forma. Assim, a arquitetura deste laminado foi considerada a mais adequada a medida que forneceu uma fração de vazios próxima aquela requerida para uso aeronáutico. Além disso, esse material apresentou uma redução de custo pois foi utilizada uma matéria prima de menor custo e ao mesmo tempo, devido a maior permeabilidade dessa fibra, uma redução no tempo de processamento.

Conclui-se também que a utilização do porosímetro de mercúrio foi viável para caracterização de vazios em compósitos avançados. Assim, as três técnicas estudadas neste trabalho, digestão ácida, porosimetria de mercúrio e microscopia óptica, permitiram a completa caracterização quanto à presença e influencia de vazios no material. Além disso, foi possível conhecer a morfologia dos poros em compósitos avançados, pois cada técnica fornece informações que complementam e corroboram para um maior conhecimento da distribuição de vazios.

## REFERÊNCIAS

- AGUEDA, V. I.; DELGADO, J. A.; UGUINA, M. A.; BREA, P.; SPJELKAVIK, A. I.; BLOM, R.; GRANDE, C. **Adsorption and diffusion of H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO, CH<sub>4</sub> and CO<sub>2</sub> in UTSA-16 metal-organic framework extrudates**. *Chemical Engineering Science*, v. 124, p. 159-169, 2015.
- ALENCAR, J. J. M.; CARVALHO, C. D.; BRAGA, A. J. O.; PENHA, J. A. S.; SOUZA, D. C.; SINFRÔNIO, F. S. M.; SILVA, F. C. Influência do surfactante brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB) na produção de biodiesel metílico de soja. 53., 2013, Rio de Janeiro. **Anais 53º Congresso Brasileiro de Química**, p. 1-10.
- ALMEIDA, J. A.; DOS ANJOS SOUZA, I. Reflexos da Falha Humana na Aviação—o Impacto na Operação de Abastecimento de Combustível Aeronáutico.8., 2015, São José dos Campos. **Anais do 8º simposio de segurança de voo (SSV 2015)**, p. 833- 845.
- ALMEIDA, S. F. M.; NOGUEIRA NETO, Z. S. Effect of void content on the strenght of composite laminates. **Composite Structure**, v. 28, p. 139-148, 1994.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL. **ASTM E2550**: Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry. United States of America, 2011.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D3171**: Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials. United States of America, 2011.
- ANTONIJEVIC, D.; MEDIGOVIC, I.; ZRILIC, M.; JOKIC, B.; VUKOVIC, Z.; TODOROVIC, L. The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. **Clinical oral investigations**, v. 18, n. 6, p. 1597-1604, 2014.
- ARAVIND, N.; SAMANTA, A. K.; ROY, D. K. S.; THANIKAL, J. V. Flexural strengthening of Reinforced Concrete (RC) Beams Retrofitted with Corrugated Glass Fiber Reinforced Polymer (GFRP) Laminates. **Curved and Layered Structures**, v. 2, n. 1, p. 244-253, 2015.
- ASILTÜRK, I.; NEŞELI, S. Multi response optimisation of cnc turning parameters via taguchi method-based response surface analysis. **Measurement**, v. 45, n. 4, p. 785-794, 2012.
- BADDELEY, A.J.; GUNDERSEN, H.G.; CRUZ-ORIVE, L. M. Estimation of surface area from vertical sections. **Journal of Microscopy**, v. 142, n. 3, p. 259-276, 1986.
- BADIE, M. A.; MAHDI, E.; HAMOUDA, A. M. S. An investigation into hybrid carbon/glass fiber reinforced epoxy composite automotive drive shaft. **Materials & Design**, v. 32, n. 3, p. 1485-1500, 2011.
- BAKAR, S. A. A.; HAMZAH, N. A.; MAGHSOUDI, M.; NADARAJAH, S. Modeling loss data using composite models. **Insurance: Mathematics and Economics**, v. 61, p. 146-154, 2015.
- BAKER, A.; DUTTON, S.; KELLY D. **Composite Materials for Aircraft Structures**. 2. ed. [s.l.] American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004, 599 p.
- BEL, S.; BOISSE, P.; DUMONT, F. Analyses of the deformation mechanisms of non-crimp fabric composite reinforcements during preforming. **Applied Composite Materials**, v. 19, n.3, p. 513-528, 2011.

BODAGHI, M.; CRISTÓVÃO, C.; GOMES, R.; CORREIA, N.; C. Experimental characterization of voids in high fibre volume fraction composites processed by high injection pressure RTM. **Composites part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 82, p. 88-99, 2016.

BRANDY, S. G.; CLAUSER, H. R.; VACCARI, J. A. **Metals handbook**. 2. Ed. McGraw-Hill 1984, 1056 p.

BREWER, C. E.; CHUANG, V. J.; MASIELLO, C. A.; GONNERMANN, H.; GAO, X.; DUGAN, B.; DRIVER, L. E.; PANZACCHI, P.; ZYGOURAKIS, K.; DAVIES, C. A. New approaches to measuring biochar density and porosity. **Biomass and Bioenergy**, v. 66, p. 176-185, 2014.

BROCKS, T. **Predição de vida em fadiga de compósitos estruturais baseado em análises dinâmico-mecânicas**. 2015. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, 2015.

BROCKS, T.; SHIINO, M. Y.; CIOFFI, M. O. H.; VOORWALD, H. J. C. Experimental RTM Manufacturing Analysis of Carbon/Epoxy Composites for Aerospace Application: Non-crimp and Woven Fabric Differences. **Material Research**, v. 16, n. 5, p. 1175-1182, 2013.

BROCKS, T.; SHIINO, M. Y.; CIOFFI, M. O. H.; VOORWALD, H. J. C.; FILHO, A. C. Experimental RTM manufacturing analysis of carbon/epoxy composites for aerospace application. **Materials Research**, v. 16, n. 5, p. 1175-1182, 2013.

CAMPOS, R.; BARRIOS, I.; LILLO, J. Experimental injection: Study of physical changes in sandstone porous media using Hg porosimetry and 3D pore network models. **Energy Reports**, v. 1, p. 71-79, 2015.

CÂNDIDO, G. M.; REZENDE, M. C.; DONADON, M. V.; de ALMEIDA, S. F. M. Fractografia de Compósito Estrutural Aeronáutico Submetido ao Ensaio de Tenacidade à Fratura Interlaminar em Modo II. **Polímeros Ciência e Tecnologia**, v. 24, n. 1, p. 65-71, 2014.

CÂNDIDO, G.; ALMEIDA, S.; REZENDE, M. Processamento de laminados de compósitos poliméricos avançados com bordas moldadas. **Polímeros**, v. 10, p. 31-41, 2000.

CANEVAROLO JR, S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. Artliber, São Paulo, v. 430, 2004, 448 p.

CENEA, T.; NUTT, S.R. Manufacturing cost relationships for vacuum bag-only prepreg processing. **Journal of Composite Materials**, v. 50, n. 17, p. 2305-2321, 2016.

CHAWLA, K. **Composite Materials**. New York: Springer, 1998, 542 p.

CHENG, Q. F.; WANG, J. P.; WEN, J. J.; LIU, C. H.; JIANg, K. L.; LI, Q. Q.; FAN, S. S. Carbon nanotube/epoxy composites fabricated by resin transfer molding. **Carbon**, v. 48, n.1, p. 260-266, 2010.

CHO, H.; JEONG, N.; SUNG, H.J. Permeability of microscale fibrous porous media using the lattice Boltzmann method. **International Journal of heat and fluid flow**, v. 44, p. 435-443, 2013.

CIOFFI, M. O. H. **Resina epóxi reforçada com tecido de carbono não dobrável por processo RTM**. 2011. Tese (Livre Docente em Processamento de Polímeros) Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, 2011.

COOPER, F. **Resin transfer molding – RTM**. United States Patent, p. 191, 1981.

COSTA, M. L.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Resistência ao cisalhamento interlaminar de compósitos com resina epóxi com diferentes arranjos das fibras na presença de vazios. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 11, n. 4, p. 182-189, 2001.

COSTA, M. L.; REZENDE, M. C.; ALMEIDA, S. F. M. The influence of Porosity on the Interlaminar Shear Strength of Carbon/Epoxy and Carbon/Bismaleimide Fabric Laminates. **Composite Science and Technology**, v. 61, p. 2101-2108, 2001.

DA COSTA, E. F. R.; SKORDOS, A. A.; PARTRIDGE, I. K.; REZAI, A. RTM processing and electrical performance of carbon nanotube modified epoxy/fibre composites. **Composites part A: Applied science and Manufacturing**, v. 43, n. 4, p. 593-602, 2012.

DAS, S. P.; GUPTA, A.; DAS, D.; GOYAL, A. Enhanced bioethanol production from water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) by statistical optimization of fermentation process parameters using taguchi orthogonal array design. **International biodeterioration & biodegradation**, v. 109, p. 174-184, 2016.

DONG, C.; DAVIES, I.J. Flexural strength of bidirectional hybrid epoxy composites reinforced by E glass and T700S carbon fibres. **Composites: Part B**, v. 72, p. 65–71, 2015.

DONG, K.; LIU, K.; ZHANG, Q.; GU, B.; SUN, B. Experimental and numerical analyses on the thermal conductive behaviors of carbon fiber/epoxy plain woven composites. **International journal of heat and mass transfer**, v. 102, p. 501-517, 2016.

DONG, K.; ZHANG, J.; CAO, M.; WANG, M.; GU, B.; SUN, B. A mesoscale study of thermal expansion behaviors of epoxy resin and carbon fiber/epoxy unidirectional composites based on periodic temperature and displacement boundary conditions. **Polymer Testing**, v. 55, p. 44-60, 2016.

FRATILA, D.; CAIZAR, C. Application of taguchi method to selection of optimal lubrication and cutting conditions in face milling of almg 3. **Journal of cleaner production**, v. 19, n. 6, p. 640-645, 2011.

FRATTA, C.D.; KLUNKER, F.; TROCHU, F.; ERMANNI, P. Characterization of textile permeability as a function of fiber volume content with a single unidirectional injection experiment. **Composites: Part A**, v. 77, p. 238-247, 2015.

FREIRE, J. L.; MARQUES, C. B.; SILVA, B. B. Estrutura populacional e biologia reprodutiva do camarão-da-amazônia *Macrobrachium amazonicum* (Heller, 1862)(Decapoda: Palaemonidae) em um estuário da região nordeste do Pará, Brasil. **Brazilian Journal of Aquatic Science and Technology**, v. 16, n. 2, p. 65-76, 2012.

GIESCHE, H. Mercury porosimetry: a general (practical) overview. **Particle & particle systems characterization**, v. 23, n. 1, p. 9-19, 2006.

GOU, J.; DAI, Y. J.; LI, S.; TAO, W. Q. Numerical study of effective thermal conductivities of plain woven composites by unit cells of different sizes. **International journal of heat and mass transfer**, v. 91, p. 829-840, 2015.

GAY, D.; HOA, S. V.; TSAI, S. W. **Composite materials: design and applications**. CRC press, 2003, 635 p.

GRIBBLE, C. M.; MATTHEWS, G. P.; LAUDONE, G. M.; TURNER, A.; RIDGWAY, C. J.; SCHOELKOPF, J.; GANE, P. A. C. Porometry, porosimetry, image analysis and void network modelling in the study of the pore-level properties of filters. **Chemical engineering science**, v. 66, n. 16, p. 3701-3709, 2011.

GUERMAZI, N.; HADDAR, N.; ELLEUCH, K.; AYEDI, H. F. Investigations on the fabrication and the characterization of glass/epoxy, carbon/epoxy and hybrid composites used in the reinforcement and the repair of aeronautic structures. **Materials & Design**, v. 56, p. 714-724, 2014.

HASIM, P.; NIHAT, T. Effect of load and speed on the wear behaviour of woven glass fabrics and aramid fibre-reinforced composites. **Wear, Elazığ**, v. 252, n. 11-12, p. 979-984, 2002.

HERNÁNDEZ, S.; SKET, F.; MOLINA-ALDAREGUI, J.M.; GONZÁLEZ, C.; LLORCA, J. Effect of curing cycle on void distribution and interlaminar shear strength in polymer-matrix composites. **Composites Science and Technology**, v. 71, p. 1331-1341, 2011.

HUANG, M. L.; HUNG, Y. H.; YANG, Z. S. Validation of a method using taguchi, response surface, neural network, and genetic algorithm. **Measurement**, v. 94, p. 284-294, 2016.

ISHIKAWA, K. **TQC - Introduction to quality control**. Productivity Press, IM & C International Sistemas Educativos, 1990.

JORNE, F.; HENRIQUES, F.; BALTAZAR, L. G. Análise das propriedades de grout endurecido-influência da adição de sílica de fumo a grouts de cal hidráulica. 4. 2012, **Anais 4º Congresso de patología y rehabilitación de edificios**, 2012.

KEDARI, V. R.; FARAH, B. I.; HSIAO, K. Effects of vacuum pressure, inlet pressure, and mold temperature on the void content, volume fraction of polyester/e-glass fiber composites manufactured with vaRTM process. **Journal of composite materials**, v. 45, n. 26, p. 2727-2742, 2011.

KIERZKOWSKA, A. M.; PACCIANI, R.; MÜLLER, C. R. CaO-Based CO<sub>2</sub> Sorbents: From Fundamentals to the Development of New, Highly Effective Materials. **ChemSusChem**, v. 6, n. 7, p. 1130-1148, 2013.

KRATZ, J.; HSIAO, K.; FERNLUND, G.; HUBERT, P. Thermal models for MTM45-1 and Cycom 5320 out-of-autoclave prepreg resins. **Journal of Composite Materials**, v. 47, n. 3, p. 341-352, 2013.

KUILA, U.; McCARTY, D. K.; DERKOWISK, A.; FISCHER, T. B.; PRASAD, M. Total porosity measurement in gas shales by the water immersion porosimetry (WIP) method. **Fuel**, v. 117, p. 1115-1129, 2014.

LAUDONE, G. M.; GRIBBLE, C. M.; MATTHEWS, G. P. Characterisation of the porous structure of Gilsocarbon graphite using pycnometry, cyclic porosimetry and void-network modeling. **Carbon**, v. 73, p. 61-70, 2014.

LEITE, V. R. L. R. Estado da Arte dos Materiais Compósitos na Indústria Aeronáutica. **Revista Ciências Exatas**, v. 20, n. 2, 2014.

LEON, C. A. New perspectives in mercury porosimetry. **Advances in colloid and interface science**, v. 76, p. 341-372, 1998.

- LI, M.; WANG, S.; GU, Y.; ZHANG, Z.; LI, Y.; POTTER, K. Dynamic capillary impact on longitudinal micro-flow in vacuum assisted impregnation and the unsaturated permeability of inner fiber tows. **Composites Science and Technology**, v. 70, p. 1628–1636, 2010.
- LI, S.; ROY, D. M. Investigation of relations between porosity, pore structure, and C1– diffusion of fly ash and blended cement pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 16, n. 5, p. 749-759, 1986.
- LIN, C. L.; LIN, J. L.; KO, T. C. Optimisation of the EDM process based on the orthogonal array with fuzzy logic and grey relational analysis method. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 19, n. 4, p. 271-277, 2002.
- LOPES, P. E.; VAN HATTUM, F.; PEREIRA, C. M. C.; NÓVOA, P. J. R. O.; FORERO, S.; HEPP, F.; PAMBAGUIAN, L. High cnt content composites with cnt buckypaper and epoxy resin matrix: impregnation behaviour composite production and characterization. **Composite Structures**, v. 92, n. 6, p. 1291-1298, 2010.
- LYCKFELDT, O.; FERREIRA, J. M. F. Processing of porous ceramics by ‘starch consolidation’. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 18, n. 2, p. 131-140, 1998.
- MILANESE, A. C. **Processamento e caracterização de compósito fibra de sisal/resina epóxi via RTM**. 2012. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.
- MONTGOMERY, Douglas C. **Design and analysis of experiments**. Wiley & Sons, 2008, 752 p.
- MONTORO, S. R. **Influência dos parâmetros de processamento por RTM no volume de vazios em compósitos carbono/epóxi**. 2014 Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2014.
- MONTORO, S. R.; SHIINO, M. Y.; da CRUZ, T. G.; CIOFFI, M. O. H.; VOORWALD, H. J. C. Influence of voids on the flexural resistance of the NCF/RTM6 composites. **Procedia Engineering**, v. 10, p. 3220-3225, 2011.
- MOORE, M. J.; JABBARI, E.; RITMAN, E. L.; LU, L.; CURRIER, B. L.; WINDEBANK, A. J.; YASZEMSKI, M. J. Quantitative analysis of interconnectivity of porous biodegradable scaffolds with micro-computed tomography. **Journal of Biomedical Materials Research Part A**, v. 71, n. 2, p. 258-267, 2004.
- MORREN, G.; BOTTIGLIERI, M.; BOSSUYT, S.; SOL, H.; LECOMPTE, D.; VERLEYE, B.; LOMOV, S.V. A reference specimen for permeability measurements of fibrous reinforcements for RTM. **Composites: Part A**, v. 40, p. 244–250, 2009.
- NGUYEN, H. H.; FONG, A.; PARANJPE, A.; FLAKE, N. M.; JOHNSON, J. D.; PETERS, O. A. Evaluation of the resistance to cyclic fatigue among ProTaper Next, ProTaper Universal, and Vortex Blue rotary instruments. **Journal of endodontics**, v. 40, n. 8, p. 1190-1193, 2014.
- NGUYEN, V.H.; LAGARDE`RE, M.; PARK, C.H.; PANIER, S. Permeability of natural fiber reinforcement for liquid composite molding processes. **Journal of Materials Science**, v. 49, n. 18, p. 6449-6458, 2014.

OKOLO, G. N.; EVERSON, R. C.; NEOMAGUS, H. W. J. P.; ROBERTS, M. J.; SAKUROVS, R. Comparing the porosity and surface areas of coal as measured by gas adsorption, mercury intrusion and SAXS techniques. **Fuel**, v. 141, p. 293-304, 2015.

OLIVEIRA, A.; BECKER, C. M.; AMICO, S. C. Efeito de aditivos desaerantes nas características de compósitos de epóxi/fibras de vidro. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 24, n. 1, p. 117-122, 2014.

ONUR KAS, Y.; KAYNAK, C. Ultrasonic (C-scan) and microscopic evaluation of resin transfer molded epoxy composite plates. **Polymer Testing**, v. 24, p. 114-120, 2005.

OUAGNE, P.; OUAHBI, T.; PARK, C.H.; BRÉARD, J.; SAOUAB, A. Continuous measurement of fiber reinforcement permeability in the thickness direction: Experimental technique and validation. **Composites: Part B**, v. 45, p. 609-6018, 2013.

PALADINI, E. P.; CARVALHO, M. M. **Gestão da qualidade: teoria e casos**. São Paulo: Campus, 2005, 144 p.

PALARDY, G.; HUBERT, P.; HAIDER, M.; LESSARD, L. Optimization of RTM processing parameters for Class A surface finish. **Composites Part B: Engineering**, v. 39, n. 7, p. 1280-1286, 2008.

PANZERA, T. H.; SABARIZ, A. L. R.; BORGES, P. H. R.; VASCONCELOS, D. C. L.; WASCONCELOS, W. L. Propriedades mecânicas de materiais compósitos à base de cimento Portland e resina epóxi. **Cerâmica**, v. 56, p. 77-82, 2010.

PAULO, F.; SANTOS, L. Design of experiments for microencapsulation applications: A review. **Materials Science and Engineering: C**, v. 77, p. 1327-1340, 2017.

PARDINI, L. C.; LEVY NETO, F. **Compósitos estruturais-Ciência e tecnologia**. 1. Ed., 2006, Edgard Blucher. São Paulo, 336 p.

PARK, C. H.; LEBEL, A.; SAOUAB, A.; BRÉARD, J.; LEE, W. Modeling and simulation of voids and saturation in liquid composite molding processes. **Composites Part A: Applied science and manufacturing**, v. 42, n. 6, p. 658-668, 2011.

PARNAS, R.S.; SALEM A.J.; SADIQ, T.A.K.; WANG, H.; ADVANI, S.G. The interaction between micro-and macro-scopic flow in RTM preforms. **Composite structures**, v. 27, n. 1-2, p. 93-107, 1994.

PELIVANOV, I.; AMBROZINSKI, Ł.; O'DONNELL, M. Heat damage evaluation in carbon fiber-reinforced composites with a kHz A-scan rate fiber-optic pump-probe laser-ultrasound system. **Composites Part A**, v. 84, p. 417-427, 2016.

PERES, I.; ROCHA, S.; GOMES, J.; MORAIS, S.; PEREIRA, M. C.; COELHO, M. Preservation of catechin antioxidant properties loaded in carbohydrate nanoparticles. **Carbohydrate polymers**, v. 86, n. 1, p. 147-153, 2011.

PIMENTA, C. D.; SILVA, M. B.; CLARO, F. A. E.; RIBEIRO, R. B. Método Taguchi aplicado na identificação dos fatores causadores da descarbonetação do arame de aço SAE 51B35, durante tratamento térmico de esferoidização. **Gepros: Gestão da Produção, Operações e Sistemas**, v. 7, n. 2, p. 97, 2012.



PIRES, E. N.; MERLINI, C.; AL-QURESHI, H. A.; SALMÓRIA, G. V.; BARRA, G. M. O. Efeito do tratamento alcalino de fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi. **Polímeros**, v. 22, n. 4, p. 339-344, 2012.

PIVATTO, A. B. **Reforço Estrutural à flexão para viga biapoiada de concreto armado por chapas metálicas e compósito reforçado com fibras de carbono**. 2014. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Civil) Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná, p. 108, 2014.

PRASAD, V.; JOY, A.; VENKATACHALAM, G.; NARAYANAN, S.; RAJAKUMAR, S. Finite Element analysis of jute and banana fibre reinforced hybrid polymer matrix composite and optimization of design parameters using ANOVA technique. **Procedia Engineering**, v. 97, p. 1116-1125, 2014.

PRUESSNER, J. C. KIRSCHBAUM, C.; MEINLSCHMID, G.; HELLHAMMER, D. H. Two formulas for computation of the area under the curve represent measures of total hormone concentration versus time-dependent change. **Psychoneuroendocrinology**, v. 28, n. 7, p. 916-931, 2003.

QUERCIA, G.; CHAN, D.; LUKE, K. Weibull statistics applied to tensile testing for oil well cement compositions. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 146, p. 536-544, 2016.

RAHMANIAN, S.; THEAN, K. S.; SURAYA, A. R.; SHAZED, M. A.; MOHD SALLEH, M. A.; YUSOFF, H. M. Carbon and glass hierarchical fibers: Influence of carbon nanotubes on tensile, flexural and impact properties of short fiber reinforced composites. **Materials & Design**, v. 43, p. 10-16, 2013.

RAMACHANDRAN, D. K.; CLEMENS, F.; GLASSCOCK, A. J.; SOGAARD, M.; KAISER, A. Tailoring the microstructure of porous MgO supports for asymmetric oxygen separation membranes: Optimization of thermoplastic feedstock systems. **Ceramics International**, v. 40, n. 7, p. 10465-10473, 2014.

REIA DA COSTA, E. F.; SKORDOS, A. A.; PARTRIDGE, I. K.; REZAI, A. RTM processing and electrical performance of carbon nanotube modified epoxy/fibre composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 43, n.4, p. 593-602, 2012.

REZAI FAR, O.; HASANZADEH, M.; GHOLHAKI, M. Concrete made with hybrid blends of crumb rubber and metakaolin: optimization using response surface method. **Construction and building materials**, v. 123, p. 59-68, 2016.

REZENDE, M. C.; BOTELHO, E. C. O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros**, v. 10, n. 2, p. e4-e10, 2000.

REZENDE, M. C.; COSTA, M. L.; EDSON, C. B. **Compósitos Estruturais**. 1 Ed. 2011, Editora Artliber São Paulo, 396 p.

REZENDE, M. C.; NOHARA, L. B.; KAWAMOTO, A. M.; NOHARA, E. L. Otimização da Interface/Interfase de Compósitos Termoplásticos de Fibra de Carbono/PPS pelo uso do Poli (ácido âmico) do tipo BTDA/DDS. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 17, n. 3, p. 180-187, 2007.

ROSS, C. A.; CRISTESCU, N.; SIERAKOWSKI, R. L. Experimental studies on failure mechanisms of impacted composite plates. **Fibre Sci. & Tec.**, v. 9, n. 3, p. 177-188, 1976.

ROY, Ranjit K. **Design of experiments using the Taguchi approach: 16 steps to product and process improvement**. John Wiley & Sons, 2001, 538 p.

SANZ, R.; CALLES, J. A.; ALIQUÉ, D.; FURONES, L.; ORDÓÑEZ, S.; MARÍN, P.; CORENGIA, P.; FERNANDEZ, E. Preparation, testing and modelling of a hydrogen selective Pd/YSZ/SS composite membrane. **International journal of hydrogen energy**, v. 36, n. 24, p. 15783-15793, 2011.

SATISH, K.; SIDDESWARAPPA, B. Characterization of In-Plane Mechanical Properties of Laminated Hybrid Composites. **JMMCE**, v. 09, n. 2, p. 105-114, 2010.

SCHIEFFEL, D. L. S. S.; RICCI, H. A.; PANARIELLO, B. H. D.; ZUANON, Â. C. C.; HEBLING, J. Desgaste e rugosidade superficial de um cimento de ionômero de vidro nanoparticulado. **Revista Odontológica do Brasil Central**, v. 21, n. 56, 2012.

SCHMIDT, T. M.; GOSS, T. M.; AMICO, S. C.; LEKAKOU, C. Permeability of Hybrid Reinforcements and Mechanical Properties of their Composites Molded by Resin Transfer Molding. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 28, n. 23, p. 2839-2850, 2009.

SCHULZE-KÜPPERS, F.; BAUMANN, S.; MEULENBERG, W. A.; STÖVER, D.; BUCHKREMER, H.P. Manufacturing and performance of advanced supported Ba 0.5 Sr 0.5 Co 0.8 Fe 0.2 O 3- $\delta$  (BSCF) oxygen transport membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 433, p. 121-125, 2013.

SENTHILKUMAR, R.; VAIDYANATHAN, S.; SIVARAMAN, B. Thermal analysis of heat pipe using Taguchi method. **International Journal of Engineering Science and Technology**, v. 2, n. 4, p. 564-569, 2010.

SHAH, C.; GOYAL, B.; PATEL, V. Optimization of FSW Process Parameters for AlSiC p PRMMC Using ANOVA. **Materials Today: Proceedings**, v. 2, n. 4, p. 2504-2511, 2015.

SHIINO, M. Y.; CIOFFI, M. O. H.; VOORWALD, H. J. C. Evaluation of stitched fabric composite processed by RTM in quasi-static test. **Procedia Engineering**, v. 10, p. 2603-2608, 2011.

SHIINO, M. Y.; FARIA, M. C. M.; BOTELHO, E. C.; OLIVEIRA, P. C. Assessment of cumulative damage by using ultrasonic C-scan on carbon fiber/epoxy composites under thermal cycling. **Materials Research**, v. 15, n. 4, p. 495-499, 2012.

SHIINO, M.Y.; CIOFFI, M.O.H.; VOORWALD, H.C.J.; ORTIZ E.C. Tricot stitched carbon fiber reinforced polymer composite laminates manufactured by resin transfer molding process: C-scan and flexural analysis. **Journal of Composite Materials**, v. 47, n. 14, p. 1695-1703, 2010.

SIMÕES, A. F.; SCHAEFFER, R. Emissões de CO<sub>2</sub> devido ao transporte aéreo no Brasil. **Revista Brasileira de Energia**, v. 9, n. 1, p. 1-9, 2002.

SONG, A. G. W.; LIANG, G.; YUAN, L. Effect of the surface roughness on interfacial properties of carbon fibers reinforced epoxy resin composites. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 9, p. 4069-4074, 2011.

SOUSA, S. R. M.; PINHA FILHO, A. C.; DUTRA, M. S. Estudo de falhas em risers fabricados em material compósito. **IV PDPETRO**. Campinas, SP, p. 24.046011 – 24.0460110, 2007.

SPOERRE, J.; WANG, B.; ZHANG, C.; PARNAS, R.S. Integrated Product And Process Design (IPPD) For Resin Transfer Molded (RTM) Parts. **WIT Transactions on Information and Communication Technologies**, v. 16, 1970.

SWOLFS, Y.; GORBATIKH, L.; VERPOEST, I. Fibre hybridisation in polymer composites: A review. **Composites: Part A**, v. 67, p. 181–200, 2014.

Tamayol A.; Bahrami M. Analytical determination of viscous permeability of fibrous porous media. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 52, n. 9, p. 2407-2414, 2009.

TARPANI, J. R.; CARDOSO, F. L. A.; GUALBERTO, A. R. M.; GATTI, M. C. A. Caracterização de danos e resistência residual de um laminado híbrido metal/fibra após impactos repetidos de baixa energia. **Matéria**, v. 16, n. 2, p. 668-682, 2011.

TONON, R. V.; BARONI, A. F.; HUBINGER, M. D. Estudo da desidratação osmótica de tomate em soluções ternárias pela metodologia de superfície de resposta. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 3, p. 715-723, 2006.

TSIAKA, T.; ZOUMPOULAKIS, P.; SINANOGLU, V. J.; MAKRIS, C.; HEROPOULOS, G. A.; CALOKERINOS, A. C. Response surface methodology toward the optimization of high-energy carotenoid extraction from *aristeus antennatus* shrimp. **A.C. acta**, v. 877, p. 100-110, 2015.

VAN VELTHEM, P.; BALLOUT, W.; DUMONT, D.; DAOUST, D.; SCLAVONS, M.; CORDENIER, F.; PARDOEN, T.; DEVAUX, J.; BAILLY, C. Phenoxy nanocomposite carriers for delivery of nanofillers in epoxy matrix for resin transfer molding (RTM)-manufactured composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 76, p. 82-91, 2015.

VARNA, J.; JOFFE, R.; BERGLUND, L.A. Effect of voids on failure mechanisms in RTM laminates. **Composites Science and technology**, v. 53, n. 2, p. 241-249, 1995.

VICENTINI, F. C.; FIGUEIREDO-FILHO, L. C. S.; JANEGITZ, B. C.; SANTIAGO, A.; PEREIRA-FILHO, E. R.; FATIBELLO-FILHO, O. Planejamento fatorial e superfície de resposta: otimização de um método voltamétrico para a determinação de ag (i) empregando um eletrodo de pasta de nanotubos de carbono. **Quim. Nova**, v. 34, n. 5, p. 825-830, 2011.

VILA, M.; SÁNCHEZ-SALCEDO, S.; CICUÉNDEZ, M.; IZQUIERDO-BARBA, I.; VALLET-REGI, M. Novel biopolymer-coated hydroxyapatite foams for removing heavy-metals from polluted water. **Journal of hazardous materials**, v. 192, n. 1, p. 71-77, 2011.

VISMARA, M. V. G.; D'ALPINO, P. H. P.; MELLO, L. M. M.; GONSÁLEZ, A. H. M. GRAEFF, C. F. O. Resin composite characterizations following a simplified protocol of accelerated aging as a function of the expiration date. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, v. 35, p. 59-69, 2014.

WANG, L.; KOLIOS, A.; NISHINO, T.; DELAFIN, P. L.; BIRD, T. Structural optimisation of vertical-axis wind turbine composite blades based on finite element analysis and genetic algorithm. **Composite Structures**, V. 153, P. 123-138, 2016.

WEIBULL, W.; Sweden, S. A statistical distribution function of wide applicability. **Journal of applied mechanics**, v. 18, n. 3, p. 293-297, 1951.

WILLIAMS, J. C.; STARKE, E. A. Progress in structure materials for aerospace systems. **Acta Materialia**, v. 51, p. 5775 – 5799, 2003.

WU, S.; LIU, Y.; GE, L.; RAN, L.; PENG, K.; YI, M. Surface structures of pan-based carbon fibers and their influences on the interface formation and mechanical properties of carbon-carbon composites. **Composites part A: Applied science and Manufacturing**, v. 90, p. 480-488, 2016.

WYRZYKOWSKI, M.; KIESEWETTER, R.; KAUFMANN, J.; BAUMANN, R.; LURA, P. Pore structure of mortars with cellulose ether additions–Mercury intrusion porosimetry study. **Cement and Concrete Composites**, v. 53, p. 25-34, 2014.

XU, B.; SHI, L.; GUO, X.; PENG, L.; WANG, Z.; CHEN, S.; CAO, G.; WU, F.; YANG, Y. Nano-CaCO<sub>3</sub> templated mesoporous carbon as anode material for Li-ion batteries. **Electrochimica Acta**, v. 56, n. 18, p. 6464-6468, 2011.

YAO, Y.; LIU, D. Comparison of low-field NMR and mercury intrusion porosimetry in characterizing pore size distributions of coals. **Fuel**, v. 95, p. 152-158, 2012.

YASHIRO, S.; TAKATSUBO, J.; TOYAMA, N. An NDT Technique for composite structures using visualized Lamb-wave propagation. **Composites Science and Technology**, Matsuyama, v. 67, p. 3202–3208, 2007.

ZACHARUK, M.; BECKER, D.; COELHO, L. A. F.; PEZZIN, S. H. Estudo da reação entre polietileno glicol e resina epoxídica na presença de n, n-dimetilbenzilamina. **Polímeros**, v. 21, n. 1, p. 73-77, 2011.

ZENG, Q.; LI, K.; FEN-CHONG, T.; DANGLA, P. Analysis of pore structure, contact angle and pore entrapment of blended cement pastes from mercury porosimetry data. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 9, p. 1053-1060, 2012.

ZHANG, B.; JIAQIANG, E.; GONG, J.; YUAN, W.; ZUO, W.; LI, Y.; FU, J. Multidisciplinary design optimization of the diesel particulate filter in the composite regeneration process. **Applied energy**, v. 181, p. 14-28, 2016.

ZHANG, F.; COSSON, B.; COMAS-CARDONA, S.; BINETRUY, C. Efficient stochastic simulation approach for RTM process with random fibrous permeability. **Composites Science and Technology**, v. 71, n. 1, p. 1478–1485, 2011.

ZHANG, R.L.; HUANG, Y. D.; LIU, L.; TANG, Y. R.; SU, D.; XU, L. W. Effect of the molecular weight of sizing agent on the surface of carbon fibres and interface of its composites. **Applied Surface Science**, v. 257, p. 1840-1844, 2011.

ZHANG, J.; CHAISOMBAT, K.; HE, S.; WANG, C.H. Hybrid composite laminates reinforced with glass/carbon woven fabrics for lightweight load bearing structures. **Materials and Design**, v. 36, p. 75–80, 2012.

ZHANG, Y.; LI, Y.; MA, H.; YOU, T. Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites. **Composites Science and Technology**, v. 88, p. 172-177, 2013.

## APÊNDICE A - PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Segundo Roy *et al.* (2001) são necessários 5 fases para um planejamento de experimento adequados. Estas 5 fases são testadas e comprovados por Wang *et al.* (2016); Zhang *et al.* (2016) e Asiltürk *et al.* (2012), ilustrado na Figura 1. As cinco fases são: fase I se concentra o momento de planejamento, na qual é necessário um conhecimento no processo a ser melhorado para então criar os objetivos, os métodos e, também, identificar os fatores que podem influenciar o processo; fase II, concluída a fase de planejamento, são levantados os fatores e os níveis de cada fator como parâmetro para realização do experimento, que é realizado na fase III; na fase IV com a coleta de resultados da fase III é realizada uma análise dos dados obtidos por ferramentas estatísticas que variam de acordo com objetivo e os métodos adotados; a última fase consiste em refazer o experimento utilizando a melhoria encontrada para confirmar os resultados (Roy *et al.*, 2001; Asiltürk *et al.*, 2012; Zhang *et al.*, 2016).

Figura 1. Fases da aplicação do planejamento de experimentos.



Fonte: Adaptado de Roy *et al.* (2001).

## METODOLOGIA DE TAGUCHI

Criado por Genichi Taguchi durante a década de 1950, sua metodologia utiliza técnicas estatísticas de controle de processo, no qual a qualidade é medida pelo desvio de um valor especificado e o atributo é construído pelo *design* e não por conformidade dos limites de tolerância e inspeções (ROY *et al.*, 2001; MONTOMERY, 2008).

Para viabilizar o número de experimentos do método, ao invés de realizar diversos experimentos, retira-se a maior quantidade de dados possível utilizando uma matriz ortogonal, reduzindo assim o número de experimentos. Os primeiros passos do método são: selecionar as variáveis de saída, identificar as variáveis de entrada que influenciam no resultado, escolher a matriz ortogonal e finalmente analisar os resultados na relação sinal/ruído (S/R) e por meio de análise de variância. Existe uma diversidade de arranjos de matrizes ortogonais de Taguchi que são utilizadas para pesquisas, cada uma deve ser escolhida após identificar a quantidade de parâmetros a serem variados, quantidade de

experimentos, tempo e custo do projeto (ASILTÜRK *et al.*, 2012; FRATILA *et al.*, 2011; ASILTÜRK *et al.*, 2012).

Uma análise experimental é mais fácil quando só existe um fator para se considerar, pois o número de experimentos vai depender do quão grande ou pequeno é a grandeza deste único fator. De acordo com Roy *et al.* (2011) essa não é a realidade encarada na maioria dos estudos. Estudos com múltiplos fatores e elevado número de níveis leva diversos pesquisadores realizarem muitos experimentos devido as grandes combinações entre fatores.

As matrizes ou arranjos ortogonais foram desenvolvidos por Taguchi para substituir a necessidade de repetição experimental em diversas situações. Por exemplo, um experimento com 3 fatores e dois níveis e cada fator, o mínimo e o máximo necessitariam de 8 experimentos,  $2^3 = 8$ , para suprir todas as combinações possíveis. Com o arranjo ortogonal é possível diminuir esse valor pela metade e ainda assim obter uma representação estatística confiável dos resultados. A importância da utilização do arranjo ortogonal consiste na possibilidade de avaliar vários parâmetros com um número reduzido de ensaios (MONTGOMERY, 2008; ROY *et al.*, 2001; DAS *et al.*, 2016).

### SINAL / RUIDO

A ideologia da relação Sinal/Ruído (S/R) é o quanto o sinal, fatores ou parâmetros variados, está influenciando nos resultados dos testes. Relação S/R é representada, por Taguchi, pela medição da variação (MONTGOMERY, 2008; ROY *et al.*, 2001).

Os fatores de ruído são as causas de variabilidade externa no processo, fazendo com que o produto ou processo com características mensuráveis, sofra um desvio no seu valor alvo. Já o sinal são os fatores que da mesma forma podem gerar um desvio no resultado esperado, porém são parâmetros controláveis (MONTGOMERY, 2008; ROY *et al.*, 2001; MONTORO, 2014). Dentre as relações desenvolvidas por Taguchi, destacam-se as Eq. (1), (2) e (3).

Maior é melhor:

$$S/R = -10 \log \frac{\sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2}}{n} \quad (1)$$

Nominal é melhor:

$$S/R = -10 \log \frac{\bar{y}^2}{s^2} \quad (2)$$

Menor é melhor:

$$S/R = -10 \log \frac{\sum_{i=1}^n y_i^2}{n} \quad (3)$$

Juntamente com a análise de relação S/R, aplica-se a análise estatística de variância ANOVA para investigar a relevância que os parâmetros têm e que afetam significativamente os resultados.

## ANOVA

A análise de variância é uma ferramenta estatística utilizada para realizar a medição de hipóteses sobre a média de populações. A análise tem a capacidade de medir a ocorrência de uma diferença significativa entre as médias e quanto os parâmetros foram influenciadores sobre o resultado, validando ou não a importância de cada fator (ROY *et al.*, 2011).

ANOVA é utilizada para, através dos resultados experimentais obtidos, suportar observações e conclusões. A análise pode ser desenvolvida em duas partes, dependendo da complexidade dos cálculos e quantidade amostral. A primeira parte, conhecida como análise simples, onde é realizada uma simples média aritmética dos resultados para observar como os fatores influenciam nos resultados e expectativa de uma condição ótima de processo ou trabalho. A segunda parte, denominada como análise de variância, possui cálculos mais complexos devido a complexidade de combinações entre fatores e seus níveis. Além de ser utilizada com o mesmo propósito da primeira parte, a análise de variância mede a real variância entre fator e a variação de resultados, testa a significância de um fator, mede a performance otimizada e mede o erro de análise (ROY *et al.*, 2001; PRUESSNER *et al.*, 2003).

Os cálculos de ANOVA são comumente realizados em programas como *Excel*<sup>®</sup>, *Origin*<sup>®</sup> e *Minitab*<sup>®</sup> devido à complexidade dos cálculos. A Tabela 1 demonstra os equacionamentos realizados durante a análise. Antes de iniciar a análise é importante determinar o nível  $\alpha$ , que é o nível de confiabilidade. O valor normalmente utilizado é de 0,05, que gera um estudo com um nível de confiança de 95% (FREIRE *et al.*, 2012; SCHEFFEL *et al.*, 2012).

Tabela 1. Formulário estruturado da ANOVA.

Fontes de Variação	Grau de liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado médio	F
Fator A (entre grupos)	a-1	$SSA = \sum_{i=1}^a n_i(\bar{y}_i - \bar{y})^2$	$MSA = \frac{SSA}{(a-1)}$	$\frac{MSA}{MSE}$
Fator B (Entre grupos)	b-1	$SSB = \sum_{j=1}^b n_j(\bar{y}_j - \bar{y})^2$	$MSB = \frac{SSB}{(b-1)}$	$\frac{MSB}{MSE}$
Erro (entre grupos)	(a-1)(b-1)	$SSE = SST - SSA - SSB$	$MSE = \frac{SSE}{(a-1)(b-1)}$	
<b>Total</b>	N-1	$SST = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (\bar{y}_{ij} - \bar{y})^2$		

Fonte: Roy *et al.* (2001).

As hipóteses na qual o equacionamento estatístico ANOVA leva em consideração são:

- $H_0$  = todas as médias são iguais;
- $H_1$  = As médias são diferentes, ou pelo menos uma das médias é diferente.

A hipótese  $H_0$  reflete que os resultados de um fator são tão próximos entre si que a variação deste parâmetro não influenciam no processo ou resultado de análise. Já a hipótese  $H_1$  sendo verdadeira, mostra que a variação de um fator tem impacto nos resultados.

É possível avaliar qual hipótese é nula e qual é verdadeira observando os resultados encontrados na Tabela 2. os valores que se devem observar são F,  $F_{crítico}$  e p-valor. A comparação entre o F e o  $F_{crítico}$  revelam o nível de confiança dos dados, o grau de liberdade associado a variação de parâmetros e o grau de liberdade associado ao erro. Quando F é maior do que o  $F_{crítico}$ , os fatores ou parâmetros tendem a influenciar a variável resposta, tornando nulo a  $H_0$ . Caso contrário, sendo o F menor do que o  $F_{crítico}$ , os fatores influenciam pouco no sistema de resposta e torna  $H_0$  verdadeiro. Em uma análise com diversos fatores é possível avaliar o fator que mais influencia na resposta pela comparação entre F e  $F_{crítico}$ .

O p-valor é o dado estatístico para avaliar, dentro de grau de confiabilidade, a probabilidade dos resultados estarem dentro ou fora. Com um grau de confiabilidade adotado de  $\alpha = 0,05$ , o grau de confiabilidade é de 95%, e o p-valor deve ser menor do que 0,05 para comprovar que os fatores causem efeitos significativos na resposta, confirmando a comparação entre F e  $F_{crítico}$ .

## SUPERFÍCIE DE RESPOSTA

A metodologia de superfície de resposta, ou de controle, é um modelo estatístico que através de regressões matemáticas tem o objetivo de analisar o quanto uma resposta é influenciada por parâmetros variáveis. É gerado um gráfico tridimensional comparativo entre os fatores e seus respectivos níveis, criando uma superfície de resposta. O objetivo principal é



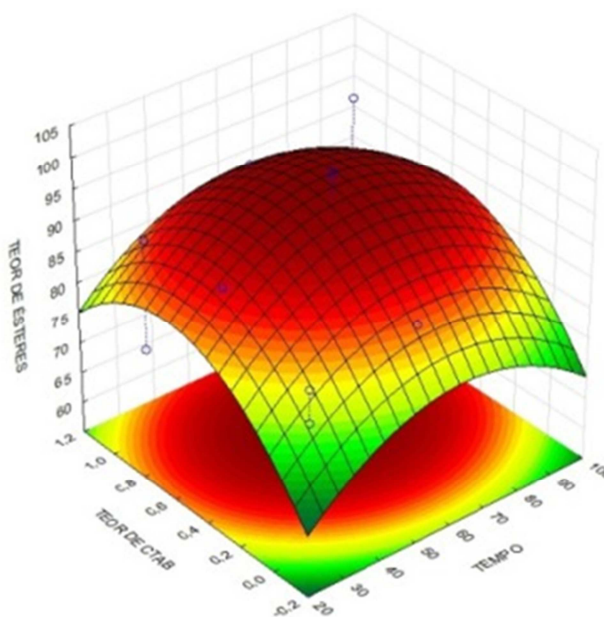
realizar uma separação entre os parâmetros que mais influenciam e os que menos influenciam a resposta, sendo capaz de fazer uma triagem dos fatores e níveis ótimos para a melhoria (ROY *et al.*, 2001; MONTGOMERY, 2008).

Em um caso de variáveis onde há curvatura no processo, uma função de segunda ordem pode ser mais bem ajustada à superfície de resposta, conforme Eq. (4) (ROY *et al.*, 2001; MONTGOMERY, 2008).

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_i \sum_j \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (4)$$

Da Eq. (4), criam-se os gráficos de superfície de resposta, em que o  $Y$  é o valor resposta que se deseja otimizar, e o equacionamento provem das funções dos parâmetros  $x_i$  e  $x_j$ , conforme ilustração na Figura 2 para uma análise visual em 3D, onde também é rebatido nos eixos de base (Teor de CTab e tempo) uma visão 2D da superfície (ALENCAR *et al.*, 2013).

Figura 2. Superfície de resposta em 3D e 2D.



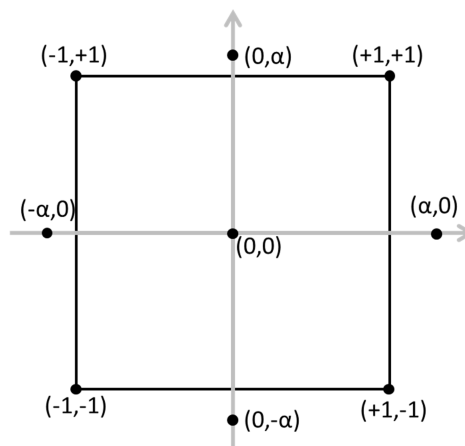
Fonte: Adaptado de Alencar *et al.* (2013).

Neste exemplo, demonstrado na Figura 2, é possível ver quais os níveis dos parâmetros que maximizam ou minimizam, neste caso o teor de ésteres, ou em um caso genérico o valor  $Y$  (resultados de resposta). Conforme trabalhos de Tonon *et al.* (2006) e Vicentini *et al.* (2011), a otimização dos resultados pode vir de uma maximização ou minimização do fator de resposta, depende do caso. Os níveis otimizados podem ser pontuais

ou uma faixa de valores que geram o mesmo resultado  $Y$ . Quando se tem uma faixa de níveis que otimiza a resposta é comum entrar com um fator externo para pontuar o nível ótimo (TSIAKA *et al.*, 2015; HUANG *et al.*, 2016; REZAIFAR *et al.*, 2016).

Recomenda-se a realização de experimentos compostos centrais, sendo importante para superfície de resposta de segunda ordem. A Figura 3 exemplifica uma corrida com pontos centrais de um planejamento de experimentos (MONTGOMERY, 2008; TSIAKA *et al.*, 2015; HUANG *et al.*, 2016; REZAIFAR *et al.*, 2016).

Figura 3. Experimentos composto com níveis intermediários centrais.



Fonte: Montgomery (2008).

**APÊNDICE B - GRÁFICOS DAS ANÁLISE ESTATÍSTICA S/R.**

Gráfico de efeitos principais para a média do resultado para o compósito de vidro.

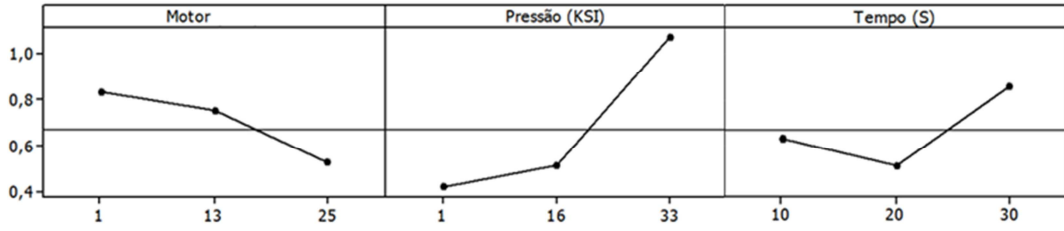


Gráfico de efeitos principais para a média do resultado para o compósito de híbrido1.

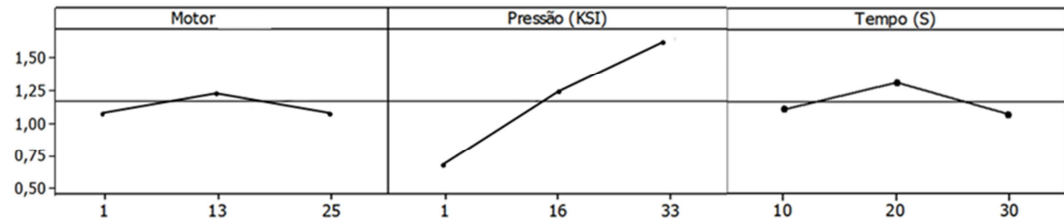
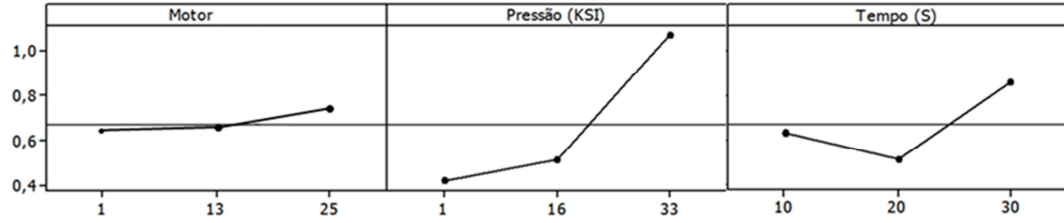
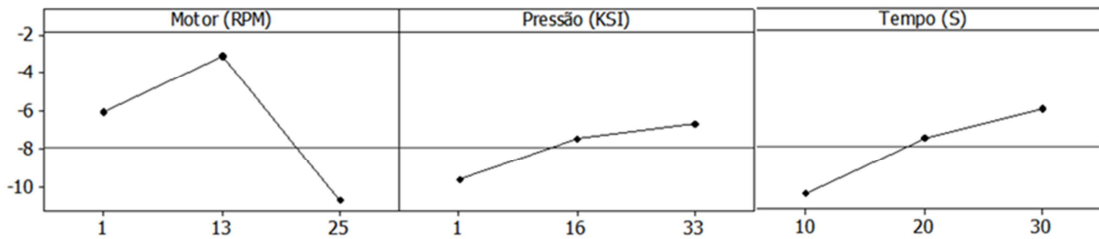


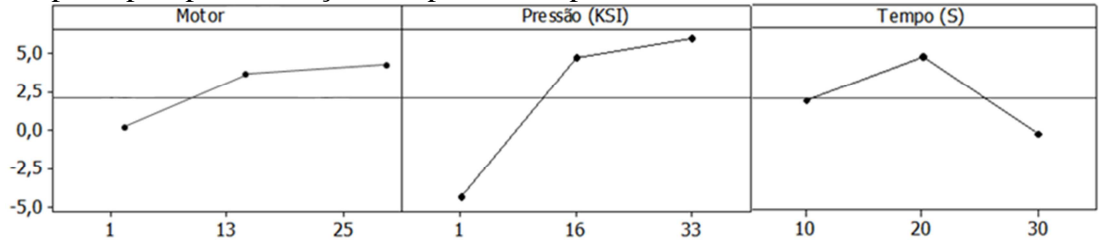
Gráfico de efeitos principais para a média do resultado para o compósito de híbrido2.



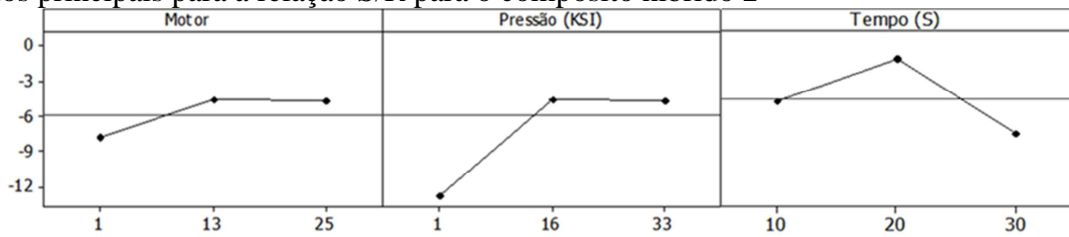
Efeitos principais para a relação S/R para o compósito de vidro.



Efeitos principais para a relação S/R para o compósito híbrido 1



Efeitos principais para a relação S/R para o compósito híbrido 2



Resultados da Análise de Variância ANOVA para os compósitos de vidro e ambos híbridos.

<b>Vidro</b>	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>p-valor</b>	<b>F<sub>crítico</sub></b>
<b>Motor</b>	0,36	2,00	0,18	5,38	0,25	6,94
<b>Pressão</b>	1,05	2,00	0,82	4,19	0,04	3,98
<b>Tempo</b>	1,46	2,00	0,73	2,02	0,06	6,94

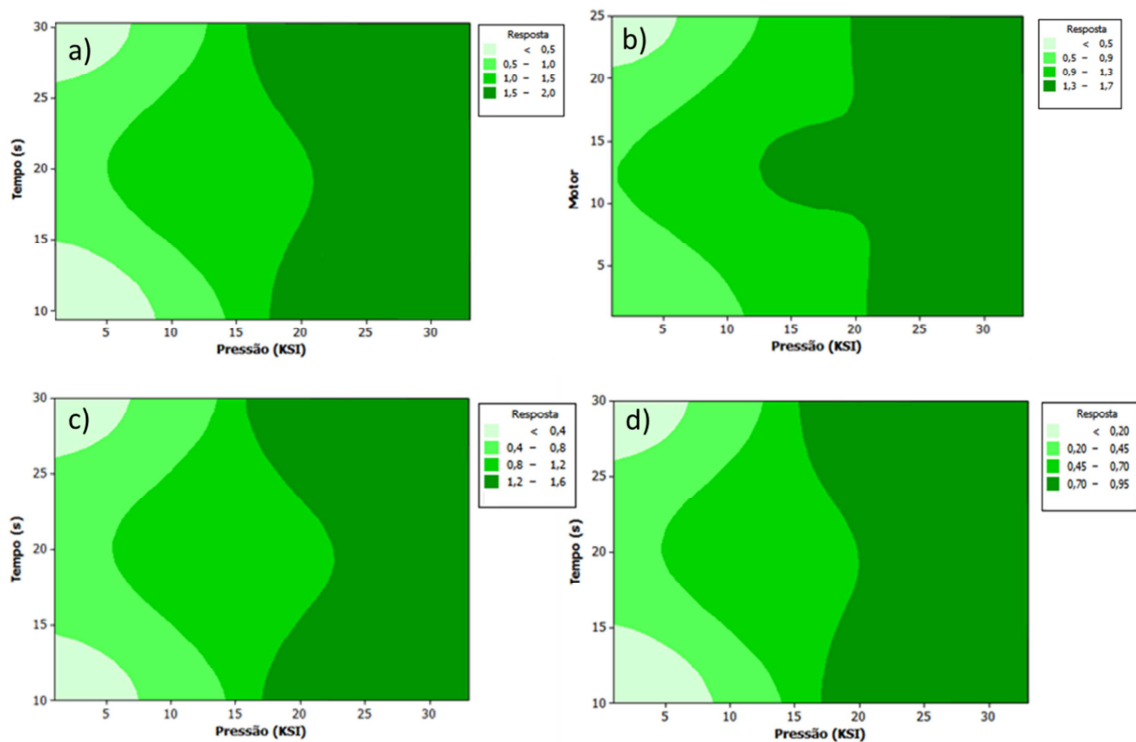
  

<b>Híbrido 1</b>	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>p-valor</b>	<b>F<sub>crítico</sub></b>
<b>Motor</b>	0,49	2,00	0,24	0,55	0,95	6,94
<b>Pressão</b>	3,75	2,00	1,87	7,59	0,01	3,98
<b>Tempo</b>	0,05	2,00	0,03	0,05	0,61	6,94

<b>Híbrido 2</b>	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>p-valor</b>	<b>F<sub>crítico</sub></b>
<b>Motor</b>	0,01	2,00	0,01	0,03	0,97	6,94
<b>Pressão</b>	1,36	2,00	0,68	15,59	0,01	3,98
<b>Tempo</b>	0,05	2,00	0,03	0,05	0,95	6,94

Superfície de resposta para os fatores pressão e tempo: a) carbono; b) vidro; c) híbrido 1 e d) híbrido 2.



**APÊNDICE C - MACRO PARA ANÁLISE DE POROSIDADE VIA *IMAGEJ*.**

```
run("Image Sequence...", "open=[] sort");

run("8-bit");

run("Set Scale...", "distance=1.4493 known=1 pixel=1 unit=µm global");

setAutoThreshold("Default");

//run("Threshold...");

//setThreshold(0, 36);

setOption("BlackBackground", false);

run("Convert to Mask", "method=Default background=Light");

run("Set Measurements...", "area perimeter bounding fit shape feret's redirect=None
decimal=2");

run("Analyze Particles...", "size=3-Infinity pixel circularity=0.50-1.00 show=Outlines display
exclude clear include summarize stack");

run("Summarize");
```

**ANEXO A – DATASHEET DA RESINA EPÓXI PRIM EP 2400**

Figura 1. Viscosidade da resina epóxi PRIM EP 2400 (180 °C e 2 °C/min)

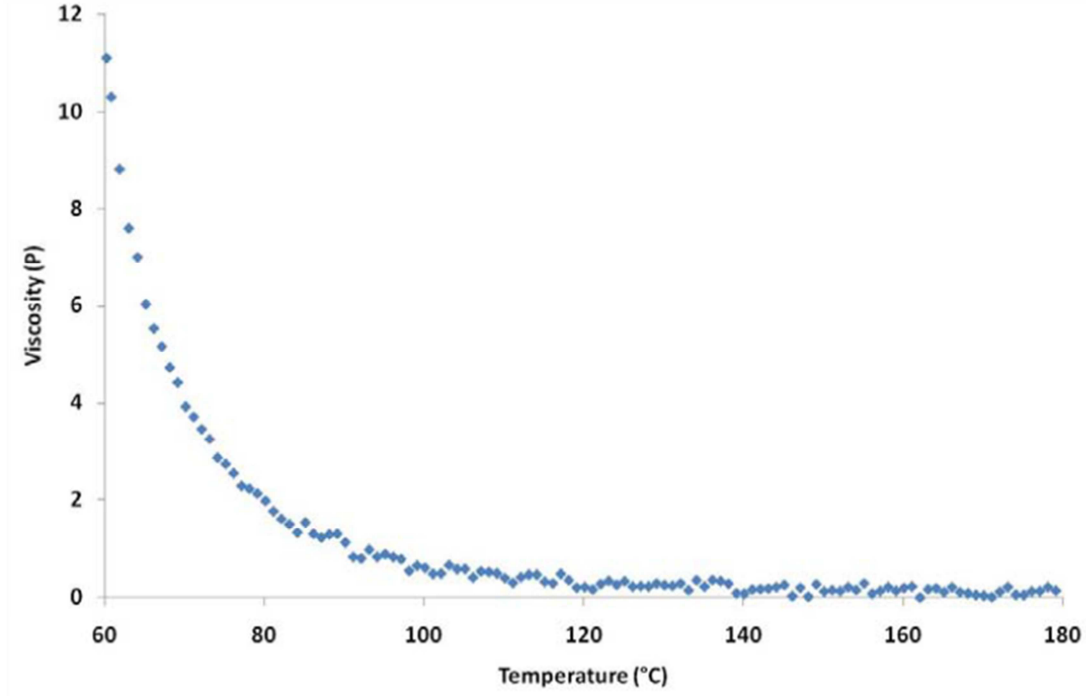


Figura 2. Isoterma de viscosidade da resina epóxi PRIM EP 2400

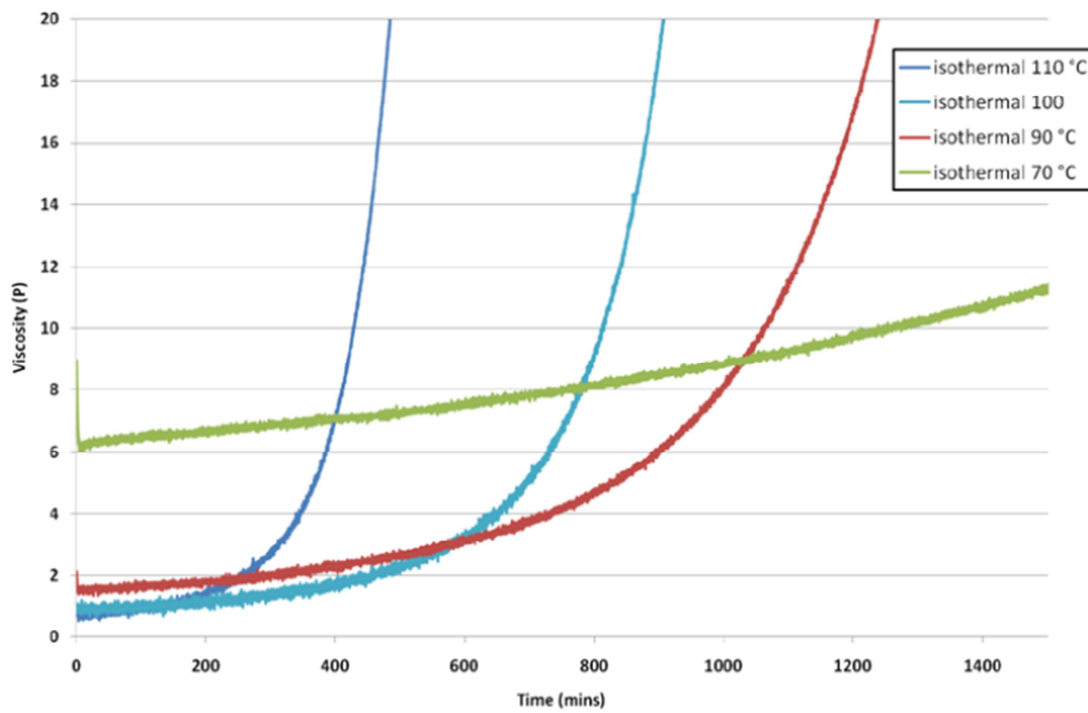


Tabela 1 . Propriedades da resina epóxi PRISM EP 2400.

<b>Propriedade</b>	<b>Valor</b>
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	1,24
<b>Resistência a Tração (MPa)</b>	95
<b>Módulo de Tração (GPa)</b>	3,4
<b>Deformação (%)</b>	7,2
<b>Resistência a Flexão (MPa)</b>	164
<b>Módulo de Flexão (GPa)</b>	3,6
<b>G<sub>IC</sub> (J/m<sup>2</sup>)</b>	279
<b>K<sub>IC</sub> (MPa)</b>	0,96
<b>CTE (10<sup>-6</sup>/C)</b>	60,5
<b>T<sub>g</sub> (°C)</b>	179