

**SAMIA DANUTA BREJÃO DE SOUZA**

**ESTUDO DO PROCESSO DE SOLDAGEM PARA A INTEGRAÇÃO DE  
COMPÓSITOS PEEK/FIBRAS DE CARBONO COM APLICAÇÕES  
AERONÁUTICAS**

**Samia Danuta Brejão de Souza**

**ESTUDO DO PROCESSO DE SOLDAGEM PARA A INTEGRAÇÃO DE  
COMPÓSITOS PEEK/FIBRAS DE CARBONO COM APLICAÇÕES  
AERONÁUTICAS**

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

Orientador: Edson Cocchieri Botelho  
Coorientador: Luis Rogerio de Oliveira Hein.

Guaratinguetá - SP  
2017

Souza, Samia Danuta Brejão de  
S729 Estudo do processo de soldagem para a integração de compósitos  
e Peek/Fibras de carbono com aplicações aeronáuticas / Samia Danuta  
Brejão de Souza – Guaratinguetá, 2017  
216 f. : il.

Bibliografia: f. 147-153

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2017.

Orientadora: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

Coorientador: Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein

1. Compósitos poliméricos. 2. Soldagem. 3. Propriedades térmicas.
4. Propriedades mecânicas. I. Título

CDU 620.1(043)

**SAMIA DANUTA BREJÃO DE SOUZA**

ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE  
"DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA"

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA  
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

  
Prof. Dr. Ana Paula Rosilini Alves Claro  
Coordenadora

**BANCA EXAMINADORA:**

  
Prof. Dr. EDSON COCCHIERI BOTELHO  
Orientador / UNESP/FEG

  
Prof. Dr. MICHELLE LEALI COSTA  
UNESP/FEG

  
Prof. Dr. PETERSON LUIZ FERRANDINI  
UNESP/FEG

  
Prof. Dr. ANTONIO CARLOS CANCELOTTI JUNIOR  
UNIFEI

  
Prof. Dr. VOLNEI TITA  
EESC/USP

Agosto/ 2017

## **DADOS CURRICULARES**

### **NOME COMPLETO DO AUTOR**

<b>NASCIMENTO</b>	16.11.1987 – Fernandópolis / SP
<b>FILIAÇÃO</b>	Luiz Paulino de Souza Helena Fátima Brejão de Souza
<b>2007/2011</b>	Engenharia de Materiais - Bacharel Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP – Campus Guaratinguetá
<b>2012/2013</b>	Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – Mestrado Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP – Campus Guaratinguetá
<b>2013/2017</b>	Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – Doutorado Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP – Campus Guaratinguetá

Dedico este trabalho de modo especial à minha mãe,  
por ter percorrido este caminho junto comigo.

## **AGRADECIMENTOS**

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida e da graça. Agradeço pela minha vida, minha inteligência, minha família e meus amigos,

À UNESP de Guaratinguetá, a todos os seus funcionários e professores.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho e ao meu co-orientador, Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein que jamais deixaram de me incentivar.

Aos meus pais Helena e Luiz, que apesar das dificuldades enfrentadas, sempre incentivaram meus estudos.

Aos técnicos da UNESP de Guaratinguetá, obrigada por toda a ajuda dada a este trabalho: Wilson Roberto Monteiro, Manoel Francisco dos S Filho, Domingos Hasmann Neto, Odir Vieira da Silva, Elton Luiz Espindola e José Manoel Bernardes.

Às funcionárias da Biblioteca do Campus de Guaratinguetá pela dedicação, presteza e principalmente pela vontade de ajudar.

Aos funcionários da Faculdade de Engenharia do Campos de Guaratinguetá pela dedicação e alegria no atendimento.

Ao Prof. Dr. Peter Mitschang, pela oportunidade de fazer o estágio no exterior no Insitute for Composites Materials, em Kaiserslautern (Alemanha).

À TenCate pelo fornecimento dos laminados utilizados neste trabalho de pesquisa.

A todos aqueles que me ajudaram, de forma direta ou indiretamente.

Este trabalho contou com apoio das seguintes entidades:

- FAPESP – 2013/13214-9
- FAPESP - BEPE – 2016/07586-9
- Bolsa de Demanda Social – CAPES/Unesp.



“Não existe triunfo sem perda,  
não há vitória sem sofrimento,  
não há liberdade sem sacrifício”

Senhor dos Anéis – O retorno do rei,

J.R.R.Tolkien

## RESUMO

O desenvolvimento da tecnologia dos compósitos poliméricos avançados tem como uma de suas funções a união de materiais que combinem características tais como elevada resistência mecânica e rigidez aliadas à baixa massa específica. Um dos principais problemas da utilização de compósitos poliméricos em aplicações estruturais consiste em sua união efetiva para a integração de componentes. Neste sentido, estudos recentes mostram que as técnicas de soldagem por resistência elétrica e indução são processos promissores para a união de compósitos estruturais, por serem métodos rápidos e por ambos necessitarem de pouca preparação de superfície. Este trabalho objetiva avaliar os melhores parâmetros das soldagens por resistência elétrica e indução para laminados PEEK (poli(éter-éter-cetona)) reforçados com fibras de carbono visando aplicações aeronáuticas. Para esta finalidade, para a soldagem por resistência elétrica são avaliados os parâmetros mais adequados, por meio de controle estatístico de processos, envolvendo o tempo, a corrente elétrica e a pressão e três diferentes tipos de elementos resistivos (300 s, 32 A e 1,5 MPa). Já para a soldagem por indução os parâmetros avaliados são o tempo, a corrente e a pressão, porém, somente o tempo e a carga são utilizados para o controle estatístico (a corrente não é variável) (50 s, 150 N). Os laminados soldados foram condicionados em câmaras de radiação ultravioleta (UV), higrotérmica e salina, objetivando simular condições de voo, e após estes condicionamentos, foram caracterizados a partir de ensaios mecânicos (*Lap Shear*, Cisalhamento Iosipescu, *End Notched Flexure*, *Compression Shear Test*), análises térmicas (análise dinâmico-mecânica e análise termogravimétrica), e análises morfológicas das fraturas advindas dos ensaios mecânicos a partir das microscopias eletrônica de varredura (MEV) e óptica (MO). A partir dos resultados encontrados foi observado que apesar do valor da tensão de *Lap Shear* ter sido maior para a soldagem por indução ( $24,8 \pm 7,0$ ) MPa em relação à soldagem por resistência elétrica ( $15,82 \pm 3,53$ ) MPa, os valores das tensões de resistência das propriedades mecânicas foram superiores para a soldagem por resistência elétrica. Por exemplo, para o ensaio de ENF, a tensão máxima de cisalhamento para a resistência elétrica foi de ( $341,9 \pm 55,9$ ) MPa e para a indução foi de ( $92,6 \pm 17,7$ ) MPa. Desta forma conclui-se que, considerando os parâmetros de processo utilizados neste trabalho, tanto a soldagem por resistência elétrica quanto a soldagem por indução são promissoras para a união de compósitos PEEK/fibras de carbono para aplicações aeronáuticas.

## ABSTRACT

The development of advanced polymer composite technology has as one of its functions the joining of materials that combine characteristics such as high mechanical strength and stiffness allied to low specific mass. One of the main problems of the use of polymer composites in structural applications is their effective union for the integration of components. In this sense, recent studies show that welding techniques by electric resistance and induction are promising processes for the union of structural composites, because they are fast methods and both require little surface preparation. This work aims to evaluate the best welding parameters by electric resistance and induction for PEEK (poly(ether-ether-ketone)) laminates reinforced with carbon fibers for aeronautical applications. For this purpose, for resistance welding, the most suitable parameters are evaluated by statistical process control, involving time, electric current and pressure and three several types of resistive elements (300 s, 32 A e 1,5 MPa). For induction welding, the parameters evaluated are time, current and pressure. However, only time and pressure are used for statistical control (current is not variable) (50 s, 150 N). The welded laminates were conditioned in UV, hygrothermal and salt spray chambers, in order to simulate flight conditions, and after these conditions, were characterized in mechanical tests (Lap Shear, Iosipescu, End Notched Flexure and Compression Shear Test), thermal analysis (DMA and TMA) and morphological analysis of fractures from mechanical tests using scanning electron microscopy (SEM) and optical microscopy (OM). In this work, the mechanical properties of the fractions were evaluated. From the results obtained it was observed that although the value of Lap Shear tensile strength was higher for induction welding ( $24.8 \pm 7.0$  MPa) in relation to resistance welding ( $15.82 \pm 3.53$  MPa), the tensile values of the mechanical properties were higher for resistance welding. For example, for the ENF test, the Average maximum shear stress for the strength was ( $341.9 \pm 55.9$ ) MPa and for the induction was ( $92.6 \pm 17.7$ ) MPa. This was, it can be concluded that considering the parameters processing used, the resistance welding and induction welding are promising for the composites joint of PEEK/carbon fiber for aeronautical application.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Vista explodida de uma aeronave (EMB-145), apresentando partes fabricadas em compósitos avançados. ....	28
Figura 2 - Estrutura molecular do PEEK.....	31
Figura 3 - Técnicas de união de compósitos estruturais.....	34
Figura 4 - Ilustração de um modelo para soldagem por resistência elétrica.....	38
Figura 5 - Ilustração do campo magnético na soldagem por indução. ....	42
Figura 6 - Mecanismo de aquecimento.....	44
Figura 7a - Fluxograma do trabalho das amostras prensadas.....	56
Figura 7b - Fluxograma do trabalho das amostras soldadas.....	57
Figura 8- Prensa utilizada. ....	58
Figura 9 - Soldadora por resistência elétrica utilizada neste trabalho. ....	59
Figura 10 - Sistema de indução: (a) amostra preparada para a soldagem por indução e (b) soldadora utilizada.....	61
Figura 11 – Soldadora robotizada utilizada na soldagem por indução.....	62
Figura 12 - Câmara de névoa salina. ....	63
Figura 13 - Câmara UV. ....	64
Figura 14 - Câmara higrotérmica.....	65
Figura 15 - Equipamento de DMA utilizado para a caracterização viscoelástica dos laminados em estudo.....	68
Figura 16 - Equipamento de DSC Q20- TA Instruments.....	69
Figura 17 - Equipamento de TGA da SII Nanotechnology.....	69
Figura 18 - Equipamento TMA utilizado para caracterização dos laminados em estudo.....	70
Figura 19 - Desenho esquemático das dimensões de amostra e ensaio de Iosipescu.....	71
Figura 20 - Desenho esquemático das dimensões de amostra para <i>Lap Shear</i> . ....	72
Figura 21 - Geometria da amostra utilizada no ensaio ENF.....	72
Figura 22 - Equipamento para o ensaio de CST.....	74

Figura 23 - Análise de EDS da superfície da amostra de PEEK/fibras de carbono. ....	75
Figura 24 - Avaliação por MEV da amostra de PEEK/fibras de carbono. ....	76
Figura 25 - Resultados de DSC para a amostra de PEEK/fibras de carbono como recebida. ....	77
Figura 26 - Resultados de TGA das amostras de PEEK/fibras de carbono prensado. ...	79
Figura 27 - Resultados provenientes das análises de DSC das amostras de PEEK/fibras de carbono prensado. ....	81
Figura 28 - Análise por estereomicroscopia dos laminados de PEEK/fibras de carbono como recebido: a) região superficial; b) seção transversal. ....	82
Figura 29 - Análise por estereomicroscopia da região transversal laminado PEEK/fibras de carbono prensado. ....	83
Figura 30 - Análise do laminado como recebido (a) e prensado (b). ....	83
Figura 31 - Imagem do laminado como recebido. ....	84
Figura 32 - Laminado prensado – região com adesão. ....	85
Figura 33 - Laminado prensado – região sem adesão. ....	86
Figura 34 - Análise de EDS da malha metálica de cobre. ....	87
Figura 35 - Estereomicroscopia da malha metálica de cobre (20x). ....	88
Figura 36 - Análise de EDS da malha metálica de latão. ....	88
Figura 37 - Estereomicroscopia da malha metálica de latão (10x). ....	89
Figura 38 - Análise de EDS da malha metálica de alumínio. ....	89
Figura 39 - Estereomicroscopia da malha metálica de alumínio (10x). ....	90
Figura 40 - Corpos de prova para os ensaios de <i>Lap Shear</i> sendo soldados (soldadora por resistência elétrica). ....	93
Figura 41 - Amostras de <i>Lap Shear</i> soldadas por resistência elétrica. ....	93
Figura 42 - Laminado de PPF/FC após a realização do teste inicial. ....	97
Figura 43 - Soldadora por indução. ....	98
Figura 44 - Equipamento para medição da temperatura. ....	98
Figura 45 - Termopares soldados na região a ser unida na amostra de <i>Lap Shear</i> . ....	99
Figura 46 - Amostra pronta para ser soldada. ....	99

Figura 47 - Equipamento pronto para a soldagem.....	100
Figura 48 - Bobina retangular.....	100
Figura 49 - Soldadora pronta para a soldagem por indução.....	101
Figura 50 - Sequência de preparação da amostra na soldadora por indução.....	102
Figura 51 - Soldagem por indução: (a) Amostra sendo soldada; (b) Fita queimada após a soldagem.....	103
Figura 52 - Amostras envolvidas com a fita antes da soldagem. ....	104
Figura 53 - Telas com a programação para a soldagem. ....	105
Figura 54 - Laminado soldado por indução com uso de automação. ....	108
Figura 55 - Amostras de PEEK/fibras de carbono após ensaio por <i>etching test</i> : a) 20 min; b) 30 min e c) 50 min.....	110
Figura 56 - Imagens das amostras soldadas: a) regiões próximas ao reforço; b) e c) regiões esferulíticas na matriz polimérica.....	111
Figura 57 - Curvas de absorção de umidade para as amostras estudadas.....	112
Figura 58 - Análise por estereomicroscopia da região transversal das amostras. ....	114
Figura 59 - (a) amostra como recebida (25x); (b) amostra prensada (20x); (c) amostra soldada por resistência (20x); (d) amostra soldada por indução (10x).....	115
Figura 60 - Incidência da radiação UV nas amostras analisadas: (a) como recebida; (b) amostra soldada por indução; (c) amostra soldada por resistência elétrica; (d) amostra prensada.....	117
Figura 61 - Amostra e dispositivo utilizado para o ensaio CST.....	117
Figura 62 - Análise fractográfica das amostras ensaiadas por CST: (a) avaliação da falha; (b) amostra ensaiada.....	120
Figura 63 - Amostra e dispositivo utilizados para o ensaio de Iosipescu.....	121
Figura 64 - Análise por estereomicroscopia da amostra prensada após a realização do cisalhamento por Iosipescu.....	125
Figura 65 - Amostra fraturada de Iosipescu. ....	125
Figura 66 - Amostra e dispositivo utilizado para o ensaio de ENF.....	126
Figura 67 - Amostra sendo flexionada. ....	126
Figura 68 - Análise por estereomicroscopia da amostra de ENF fraturada.....	128
Figura 69 - Imagem da amostra de ENF fraturada. ....	128

Figura 70 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC como recebida após a realização do ensaio de CST: (a) MEV-BSE (50x); (b) Microscopia óptica (50x); (c) Sobreposição (50x). .....	130
Figura 71 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC como recebida após a realização do ensaio por CST: sobreposição das imagens obtidas no MEV (VPSE(200x)) e no microscópio óptico. ....	131
Figura 72 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC prensada após a realização do ensaio por CST: (a) MEV-VPSE (50x); (b) Microscopia óptica (50x); (c) Sobreposição (50x).132	
Figura 73 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC prensada após a realização do ensaio por CST: sobreposição das imagens provenientes do MEV (VPSE (200x)) e do microscópio óptico. ....	133
Figura 74 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC soldada por resistência elétrica após a realização do ensaio por CST: MEV-VPSE (50x); (b) Microscopia óptica (50x); (c) Sobreposição (50x). ....	134
Figura 75 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC soldadas por resistência elétrica após a realização do ensaio por CST: BSE (200x). ....	135
Figura 76 – Curvas de cristalização obtidas por DSC: (a) soldagem por resistência elétrica; (b) soldagem por indução. ....	140
Figura 77 - Gráficos da fração cristalizada em função com o tempo de análise: (a) soldagem por resistência elétrica; (b) soldagem por indução .....	141
Figura 78 - Gráficos da curva de Avrami: (a) soldagem por resistência; (b) soldagem por indução. ....	142

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais propriedades do PEEK. ....	32
Tabela 2 - Análise do peso e da porcentagem atômica do PEEK/fibras de carbono.....	76
Tabela 3 - Principais resultados provenientes do DSC para o laminado PEEK/fibras de carbono como recebido.....	77
Tabela 4 - Janela de soldagem.....	78
Tabela 5 - Principais resultados provenientes do DSC para o PEEK/fibras de carbono prensado. ....	81
Tabela 6 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de cobre. ....	87
Tabela 7 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de latão. ....	88
Tabela 8 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de alumínio. ....	90
Tabela 9 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de aço inox AISI 304 (SOUZA, 2013).....	91
Tabela 10 - Combinações do planejamento e valores da tensão do <i>Lap Shear</i> .....	95
Tabela 11 - Estimativas dos efeitos das variáveis tempo, pressão e corrente, valores de P para a resposta do ensaio de <i>Lap Shear</i> (MPa), segundo os resultados do planejamento fatorial completo. ....	95
Tabela 12 - Valores dos parâmetros R e S.....	96
Tabela 13 - Média da tensão de <i>Lap Shear</i> para as combinações obtidas na soldagem por indução. ....	106
Tabela 14 - Estimativas dos efeitos, valores de P para a resposta do <i>Lap Shear</i> (MPa). ....	106
Tabela 15 - Valores dos parâmetros R e S.....	107
Tabela 16 - Média dos valores da tensão de cisalhamento para o <i>Lap Shear</i> . ....	108
Tabela 17 - Período para as amostras na câmara durante o condicionamento por névoa salina. ....	115
Tabela 18 - Período para as amostras na câmara do condicionamento por radiação ultravioleta. ....	116
Tabela 19 - Valores de cisalhamento interlaminar – CST.....	119
Tabela 20 - Valores de cisalhamento interlaminar (Botelho, 2002).....	120
Tabela 21 - Valores de tensão máxima – Iosipescu.....	123
Tabela 22 - Valores de tensão máximas para ensaio Iosipescu (COSTA, 2012). ....	124
Tabela 23 - Resultados provenientes dos ensaios de ENF. ....	127



Tabela 24 - Resultados de DMA provenientes das amostras analisadas.....	137
Tabela 25 - Resultados de TMA obtidos para as amostras analisadas.....	139
Tabela 26 - Temperaturas de pico para as curvas de cristalização.....	141
Tabela 27 - Equações e valores de $R^2$ obtidos a partir das curvas de Arami.....	143
Tabela 28 - Valores dos expoentes de Avrami de acordo com a geometria de crescimento do cristal (FREITAG, 2009).....	144

## SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO .....	22
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	22
1.2 MOTIVAÇÃO.....	23
1.3 OBJETIVOS.....	24
1.4 METODOLOGIA UTILIZADA .....	25
CAPÍTULO 2 REVISÃO DA LITERATURA .....	27
2.1 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS AVANÇADOS COM APLICAÇÕES AERONÁUTICAS .....	27
2.2 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS TERMOPLÁSTICOS .....	28
2.2.1 PEEK (poli(éter-éter-cetona)).....	30
2.3 PRINCIPAIS TÉCNICAS DE UNIÃO DE COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS.....	32
2.3.1 Soldagem .....	34
2.3.2 Soldagem por resistência elétrica .....	36
2.3.3 Elemento resistivo .....	40
2.3.4 Soldagem por indução .....	41
2.4 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS.....	46
2.4.1 Planejamento fatorial.....	47
2.5 CINÉTICA DE CRISTALIZAÇÃO INDUZIDA.....	48
2.6 AVALIAÇÃO DOS CONDICIONAMENTOS AMBIENTAIS - INFLUÊNCIA DA SALINIDADE, UMIDADE E RADIAÇÃO UV .....	49
2.7 ETCHING TEST .....	54
CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	55
3.1 MATERIAIS .....	55
3.2 MÉTODOS.....	55
3.3 MOLDAGEM POR COMPRESSÃO A QUENTE .....	58
3.4 SISTEMAS DE SOLDAGEM .....	58

3.4.1 Soldagem por resistência elétrica .....	58
3.4.2 Soldagem por indução .....	60
3.5 ANÁLISE MORFOLÓGICA.....	62
3.6 CONDICIONAMENTO AMBIENTAL .....	62
3.6.1 Salinidade .....	63
3.6.2 Radiação UV .....	63
3.6.3 Higrotérmico.....	64
3.7 AVALIAÇÃO ESTRUTURAL E DA CRISTALINIDADE.....	65
3.7.1 MEV- Microscopia Eletrônica de Varredura.....	66
3.7.2 Microscopia Óptica.....	66
3.7.3 Microanálise por Energia Dispersiva .....	66
3.8 AVALIAÇÃO TÉRMICA .....	67
3.8.1 DMA (Análise Dinâmico-Mecânica) .....	67
3.8.2 DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial).....	68
3.8.3 TGA (Termogravimetria) .....	69
3.8.4 TMA (Análise termomecânica) .....	69
3.9 ENSAIOS MECÂNICOS.....	70
3.9.1 Iosipescu .....	70
3.9.2 <i>Lap Shear</i> .....	71
3.9.3 ENF ( <i>End Notched Flexure</i> ).....	72
3.9.4 CST (Cisalhamento interlaminar por compressão) .....	73
3.9.5 <i>Etching Test</i> .....	74
CAPÍTULO 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	75
4.1 AVALIAÇÃO DO LAMINADO COMO RECEBIDO .....	75
4.2 AVALIAÇÃO DO LAMINADO PRENSADO.....	79
4.2.1 Estereomicroscopia.....	81
4.2.2 Ultrassom.....	83

4.3 AVALIAÇÃO DO ELEMENTO RESISTIVO.....	86
4.4 ESTABELECIMENTO DA METODOLOGIA POR SOLDAGEM POR RESISTÊNCIA ELÉTRICA.....	92
4.4.1 Planejamento Experimental.....	92
4.5 ESTABELECIMENTO DA METODOLOGIA PARA SOLDAGEM POR INDUÇÃO ELETROMAGNÉTICA.....	96
4.6 CONDICIONAMENTO AMBIENTAL.....	111
4.6.1 Condicionamento Higrotérmico.....	111
4.6.2 Névoa Salina.....	114
4.6.3 UV - Radiação ultravioleta.....	116
4.7 ENSAIOS MECÂNICOS.....	117
4.7.1 CST - Compression Shear Test.....	117
4.7.2 Iosipescu.....	121
4.7.3 ENF - End Notched Flexure.....	125
4.8. FRACTOGRAFIA CORRELATIVA.....	128
4.9 ANÁLISES TÉRMICAS.....	135
4.9.1 Análise Dinâmico Mecânica (DMA).....	135
4.9.2 Análise Termomecânica - TMA.....	137
4.9.3 Cinética de Cristalização.....	139
CAPÍTULO 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	145
5.1. CONCLUSÕES.....	145
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	147
REFERÊNCIAS.....	148
APÊNDICE A - MATERIAL SAFETY DATA SHEET.....	155
APÊNDICE B - DATA SHEET.....	162
ANEXO A – Curvas isotermas para o PEEK.....	171
ANEXO B – Cálculo da razão para otimiza o valor da tensão de Lap Shear.....	174
ANEXO C – Curvas obtidas no ensaio de DMA.....	176

ANEXO D – Curvas obtidas no ensaio de CST .....	183
ANEXO E – Curvas obtidas no ensaio de Iosipescu.....	196
ANEXO F – Curvas obtidas no ensaio de ENF .....	209

## CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Muitos componentes que anteriormente utilizavam compósitos com matriz termorrígida, estão sendo substituídos por matrizes termoplásticas, pois muitas propriedades obtidas por estes são superiores às apresentadas por matrizes termorrígidas, além da possibilidade de reaproveitamento e a facilidade na fabricação de peças grandes e complexas (COSTA, 2011). Para realçar a importância dos polímeros termoplásticos, há projeções para a próxima década de que haverá um aumento de 35 a 80 % em peso de compósitos aplicados na indústria aeronáutica (MARQUES et al., 2010).

Essas peças, grandes e complexas, podem ser integradas para formar o componente desejado, apresentando uma temperatura de serviço mais elevada e uma maior versatilidade na produção em série, exibindo propriedades mecânicas iguais ou superiores aquelas apresentadas pelos compósitos termorrígidos. Para esta integração, pode-se utilizar o processo de soldagem, que consiste em uma técnica vantajosa para a união das peças e reparo das mesmas, pois gera uma união com qualidade superior em comparação com outras técnicas atualmente disponíveis, tais como uniões mecânica ou adesiva. Para esta finalidade é necessária pouca preparação da superfície a ser soldada além deste ser um processo rápido e versátil (YOUSEFPOUR; HOJJATI; IMMARIGEON, 2004).

Nos últimos anos, diversas empresas aeronáuticas, dentre estas a Embraer, a Airbus e a Boeing vêm ampliando a utilização de compósitos termoplásticos em suas aeronaves, sendo alguns componentes aeronáuticos produzidos em PEI (poli (éter-imida)) e PPS (poli (sulfeto de fenileno)) com fibras de vidro ou carbono. Atualmente, nos bordos de ataque da aeronave Airbus A 340-500/600 e nas aeronaves A 380 já vem sendo utilizado o processo de soldagem em compósitos nas peças anteriormente mencionadas (GARDINER, 2006). Devido algumas características do PEEK, como ser resistente às temperaturas elevadas, apresentar estabilidade térmica e por ser o termoplástico de mais alto desempenho, considera-se adequado a sua aplicação para tais fins.

Os compósitos poliméricos, entretanto, na sua maioria, não são bons condutores elétricos, desse modo, o processo de soldagem por resistência necessita de um elemento de aquecimento para promover a soldagem a partir do efeito Joule. Neste trabalho é também testado o tipo de elemento resistivo mais adequado para o processo de soldagem aplicado a compósitos termoplásticos, sendo três tipos de malhas metálicas, pois apresentam fácil manuseio

(possibilidade de marcação da malha, corte no tamanho adequado, e facilidade de armazenamento), conduzindo melhor a corrente elétrica para o processo e um tecido de fibra de carbono, com e sem fios de cobre.

O processo de eletrofusão atua na soldagem, fornecendo a energia necessária e contribuindo para a qualidade da solda (STAVROV; BERSEE, 2005). A fusão ocorre por meio do aquecimento da passagem da corrente elétrica pelo elemento resistivo e após atingir a temperatura de fusão da matriz, o polímero se funde, e as partes ficam unidas, realizando o processo de soldagem.

Já a soldagem por indução utiliza uma bobina, a qual cria um campo eletromagnético de alta frequência, o que provoca um aquecimento nas partes a serem unidas. Após atingir a temperatura de fusão, o processo é o mesmo pela soldagem por resistência. A matriz se funde e as partes ficam unidas. Neste processo não é necessário o uso de um elemento resistivo.

Para simular condições reais de exposição ambiental, foram realizados condicionamentos em câmaras higrotérmica (simula a atmosfera úmida), de névoa salina (simula a atmosfera salina) e de radiação por UV (simula os raios ultravioletas recebidos pelos materiais quando em uso externo). Após os condicionamentos, foram realizados os ensaios mecânicos e as análises térmicas.

Para analisar a influência das principais variáveis do processo, por meio de critérios estatísticos e científicos, neste trabalho também é utilizado um método de planejamento experimental. Este método é usado quando se deseja aprimorar um determinado processo e, conseqüentemente, a possível redução do número de ensaios, do custo, do tempo e da variabilidade dos resultados (minimizando erros experimentais) e contribuir para a viabilidade econômica e prática da experimentação (BUTTON, 2005; SOUZA, 2013)

## 1.2 MOTIVAÇÃO

A motivação do trabalho foi realizar uma soldagem adequada para o laminado estudado, tanto por resistência elétrica quanto por indução, para poder substituir alguns processos já conhecidos de juntas em peças de uso aeronáutico, como colagem e rebites, por um processo mais rápido e limpo, além de poder refazer a soldagem em peças que necessitam de retrabalho.

Desta forma, cinco aspectos devem ser levados em consideração no que diz respeito ao estado da arte associado a este projeto de pesquisa:

- Estabelecimento dos valores das variáveis mais adequadas de soldagem para laminados de PEEK, uma vez que estes parâmetros não estão bem definidos pela literatura;
- Utilização de uma ferramenta estatística para a avaliação dos principais parâmetros de soldagem;
- Avaliação da cinética de cristalização induzida na região interfacial e a transferência de calor na região interfacial durante o processo de soldagem;
- Estudo sistemático do processo de absorção de umidade, avaliando se o processo é Fickiano ou não;
- Comparação entre os processos de soldagem envolvendo a soldagem por resistência e por indução com o propósito de identificar as vantagens e desvantagens destes métodos de soldagem.

### 1.3 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho consiste no desenvolvimento dos processos de soldagem por resistência elétrica e indução para compósitos de PEEK (poli(éter-éter-cetona)) reforçados com fibras de carbono utilizados em aplicações aeronáuticas, a partir do estabelecimento das variáveis mais adequadas (tempo, corrente elétrica e pressão) a serem utilizadas nestes processos de união. A escolha da combinação das variáveis é estabelecida a partir da avaliação dos resultados obtidos quanto ao comportamento mecânico e da avaliação morfológica destes materiais associada com a avaliação estatística.

Como objetivos específicos, podem ser citados:

1. Utilização de um planejamento estatístico (planejamento fatorial) de forma a viabilizar a obtenção das condições de soldagem mais adequadas para a integração de compósitos de PEEK/fibras de carbono;
2. Levantamento de uma base de dados contendo as propriedades mecânicas e físico-químicas para laminados soldados de PEEK/fibras de carbono, a partir dos ensaios mecânicos *Lap Shear*, cisalhamento Iosipescu, ENF e CST, das análises térmicas DMA e TMA e por microscopias eletrônica de varredura e óptica;



3. Avaliação dos efeitos ambientais envolvendo os condicionamentos higrotérmico, névoa salina e por radiação UV nas propriedades mecânicas e térmicas destes laminados, com o intuito de simular as condições agressivas a que estes materiais estarão submetidos quando aeroembarcados.

#### 1.4 METODOLOGIA UTILIZADA

Para alcançar os objetivos propostos, o presente trabalho foi desenvolvido em etapas apresentadas ao longo do corpo desta tese. Além deste Capítulo 1 – Introdução, esta tese é composta por outros cinco capítulos, e 3 apêndices, sendo estes:

- Capítulo 2 - Revisão da Literatura – Neste capítulo é apresentado uma coletânea de informações a respeito do assunto abordado nesta pesquisa, dando fundamentação científica ao estudo experimental realizado;

- Capítulo 3 - Materiais e Métodos – Na metodologia, o trabalho realizado é apresentado em detalhes abordando, de forma sistemática, o material utilizado, a caracterização inicial do material como recebido, as avaliações estatísticas utilizadas para o planejamento experimental, as soldagens por resistência elétrica e indução, os condicionamentos ambientais realizados (higrotérmico, névoa salina e radiação ultravioleta), o estudo por ensaios mecânicos e análises térmicas do material não soldado e soldado, a avaliação fractográfica após a realização dos ensaios mecânicos; e a cinética de cristalização das amostras recebida, soldada por resistência e por indução.

- Capítulo 4 – Resultados e Discussão – neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados obtidos provenientes das soldagens, dos ensaios mecânicos, das análises térmicas, dos condicionamentos ambientais e da cinética realizados.

- Capítulo 5 – Considerações Finais – neste item, são apresentadas as conclusões obtidas, os trabalhos a serem publicados e apresentados em eventos técnico-científicos e as sugestões para trabalhos futuros.

- Apêndice A – *Material safety data sheet*.

- Apêndice B – *Data sheet*

- Anexo A – *Curvas isotérmicas do PEEK*
- Anexo B – *Cálculo da razão para otimizar o valor da tensão de Lap Shear*
- Anexo C – *Curvas obtidas no ensaio de DMA*
- Anexo D – *Curvas obtidas no ensaio de CST*
- Anexo E – *Curvas obtidas no ensaio de Iosipescu*
- Anexo F – *Curvas obtidas no ensaio de ENF*

## CAPÍTULO 2 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo, serão abordados os seguintes tópicos: compósitos poliméricos termoplásticos para uso aeronáutico, técnicas de união, soldagem por resistência e indução, planejamento de experimentos, cinética de cristalização induzida e condicionamento ambiental, visando embasar o leitor quanto aos conceitos usados no desenvolvimento deste trabalho.

### 2.1 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS AVANÇADOS COM APLICAÇÕES AERONÁUTICAS

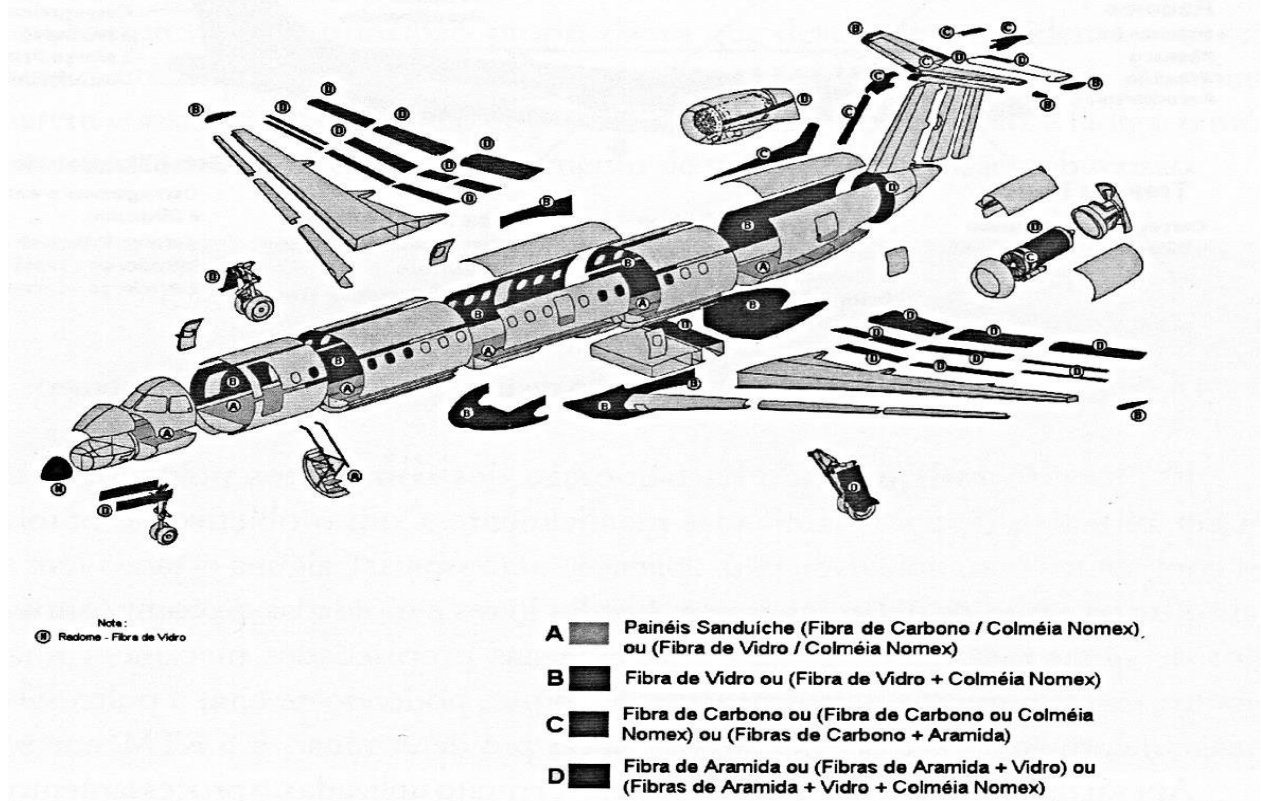
O compósito pode ser definido como um material multifásico e seus materiais constituintes devem ser distintos quimicamente apresentando uma interface adequada, promovendo sinergia em suas propriedades (CALLISTER, 2005, REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

Nos compósitos poliméricos estruturais, a interação física ou química ocorre entre o reforço fibroso e a matriz polimérica, gerando uma transferência de esforços mecânicos entre as fases constituintes (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011). Geralmente, os elementos de reforço utilizados nestes materiais são dispostos na forma de fibras (tais como aramida, carbono ou vidro), as quais garantem transmissão adequada dos esforços aplicados na estrutura (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

Entre as fibras disponíveis, as de carbono se destacam, pois apresentam elevada resistência à corrosão, elevada rigidez, baixa massa específica, baixo coeficiente de expansão térmica e excelente estabilidade térmica a elevadas temperaturas (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

Na Figura 1 encontram-se ilustradas algumas aplicações relacionadas a materiais compósitos em uma aeronave nacional.

Figura 1 - Vista explodida de uma aeronave (EMB-145), apresentando partes fabricadas em compósitos avançados.



Fonte: Rezende; Costa; Botelho (2011).

Devido a esta gama de características adequadas de desempenho, os compósitos estruturais avançados, principalmente aqueles constituídos de matriz termoplástica, oferecem uma grande versatilidade no projeto e também na fabricação de estruturas com aplicações aeroespaciais.

## 2.2 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS TERMOPLÁSTICOS

As matrizes poliméricas utilizadas em compósitos avançados com aplicações estruturais são classificadas principalmente em termoplásticas e termorrígidas. As termoplásticas podem ser recicláveis e assim reutilizadas, pois ao serem aquecidas amolecem, liquefazem-se e são endurecidas ao serem resfriadas, sendo este um processo que pode ser repetido. Já as termorrígidas apresentam o processo de cura e permanecem na forma que estão mesmo após serem aquecidas, ou seja, não amolecem. Ao serem submetidas a temperaturas excessivas o material irá degradar (CALLISTER, 2005).

As principais vantagens das matrizes termoplásticas, quando comparadas às termorrígidas convencionais, são: menor absorção de umidade; temperatura de serviço mais

elevada; maior resistência ao impacto (SILVA et al., 2011); maior tenacidade à fratura; maior tolerância a danos (LEVY NETO; PARDINI, 2006); maior facilidade de reparos (SILVA, 2005); maior resistência ambiental (elevadas temperaturas, umidade, e fluidos agressivos); não-inflamabilidade; menor tempo de processamento; (STAVROV; BERSEE, 2004 ); menor custo de transporte e estocagem; menor custo de processamento em grande escala; e maior possibilidade de integração e de reciclagem de rejeitos (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011). Por este motivo, nos últimos anos foi evidenciado um aumento significativo do uso de compósitos termoplásticos no setor aeroespacial devido, principalmente, às propriedades mecânicas serem iguais ou superiores àquelas apresentadas pelos termorrígidos. Tratando-se de aplicações aeroespaciais, o uso de compósitos termoplásticos, como materiais estruturais, é promissor por exemplo na construção de fuselagens, o que garante uma redução de peso de até 25% em relação às estruturas metálicas utilizadas atualmente (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011; SILVA, 2005). Dentre os diversos tipos de matrizes que vem sendo avaliadas para aplicações aeroespaciais, destaca-se o PEEK, poli(éter-éter-cetona), principalmente devido a suas excelentes propriedades mecânicas associadas a sua elevada temperatura de trabalho.

Os termoplásticos quando estão submetidos a um aumento da temperatura e pressão, apresentam a capacidade de amolecer (por fim se liquefazem), fluir e endurecer assim que são resfriados. É um processo reversível e que pode ser repetido quantas vezes for necessário. No nível molecular, conforme a temperatura aumenta, as forças de ligação secundárias diminuem (o movimento molecular aumenta), assim, conforme uma tensão é aplicada, as cadeias adjacentes têm o movimento facilitado (CANEVAROLO, 2006; CALLISTER, 2000).

O termoplástico pode ser um polímero semicristalino ou amorfo. Quando é semicristalino, a passagem do estado sólido para o líquido ocorre através da fusão da fase cristalina (CANEVAROLO, 2006; PADILHA, 2010).

Caso a temperatura aplicada seja muito elevada, ocorrerá uma degradação irreversível, pois as vibrações moleculares ficarão muito altas, rompendo as ligações covalentes principais (CALLISTER, 2000).

As matrizes termoplásticas são fusíveis, recicláveis, dúcteis e solúveis. Em relação à cadeia polimérica, são lineares e algumas possuem estruturas ramificadas com cadeias flexíveis (CANEVAROLO, 2006; CALLISTER, 2000).

Ao ser utilizado um polímero termoplástico como matriz para um compósito, deve-se considerar o desempenho mecânico de cada tipo de polímero (CANEVAROLO, 2006).

Os termoplásticos convencionais (conhecidos como *commodities*) são polímeros para baixo nível de exigência mecânica, com processamento fácil de ser realizado e de baixo custo para uma alta produção. Cerca de 90 % dos polímeros utilizados mundialmente são desse tipo. Pode-se citar como exemplos, o poliestireno (PS) e as poliolefinas (LDPE, HDPE, PP).

Outra classe conhecida são os polímeros especiais, pois apresentam um custo um pouco superior aos convencionais, porém com melhores características mecânicas. São exemplos de polímeros especiais os copolímeros de EVA (copolímero de etileno e acetato de vinila), PTFE (politetrafluoro-etileno), SAN (estireno acrilonitrilo) e PMMA (polimetacrilato de metila). O PTFE é conhecido por suas elevadas estabilidades térmica e química, já o PMMA e o SAN são utilizados quando é necessário a empregabilidade de alta transparência.

Para as peças que exigem alta resistência mecânica, boa estabilidade dimensional e boa tenacidade à fratura são utilizados os termoplásticos de engenharia. Estes são frequentemente utilizados em peças como engrenagens e peças para as indústrias automobilística e eletrônica. Exemplos desse tipo de termoplásticos são o PET (politereftalato de etileno), o PBT (polibutileno tereftalato), PA (poliamida) em geral, o policarbonatos, a ABS (acrilonitrila butadieno estireno) e o PPO (polióxido de fenileno).

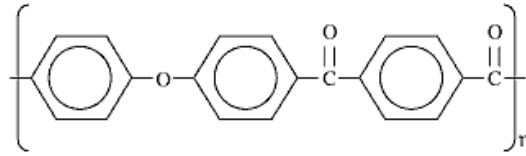
O último grupo de polímeros que podem ser utilizados como matrizes são os termoplásticos de engenharia especiais. O custo destes é o mais elevado e são requisitados em peças que estarão sob altas temperaturas e com elevada exigência mecânica. Esses polímeros apresentam na sua cadeia principal uma alta quantidade de anéis aromáticos, os quais aumentam a estabilidade térmica, podendo assim, serem utilizados em a temperaturas acima de 150°C, de forma ininterrupta. Como exemplo, pode ser citado o PPS (polisulfeto de fenileno), poliimidas, alguns poliuretanos (PU) e o PEEK (poli (éter-éter-cetona)).

### **2.2.1 PEEK (poli(éter-éter-cetona))**

A matriz termoplástica utilizada neste trabalho é o PEEK (poli(éter-éter-cetona)), um polímero aromático linear, semicristalino (cristalinidade de até 35 %) (MANO, 2003), resistente à temperaturas elevadas, elevadas estabilidades eletrolítica e térmica e amplamente reconhecido como o termoplástico de mais alto desempenho disponível na atualidade (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011). A estrutura aromática dessa matriz polimérica auxilia em seu desempenho em elevadas temperaturas ( $T_g = 143 - 156 \text{ }^\circ\text{C}$ ) (MCKAGUE, 2006) e temperatura de serviço contínuo de 245 - 260 °C (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011). Esta matriz oferece uma excelente combinação de características térmicas e de combustão em

termos de material termoplástico, sendo resistentes a uma quantidade ampla de solventes e fluidos. A Figura 2 apresenta o mero de repetição do polímero PEEK.

Figura 2 - Estrutura molecular do PEEK.



Fonte: Callister (2005).

O PEEK tem um custo elevado (Tabela 1), mas mesmo assim é muito utilizado em aplicações com requisitos em serviço muito severos que exigem baixa massa específica, elevado desempenho, propriedades mecânicas elevadas e estabilidade térmica a altas temperaturas até 260 °C (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011).

Entre as principais aplicações do PEEK, podem se destacar a fabricação de materiais para o interior de cabines, dutos de ar, componentes de motores, peças estruturais e não estruturais para a indústria aeroespacial, componentes para bombas nas indústrias de processamento químico, fios e cabos para a indústria eletroeletrônica, vedantes de equipamentos que são utilizados em plataformas de perfuração de petróleo, filme para circuito impresso flexível e termo resistente, conectores em plantas de energia nuclear, válvulas e bombas para líquidos corrosivos (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011; REQUENA; LOBERA; FERNÁNDEZ, 2013; HENRIQUES; SAMPAIO; BUCIUMEANU, SOUZA; GOMES; SILVA; CARVALHO, 2017; YANG; TIAN; LI; CAO; ZHAO; CHANGQUAN, 2017; MONICH; BERTI; PORTO; HENRIQUES; OLIVEIRA; FREDEL; SOUZA, 2017).

As principais propriedades relacionadas ao PEEK encontram-se apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Principais propriedades do PEEK.

<b>PROCESSAMENTO</b>	
<b>Temperatura de transição vítrea (°C)</b>	143
<b>Temperatura de fusão (°C)</b>	334
<b>Temperatura de processamento (°C)</b>	370-400
<b>Temperatura de trabalho (°C)</b>	245-260
<b>Pressão de moldagem (MPa)</b>	68,95-137,90
<b>PROPRIEDADES FÍSICAS</b>	
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	1,30-1,32
<b>Absorção de água 24 h (%)</b>	0,10-0,14
<b>PROPRIEDADES TÉRMICAS</b>	
<b>Coefficiente de expansão linear (10<sup>-5</sup>/K)</b>	4,0-4,7
<b>Temperatura de deflexão sob carga (°C)</b>	320
<b>PROPRIEDADES MECÂNICAS</b>	
<b>Tensão de ruptura sob tração (MPa)</b>	70,33-103,42
<b>Elongação na ruptura (%)</b>	30-150
<b>Tensão de escoamento (MPa)</b>	91
<b>Tensão de ruptura sob compressão (MPa)</b>	124,11
<b>Tensão de ruptura sob flexão (MPa)</b>	110,32
<b>Módulo de elasticidade em flexão (MPa)</b>	3,9
<b>Impacto Izod ent. (J/m)</b>	85,44
<b>Custo (US\$/kg)</b>	90,00

Fonte: REZENDE; COSTA; BOTELHO (2011).

### 2.3 PRINCIPAIS TÉCNICAS DE UNIÃO DE COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS

Uma das limitações do uso de compósitos, em relação as técnicas convencionais de processamento, consiste na obtenção de peças sem a presença de juntas ou junções entre seus componentes. No entanto, a inclusão de junções é necessária pelas limitações inerentes no processo de fabricação, reparo e montagem para com estes materiais. A união de peças em compósitos termoplásticos pode ser um fator crítico, pois dependendo do tipo de técnica utilizada estas uniões podem gerar pontos de concentração, de irregularidades e serem suscetíveis à fratura, além disso é dependente de um processo eficiente de junção e montagem rápida, além da relação custo/benefício (COSTA, 2011).

A junção de partes é um processo inevitável em peças estruturais grandes e complexas. As estruturas obtidas em compósitos termorrígidos são, basicamente, unidas por 2 (dois)



principais tipos de união, que são a união por adesivo e por fixadores mecânicos (rebite, parafusos ou pinos). Ambos processos apresentam muitas desvantagens, como uma alta sensibilidade na preparação da superfície, delaminações, tempos longos de cura e áreas concentradas de tensões devido aos furos provenientes dos fixadores. Entretanto, devido à natureza inerente das matrizes termoplásticas, estas podem ser unidas evitando grande parte dos problemas ocasionados em uniões de matrizes termorrígidas.

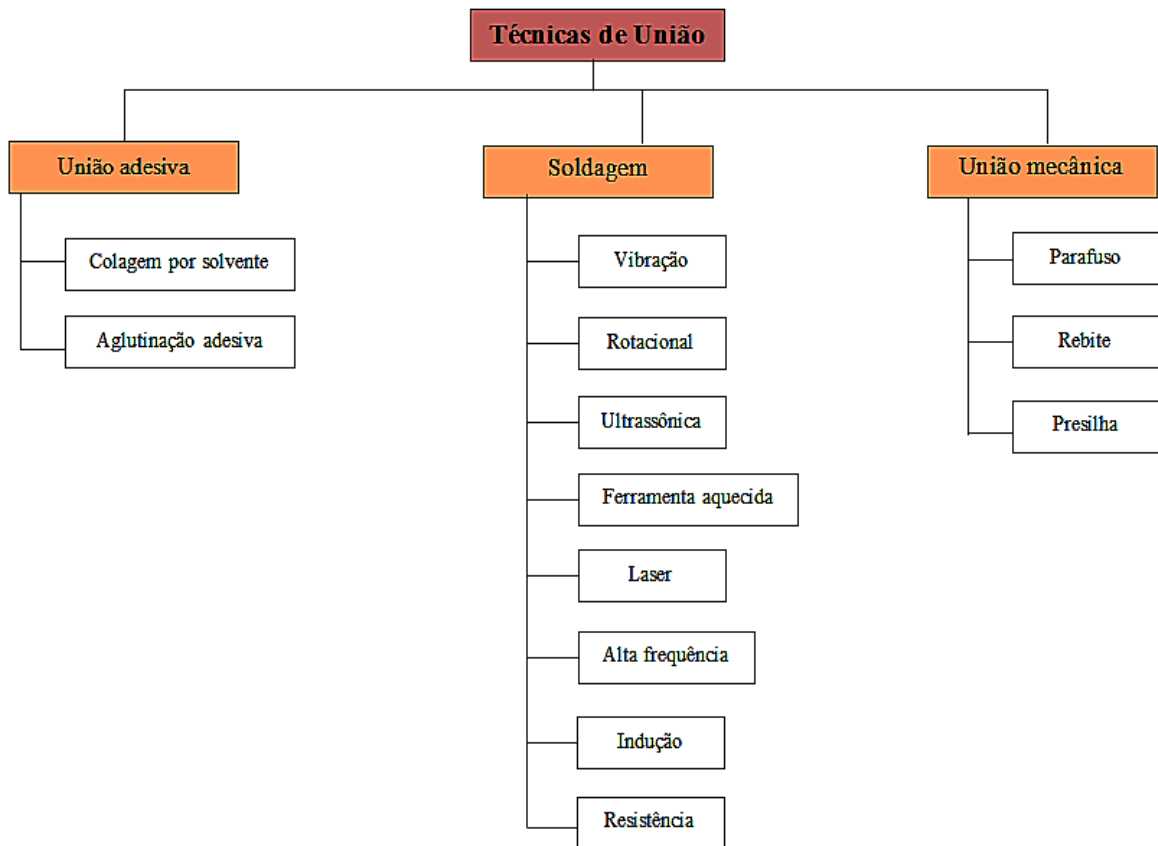
As principais técnicas de união utilizadas para compósitos termoplásticos são compreendidas em três grupos principais, sendo estes: fixação mecânica; união adesiva e união por fusão. Esta última, também conhecida como soldagem, é a técnica de maior potencial para aplicações aeronáuticas, pois apresenta uma série de vantagens em relação as demais quando aplicada para compósitos estruturais (YOSEFPOUR; HOJJATI; IMMARIGEON, 2004).

A fixação mecânica por juntas permanentes é a técnica que utiliza rebites e parafusos para a junção de peças. Apesar de atualmente esta técnica ser a mais utilizada em aplicações aeroespaciais, utiliza elementos que se comportam como concentradores de tensão e podem gerar problemas relacionados à corrosão galvânica. Estas peças metálicas apresentam diferenças no coeficiente de expansão térmica em relação ao compósito, o que pode prejudicar a união das peças. Além disso, a perfuração nas peças de compósitos para instalação de dos rebites e dos parafusos podem causar danos às fibras ou delaminações entre as camadas, provocando algum tipo de fratura no componente (PANNEERSELVAM; ARAVINDAN; NOORUL HAQ, 2012). Desta forma, esta técnica não é a mais adequada para a junção de compósitos com matriz termoplástica.

A união adesiva geralmente é realizada com colas especiais e resinas, sendo um método bastante empregado na indústria aeronáutica, porém, consiste em uma técnica que exige uma elevada preparação da superfície e também um preparo adequado da resina a ser utilizada. Esta técnica só deve ser utilizada em peças onde possa suportar o estado de tensão completo, porém deve preferencialmente suportar a tensão por cisalhamento, ao qual o componente está submetido, caso contrário haverá danos na peça causados por falhas de delaminação (PANNEERSELVAM; ARAVINDAN; NOORUL HAQ, 2012).

A Figura 3 apresenta as principais técnicas de união de compósitos estruturais, atualmente utilizadas (SOUZA, 2013).

Figura 3 - Técnicas de união de compósitos estruturais.



Fonte: Souza (2013).

Dentro deste contexto, a soldagem é a técnica mais vantajosa, levando em consideração alguns fatores e usos, para a união das peças e reparo das mesmas, fornecendo uma união com qualidade superior em comparação com as outras técnicas citadas, além de ser necessário pouca ou nenhuma preparação da superfície e ser, também, um processo rápido. Como desvantagens, o elemento resistivo permanece na solda, o que pode ser considerado um elemento contaminante, além de, principalmente, a dificuldade do controle do processo como um todo.

### 2.3.1 Soldagem

A soldagem consiste no aquecimento da matriz termoplástica acima da temperatura de transição vítrea (polímeros amorfos) ou acima da temperatura de fusão (polímeros semicristalinos, como no caso do PEEK) e permitindo resfriar com a aplicação da pressão (O'SHAUGHNESSEZ; DUBÉ; VILLEGAS, 2016).

Soldagem é uma técnica específica para união de compósitos termoplásticos baseada na habilidade da matriz polimérica em amolecer acima de uma certa temperatura, porém mantendo suas propriedades mesmo após o resfriamento. Pode ser amplamente definido como a união de duas ou mais partes por meio da fusão e consolidação (contato íntimo e auto-adesão) sob

pressão em uma interface comum (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012).

O processo de soldagem é classificado de acordo com o tipo de calor gerado na interface soldada. Há três técnicas mais usualmente conhecidas para a soldagem de compósitos termoplásticos, sendo estas: resistência elétrica, indução e ultrassônica (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE).

A soldagem por resistência elétrica é baseada no calor gerado pelo fluxo de corrente elétrica através do elemento resistivo localizado entre as partes a serem soldadas (efeito Joule). A soldagem por indução depende do aquecimento de um material eletricamente condutivo (Joule e aquecimento dielétrico) e/ou material magnético (perda por histerese) sob um campo magnético alternado (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012).

Enquanto a soldagem por resistência requer o uso de um elemento resistivo e um aquecimento ao longo da linha de soldagem, a soldagem por indução requer o mínimo de preparação, mesmo se a soldagem for realizada a partir da movimentação de uma bobina ao longo da linha de soldagem, em uma velocidade constante. A soldagem por resistência elétrica é caracterizada pelas baixas taxa de aquecimento e resfriamento, se comparadas às de indução (PAPPADÀ; SALOMI; MONTANARO; ANGIULI; PASSARO; CARUSO; MAFFEZZOLI, 2017).

Em relação a um nível de maturidade, as soldagens por resistência elétrica e indução de compósitos termoplásticos já são aplicadas na indústria aeroespacial (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012), porém neste trabalho foi realizado um amplo estudo das propriedades do material soldado e também foi utilizado um planejamento estatístico.

Com relação aos tipos de montagem que podem ser produzidas, a soldagem por resistência elétrica é geralmente utilizada para soldar linhas longas e estreitas (soldagem *one-shot* para tamanhos médios de solda e sequencial/contínua para soldas longas) (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012).

A soldagem por indução permite soldar peças com geometrias mais complexas (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012).

Para a soldagem por resistência elétrica é necessário um equipamento simples para o processo e um elemento de aquecimento posicionado na interface das partes a serem unidas. Já a soldagem por indução não exige nenhum contato com a bobina para o aquecimento, o que aumenta a flexibilidade e simplifica o processo de automação. Desta forma, a soldagem por

indução de compósitos reforçados com tecido de fibras de carbono pode ser realizada sem a necessidade de elemento de aquecimento na interface (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012).

O uso de técnicas de soldagens vem se tornando atrativas pois possibilitam a diminuição de tensões residuais, as quais estão presentes no processo de união mecânica e ligação adesiva (BAERE; VAN PAEPEGEM; DEGRIECK, 2010).

Na indústria aeronáutica atualmente já são utilizadas algumas técnicas de soldagem, com ganhos reconhecidos de propriedades, agilidade de integração e facilidade de processo, tanto para o preparo de estruturas primárias quanto secundárias (YOUSEFPOUR; HOJJATI; IMMARIGEON, 2004; AGEORGES; YE; HOU, 2000; COSTA, 2011). Dentre as aplicações aeronáuticas que já fazem o uso de soldagem em compósitos termoplásticos destacam-se por exemplo, os bordos de ataque de asas fixados por soldagem por resistência elétrica no Airbus A340-600 e A 380, e a empenagem do Gulfstream G650 que é soldada por indução (O'SHAUGHNESSEZ; DUBÉ; VILLEGAS, 2016).

Especificamente para o compósito PEEK/FC, a temperatura de fusão é 345 °C e a temperatura máxima a ser atingida é até 500 °C. Desse modo, há uma grande janela de processamento (MITSCHANG; VELTHUIS; DIDI, 2013) que pode ser utilizada para os processos de soldagem para esta matriz termoplástica.

### **2.3.2 Soldagem por resistência elétrica**

A técnica de soldagem por resistência elétrica apresenta algumas vantagens em relação às outras técnicas citadas anteriormente, podendo-se destacar: descarte do uso de rebites, parafusos, porcas, economia de material, pois não necessita de consumíveis de soldagem ou meios auxiliares para a união, pode ser utilizada na união de peças com arquitetura complexa e não é necessário o serviço de usinagem final para o acabamento (MARQUES; MODENESI; BRACARENSE, 2007).

Esta técnica de soldagem, comumente aplicada em materiais metálicos, também é conhecida por fusão por resistência elétrica, soldagem por implante resistivo ou eletrofusão. Nos últimos anos, passou a ser aplicada em materiais compósitos de uso aeronáutico (BATES et al., 2009).

Este processo se dá por meio da fusão da matriz na junta a ser soldada. Essa fusão é resultante do aquecimento a partir da passagem da corrente elétrica (efeito Joule) e da aplicação uniforme da pressão na região a ser soldada (MARQUES; MODENESI; BRACARENSE, 2007). A geração de calor proveniente da aplicação da corrente elétrica entre as partes a serem

unidas segue a Lei de Joule, apresentada na equação (1) (STAVROV; BERSEE, 2005; BATES et al., 2009; DUBÉ et al., 2009).

$$Q = I^2 * R * t \quad (1)$$

Sendo:  $Q$  a energia dissipada pelo resistor ( $J$ );  $I$  a corrente elétrica aplicada ( $A$ );  $R$  a resistência na interface ( $\Omega$ ) e  $t$  o tempo de soldagem ( $s$ ).

Este processo de soldagem ocorre da seguinte maneira: a energia cedida ao exceder as perdas térmicas faz a temperatura aumentar, primeiro na região da interface da amostra, e então no restante da região durante a aplicação contínua de corrente (STAVROV; BERSEE, 2005). Para evitar perturbação na estrutura do material é necessário manter a região termicamente afetada a mais próxima possível da superfície de adesão (STAVROV; BERSEE, 2005).

O processo utiliza a propriedade de escoamento da matriz termoplástica quando aquecida acima da temperatura de fusão (polímeros semicristalinos) (STAVROV; BERSEE, 2005). Ao atingir uma temperatura acima da temperatura de fusão na interface das amostras, à pressão constante, o contato entre as partes é garantido por meio da difusão molecular que irá ocorrer (HOU; FRIEDRICH, 1992).

Processos de soldagem por resistência elétrica sempre possuem como principais variáveis a corrente elétrica, a pressão, o tempo e a resistência elétrica do circuito (MARQUES; MODENESI; BRACARENSE, 2007). Este processo vem sendo considerado como um dos mais promissores dentre as técnicas atualmente disponíveis de união por fusão, pois é possível fundir e resfriar a matriz polimérica termoplástica mantendo as propriedades do compósito, para então formar a solda (STAVROV; NINO; BERSEE; BEUKERS, 2007).

Para garantir uma distribuição equilibrada no processo de soldagem como um todo deve-se assumir que a pressão aplicada tem que ser constante na região da interface (AGEORGES; YE; HOU, 2000).

Com a pressão aplicada de forma uniforme, obtém-se uma região soldada com baixa contaminação, seja pela expulsão do material ou pela proteção da região que sofreu o processo de fusão/amolecimento. Além disso, durante a realização do processo de soldagem, é garantida a passagem da corrente elétrica durante todo o período especificado (MARQUES; MODENESI; BRACARENSE, 2007).

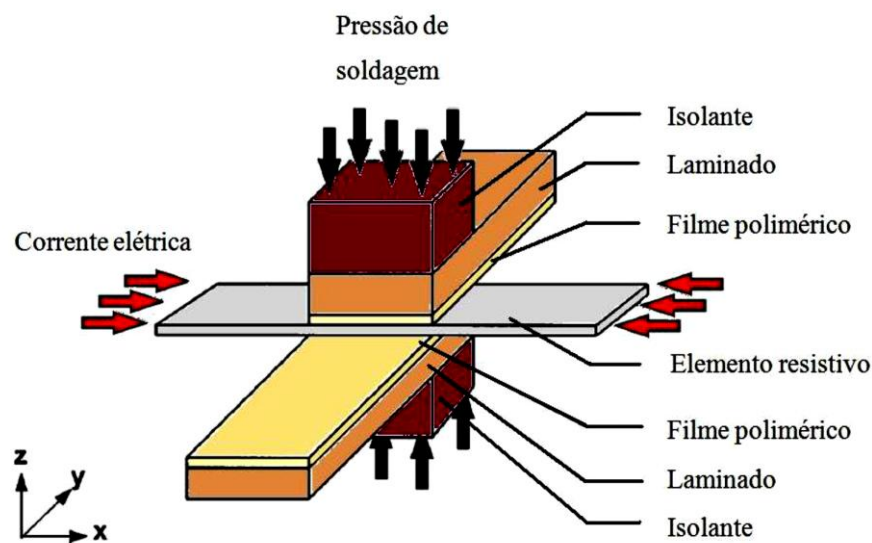
O processo de soldagem por resistência elétrica exige pouca ou nenhuma preparação de superfície, sendo este razoavelmente rápido (de 1 a 5 minutos de processo) (COSTA, 2011), utiliza equipamentos simples e de baixo custo, podendo ainda ser utilizado em reparos (DUBÉ

et al., 2009; COSTA, 2011) e em reprocessamento de um determinado componente após inspeção não destrutiva (YOUSEFPOUR; HOJJATI; IMMARIGEON, 2004; STAVROV, BERSEE, 2005; COSTA, 2011; TALBOT, 2005).

Esta técnica ainda não é considerada como um processo totalmente desenvolvido, porém, mesmo assim, é utilizada com sucesso na indústria aeroespacial (YOUSEFPOUR; HOJJATI; IMMARIGEON, 2004; STAVROV; BERSEE, 2005). Este processo de integração vem sendo também utilizado nas asas das aeronaves da Airbus A340- 500/600 e A380 (NINO et al., 2008; DUBÉ et al., 2009). Para esta aplicação, lâminas de PPS reforçadas com fibras de vidro são soldadas entre si, utilizando malha de aço inox como elemento resistivo (NINO et al., 2008; DUBÉ et al., 2009).

Na Figura 4 encontra-se ilustrado um modelo do processo de soldagem por resistência elétrica.

Figura 4 - Ilustração de um modelo para soldagem por resistência elétrica.



Fonte: adaptado de Ageorges; Ye (1999).

Com o intuito de se estabelecer a janela de processamento mais adequada para a soldagem por resistência elétrica há dois aspectos fundamentais a serem considerados: o superaquecimento na região soldada, que pode levar à degradação térmica da matriz termoplástica, interferindo no controle da passagem de corrente elétrica e a propagação do calor, que pode provocar migração da matriz e movimentação da fibra (COSTA, 2011).

O ensaio de *Lap Shear* é o mais utilizado para avaliar a soldagem realizada em compósitos. Por meio dele, é possível comparar os resultados e verificar qual laminado é o mais indicado para a aplicação necessária.

Na literatura são encontrados alguns resultados de laminados soldados, os quais são comparados por meio da tensão média da resistência por *Lap Shear* obtida. Por exemplo, para o compósito PP/fibras de vidro soldado obtido é encontrado o valor de 9,45 MPa (HOU; FRIEDRICH, 1992).

O resultado é semelhante ao obtido por (PANNEERSELVAM; ARAVINDAN; NOORUL HAQ, 2012), para o mesmo laminado PP/fibras de vidro (8,62 MPa). Esses valores baixos de tensão de cisalhamento podem ser devido à presença da fibra de vidro, pois apresenta resistência à tração menor que as fibras de carbono.

Para o laminado APC-2 (PEEK), soldado com um filme de PEEK (o qual atua como elemento resistivo), podem ser encontrados valores semelhantes de tensão por *Lap Shear*. Em (DON et al., 1990) é encontrado o valor de 44,8 MPa. Já outro modelo, desenvolvido por (XIAO; HOA; STREET, 1992), o qual é utilizado pela Força Aérea dos Estados Unidos da América, em grandes peças produzidas por APC-2 com filmes de PEEK ou PEI (HEIMERDINGER, 1994), é encontrado o valor de 41,0 MPa para a tensão cisalhante por *Lap Shear* destes laminados soldados (SOUZA, 2013).

Em (McKNIGHT et al., 1997) o valor de tensão máxima obtido para o laminado PEEK/fibras de carbono é de 28,7 MPa. Já em (ARIAS; ZIEGMAN, 1996), com o mesmo tipo de laminado, porém utilizando PEEK/(APC-2AS4)/PEEK como elemento resistivo, é apresentado o valor de 72,4 MPa para a tensão máxima por *Lap Shear*.

Para o compósito de epóxi/fibras de carbono o valor máximo obtido é de 20,0 MPa em (AGEORGES; YE, 2001).

Para o laminado PEI/fibras de carbono soldado com malha metálica de aço inox, são encontrados os seguintes valores: 34,46 MPa (HOU, 1999), 17,8 MPa (SIERKSMA, 2002), 31,0 MPa (HOU; YE; MAI, 1998), 30,0 MPa (NINO, et al., 2009) e 47,0 MPa (DUBÉ et al., 2012), enquanto que para o compósito PEI/fibra de vidro soldado com malha metálica de aço inox é encontrado o valor de 24,0 MPa (STRAVROV; BERSEE, 2004) e 33,0 MPa (DUBÉ et al., 2012). Este mesmo valor de 24,0 MPa é encontrado quando considerado o laminado de PEI/fibra de carbono, porém utilizando alumínio/prepreg unidirecional como elemento resistivo (AGEORGES; YE; HOU, 2000).

Outros resultados referentes a resistência por *Lap Shear* são encontrados na literatura científica, podendo-se destacar os seguintes materiais: para o laminado PEI/fibra de carbono/epóxi e o elemento resistivo constituído de fibra de carbono recoberta com filme de PEI, foi obtido o valor de 20,0 MPa (AGEORGES; YE, 2001); e para o compósito PEI/fibra de

carbono/alumínio 7075-T6 e filme de PEI com prepreg de fibras de carbono e vidro como elemento resistivo foi obtido o valor de 25,0 MPa (AGEORGES; YE, 2001).

Em (ABRAHÃO, 2015) foram publicados os seguintes valores, sendo todos referentes a compósitos termoplásticos soldados com malha metálica de aço inox: 11,67 MPa (PEI/fibra de vidro), 23,88 MPa (PEI/fibra de carbono) e 20,25 MPa (PEI/ reforço híbrido).

Sabe-se que a maioria das matrizes poliméricas não conduzem, de forma eficaz, a corrente elétrica (BATES et al., 2009). Para que seja realizada a soldagem torna-se então necessário um implante eletricamente resistivo na região interfacial, geralmente, constituído de malhas metálicas ou de fibras de carbono (YOUSEFPOUR; HOJJATI; IMMARIGEON, 2004; COSTA, 2011; STAVROV; BERSEE, 2005; BATES et al., 2009; NINO et al., 2008).

### **2.3.3 Elemento resistivo**

Para que o processo de soldagem por resistência elétrica ocorra de forma eficiente, é necessário a utilização de um elemento resistivo na interface de contato entre as partes a serem soldadas, promovendo a transferência de energia necessária para o aquecimento desta região (CHAWLA, 1998).

Este elemento tem o seu mecanismo regido pelo processo de eletrofusão, ou seja, fornece a energia necessária para contribuir com a qualidade da solda (STAVROV; BERSEE, 2005).

Por apresentar essa função crucial e por permanecer confinado na peça, o elemento resistivo deve apresentar uma compatibilidade com o material a ser soldado (STAVROV; BERSEE, 2005).

De forma genérica, todo material que conduza eletricidade pode ser usado como elemento resistivo, porém, alguns são mais comumente descritos na literatura e já utilizados, como o tecido de fibras de carbono e malhas metálicas (STAVROV; BERSEE, 2005).

Teoricamente, o tecido de fibra de carbono é o mais indicado para ser utilizado como elemento resistivo, devido à maior compatibilidade com o compósito e, com isso, pode fornecer melhores propriedades mecânicas e uniformidade de temperatura. Entretanto, diversos outros materiais, principalmente aqueles de natureza metálica, vêm sendo estudados e utilizados para esta finalidade (NINO et al., 2008).

O elemento resistivo deve conduzir a corrente elétrica para que a soldagem ocorra, porém deve também ser muito resistivo à passagem da corrente elétrica, permitindo que a corrente elétrica percorra a malha em tempo suficiente para aquecer a região de interface de forma homogênea, promovendo a fusão/amolecimento entre as partes da amostra a serem soldadas (o fato de ser mais resistivo não se traduz em menor tempo para a passagem de corrente, mas sim



numa corrente elétrica (fluxo de carga pelo tempo) menor para uma mesma tensão ou numa tensão maior para uma mesma corrente, resultando em mais calor porque haverá mais potência dissipada ( $U = R.i$ ). Desta forma, a distribuição do calor dependerá da condutividade térmica do compósito e da geometria da peça. A fonte utilizada na soldadora trabalha em modo de corrente constante se a carga (resistência elétrica) for muito baixa, daí para um elemento mais resistivo, a tensão aumentará para manter a corrente constante, aumentando a potência dissipada na carga (peça), ou o calor gerado na peça.

A maioria dos trabalhos atualmente disponíveis em literatura científica apresentam que a soldagem por resistência usa uma malha metálica fina como elemento resistivo juntamente com baixas pressões e tempo de soldagem, os quais são aplicados para prevenir a corrente de fuga (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE, 2012).

#### **2.3.4 Soldagem por indução**

A soldagem por indução vem sendo utilizada comercialmente há mais de 20 anos (TROUGHTON, 2008) com o intuito de unir materiais poliméricos. A fonte de calor usada na indução oferece a vantagem de reduzir o tempo de processamento, aumentando a versatilidade e o tipo de material a ser soldado, quando comparado a outros métodos de soldagem (CARETTO, 2011).

Esta técnica de soldagem pode ser realizada a partir de dois princípios: de forma contínua ou descontínua. A soldagem contínua realiza um movimento entre a unidade aquecimento/consolidação e a peça a ser soldada. Já a soldagem descontínua tem uma grande semelhança com a soldagem realizada por pontos comumente utilizada para soldar lâminas metálicas na indústria automotiva (DUHOVIC; HÜMBERT; MITSCHANG; MAIER, 2014; DUHOVIC; MITSCHANG; MAIER, 2013).

As principais vantagens da soldagem por indução são: controle preciso do aquecimento; alta taxa de produção; soldagem de materiais similares ou não; vedações herméticas; juntas de alta resistência; aprisionamento das partes e possibilidade de soldar peças de grandes dimensões (maiores que 6m) (AMANCIO-FILHO; dos SANTOS, 2009).

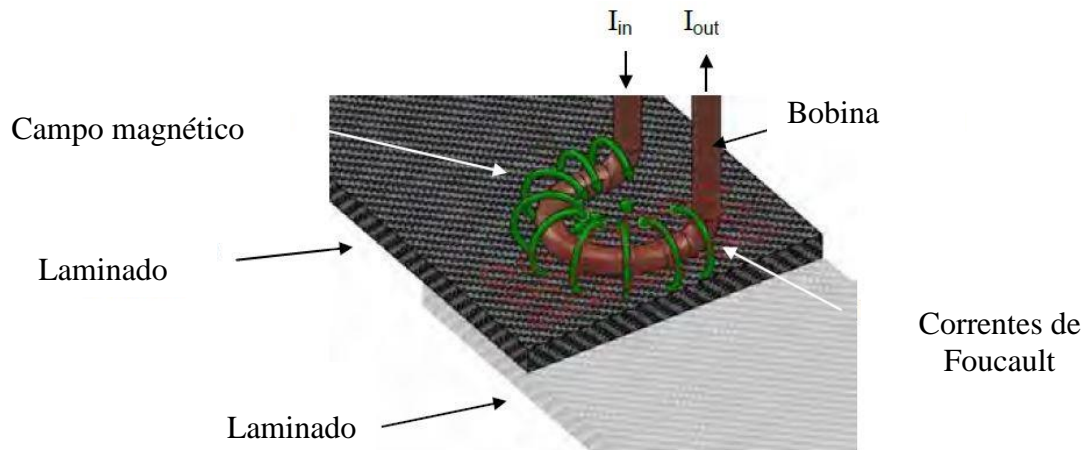
Entretanto, podem ser citadas como principais desvantagens relacionadas ao processo: custo elevado do equipamento; necessidade do implante, sendo que o mesmo pode causar corrosão; diminuindo a tensão na junta soldada; além do aumento da concentração de tensão (AMANCIO-FILHO; dos SANTOS, 2009).

A soldagem por indução utiliza o princípio da indução eletromagnética. O sistema consiste de um gerador com uma bobina, a qual é responsável por criar um campo eletromagnético de alta frequência (EMF) (CARETTO, 2011).

Este processo encontra-se baseado na utilização de corrente elétrica alternada de alta frequência que circula por uma bobina. A bobina gera um campo magnético variável na mesma frequência que a corrente. Se um condutor elétrico é colocado nas vizinhanças do campo elétrico, correntes de Foucault são induzidas, levando a geração de calor por efeito Joule (O'SHAUGHNESSEZ; DUBÉ; VILLEGAS, 2016).

Desta forma, a soldagem por indução é um processo de junta que utiliza o campo eletromagnético oscilante para gerar um aquecimento sem contato com a amostra, seguido da aplicação da pressão e com um tempo suficiente para que a difusão intermolecular ocorra. Uma bobina é conectada a uma fonte de alta frequência de corrente alternada (na faixa entre kHz – MHz) criando uma corrente alternada. A corrente da bobina produz um campo magnético variável em tempo com a mesma frequência nas regiões próximas, como apresentado na Figura 5 (DUHOVIC; HÜMBERT; MITSCHANG; MAIER, 2014; DUHOVIC; MITSCHANG; MAIER, 2013).

Figura 5 - Ilustração do campo magnético na soldagem por indução.



Fonte: Duhovic; Hümbert; Mitschang; Maier, (2014); Duhovic; Mitschang; Maier, (2013).

O campo magnético alternado produz as correntes de Foucault na peça, nas regiões próximas a bobina. Estas correntes tem a mesma frequência que a corrente da bobina, porém na direção contrária (DUHOVIC; HÜMBERT; MITSCHANG; MAIER, 2014; DUHOVIC; MITSCHANG; MAIER, 2013).

O calor é gerado pelo efeito Joule como resultado das correntes de Foucault induzidas que fluem através do material eletricamente condutor (DUHOVIC; HÜMBERT; MITSCHANG; MAIER, 2014; DUHOVIC; MITSCHANG; MAIER, 2013).

A soldagem é realizada a partir de um implante posicionado entre as duas partes a serem soldadas, o qual deve ser um material não magnético (ou ferromagnético) e/ou eletricamente condutivo. Quando exposto neste campo alternativo eletromagnético, correntes induzidas de Foucault (*eddy current*) serão geradas no material, o qual é aquecido devido às perdas de corrente na resistência (MITSCHANG; RUDOLF; NEITZEL, 2002), sendo isto um resultado do efeito Joule (CARETTO, 2011). As correntes de Foucault têm a mesma frequência que as do campo eletromagnético de alta frequência. As correntes geradas aquecem o implante, e com isso, ocorre a fusão da matriz termoplástica, resultando na junta soldada (CARETTO, 2011).

O princípio da geração de calor ocorre quando as correntes de Foucault são induzidas nas fibras de carbono, sendo que a corrente elétrica é transferida entre as fibras e entre as camadas de fibras, desde que estejam em contato ou próximas. A geração de calor é causada pelo efeito Joule nas fibras, mas a existência de *loops* condutivos é necessária e, com isso, não é possível a soldagem de compósitos com fibras de carbono unidirecionais (RUDOLF; MITSCHANG; NEITZEL, 2000).

No caso da união entre um elemento metálico e um compósito polimérico, o metal é aquecido e a matriz termoplástica é fundida por condução. Se a junta é estabelecida entre dois laminados, é necessário um implante com alta condutividade elétrica. Para aqueles que possuem fibra de vidro é necessário o uso de um implante, pois não é possível a geração de calor a partir do efeito Joule. Já aqueles que possuem fibra de carbono como reforço (tecido), estes não necessitam de implante, pois a fibra pode ser utilizada para alcançar o aquecimento necessário, pois produzem um significativo efeito Joule. Desse modo, para soldar materiais diferentes é necessário que um deles apresente uma condutividade elétrica suficiente para alcançar o efeito Joule na geração de calor necessário para o processo de soldagem (DUHOVIC; HÜMBERT; MITSCHANG; MAIER, 2014; DUHOVIC; MITSCHANG; MAIER, 2013).

Desta forma, esta técnica consiste em colocar um implante magnético entre as partes a serem soldadas (se o compósito apresentar fibras de carbono como reforço, pode ser dispensado o uso do implante magnético) e, em seguida, aplicar um campo eletromagnético alternado, o qual é produzido por uma bobina (AMANCIO-FILHO; dos SANTOS, 2009).

Quando da utilização de um implante magnético, este é aquecido, devido a influência da orientação ferromagnética do spin do elétron, fundindo a superfície a ser soldada. O tempo de soldagem usualmente é curto, na faixa de 20 a 50 s. Os principais parâmetros são a potência, o

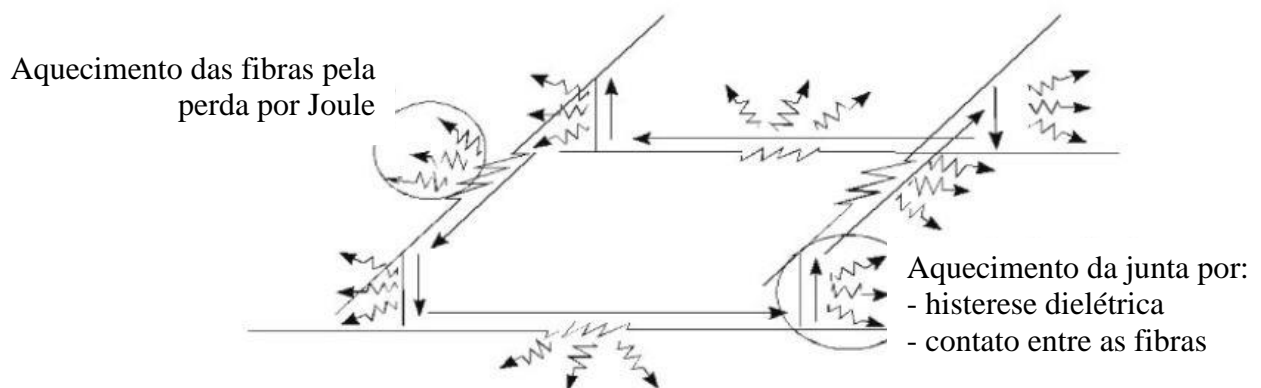
tempo de soldagem, pressão e tempo/pressão durante o resfriamento (AMANCIO-FILHO; dos SANTOS, 2009).

Similar ao que ocorre na soldagem por resistência elétrica, também nesta técnica de soldagem o elemento resistivo permanece na solda após o término do processo. Porém, se o laminado é constituído por fibras de carbono, muitas vezes não é necessário o uso de elemento resistivo, desde que o tipo de distribuição das fibras permita o ciclo de fluxo de corrente suficiente para gerar o processo de indução. Neste caso, o calor ficaria concentrado na superfície mais perto da bobina. O calor então se propaga através da espessura até atingir a região a ser soldada. O resfriamento a ser realizado é necessário para que não ocorra o superaquecimento no topo da amostra que está em contato com a bobina e evitar a deformação da amostra (O'SHAUGHNESSEZ; DUBÉ; VILLEGAS, 2016).

A soldagem por indução em laminados com fibras unidirecionais não é tão eficiente quanto em amostras que utilizam o tecido de fibras de carbono com diferentes distribuições (O'SHAUGHNESSEZ; DUBÉ; VILLEGAS, 2016).

Quando fibras de carbono são utilizadas como reforço no compósito a ser soldado, nesta irá atuar diferentes mecanismos de aquecimento, os quais dependem da arquitetura da fibra, as condições de manufatura e a qualidade da consolidação. Quando as fibras estão em bom contato, as perdas por Joule conduzirão ao aquecimento da fibra. Porém, se há uma má consolidação ou baixa quantidade de fibras, o aquecimento da junção por histerese dielétrica e contato da fibra irá se constituir no principal mecanismo de aquecimento. Este mecanismo de aquecimento encontra-se ilustrado na Figura 6 (PAPPADÀ; SALOMI; MONTANARO; ANGIULI; PASSARO; CARUSO; MAFFEZZOLI, 2017).

Figura 6 - Mecanismo de aquecimento.



Fonte: Pappadà; Salomi; Montanaro; Angiuli; Passaro; Caruso; Maffezzoli, (2017).

Para garantir um melhor contato entre as fibras, o tecido de carbono é o mais indicado para ser usado como reforço, desse modo, podem ser realizados *loops* fechados condutivos e induzir o aquecimento nas fibras. Visando uma maior eficiência para a utilização deste tipo de processo de soldagem, deve-se levar em conta o cálculo do aquecimento eletromagnético induzido e a transferência de calor (PAPPADÀ; SALOMI; MONTANARO; ANGIULI; PASSARO; CARUSO; MAFFEZZOLI, 2017).

O calor dissipado  $P$  dentro da fibra, de acordo com a lei de Joule, é descrita na equação (2):

$$P = \frac{(4 \pi^2 f^2 \mu^2 H^2 A^2)}{R} \quad (2)$$

Sendo  $f$  a frequência do campo magnético ( $Hz$ ),  $\mu$  a permeabilidade do material a ser aquecido ( $H/m$ ),  $H$  é a intensidade do campo magnético ( $A/m$ ),  $A$  é a área localizada no *loop* condutivo ( $10^{-6} m^2$ ) e  $R$  é a resistência da fibra ( $\Omega$ ).

Neste processo, as partes a serem soldadas são colocadas na mesa, a qual se movimenta e, com isso, o campo é gerado pela bobina e a prensa é abaixada, eliminando o calor gerado das partes soldadas e consolidando o laminado novamente (MITSCHANG; RUDOLF; NEITZEL, 2002).

Para a soldagem por indução, os principais parâmetros que governam este processo são: frequência; pressão; o tempo residente e a capacidade do gerador (AHMED; STAVROV; BERSEE; BEUKERS, 2005).

Em (STOKES, 2003) é encontrado o valor máximo de tensão de *Lap Shear* de 28MPa para o laminado soldado de PC (policarbonato), porém o processo de soldagem por indução é relativamente diferente, com a utilização de um molde para que a soldagem ocorra.

Para o laminado PPS/fibras de carbono é obtida a média máxima de tensão por *Lap Shear* de 31,3 MPa (O'SHAUGHNESSEY; DUBÉ; VILLEGAS, 2015). Em (VILLEGAS; MOSER; YOUSEFPOUR; MITSCHANG; BERSEE) é obtido o valor de 27,3 MPa.

Para o laminado de AS4/PEEK são encontrados os valores de 16,0 MPa e 27,5 MPa (McKNIGHT; HOLMES; GILLESPIE; LAMBING; MARINELLI, 1997).

Já em (PAPPADÀ; SALOMI; MONTANARO; ANGIULI; PASSARO; CARUSO; MAFFEZZOLI) é encontrado o valor 26,3 MPa para o PPS/fibra de carbono.

## 2.4 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Para a realização deste trabalho é utilizado um planejamento de experimentos pois, por meio desta técnica, pode ser analisada a influência das variáveis no processo a partir de critérios estatísticos e científicos. Para desenvolver ou aprimorar um determinado processo pode ser utilizado este planejamento, e concomitantemente, obtém-se a redução de custo, de tempo, da quantidade de ensaios (sem perdas de informações) e da variabilidade dos resultados (minimiza os erros experimentais), além de caracterizar simultaneamente diversas variáveis e apresentar resultados confiáveis, o que contribui para a viabilidade econômica e prática da experimentação (BUTTON, 2005).

Além destes ganhos, é possível realizar uma pesquisa em etapas, acrescentando novos ensaios quando necessário e descobrir as variáveis que influenciam o processo com poucos ensaios, pode-se também utilizar equações matemáticas para representar o processo e obter, assim, índices qualitativos. Dentro deste contexto, é possível ainda atribuir valores às variáveis influentes, melhorando e minimizando a variabilidade dos resultados e a influência das variáveis incontroláveis (BUTTON, 2005).

No planejamento experimental existem três técnicas mais utilizadas, que são a réplica, a aleatorização e blocos (BUTTON, 2005).

Na réplica, como o próprio nome sugere, há repetição de ensaio com as condições pré-estabelecidas. Esta pode ser utilizada para verificar a influência da variável e obter o erro experimental. Já na aleatorização os ensaios são realizados fora de ordem, o que é também uma exigência do planejamento experimental, para evitar o mascaramento de alguma propriedade ou variável. Na técnica de blocos é analisada uma fração mais homogênea do que o conjunto completo. Com isso é possível reduzir a influência de variáveis incontroláveis e ter uma maior precisão. Entre cada bloco é comparado as mesmas condições (MONTGOMERY, 2003).

Para um procedimento adequado do planejamento e análise dos resultados, Montgomery descreve os passos a serem seguidos (MONTGOMERY, 2003):

- a) reconhecimento e definição do problema: realizar a soldagem dos laminados de PEEK/fibras de carbono;
- b) escolha das variáveis e das faixas de valores: neste estudo as variáveis escolhidas são corrente, tempo e pressão;
- c) escolha adequada da variável resposta: a variável resposta escolhida foi por meio do ensaio *Lap Shear*;
- d) delineamento dos experimentos (tamanho do corpo de prova, escolha da técnica para o planejamento experimental (réplica, aleatorização ou blocos)): a técnica utilizada foi a réplica;

- e) execução dos experimentos;
- f) análise dos resultados;
- g) elaboração da conclusão.

Esse tipo de planejamento foi utilizado por (ABRAHÃO, et al., 2015) na soldagem de PEI com fibras de carbono e vidro. Neste estudo, foi possível encontrar a combinação de parâmetros mais adequada para a soldagem do material (50 s, 30 A e 0,7 MPa), e com esta combinação, realizar a soldagem das amostras para os outros ensaios. A combinação mais adequada foi encontrada por meio da maior média de tensão de ruptura de *Lap Shear* (20,3 MPa)

#### **2.4.1 Planejamento fatorial**

Neste trabalho foi utilizado o planejamento fatorial completo, o qual é dado  $2^k$ , ou seja, contém 2 níveis (alto e baixo) com k fatores pré-determinados (BUTTON, 2005). É possível, então, avaliar todo o espaço amostral a partir da compreensão deste fator (DIAS; SILVA; COSTA; CÔRREA, 2010).

Para utilizar o planejamento fatorial é necessário, primeiramente, decidir quais serão os fatores (variáveis de entrada) e as respostas (variáveis de saída) que serão utilizados. As variáveis de saída podem ou não serem modificadas pelas variáveis de entrada, e estas podem ainda ser qualitativas ou quantitativas e também pode existir mais de uma resposta de interesse, sendo que todas deverão ser consideradas (NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001).

A partir do planejamento fatorial é possível estudar a relação e a influência dos efeitos de duas ou mais variáveis no processo. Se o efeito de uma variável depender de outra há uma interação entre elas, sendo possível esta observação por meio dos resultados obtidos no ensaio, pois todas as combinações possíveis de cada variável são realizadas (BUTTON, 2005).

No planejamento fatorial é utilizado um procedimento estatístico conhecido com análise de variância (ANOVA), a qual se refere à soma dos quadrados dos valores calculados a partir das informações retiradas do processo. Com a ANOVA pode-se mensurar o efeito individual dos fatores que se deseja avaliar (KHAW; LIM; LIM, 1995).

A partir dos resultados provenientes da ANOVA obtém-se uma tabela, a qual é descrita pela razão “sinal-ruído”, que irá fornecer a qualidade do processo. Nesta tabela encontra-se a porcentagem da contribuição individual de cada fator e tem-se uma ideia de qual será a melhor condição para o experimento (PANNEERSELVAM; ARAVINDAN; NOORUL HAQ, 2012).

## 2.5 CINÉTICA DE CRISTALIZAÇÃO INDUZIDA

A variação do percentual de cristalinidade de matrizes termoplásticas afeta, diretamente, várias propriedades do material tais como: módulo de elasticidade; resistências à tração; à compressão; ao impacto; à fadiga; comportamento quanto à absorção de umidade; etc. Portanto, os compósitos termoplásticos devem ser avaliados quanto ao percentual de cristalinidade antes de serem submetidos a aplicações que necessitam de requisitos mecânicos.

Esta avaliação pode ser realizada a partir da utilização de um DSC. Neste caso, pode ser utilizada como metodologia inicial, a avaliação do grau de cristalinidade a partir dos picos endotérmicos relativos à temperatura de fusão cristalina e/ou dos picos exotérmicos relativos à temperatura de cristalinidade do polímero em estudo. Em ambos os casos, pode ser utilizada a equação 3:

$$\%cristalinidade = \frac{\Delta H_{amostra-fusão}}{\Delta H_{referência}} * 100 \quad (3)$$

Os estudos de cinética de cristalização são baseados no comportamento térmico das amostras previamente submetidas a análises térmicas. O máximo grau de cristalização a que uma amostra pode atingir irá depender, principalmente, da natureza da amostra, do tempo e da temperatura a que esta amostra foi submetida durante seu processamento. A fração da cristalinidade do material,  $x(t)$ , em um tempo  $t$ , avaliada a partir de uma razão global da cristalização, pode ser obtida a partir da equação (4) de Avrami:

$$x(t) = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (4)$$

Onde:  $n$  é o expoente de Avrami, o qual descreve o mecanismo de cristalização e demais informações qualitativas sobre o tipo do processo de nucleação e o crescimento do cristal.

Já, a cristalização parcial do material pode ser obtida a partir da integração da área do pico exotérmico em determinados intervalos de tempos, de acordo com a equação 5:

$$x(t) = \alpha = \frac{x_c(t)}{x_c(\infty)} = \frac{\int_0^t \frac{dH}{dt} dt}{\int_0^{\infty} \frac{dH}{dt} dt} \quad (5)$$



Para se obter a cristalização relativa ou seja, o grau de cristalinidade ( $\alpha$ ) assume-se que  $t=0$  é o tempo onde o equilíbrio térmico é alcançado,  $t = \infty$  é o tempo para que seja alcançado o final do processo de cristalização,  $dH/dt$  refere-se a taxa de fluxo de calor e  $x(t)$  é a fração das regiões cristalinas em uma determinada região da amostra. A variável  $x(t)$  relata o grau de cristalização instantâneo com o grau de cristalização total da amostra. Como a avaliação da cristalinidade da amostra depende de cada parâmetro experimental a ser escolhido, é necessário normalizar os valores de  $x(t)$  para valores entre 0 e 1.

Apesar de existirem vários estudos na literatura abordando a cinética de cristalinidade para as mais diversas matrizes poliméricas (TIERNEY; GILLESPIE Jr., 2004; TAN; SU; LUO; ZHOU, 1999; TARDIF; PIGNON; BOYARD; SCHMELZER; SOBOTKA; DELAUNAY; SCHICK, 2014; TARANI; WURM; SCHICK; BIKIARIS; CHRISAFIS; VOURLIAS, 2016; ZHANG; LI; SHI; CHEN; ZENG; WANG, 2017; GALESKI; PIORKOWSKA; ROZANSKI; REGNIER; GALESKI; JURCZUK, 2017), não foram encontradas referências de trabalhos para compósitos soldados em que foi realizada a cinética de cristalização.

## 2.6 AVALIAÇÃO DOS CONDICIONAMENTOS AMBIENTAIS - INFLUÊNCIA DA SALINIDADE, UMIDADE E RADIAÇÃO UV

As aeronaves operam em uma grande variedade de condições ambientais podendo-se destacar as presenças de ar frio e seco, em condições quentes e úmidas, elevada ou baixa taxa de radiação UV, etc. Ao mesmo tempo, as aeronaves comerciais são utilizadas por períodos de até 30 anos. Desta forma, é importante que os materiais utilizados na construção de aeronaves mantenham suas propriedades durante todo o seu período de vida, mesmo nos ambientes mais severos (COSTA, 2011).

Estas variações ambientais, associadas aos diversos tipos de carregamentos que uma aeronave se encontra sujeita durante um voo, podem ocasionar diversos tipos de tensões mecânicas. As tensões mecânicas atuantes podem facilitar o crescimento de trincas interlaminares ou delaminações. Normalmente, estas são atribuídas aos esforços de tração, compressão, flexão e cisalhamento, sendo que os esforços podem ser estáticos ou cíclicos, relacionados a impactos ou fadiga (COSTA, 2011).

Portanto, o estudo e o entendimento dos principais mecanismos de ação ambiental em materiais quando em serviço se torna importante para se avaliar a durabilidade e o tempo de serviço de um determinado componente.

Os compósitos poliméricos, quando em serviço, estão expostos a uma grande variedade de condições ambientais e simultaneamente a diversos tipos de carregamentos mecânicos. Os

principais agentes atmosféricos causadores dos ataques ambientais em aplicações aeronáuticas são: grandes variações de temperatura; umidade relativa do ar e a incidência de radiação ultravioleta (UV), enquanto que as tensões mecânicas são originadas dos esforços que atuam na estrutura (CANEVAROLO, 1991; JEDIDI, 2006).

Os efeitos ambientais causados pela temperatura e umidade relativa do ar podem ser reversíveis, quando o período de exposição é de curta duração, ou irreversíveis, quando a exposição ocorre em ciclos prolongados. Um tempo maior de exposição favorece a interação da água com grupos funcionais específicos de matrizes poliméricas de natureza polar (CANEVAROLO, 1991; JEDIDI, 2006). Neste caso, podem ocorrer alterações destrutivas na interface reforço/matriz polimérica, devido à degradação das prováveis interações físico-químicas existentes entre a resina e a fibra. Como consequência, ocorre o descolamento da fibra, conduzindo à deterioração das propriedades mecânicas e termofísicas do compósito (CANEVAROLO, 1991; JEDIDI, 2006).

Para explicar como a água é absorvida pelos compósitos considera-se, primeiramente, o mecanismo de difusão direta da umidade para dentro da matriz e, em menor quantidade, para as fibras. Entretanto, não é possível descartar outros mecanismos como a presença de micro trincas e vazios que agem como ponto de concentração de umidade, além do mecanismo da capilaridade que envolve o fluxo de água pela interface fibra/matriz e, posteriormente, por difusão, a água penetra na matriz polimérica (CANEVAROLO, 1991; JEDIDI, 2006).

#### - Salinidade

O estudo do efeito da salinidade deve ser considerado em componentes que possam trabalhar em regiões marítimas, como os helicópteros utilizados nas plataformas petrolíferas ou os caças da indústria naval. No que diz respeito ao efeito marítimo, a atuação da maresia é considerada principalmente no estudo de materiais metálicos, em que a presença do cloreto de sódio em solução leva à corrosão eletroquímica (COSTA, 2011).

No entanto, materiais poliméricos, apesar de não sofrerem corrosão eletroquímica na presença de cloreto de sódio, podem sofrer degradação devido à presença da umidade da atmosfera salina, sendo que os principais efeitos envolvidos são a intumescência e a dissolução do material.

O contato do material polimérico reforçado com material metálico deve ser considerado também em estruturas. Apesar de não sofrer corrosão em ambientes salinos, a presença da fibra pode interferir neste processo em superfícies metálicas. Por exemplo, compósitos reforçados com fibra de carbono, apesar de sofrerem pequena absorção de umidade, podem causar corrosão

galvânica quando em contato direto com metais como o alumínio. Já compósitos de fibra de vidro, com uma absorção de umidade um pouco mais elevada, protege estruturas metálicas do efeito da corrosão (COSTA, 2011).

Em (FIORE et. al., 2017) foi estudado o comportamento do uso de rebites em laminados de epóxi/fibras de vidro e de epóxi/fibras de carbono condicionados em névoa salina. As propriedades mecânicas e os danos causados devido a junção por rebite foram avaliadas por *Lap Shear*. Os resultados obtidos foram:

- As propriedades da junta diminuem progressivamente com o aumento do tempo de exposição na névoa salina. Com 15 semanas de condicionamento, a estabilidade estrutural diminuiu 46% para os laminados com fibras de vidro e 30 % para os laminados com fibras de carbono.

- O laminado com fibras de vidro apresentou uma sensibilidade maior à degradação do que o com fibras de carbono.

- O fenômeno de corrosão não foi observado em ambos compósitos estudados.

- Em relação aos mecanismos de dano nas juntas, o laminado com fibra de vidro apresentou uma fratura tipo clivagem, já os laminados com fibras de carbono apresentaram *bearing failure*. O comportamento foi explicado devido ao tipo de reforço fibroso utilizado.

A influência de um ambiente rico em atmosfera salina (ambiente marítimo, por exemplo) também é avaliada nesse trabalho nas amostras sem solda e nas amostras soldadas, na melhor condição. Uma vez que o elemento resistivo consiste de uma malha metálica, é também avaliada se a salinidade associada ao contato entre fibras de carbono/malha metálica poderá ocasionar o fenômeno de corrosão.

#### - Condicionamento Higrotérmico

Uma das situações de exposição ambiental mais atuante em compósitos estruturais com aplicações aeroespaciais consiste na ação em conjunto da umidade e da temperatura (COSTA, 2011), uma vez que seus efeitos devem ser considerados em projetos de estruturas em compósitos, já que sua presença limita o uso desses materiais em diversas aplicações (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

A absorção de umidade pelo compósito pode ocorrer por alguns mecanismos durante sua vida em serviço. A absorção por difusão de Fick, difusão acelerada através de vazios e/ou trincas ou difusão acelerada por capilaridades pela interface fibra/resina, são alguns exemplos do que pode ocorrer quando estes são expostos a ambientes quentes e úmidos.

De acordo com a segunda lei de Fick, o fluxo de umidade é proporcional ao gradiente de concentração. Assim, o ganho de massa ocorre em função do tempo, nas condições de totalmente condicionados, com temperatura e umidade constantes (COSTA, 2011).

Segundo (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011), a difusão por presença de vazios predispõe do modelo em que o polímero apresenta duas regiões definidas: uma menos densa, devido à maior presença de poros, e outra mais densa. A difusão nas regiões menos densas ocorre por processo térmico e na região mais densa a movimentação é dificultada pelo impedimento estérico. Já (COSTA, 2011) trata da absorção de umidade pela presença de trincas na matriz. De qualquer forma, a absorção ocorre até a concentração de equilíbrio, sendo este acentuado com aumento da temperatura. O processo de absorção pode ainda ser descrito como não Fickiano, ou seja, a taxa de relaxação do material devido a presença de umidade é comparável a taxa de difusão (COSTA, 2011). Neste caso, tanto as propriedades do material quanto a taxa de difusão podem mudar com o tempo.

Neste processo de difusão, a água que se difunde no interior da estrutura, interage com a matriz polimérica, podendo ocorrer processos de hidrólise da cadeia principal e/ou um aumento do volume hidrodinâmico da cadeia polimérica e, conseqüentemente, da matriz como um todo (CANEVAROLO, 2004; FARIA, 2008). Esse efeito é acentuado pelo aumento de temperatura, pois a expansão volumétrica da matriz pode gerar pequenas variações dimensionais e com isso, o aparecimento de tensões internas. Associado a este comportamento, a expansão da cadeia acaba reduzindo as ligações secundárias como forças de van der Waals, tornando o material macio e mais dúctil, sendo este efeito conhecido como plasticização (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

Em (COSTA, 2011) foi realizado o condicionamento higrotérmico no compósito soldado de PPS híbrido (fibras de carbono e fibras de vidro). O material absorveu uma quantidade máxima de 0,15 % de umidade, após 49 dias dentro da câmara. O estudo diz que o ganho foi relativamente alto, se comparado com compósitos não soldados de PPS (aproximadamente 0,07 % para PPS/fibras de carbono e 0,1 % para PPS/fibras de vidro) (FARIA, 2008).

A diferença de valores é explicada por meio de diversos fatores, os quais compreendem à presença da malha metálica, utilizada como elemento resistivo; ao maior número de interfaces, devido as fibras de carbono e vidro e a malha metálica; ao processo de soldagem, o qual pode gerar microtrincas, o que facilita o processo de capilaridade, além da presença de poros (COSTA, 2011).

Uma maneira de analisar tal processo é a avaliação da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) do material, onde sua diminuição pode ocorrer devido à plasticização do material, causada

pelo aumento do volume livre. Tal processo ocorre principalmente em polímeros polares onde a água interage com as ligações de hidrogênio.

A influência da umidade também é avaliada no compósito sem solda e, em amostras soldadas, para verificar como a umidade interfere na composição e no comportamento mecânico da amostra. Neste trabalho, estudos adicionais são realizados com o intuito de avaliar como o processo de soldagem pode influenciar no mecanismo de absorção de umidade.

#### - Radiação UV

Os materiais poliméricos, quando expostos à radiação ultravioleta provenientes do Sol, podem sofrer um processo de degradação a partir de um processo conhecido como cisão. A radiação ultravioleta do Sol que incide sobre a superfície da terra encontra-se na faixa de 290-400 nm. A energia relacionada com esta faixa de frequência é comparável à energia de dissociação das ligações covalentes dos polímeros, que geralmente encontra-se entre 290-460 kJ/mol. Desta maneira, a radiação ultravioleta pode ocasionar uma reação foto-oxidativa que altera a estrutura química do polímero, a partir da cisão e/ou da formação de ligações cruzadas (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

A cisão consiste no rompimento ou na ruptura de ligações das cadeias moleculares. Esse processo causa a separação dos segmentos da cadeia polimérica, reduzindo, conseqüentemente, a massa molecular do polímero. A incidência da radiação UV mais próxima à superfície do compósito pode favorecer a formação de ligações cruzadas superficiais conduzindo a uma excessiva fragilidade e, conseqüentemente, a formação de microtrincas na superfície do material, comprometendo as resistências mecânica e térmica do componente (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011).

Em (MAZUR, et al., 2015) foi observado que o condicionamento na câmara UV das amostras do compósito PEKK/fibras de carbono não apresentou influência na tensão de cisalhamento. Já para as amostras que passaram pelo condicionamento higrotérmico, houve uma absorção rápida no começo, a qual atingiu a saturação após 6 semanas, com um ganho de massa de 0,22 %, e com isso, os resultados para os ensaios de compressão e de tensão de cisalhamento, apresentaram uma mudança significativa nos valores, o que acarretou um aumento significativo nas características observadas.

Em (BATISTA et al., 2015), é estudado o condicionamento na câmara de radiação UV para o laminado PPS/fibras de carbono. A partir deste estudo foi observado que, para um período curto de exposição, as tensões de compressão apresentaram valores melhores, enquanto que para um período longo de exposição houve uma deterioração nas propriedades mecânicas.

A melhora nos resultados pôde ser atribuída ao enrijecimento devido à formação da ligação cruzada, a qual foi criada pela combinação dos fatores umidade, raios UV e temperatura. Já a degradação que ocorreu foi devido à fotólise, à oxidação fotoquímica e ao processo de fragilização por hidrogênio devido à formação de ligação cruzada. Na análise por DMA foi verificado também que houve um aumento na Tg nas amostras que permaneceram por períodos mais longos, o que indica uma crescente redução da mobilidade, conforme as ligações são comprimidas.

## 2.7 ETCHING TEST

Neste teste pôde ser verificado o tipo de estrutura cristalina do material. Em relação ao PEEK, a morfologia encontrada é esferulítica. A nucleação para o crescimento desses cristais pode ocorrer dentro da matriz e nas regiões ao redor das fibras de carbono. Em relação à nucleação, pode ocorrer em três tipos de regiões (BLUNDELL; CRICK; FIFE; PEACOCK; KELLER; WADDON, 1989):

1. Nucleação a partir de pontos de contato entre fibras ou regiões onde as fibras estão quase em contato.

“Esses eventos poderiam ser o resultado do corte local nos pontos de contato, aumentando as chances de nucleação, orientando as cadeias de polímero ou expondo locais de nucleação específicos na superfície das fibras. Podem ser o resultado de tensões de contração nos pontos de contato. O fato de que tensões adicionais estão presentes na matriz de polímero na interface é possivelmente indicado pelo fato de que a solução de decapagem (*etchant*) é muitas vezes orientado para penetrar preferencialmente na interface com as fibras de carbono” (BLUNDELL; CRICK; FIFE; PEACOCK; KELLER; WADDON, 1989).

2. Nucleação em uma interface fibra-polímero livre

“É uma possibilidade, portanto, que a nucleação superficial seja devida a pequenos cristais grafíticos na superfície da fibra. Contra os esforços de contração diferencial pode ter uma parte a desempenhar nesses eventos” (BLUNDELL; CRICK; FIFE; PEACOCK; KELLER; WADDON, 1989).

3. Nucleação dentro da matriz.

“Estes eventos são considerados idênticos aos que ocorrem em uma amostra normal de polímero” (BLUNDELL; CRICK; FIFE; PEACOCK; KELLER; WADDON, 1989).

## CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS

A seguir encontram-se relacionados os materiais, equipamentos, procedimentos e a metodologia que foram utilizados para o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa.

### 3.1 MATERIAIS

Compósitos reforçados por fibras de carbono com a matriz polimérica PEEK foram adquiridos da empresa holandesa TenCate, em forma de placas já processadas, com aproximadamente 1,2 mm de espessura, com configuração  $[(0,90)_{2S}]$ . O reforço deste compósito se apresentou na forma de tecido com estilo 5HS (ANEXO B).

Os elementos resistivos utilizados neste trabalho para a realização das soldagens foram: malhas metálicas (cobre, latão, alumínio e aço inox) e tecido de fibras de carbono com fios de cobre.

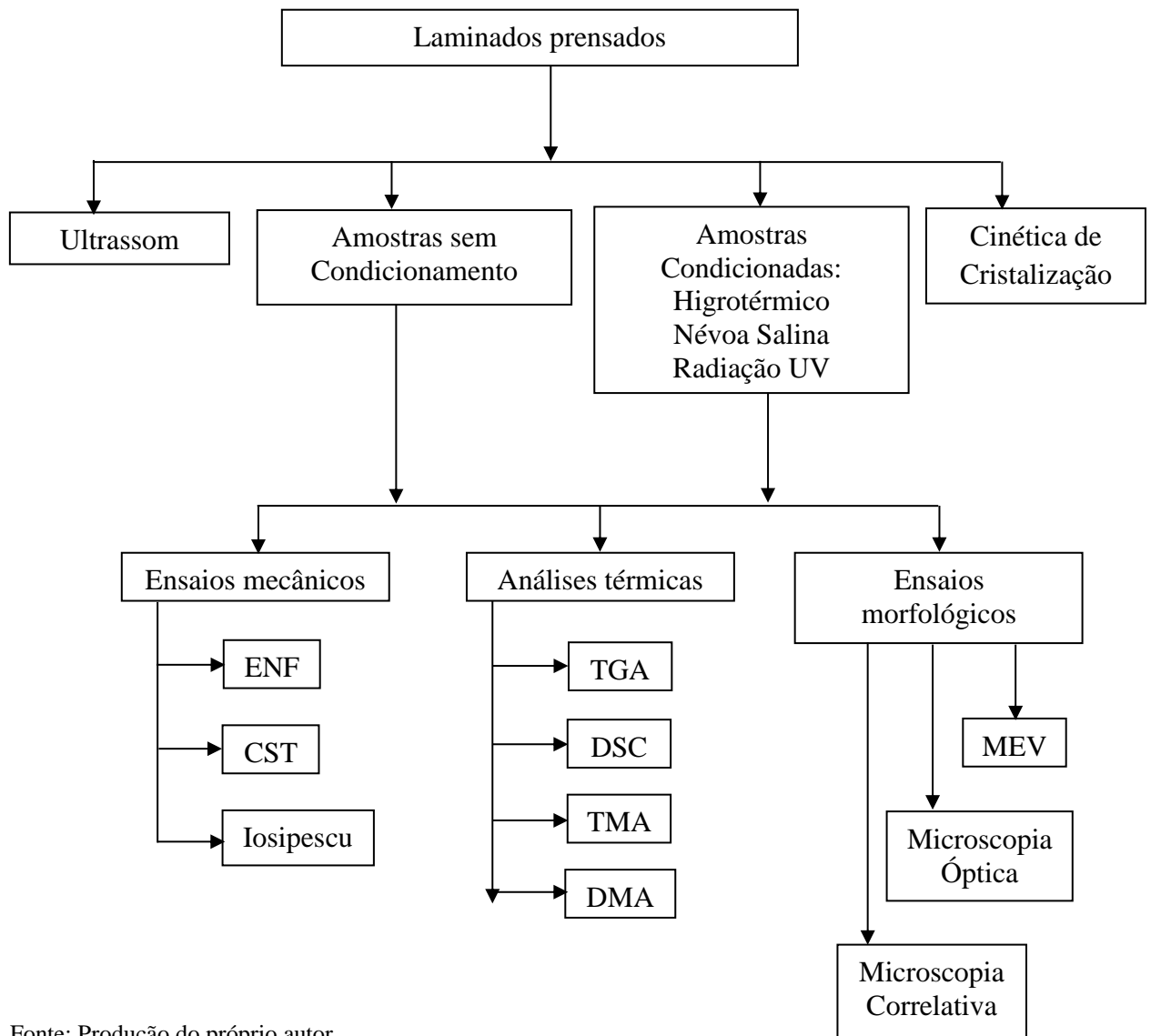
As malhas de aço inox 304, latão e cobre foram adquiridas da empresa Tegape e a de alumínio da Vale Telas. As respectivas composições de cada tela encontram-se apresentadas no item Resultados e Conclusões. Estes tecidos apresentam configuração plana (*plain weave*) e a densidade dos fios de cobre são de aproximadamente 5% em volume.

### 3.2 MÉTODOS

Esta pesquisa foi desenvolvida seguindo os fluxogramas apresentados nas Figuras 7a e 7b. Foi utilizada a mesma sequência do fluxograma 7b para ambas as soldagens (por resistência elétrica e indução).

Para cada condicionamento ambiental foram realizados os ensaios mecânicos, as análises térmicas e os ensaios morfológicos conforme apresentado nos fluxogramas.

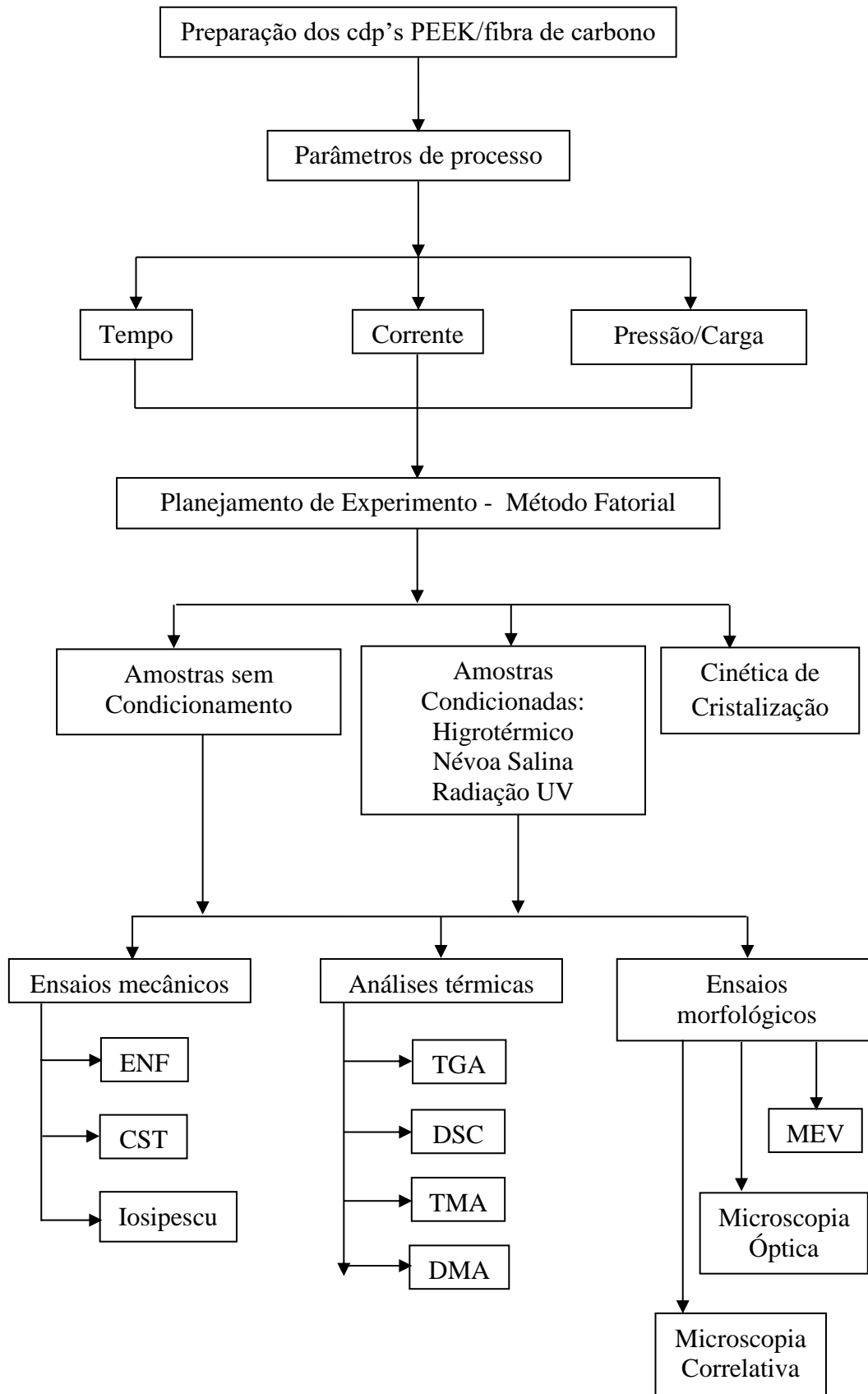
Figura 7a - Fluxograma do trabalho das amostras prensadas.



Fonte: Produção do próprio autor.



Figura 7b - Fluxograma do trabalho das amostras soldadas.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.3 MOLDAGEM POR COMPRESSÃO A QUENTE

Para a moldagem por compressão a quente dos laminados foi utilizada a prensa Carver, série Monarch, modelo CMV100H-15-X. Desse modo, foram obtidos laminados com espessura nominal de aproximadamente 25 mm. O aquecimento utilizado foi da temperatura ambiente até 380 °C, sendo mantida a pressão de 0,16 MPa durante este processo. A Figura 8 apresenta a prensa com aquecimento e resfriamento controlados utilizada neste trabalho de pesquisa.

Figura 8- Prensa utilizada.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.4 SISTEMAS DE SOLDAGEM

#### 3.4.1 Soldagem por resistência elétrica

Um dos sistemas de soldagem utilizado para a realização deste trabalho consiste em uma máquina de prensagem com conectores elétricos integrados aos elementos resistivos, garantindo o aquecimento e a pressão local durante o processo de soldagem (soldadora por resistência elétrica). Esta soldadora encontra-se operacional e disponível no laboratório de compósitos da Faculdade de Engenharia da UNESP, campus de Guaratinguetá. A Figura 9 apresenta a soldadora por resistência elétrica utilizada para a realização deste trabalho.

Após a avaliação das condições mais adequadas envolvendo a combinação dos parâmetros de soldagem por meio da utilização do ensaio de *Lap Shear*, foram soldadas as amostras para cada tipo de ensaio e, posteriormente, caracterizadas com o intuito de avaliar a qualidade da solda.

Figura 9 - Soldadora por resistência elétrica utilizada neste trabalho.



Fonte: Produção do próprio autor.

As amostras foram cortadas em dimensões específicas para cada ensaio com a utilização de uma serra de fita e posteriormente foi realizado o acabamento e entalhes com a utilização de uma fresa.

Para a realização da soldagem por resistência elétrica, seguiu-se o seguinte roteiro:

- O software foi programado com os valores de corrente, tempo e pressão previamente estabelecidos;
- Os laminados e a malha metálica foram colocados na soldadora;
- A malha metálica foi fixada nos “jacarés” para a passagem da corrente elétrica;
- As portas de segurança da região de soldagem foram fechadas e o comando no software foi ativado para o início da soldagem, liberando a passagem de corrente elétrica e a aplicação da pressão;
- Após a realização da soldagem as amostras foram retiradas da máquina e a malha metálica entre as amostras foi cortada.

### 3.4.2 Soldagem por indução

Para a realização da soldagem por indução, foi utilizada a soldadora por indução, disponível no *Institute for Composites Materials* em Kaiserslautern, Alemanha. A Figura 10 (*a* e *b*) apresentam o equipamento de indução utilizado neste trabalho de pesquisa.

Inicialmente, as amostras foram cortadas nas dimensões adequadas para cada ensaio a ser realizado para a avaliação do sucesso deste processo de soldagem. As amostras foram soldadas uma por vez e os parâmetros foram programados no software da máquina. O tempo de soldagem foi contado utilizando um cronômetro.

O suporte metálico que continha a amostra, a amostra e a caixa que continha a bobina eram revestidos com uma fita polimérica para evitar a queima da superfície nesses locais.

Após a programação no software, a porta de vidro de segurança foi fechada e o sistema foi acionado. A caixa com a bobina foi abaixada e a corrente foi liberada. Após o tempo necessário para a realização da soldagem, a corrente foi desligada, mantendo-se o suporte com a bobina pressionando a amostra. Com a finalização do processo, a pressão foi liberada, e o sistema de resfriamento (mangueira azul) foi acionado para resfriar a bobina. Sempre que necessário, as fitas foram trocadas por novas.

A soldagem foi também realizada com o auxílio de um robô, como ilustrado na Figura 11. Neste caso, o software foi programado com parâmetros para permitir a soldagem por este robô, apenas para a obtenção das amostras para o ensaio *Lap Shear*. Para este processo, foram utilizadas duas tiras do laminado de 100mm de largura por 300mm de comprimento, porém, somente após a utilização de quase 200mm foi possível a obtenção de material suficiente para o corte dos corpos de prova para a realização deste ensaio. As tiras foram sobrepostas uma sobre a outra, formando a faixa a ser soldada de 12,7 mm.

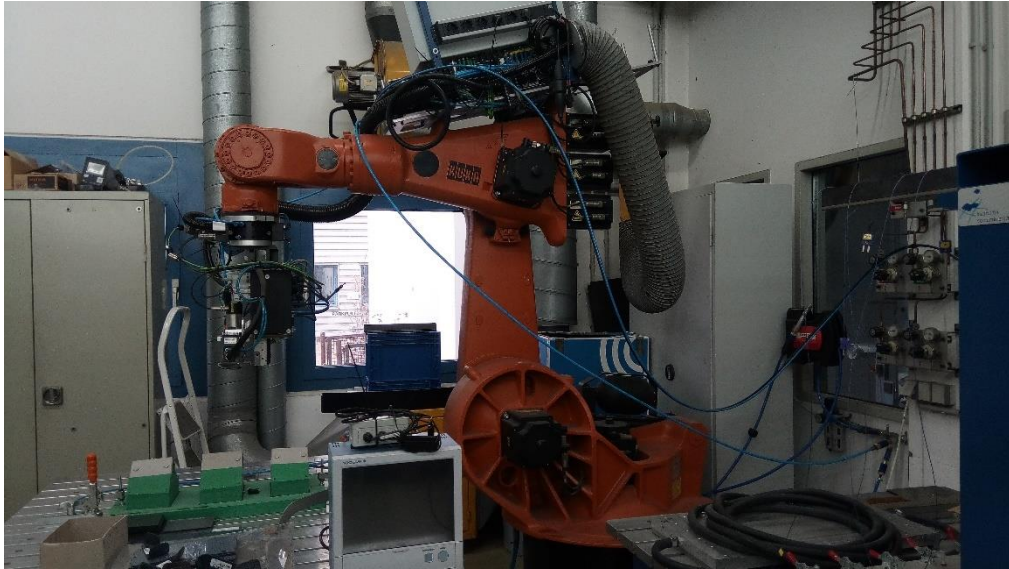
Desta forma, a soldagem por indução foi realizada utilizando os dois equipamentos (soldadora e robô) para comparar os resultados obtidos. Porém, somente após a utilização da soldadora foi discutida a possibilidade da realização da soldagem com o robô.

Figura 10 - Sistema de indução: (a) amostra preparada para a soldagem por indução e (b) soldadora utilizada.



Fonte: Próprio autor.

Figura 11 – Soldadora robotizada utilizada na soldagem por indução.



Fonte: Próprio autor.

### 3.5 ANÁLISE MORFOLÓGICA

Para a análise por ultrassom dos laminados como recebido e do obtido a partir da moldagem por compressão a quente foi utilizado o equipamento OMNI SCAN SX com sistema de encoder acoplado para identificar o posicionamento do sensor ao longo da análise. O sensor utilizado possui 64 elementos e o código é 5L64-NW1. Já a sapata é SNW1-OL-IHC-RevC. O acoplamento foi realizado com água. O ensaio foi realizado no IPT (Instituto de Pesquisa Tecnológicas) no LEL (Laboratório de Estruturas Leves), em São José dos Campos.

O ultrassom foi calibrado baseado no retorno de espessura da chapa do fornecedor. Desta forma, a velocidade do som foi variada até atingir a espessura da chapa, conhecida através da medição realizada com micrometro.

### 3.6 CONDICIONAMENTO AMBIENTAL

Para este trabalho foram cortadas amostras para os ensaios de CST, ENF, Iosipescu, DMA, TMA e microscopia para serem avaliadas após os condicionamentos ambientais avaliados. Com este objetivo, foram condicionadas duas amostras para cada análise térmica (DMA e TMA) e 5 amostras para os ensaios mecânicos (CST, Iosipescu e ENF). Uma amostra foi reservada para microscopia, para poder avaliar como a umidade interfere nos componentes do laminado.

Antes de serem condicionadas, as amostras passaram por um ciclo de secagem em uma estufa para ser eliminada toda a umidade que possivelmente foi absorvida pela amostra durante o processo de fabricação e/ou estocagem. Para isso, todas as amostras permaneceram em uma

estufa da marca Vacucell a 110 °C por 24 horas, sendo deixadas em dessecador por 30 minutos. Após este período, as amostras foram pesadas em balança analítica com o intuito de avaliar a estabilidade quanto sua massa. Medidas onde era observado a não estabilidade da leitura de massa indicavam a necessidade de um retorno da amostra a estufa por, pelo menos 12 horas, para posterior reavaliação desta estabilidade.

### 3.6.1 Salinidade

Durante o desenvolvimento deste trabalho, foi realizado o condicionamento de todas as amostras em uma câmara de névoa salina, modelo Equilam SS600e, disponível no Laboratório de Condicionamento Ambiental do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia da UNESP. Durante este procedimento, os corpos de prova foram expostos a uma atmosfera contendo 5 partes de NaCl em 95 partes de água, a uma temperatura de 35 °C, conforme especificado pela norma ASTM B117-03.

As amostras, antes de serem condicionadas, passaram pelo processo de secagem em uma estufa como descrito anteriormente. Após este ciclo, as amostras foram colocadas na câmara e pesadas regularmente. Quando as amostras já estavam saturadas, ou seja, não absorviam mais a solução salina, estas foram retiradas da câmara, lavadas com água deionizadas e ensaiadas.

A Figura 12 apresenta a câmara de névoa salina utilizada neste trabalho.

Figura 12 - Câmara de névoa salina.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.6.2 Radiação UV

Para o condicionamento por radiação ultravioleta foi utilizada uma câmara de envelhecimento acelerado, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia, da FEG-UNESP.

A radiação por UV utilizada opera com lâmpadas fluorescentes UVB com irradiância de  $0,76 \text{ W/m}^2$  a 313 nm, conforme especificado na norma ASTM G154, alternando entre ciclos de 8 horas de radiação UV e 4 horas de condensação. Antes de serem condicionadas, as amostras foram submetidas ao processo de secagem em estufa, como anteriormente apresentado.

Após um total de 1200 horas (amostras de resistência e amostras de CST soldadas por indução) e 600 horas (amostras indução) de permanência no interior da câmara, as amostras foram retiradas da câmara e ensaiadas. A Figura 13 apresenta a câmara utilizada.

Figura 13 - Câmara UV.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.6.3 Higrotérmico

De acordo com as considerações normalmente encontradas em literatura, a umidade absorvida nos compósitos de matriz polimérica pode reduzir a resistência mecânica e a rigidez do laminado, decorrentes do efeito da plasticização da matriz com o enfraquecimento da interface fibra/matriz. Essas reduções nas propriedades mecânicas são particularmente significativas em temperaturas elevadas. Assim, a presença de umidade no compósito pode causar mudanças significativas nas características físico-químicas da matriz. Em uma resina epóxi decréscimos no módulo de elasticidade e redução na temperatura de transição vítrea são evidências do mecanismo de plasticização da matriz (CÂNDIDO, 2001; COSTA, 2002; MAYER, 2003). Nesse caso, quando se deseja utilizar as propriedades do material por um longo período de tempo torna-se necessário considerar a ação desse mecanismo de degradação da matriz polimérica.

Para o condicionamento higrotérmico do laminado PEEK/fibras de carbono, foi utilizada uma câmara de climatização computadorizada da marca Marconi, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia, da FEG-UNESP. A Figura 14 apresenta a câmara utilizada.



Antes de serem condicionadas, as amostras foram submetidas ao processo de secagem em estufa como descrito anteriormente. Em seguida, as amostras foram condicionadas na câmara de climatização pelo tempo necessário para que ocorra a estabilização do ganho de massa proveniente da absorção de umidade, a uma temperatura de 80°C com umidade relativa de 90%. O acompanhamento do ganho de massa foi realizado a partir de pesagens semanais da amostra em uma balança analítica. A exposição higrotérmica em câmara de climatização é baseada na norma ASTM D 5229/D 5229 M-04 para materiais compósitos a serem submetidos a ensaios mecânicos na condição úmida.

Figura 14 - Câmara higrotérmica.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.7 AVALIAÇÃO ESTRUTURAL E DA CRISTALINIDADE

As técnicas de microscopia utilizadas neste trabalho de pesquisa estão disponíveis no Laboratório de Imagens no Departamento de Materiais e Tecnologia – FEG-UNESP.

Para identificar os elementos presentes na amostra pôde ser realizado uma caracterização preliminar por meio da técnica de microanálise por energia dispersiva (EDS), a qual é feita em conjunto com a microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Nesta microanálise (EDS), o feixe de elétrons é direcionado para uma superfície condutora e, então, refletidos para a amostra. O feixe é absorvido pelo material e refletido simultaneamente.

A energia emitida é dependente do material a ser analisado e a partir disto, obtém-se o diagrama com os elementos constituintes da amostra.

Primeiramente, todas as amostras foram lixadas com lixas de granulometria 220, 320, 400, 600, 1000, 1200 e 1500. A faixa de velocidade da lixadeira automática foi de 200 a 300 rpm. Não foi utilizado o polimento com pasta de diamante pois este pode acabar penetrando nas amostras, dificultando a análise das mesmas.

### **3.7.1 MEV- Microscopia Eletrônica de Varredura**

Para uma análise mais detalhada da fratura na região soldada, resultante dos ensaios de CST e de *Lap Shear*, foram avaliadas imagens, de amostras não recobertas, utilizando o MEV (microscópio eletrônico de varredura) ambiental Zeiss Evo LS-15. Durante esta análise são amostrados sinais de elétrons retroespalhados (BSE) utilizando o detector Zeiss 4Q-BSD, semiconductor de quatro quadrantes, e o de elétrons secundários (VPSE), usando o detector Zeiss VPSE-G3, específico para pressões de até 400 Pa, que coleta fótons gerados pela quebra de moléculas de N<sub>2</sub> por elétrons secundários que emergem da amostra. Na Alemanha foi utilizado o modelo Zeiss SUPRA 40VP para a análise da lateral da amostra soldada por indução.

### **3.7.2 Microscopia Óptica**

Para a avaliação da eficiência do laminado como recebido, prensado e soldados (tanto por resistência elétrica quanto por indução), foram realizadas análises por microscopia óptica utilizando o estereomicroscópio Zeiss Stemi 2000. Desta forma, foram feitas imagens das amostras fraturadas, após os ensaios mecânicos, nas vistas lateral e superficial.

Para a avaliação através do método de microscopia correlativa foram utilizados o microscópio óptico Zeiss AxioImager Z2m e o microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO LS-15, ambos dotados do programa Zeiss AxioVision com o módulo Zeiss Shuttle & Find. As amostras foram observadas por reconstrução por extensão de foco no microscópio óptico e depois levadas ao MEV, usando as imagens obtidas no microscópio óptico como referências para o posicionamento espacial do porta-amostras do MEV. As imagens então obtidas no MEV foram sobrepostas, pixel a pixel, com as imagens do microscópio óptico.

### **3.7.3 Microanálise por Energia Dispersiva**

O ensaio de microanálise por energia dispersiva foi realizado em corpos de prova não soldados para identificar os picos dos elementos contidos no compósito.

Com esta finalidade, foi utilizado o detector de microanálise por energia dispersiva de raios-X Inca x-act da Oxford Instruments associado ao microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO LS-15 e controlado pelo sistema Inca Energy 250, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP-Guaratinguetá.

### 3.8 AVALIAÇÃO TÉRMICA

Para o desenvolvimento deste trabalho, dois estudos térmicos foram realizados sendo estes as avaliações da temperatura de transição vítrea em laminados soldados e não-soldados e da cristalinidade da matriz termoplástica na região de soldagem.

A transição vítrea vem sendo descrita sob diversas abordagens desde 1930. A temperatura de transição vítrea é definida como a temperatura onde o polímero passa de um estado rígido (vítreo) para um estado onde ocorre uma maior mobilidade da cadeia polimérica. Para que ocorra esta mudança é necessário a aplicação de algum tipo de energia (geralmente proveniente de uma fonte térmica) (MURAYAMA, 1982; WETTON, MARSH, VAN-DE-VELDE, 1991; CANEVAROLO, 1991).

A transição vítrea, macroscopicamente, se reflete por meio de mudanças em vários tipos de propriedades tais como: coeficiente de expansão térmica linear; capacidade calorífica; resposta a forças de compressão ou expansão etc. Alguns pesquisadores preferem denominar este evento de “intervalo de temperatura de transformação vítrea” pois as modificações não ocorrem em uma temperatura específica (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011). Esta temperatura também depende do método, por exemplo, DMA (Análise dinâmico-mecânica) ou DSC (Calorimetria exploratória diferencial) e das condições de análise utilizadas.

A análise dinâmico-mecânica (DMA) consiste em uma técnica de grande interesse para a determinação da temperatura de transição vítrea para compósitos poliméricos, pois quando comparada a outros métodos, como TMA (análise termomecânica) ou DSC (calorimetria exploratória diferencial), esta apresenta maior sensibilidade (de até três ordens de grandeza de acordo com a literatura científica) (MURAYAMA, 1982; FARIA, 2008).

#### 3.8.1 DMA (Análise Dinâmico-Mecânica)

Dentre os fatores que podem causar alterações na temperatura de transição vítrea do material encontram-se os efeitos ambientais e, particularmente para este projeto, a presença de malha metálica no interior do laminado para a realização da soldagem. Sendo assim, neste trabalho a variação na temperatura de transição vítrea foi avaliada por DMA (Figura 15), utilizando o equipamento DMA 6100 da SII-Nanotechnology Inc. Equipments. Para o

desenvolvimento deste trabalho foi utilizado o modo *Dual Cantilever* (modo de flexão), com frequência de 1 Hz; amplitude de 10  $\mu\text{m}$ ; força aplicada de 2000 mN; aquecimento de 25  $^{\circ}\text{C}$  até 240  $^{\circ}\text{C}$ , com taxa de aquecimento de 3  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ; atmosfera inerte de  $\text{N}_2$  com fluxo de 100 mL/min. As dimensões da amostra eram 50 mm x 10 mm com espessura no máximo de 3 mm. As amostras mais espessas eram lixadas até ficarem com 3 mm de espessura.

Figura 15 - Equipamento de DMA utilizado para a caracterização viscoelástica dos laminados em estudo.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.8.2 DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial)

Para verificar a temperatura de fusão da matriz polimérica e realizar um estudo da cinética de cristalização foi utilizado o ensaio de DSC em um analisador Q20 da *TA Instruments*. O aquecimento foi de 25  $^{\circ}\text{C}$  a 400  $^{\circ}\text{C}$ , com taxa de aquecimento de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , em atmosfera inerte de  $\text{N}_2$  (com fluxo de 40 mL/min). A massa utilizada foi de aproximadamente 4,9 mg, a qual foi colocada dentro de um porta-amostra hermético de alumínio, para em seguida ser feito o ensaio. A Figura 16 apresenta o equipamento de DSC utilizado neste estudo.

A cinética de cristalização foi realizada nas amostras do laminado como recebido, soldados por resistência elétrica e por indução. A programação utilizada foi: aquecimento de 25  $^{\circ}\text{C}$  a 380  $^{\circ}\text{C}$  à taxa de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , isoterma de 1 minuto a 380  $^{\circ}\text{C}$ ; resfriamento de 380  $^{\circ}\text{C}$  a 25  $^{\circ}\text{C}$ , com 3 diferentes taxas (2,5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ; 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ; 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ); novo aquecimento de 25  $^{\circ}\text{C}$  a 380  $^{\circ}\text{C}$  a 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

As amostras para a cinética foram retiradas das fraturas obtidas nas amostras de ENF, pois encontravam-se na região da interface soldada.

Figura 16 - Equipamento de DSC Q20- TA Instruments.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.8.3 TGA (Termogravimetria)

A análise termogravimétrica foi realizada em um analisador termogravimétrico *SII Nanotechnology Exstar 6000*, série TG/DTA 6200, como apresentado na Figura 17. O intuito desta análise foi conhecer a temperatura de degradação do material a ser soldado. A análise foi realizada com uma taxa de aquecimento de 20 °C/min, na faixa de temperatura entre 25 °C a 1000 °C, sob fluxo constante de nitrogênio de 100 mL/min, em cadinho de platina. A massa utilizada foi de aproximadamente 10,4mg.

Figura 17 - Equipamento de TGA da SII Nanotechnology.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.8.4 TMA (Análise termomecânica)

A análise termomecânica (TMA) é a técnica na qual a deformação de um material é medida em função da temperatura ou tempo, sob uma carga não oscilatória, enquanto a amostra é submetida a um programa controlado de temperatura.

Para este trabalho de pesquisa, este ensaio foi realizado em um TMA/SS 6100 (*Thermo Mechanical Analysis*), marca *SII- Nanotechnology Inc. – Seiko*, modelo EXSTAR6000, SW

*Muse Standard Analysis* Versão 6.2U, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, Campus de Guaratinguetá. A análise via TMA foi realizada objetivando comparar o coeficiente de expansão térmica linear entre as amostras (PEEK como recebido, PEEK prensado e PEEK soldado) e assim, verificar se houve alguma alteração no laminado devido aos processos de moldagem à quente ou de soldagem. A faixa de temperatura utilizada foi de 25 °C a 260 °C com uma taxa de aquecimento de 3 °C/min. A Figura 18 apresenta o TMA utilizado neste estudo. As dimensões das amostras eram de 10 x 10 mm.

Figura 18 - Equipamento TMA utilizado para caracterização dos laminados em estudo.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 3.9 ENSAIOS MECÂNICOS

#### 3.9.1 Iosipescu

Este teste foi desenvolvido com o intuito de induzir e avaliar carregamentos por cisalhamento para especificações de materiais, pesquisa e desenvolvimento, garantia de qualidade, design e análises estruturais. Tanto as propriedades de cisalhamento no plano quanto interlaminares podem ser avaliadas por este método, dependendo da orientação do sistema de coordenadas de material em relação ao eixo de carregamento.

A partir deste método, a tensão de cisalhamento é calculada de acordo com a equação 6.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (6)$$

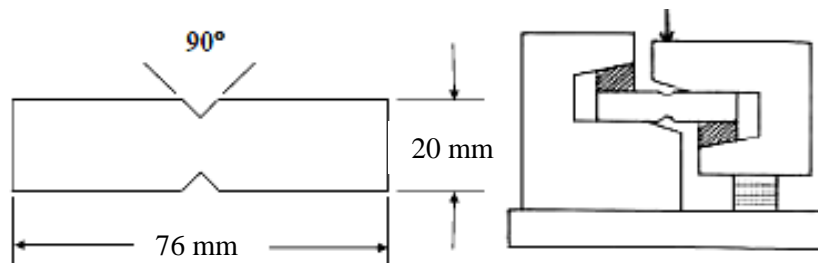
Onde:  $\sigma$  = tensão de cisalhamento Iosipescu (MPa);  $F$  = força aplicada no corpo de prova (N);  $A$  = área da secção transversal do corpo de prova (mm<sup>2</sup>).

Para este trabalho, este ensaio foi realizado em uma máquina universal de ensaios da Shimadzu, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia da UNESP, campus de Guaratinguetá. A velocidade de ensaio utilizada foi de 0,5 mm/min com uma célula de carga de 10 kN. As fibras foram dispostas de modo que ficasse perpendicular ao cisalhamento, para que fosse oferecida resistência ao cisalhamento.

Para a realização deste ensaio foi utilizado o dispositivo como ilustrado na Figura 19. Esta análise foi realizada de acordo com a norma ASTM D5379.

Foram utilizadas 6 amostras para os conjuntos de laminados prensados e soldados por resistência e 5 amostras para os laminados soldados por indução.

Figura 19 - Desenho esquemático das dimensões de amostra e ensaio de Iosipescu.



Fonte: norma ASTM D5379.

### 3.9.2 Lap Shear

Especificamente para este trabalho, a variável resposta a ser utilizada é o resultado fornecido pelo ensaio de *Lap Shear*, pois este é o teste mais usado para a obtenção da melhor condição dos parâmetros de soldagem em compósitos (DUBÉ et al., 2007). Além disso, este consiste em um teste muito utilizado para investigar as tensões residuais existentes na região de solda de uma amostra (STAVROV; BERSEE, 2005).

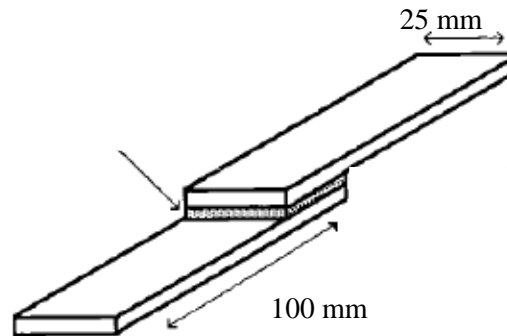
O ensaio de *Lap Shear* pode fornecer três tipos de fratura: intralaminar, interlaminar e *coupon*.

A fratura intralaminar ocorre no interior das lâminas do compósito, no elemento resistivo ou em ambos. A fratura interlaminar acontece na interface compósito-elemento resistivo. Já a fratura *coupon* ocorre distante da região de solda, ou seja, não fratura na região soldada (HOU; FRIEDRICH, 1992).

O ensaio de *Lap Shear* foi realizado em uma máquina de ensaios universal da Shimadzu, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia da UNESP, Brasil, para as amostras soldadas por resistência elétrica e em uma máquina modelo Zwick/Roell ZMART.PRO 1485, disponível no laboratório do Composites Institute em

Kaiserslautern, para as amostras soldadas por indução. Durante este ensaio, foi utilizada a velocidade de 13 mm/min com uma célula de carga de 50 kN. Este ensaio foi realizado de acordo com a norma ASTM D5868, em ambos os casos. A Figura 20 apresenta as dimensões do corpo de prova utilizadas para este teste.

Figura 20 - Desenho esquemático das dimensões de amostra para *Lap Shear*.

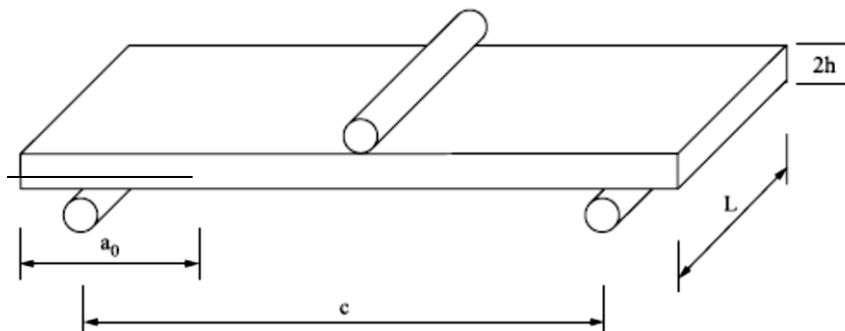


Fonte: norma ASTM D 5868.

### 3.9.3 ENF (*End Notched Flexure*)

O ensaio de ENF foi realizado de acordo com as normas DIN EM 6033. As amostras possuem 20 mm de largura ( $L$ ) por 160 mm de comprimento ( $c$ ). O comprimento da pré-trinca inicial ( $a_0$ ) foi de 45 mm. A pré-trinca, neste caso, é a região não soldada da amostra. Este ensaio foi realizado na máquina universal de ensaios, da Shimadzu, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia da UNESP, campus de Guaratinguetá. A Figura 21 apresenta a geometria da amostra utilizada para este propósito. A velocidade de ensaio utilizada foi de 1,6 mm/min com uma célula de carga de 10 kN. O espaçamento entre os suportes ( $c$ ) foi de 100 mm. Foram utilizadas 6 amostras para os conjuntos de laminados prensados e soldados por resistência e 5 amostras para os laminados soldados por indução.

Figura 21 - Geometria da amostra utilizada no ensaio ENF.



Fonte: norma DIN EM 6033.



A equação utilizada foi:

$$G_{IIC} = \frac{9 * a^2 * P * \delta * 1000}{2 * b * (\frac{1}{4L^3} + 3a^2)}$$

Onde:

P = força máxima

a = pré-trinca

$\delta$  = deslocamento da garra máximo antes de ocorrer a pré-trinca

b = largura do corpo de prova

L = comprimento do vão (120 mm)

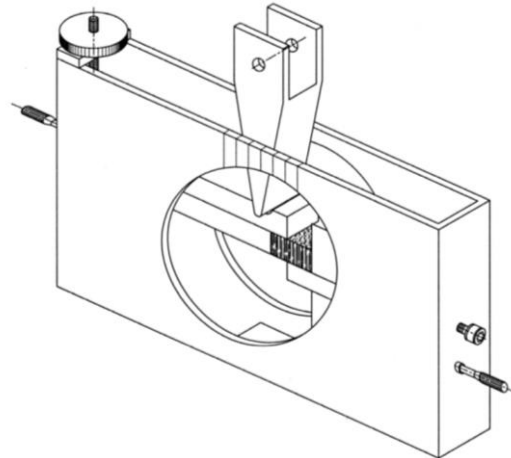
A pré-trinca nas amostras prensadas foi feita com o uso de folha de papel alumínio entre os laminados a serem prensados. As folhas eram colocadas somente na região da pré-trinca e o conjunto (laminados com folhas de alumínio eram levados a prensa e feita a moldagem à quente. Já a região da pré-trinca nos laminados soldados não era soldada, assim, a amostra ficava com uma região soldada e a outra sem solda.

### 3.9.4 CST (Cisalhamento interlaminar por compressão)

O ensaio CST foi realizado na máquina de ensaios universal da Shimadzu, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia, da FEG-UNESP.

Neste ensaio, o corpo de prova é colocado entre os braços imóvel (direita) e móvel (esquerda). O parafuso posicionado no lado direito do dispositivo tem como objetivo ajustar de maneira precisa a amostra, de modo que seja aplicada uma pressão perpendicular ao plano de cisalhamento. É possível, também, realizar um ajuste fino do posicionamento de ambos os braços de forma a definir a área do corpo de prova a ser ensaiada (SCHNEIDER, LAUKE, BECKERT, 2001). A Figura 22 ilustra o equipamento utilizado com este objetivo. A amostra a ser ensaiada apresenta dimensões de 10x10 mm. A velocidade de ensaio utilizada é de 0,25 mm/min com uma célula de carga de 10 kN. Foram utilizadas 7 amostras para os conjuntos de laminados prensados e soldados por resistência e 5 amostras para os laminados soldados por indução. A tensão de cisalhamento é calculada utilizando a mesma equação mostrada no ensaio mecânico de cisalhamento por Iosipescu, ou seja, a tensão máxima obtida é dividida pela área da amostra.

Figura 22 - Equipamento para o ensaio de CST.



Fonte: Schneider; Lauke; Beckert (2001).

### 3.9.5 Etching Test

O ensaio *etching test* foi realizado em amostras não soldadas e soldadas por indução, objetivando avaliar a influência desta soldagem no comportamento estrutural da matriz termoplástica. Os laminados foram cortados, medindo 10x10 mm e polidos. Em seguida, as peças foram imersas na solução de decapagem descrita abaixo.

No primeiro teste, utilizou-se uma solução de ácido fosfórico e 2 % de permanganato de potássio (OLLEY; BASSETT; BLUNDELL, 1986), mas não foi possível observar as microestruturas.

Uma segunda solução foi feita e usada em ambas as amostras, soldadas e não soldadas. A solução de permanganato de potássio a 1 % era agitada numa solução 5:2:2 de ácido sulfúrico, ácido ortofosfórico e água destilada durante 5 min. Depois disso, as amostras foram lavadas numa solução 7:2 de ácido sulfúrico e água destilada seguida por uma solução de peróxido de hidrogênio a 30 % e depois água destilada (BLUNDELL; CRICK; FIFE; PEACOCK; KELLER; WADDON, 1989). Os espécimes foram cobertos com ouro para exame em um microscópio eletrônico de varredura.

## CAPÍTULO 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

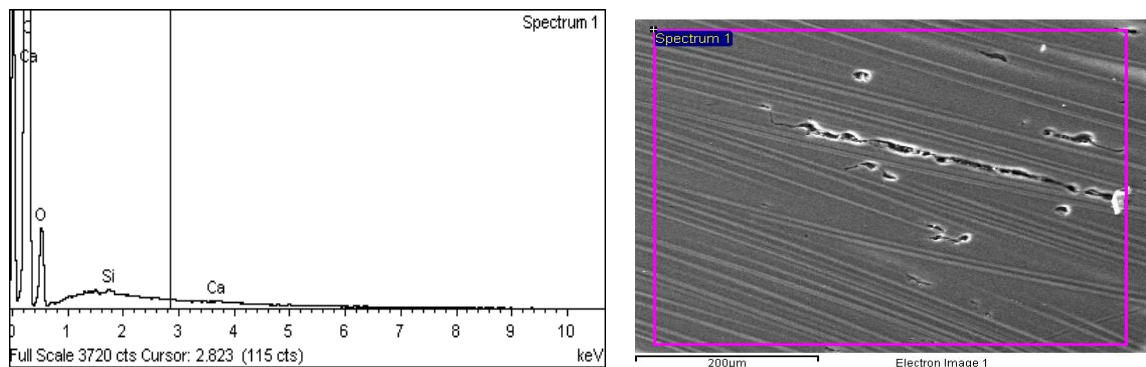
### 4.1 AVALIAÇÃO DO LAMINADO COMO RECEBIDO

Durante o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa, foram realizadas algumas caracterizações com o intuito de avaliar a qualidade deste material, como recebido. Dentro deste contexto, foi realizada a microanálise por energia dispersiva por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com o objetivo de verificar a composição do material. Para isso, algumas áreas da amostra foram selecionadas para tal análise.

Para a realização desta análise, foram utilizados dois tipos de detectores: VPSE (*Variable Pressure Secondary Electron*) e BSE (*Backscattered electron*). Cada detector revela um tipo de informação, evidenciando a composição com o BSE e a topografia com o VPSE.

A Figura 23 apresenta uma micrografia representativa da superfície do laminado e o gráfico com as principais composições atribuídas. A Tabela 2 mostra o peso e a porcentagem atômica de cada componente encontrado.

Figura 23 - Análise de EDS da superfície da amostra de PEEK/fibras de carbono.



Fonte: Produção do próprio autor.

Como a composição do PEEK é formada apenas por átomos de C e O, os demais elementos encontrados podem ser considerados como elementos traço, sinalizando alguma impureza que ainda poderia estar presente na superfície da amostra, mesmo após esta ter sido limpa.

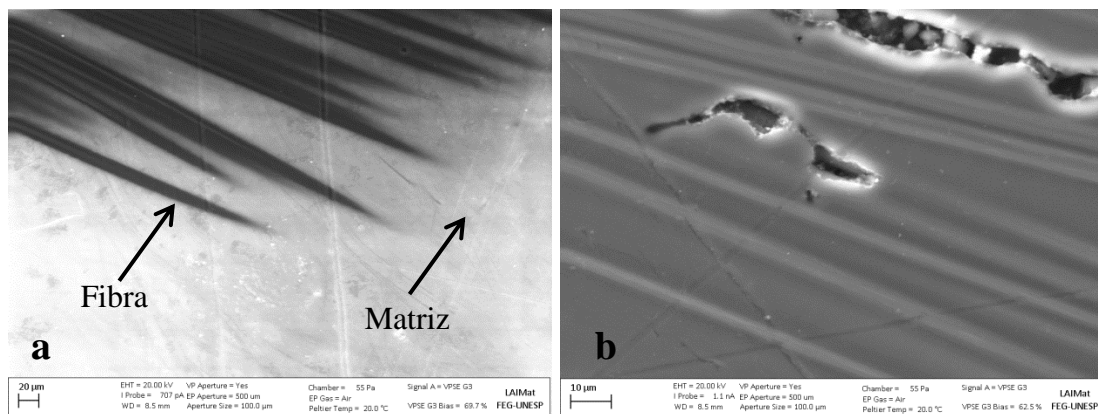
Tabela 2 - Análise do peso e da porcentagem atômica do PEEK/fibras de carbono.

Elemento	Peso (%)	Porcentagem atômica (%)
C	83,81	87,38
O	16,06	12,57
Si	0,07	0,03
Ca	0,06	0,02
Total	100,00	100,00

Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 24 apresenta uma região ampliada (da Figura 23) da superfície do laminado avaliada por microscopia eletrônica de varredura. A partir da Figura 24a pode ser observado o encontro entre uma camada de fibras de carbono e a matriz polimérica; já na Figura 24b pode ser observada uma pequena fratura na superfície do laminado, provavelmente devido a algum desgaste proveniente do transporte ou inerente a problemas de fabricação da amostra. Ambas as análises foram realizadas no modo VPSE. Uma vez que estas falhas podem interferir durante a realização dos processos de soldagem, esta análise foi necessária.

Figura 24 - Avaliação por MEV da amostra de PEEK/fibras de carbono.



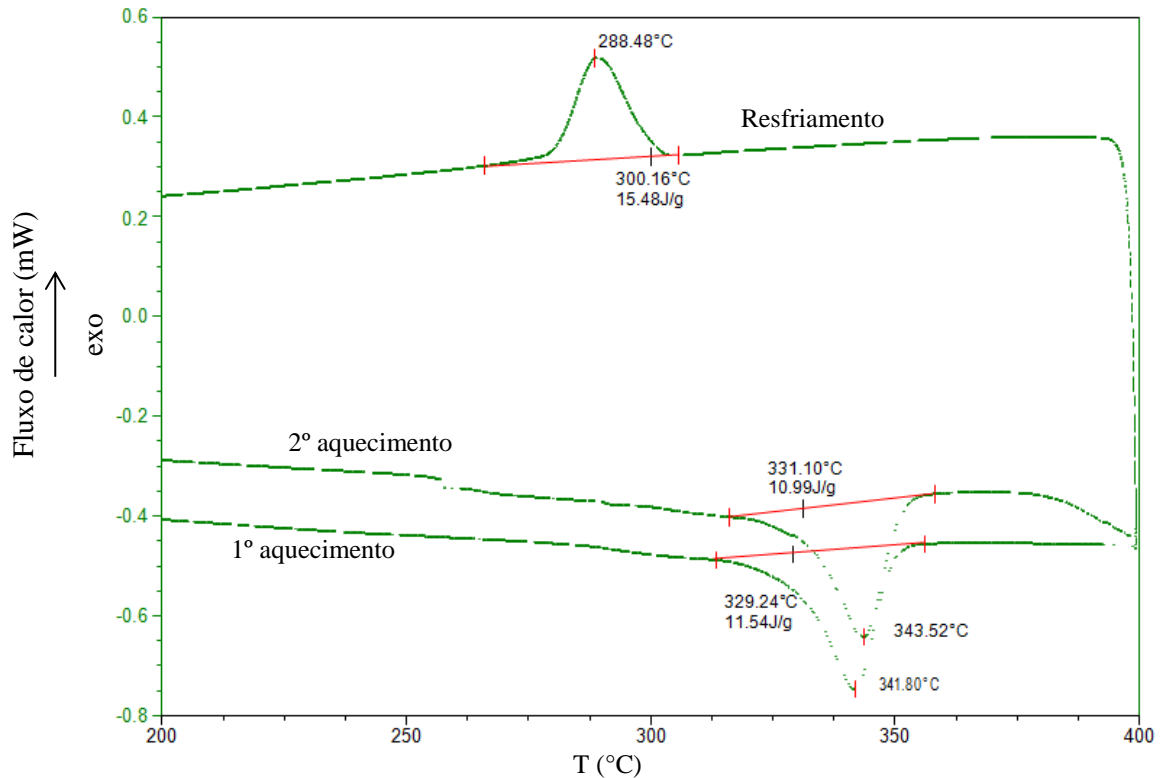
Fonte: Produção do próprio autor.

De acordo com os dados disponíveis em literatura (Tabela 1) e do *Data Sheet* fornecido pela empresa TenCate (ANEXO 1), a temperatura de fusão ( $T_m$ ) para laminados de PEEK/fibras de carbono encontra-se entre 334 a 343 °C. Os resultados encontrados por DSC para o laminado como recebido são apresentados nas Tabelas 3 e 4, respectivamente.

A Figura 25 apresenta o gráfico de DSC para o laminado avaliado, que permitiu a obtenção da Tabela 3.

A partir da análise dos resultados encontrados por DSC, é possível comprovar que a temperatura de fusão para as amostras de PEEK/fibras de carbono a serem soldadas estão de acordo com os dados disponíveis em seu *Data Sheet*, pois para o laminado recebido a temperatura de fusão foi de aproximadamente 344 °C, sendo esta temperatura avaliada a partir do segundo aquecimento, na temperatura de pico.

Figura 25 - Resultados de DSC para a amostra de PEEK/fibras de carbono como recebida.



Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 3 - Principais resultados provenientes do DSC para o laminado PEEK/fibras de carbono como recebida.

	Fusão 1º aquecimento	Cristalização Resfriamento	Fusão 2º aquecimento
Tonset (°C)	330	300	331
Tpico (°C)	342	288	344
$\Delta H$ (J/g)	11,54	15,48	10,99

Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 26 apresenta o gráfico de TGA (corrida dinâmica) para a amostra do PEEK/fibras de carbono. A partir da análise destes resultados, pode-se verificar que o início da

temperatura de degradação ocorre em 500 °C a 990 °C, apresentando um teor residual de 76 % em massa.

A partir dos resultados de DSC e TGA é possível construir uma janela de soldagem para o laminado PEEK/fibras de carbono, conforme apresentado na Tabela 4. Esta janela pode ser considerada para ambos os processos de soldagem utilizados neste trabalho, ou seja, tanto para a soldagem por resistência elétrica quanto para a soldagem por indução.

Tabela 4 - Janela de soldagem.

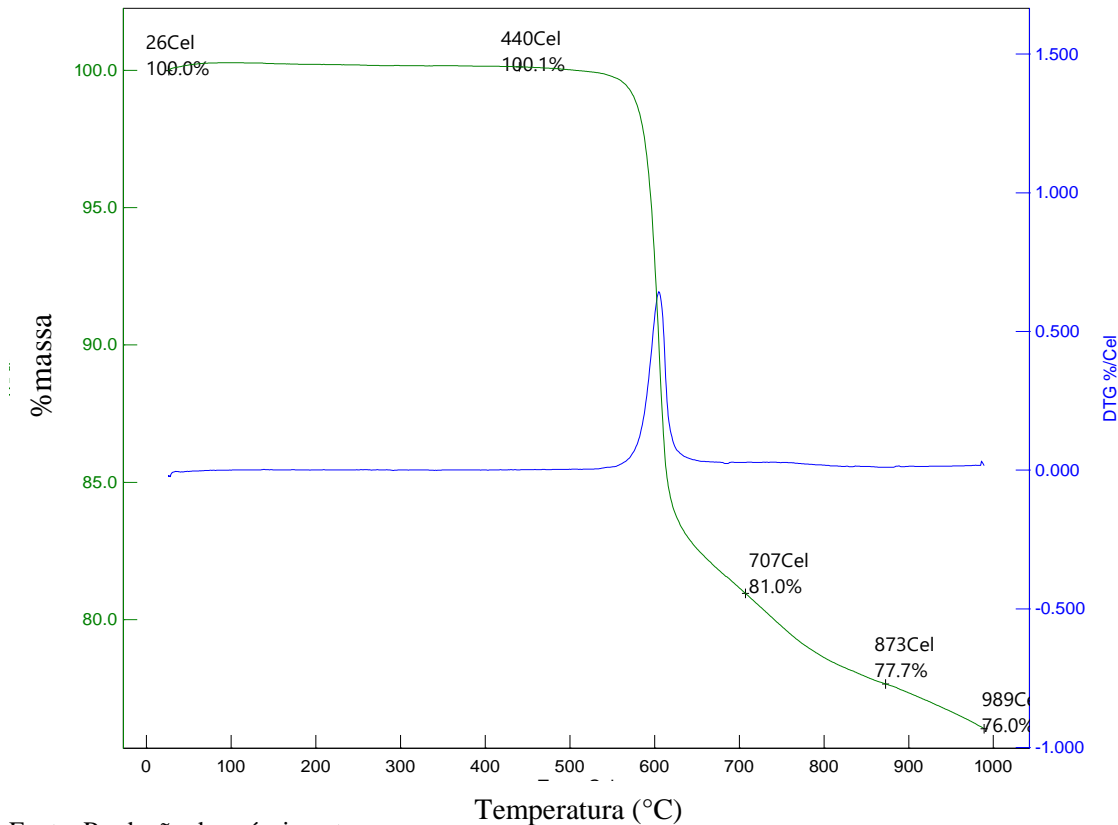
Amostra	Janela (°C)
<b>PEEK/fibras de carbono</b>	344,0 – 500,0

Fonte: Produção do próprio autor.

De acordo com a literatura (PATEL; HULL; MCCABE; FLATH; GRASMEDER; PERCY, 2010) é possível encontrar quais grupos são decompostos a partir de cada faixa de temperatura. Como evidenciado na Figura 26, a partir da temperatura de 450 °C, os grupos 4-Fenoxifenol e 1,4-Difenoxibenzeno são decompostos. Após 650 °C, os grupos CO+CO<sub>2</sub> e o éter difenílico são liberados, e na sequência, a partir de 75 °C, são decompostos vários grupos funcionais, entre estes o anel benzênico, porém não é possível concluir quais grupos são liberados nas temperaturas apresentadas (707 °C e 873 °C) antes do término da degradação da matriz em 990 °C.

Uma vez que para garantir o sucesso da soldagem em compósitos termoplásticos é necessária a utilização de temperaturas próximas a 400 °C, torna-se necessária a análise isotérmica a partir do TGA para garantir que durante este processo não ocorram problemas relacionados à degradação térmica. Desta forma, foram realizadas diversas corridas isotérmicas as quais são apresentadas no anexo A desta tese (isotermas a 300 °C, 400 °C, 500 °C, 600 °C e 700 °C). A partir desta análise, pode ser observado que até mesmo quando utilizado 500°C por um período de 60 minutos, nestas condições não há a ocorrência de degradação térmica, validando temperaturas de até 500 °C para serem utilizadas, seja por soldagem por resistência elétrica, seja por soldagem por indução.

Figura 26 - Resultados de TGA das amostras de PEEK/fibras de carbono prensado.



Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.2 AVALIAÇÃO DO LAMINADO Prensado

O laminado, como recebido, apresenta uma espessura baixa, em média 1,2 mm para ser utilizado tanto durante o processo de soldagem por resistência como para a avaliação mecânica. Desta forma, foi necessário a realização de uma prensagem do laminado com o intuito de obtê-lo com espessuras mais adequadas para a realização deste trabalho de pesquisa. Neste caso, dois laminados foram prensados com o intuito de fundir a matriz polimérica, reconsolidando este material e fundindo a região de interface entre estas duas partes. Para isso, foi utilizada a técnica de moldagem por compressão a quente.

Assim, este material foi prensado na prensa Carver, tornando um laminado só, com espessura em torno de 2,5 mm. As amostras ensaiadas com este novo laminado são aqui denominadas de PEEK/fibras de carbono prensado ou laminado prensado.

Com a finalidade de encontrar os parâmetros mais adequados, foram realizados quatro testes utilizando o processo de moldagem por compressão a quente, sendo estes:

- 1º teste: Os laminados foram posicionados em contato direto com a prensa, ou seja, fora do molde. A temperatura utilizada foi de 380 °C com pressão de 0,16 MPa (carga de 1 ton). Após

atingir 380 °C, a amostra foi mantida durante 5 minutos nesta temperatura e só então resfriada. Como resultado deste teste, o laminado comprimiu muito, tornando-se muito frágil.

- 2° teste: O laminado foi colocado diretamente na prensa, sendo aplicada uma temperatura de 380 °C, porém com carga igual a zero. A amostra apresentou um aspecto similar a anterior.

- 3° teste: Neste teste foram utilizados os mesmos parâmetros do 2° teste, porém a amostra foi colocada dentro do molde. A interface resultante entre os dois laminados não foi adequada, não permitindo sua compactação devido à falta de pressão e carga.

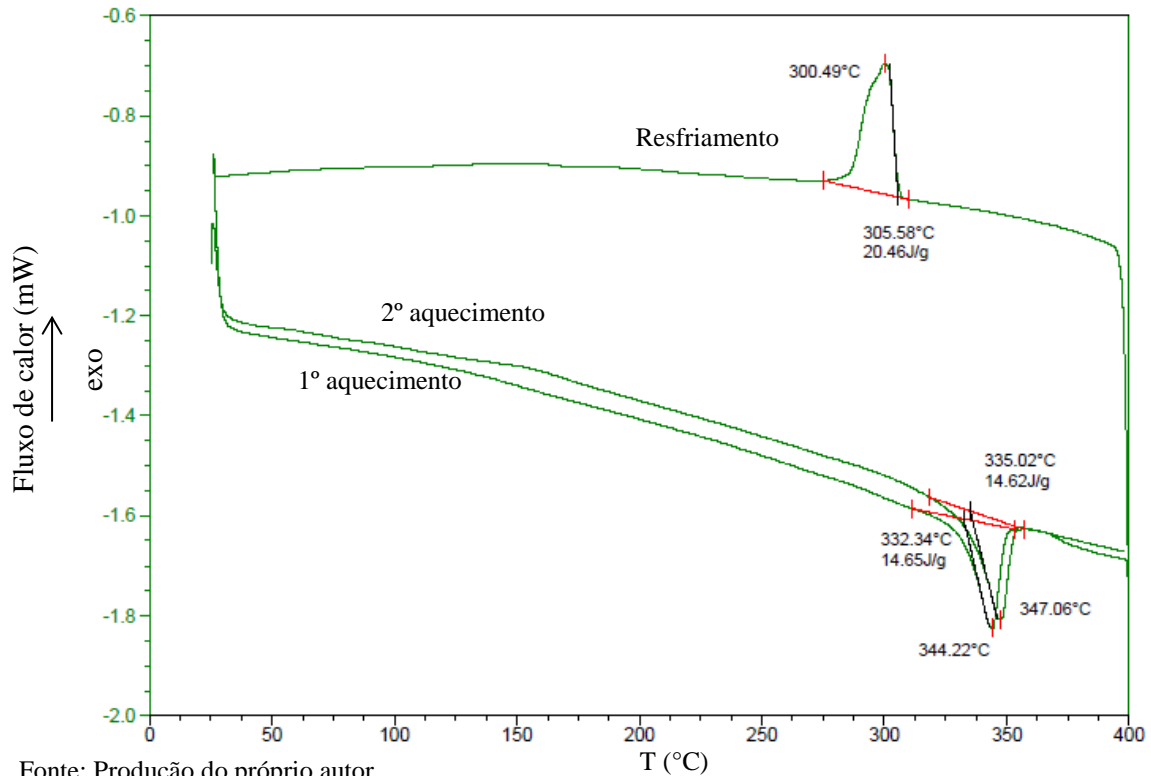
- 4° teste: A amostra foi colocada dentro do molde, utilizando uma temperatura de 380 °C e com 0,16 MPa de pressão (carga de 1 ton). Quando a temperatura foi atingida o resfriamento foi acionado. Vale ressaltar que como os laminados eram muito finos, o peso da parte superior do molde já se mostrava adequado para auxiliar na compactação da amostra durante sua fusão, porém, era necessária uma baixíssima pressão adicional para garantir a obtenção de um laminado único proveniente das duas partes adicionadas. Neste caso foi também necessário o uso de duas chapas finas de alumínio colocadas entre as partes do molde, nas bordas do mesmo. Após a realização deste teste a amostra final apresentou o resultado adequado.

Em todos os testes foi utilizado um filme untado com um desmoldante (polidesmo), para que a amostra não aderisse ao molde ou na prensa, danificando-a, e também para que a superfície do laminado final apresentasse um bom acabamento.

Com o objetivo de comparar a temperatura de fusão das amostras processadas por moldagem por compressão a quente com os resultados provenientes do laminado como recebido, foi realizado novamente a análise por DSC. A Figura 27 apresenta o gráfico de DSC para o laminado prensado, que permitiu a obtenção da Tabela 5.



Figura 27 - Resultados provenientes das análises de DSC das amostras de PEEK/fibras de carbono prensado.



Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 5 - Principais resultados provenientes do DSC para o PEEK/fibras de carbono prensado.

	Fusão 1º aquecimento	Cristalização Resfriamento	Fusão 2º aquecimento
Tonset (°C)	335	306	332
Tpico (°C)	347	300	344
$\Delta H$ (J/g)	14,62	20,46	14,65

Fonte: Produção do próprio autor.

A partir dos resultados encontrados, ao serem comparados os laminados como recebido e o prensado, pode-se verificar que a moldagem por compressão à quente não alterou significativamente a temperatura de fusão do compósito utilizado.

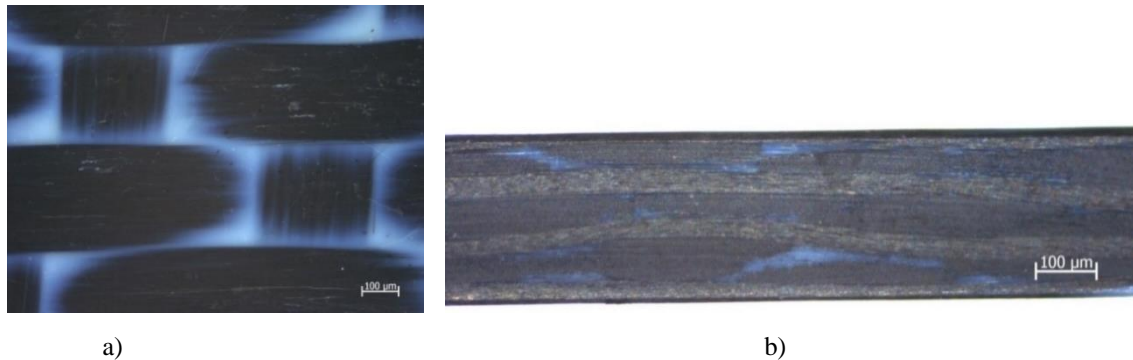
#### 4.2.1 Estereomicroscopia

Após a realização da moldagem por compressão a quente, a análise microestrutural foi realizada para avaliar o laminado quanto à presença de poros, inserções de materiais diferentes e também para visualização das camadas do compósito.

Para comparação, foram feitas imagens do laminado como recebido, o qual é mostrado na Figura 28.

A partir da Figura 28b pode ser observado que as camadas estão dispostas adequadamente, com as fibras nas direções da trama e do urdume. Já a Figura 28a apresenta alguns riscos, provavelmente provenientes do próprio processo de fabricação dos laminados (a superfície não foi lixada). Ambas as imagens foram obtidas com 12,5x de aumento.

Figura 28 - Análise por estereomicroscopia dos laminados de PEEK/fibras de carbono como recebido: a) região superficial; b) seção transversal.



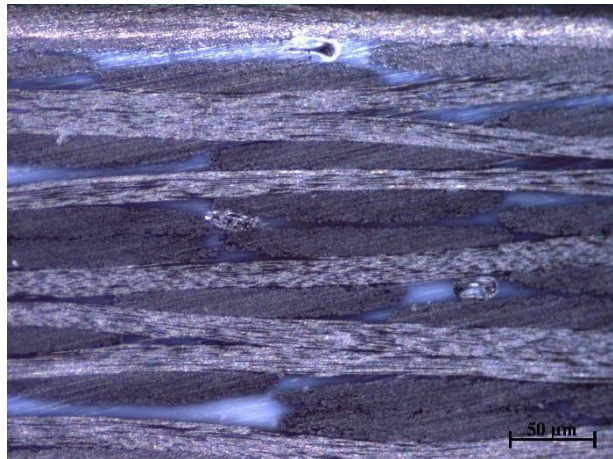
Fonte: Produção do próprio autor.

A partir da análise da Figura 28b observa-se que as camadas se apresentam bem compactadas, desse modo, o laminado apresenta-se homogêneo e com uma menor quantidade de regiões ricas em matriz entre as camadas de tecido, apresentando uma boa infiltração da matriz polimérica no reforço e uma adequada interface entre a matriz e o reforço. Estas características são desejadas, pois estão diretamente relacionadas com melhores propriedades mecânicas e físicas dos materiais processados.

Desta forma, as fotomicrografias obtidas dos laminados confirmam que o processo de moldagem utilizado produziu um compósito adequado, apresentando poucos vazios ou defeitos intrínsecos ao processo de fabricação que poderiam interferir nos resultados obtidos a partir dos ensaios mecânicos.

A Figura 29 apresenta a lateral da amostra prensada, com ampliação de 20x. A partir desta figura é possível observar, que a moldagem por compressão a quente não afetou significativamente o laminado, não apresentando defeitos ou uma fusão inadequada entre as partes que o constituem. Para o preparo das amostras destinadas a esta análise, estas foram lixadas com lixas d'água com granulometria de 220 a 1500.

Figura 29 - Análise por estereomicroscopia da região transversal laminado PEEK/fibras de carbono prensado.

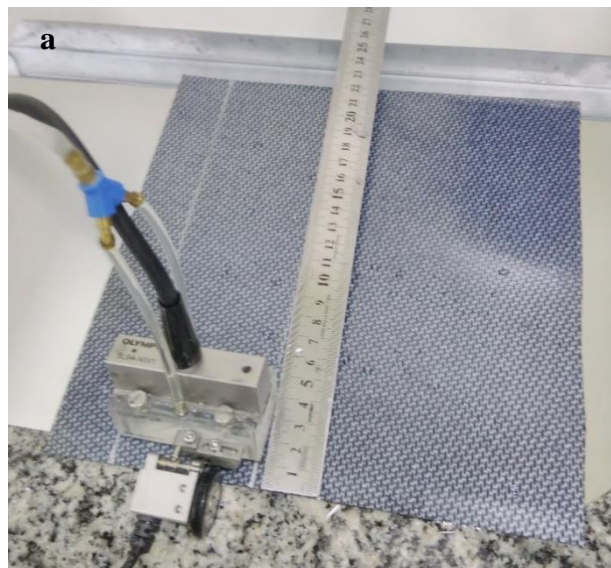


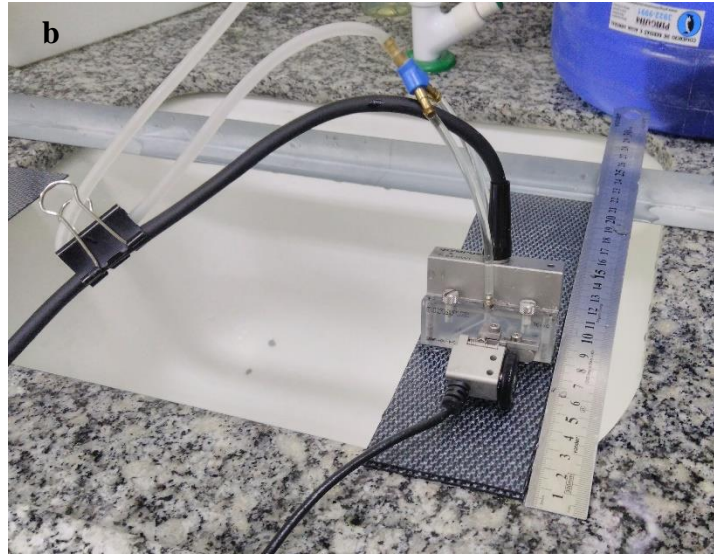
Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.2.2 Ultrassom

As Figuras 30 (a e b) mostram o momento da análise por ultrassom, do laminado como recebido e do laminado prensado, respectivamente.

Figura 30 - Análise do laminado como recebido (a) e prensado (b).

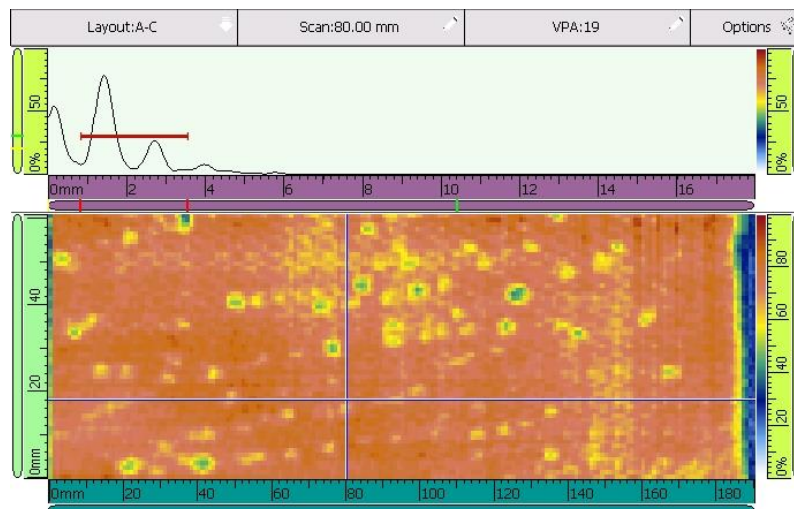




Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 31 apresenta a imagem após a análise por ultrassom do laminado como recebido. A placa como recebida apresenta pequenos poros (em amarelo), porém mostra uma região bem compactada, em vermelho.

Figura 31 - Imagem do laminado como recebido.



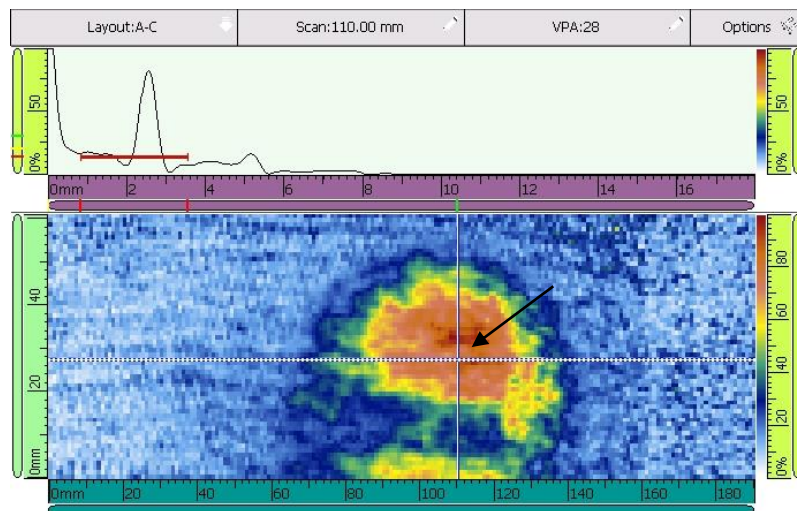
Fonte: Produção do próprio autor.

As Figuras 32 e 33 apresentam as imagens do laminado prensado obtidas a partir das análises de ultrassom. A Figura 32 mostra a região com boa adesão (o encontro dos eixos está localizado no interior da região vermelha) e a Figura 33 apresenta a mesma região de análise, porém apresentando uma baixa atenuação quando comparada aquela observada para o laminado como recebido (encontro dos eixos está na região azul).

Esta alta atenuação do sinal (regiões azuis), pode estar relacionada com dois problemas: perda da compactação da matriz no reforço devido à realização do processo de fusão/recristalização e/ou, promoção de uma fraca interface entre as duas placas fundidas. Uma vez que dificilmente pode ser garantida que exatamente a mesma pressão seja aplicada em toda a superfície da amostra e que geralmente esta é mais efetiva do centro para as bordas durante o processo de moldagem por compressão a quente, provavelmente este processo foi o responsável por gerar uma melhor região de compactação no centro da amostra em detrimento com as bordas. Embora existam evidências de que a região de interface entre as duas amostras fundidas tenha sido “fraca” do ponto de vista desta análise, uma vez que as análises por microscopia óptica apresentaram bons resultados e que provavelmente esta interface não irá influenciar significativamente na análise na interface de soldagem (usualmente bem inferior à do compósito), decidiu-se pela continuidade do trabalho utilizando estas amostras.

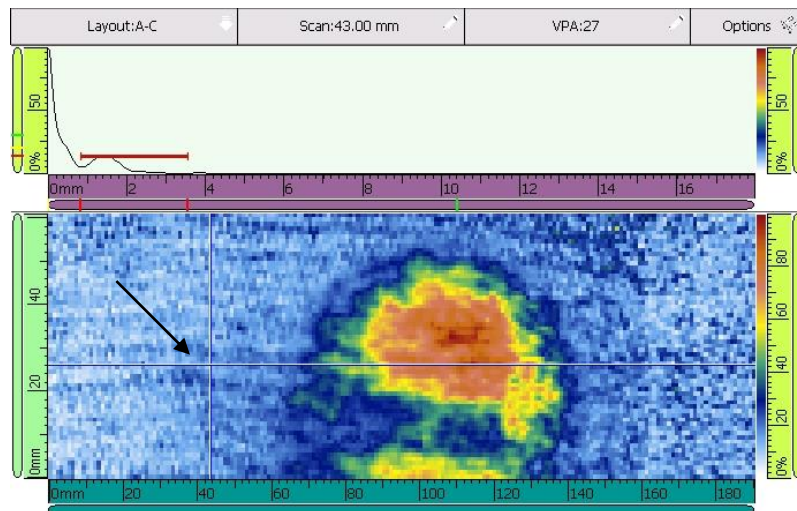
Vale lembrar que durante a soldagem as amostras serão compactadas novamente, uma vez que este processo envolve a passagem de corrente elétrica ou por indução, associado a aplicação de pressão.

Figura 32 - Laminado prensado – região com adesão.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 33 - Laminado prensado – região sem adesão.



Fonte: Produção do próprio autor.

### 4.3 AVALIAÇÃO DO ELEMENTO RESISTIVO

Para que o processo de soldagem por resistência elétrica ocorra é necessário a utilização de um elemento resistivo. Desta forma, nos testes iniciais de soldagem foram utilizados: malha de aço inox; cobre; latão; e alumínio, pois estes materiais são bons condutores de corrente elétrica podendo, desta forma, fornecer uma solda de boa qualidade.

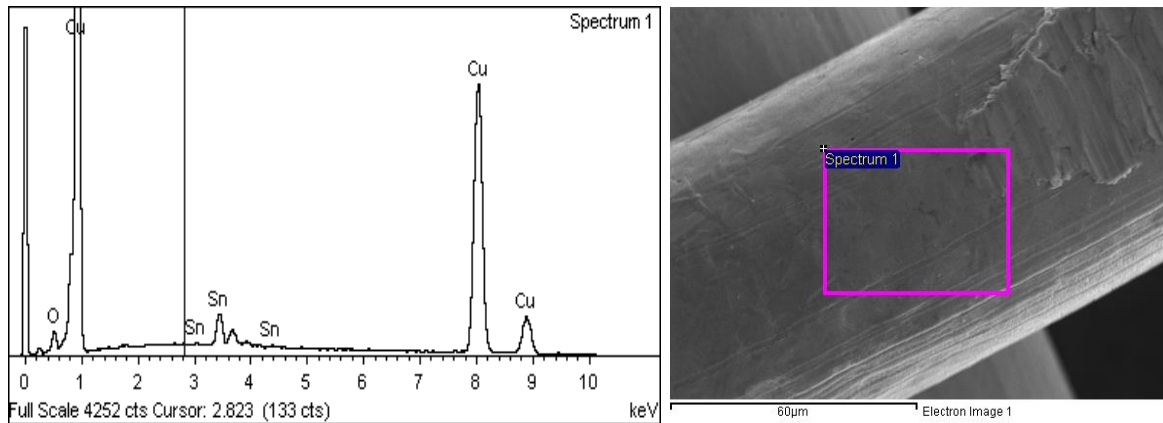
As malhas metálicas foram cortadas e lavadas em um sistema de ultrassom, com dois banhos:

- 1º banho: 30 minutos a 30 °C com água deionizada e detergente;
- 2º banho: 30 minutos a 25 °C com acetona.

Após a realização dos banhos, estas malhas foram colocadas em estufa por um período de 12 a 15 horas, a 110 °C.

Esse banho foi necessário para retirar os resquícios de sujeira provenientes da fabricação, manuseio e transporte destes materiais. Após este tratamento inicial as malhas foram analisadas por EDS e por estereoscopia. A Figura 34 apresenta o gráfico do espectro para a malha de cobre com a imagem de um fio da malha (2300x).

Figura 34 - Análise de EDS da malha metálica de cobre.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 6 apresenta as porcentagens em peso para cada elemento químico, obtida a partir da Figura 34. Nesta análise, o estanho aparece apenas como um elemento-traço na composição desta amostra, podendo ser um resquício de bronze no cobre.

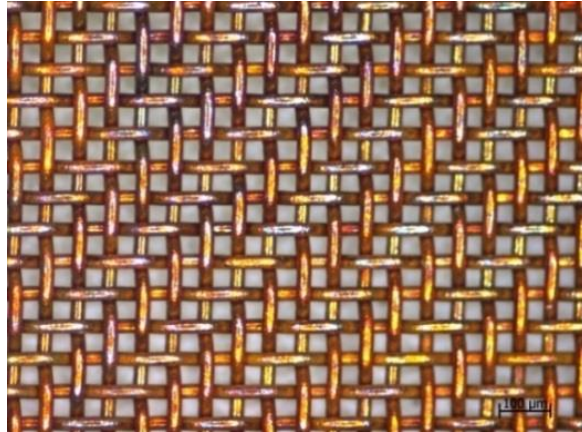
Tabela 6 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de cobre.

Elemento	Peso (%)	Porcentagem atômica (%)
O	2,96	11,09
Cu	91,07	85,90
Sn	5,97	3,01
Total	100,00	100,00

Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 35 apresenta uma imagem obtida no estereomicroscópio, com uma ampliação de 20x, da malha de cobre. Esta malha é a mesma que foi utilizada nos testes iniciais para soldagem. Algumas regiões apresentaram coloração variada, devido à passagem da corrente elétrica e também devido aos banhos realizados no ultrassom.

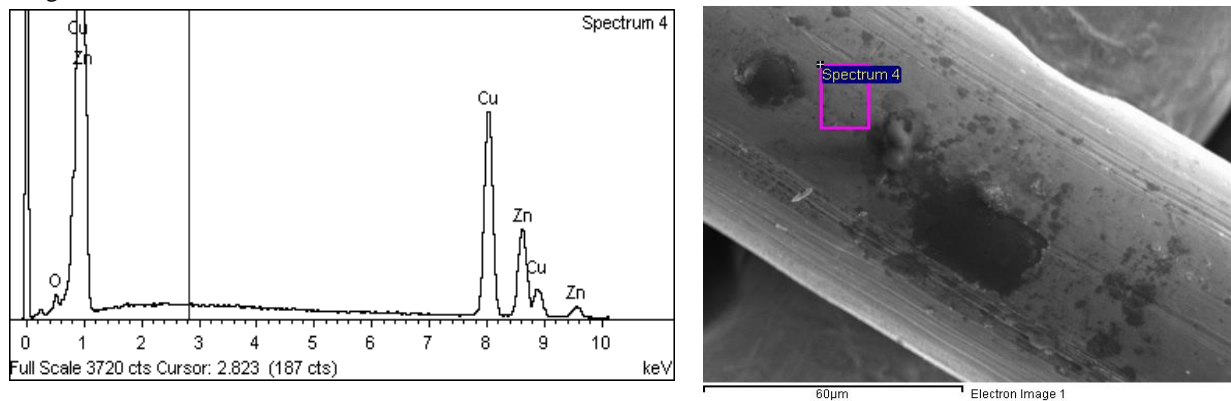
Figura 35 - Estereomicroscopia da malha metálica de cobre (20x).



Fonte: Produção do próprio autor.

Do mesmo modo como apresentado para a malha de cobre, foi também analisada a malha de latão. O espectrograma e a região utilizada para a análise são apresentados na Figura 36.

Figura 36 - Análise de EDS da malha metálica de latão.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 7 apresenta a composição da malha de latão. Por meio dessa análise foi possível avaliar que a malha tem a composição teórica em peso de 65 % de cobre com aproximadamente 35 % de zinco.

Tabela 7 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de latão.

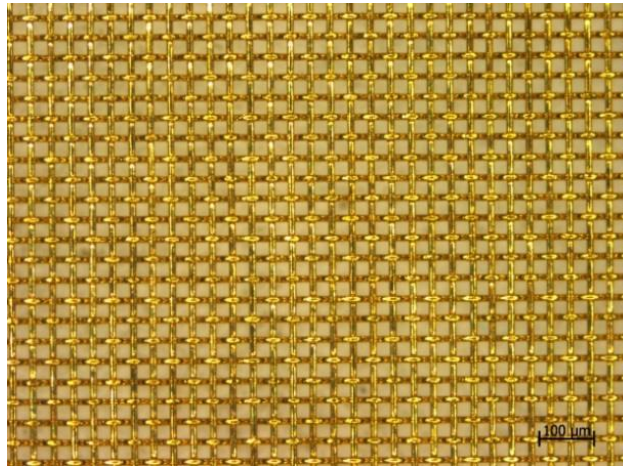
Elemento	Peso (%)	Porcentagem atômica (%)
O	1,92	7,28
Cu	64,63	61,69
Zn	33,45	31,03
Total	100,00	100,00

Fonte: Produção do próprio autor.



A Figura 37 apresenta a imagem da malha de latão, obtida por um estereomicroscópio, com ampliação de 10x. Esta malha foi somente limpa no banho de ultrassom, porém, foram obtidas imagens com a malha que foi utilizada no teste de soldagem, e não apresentou diferenças em relação à malha sem solda.

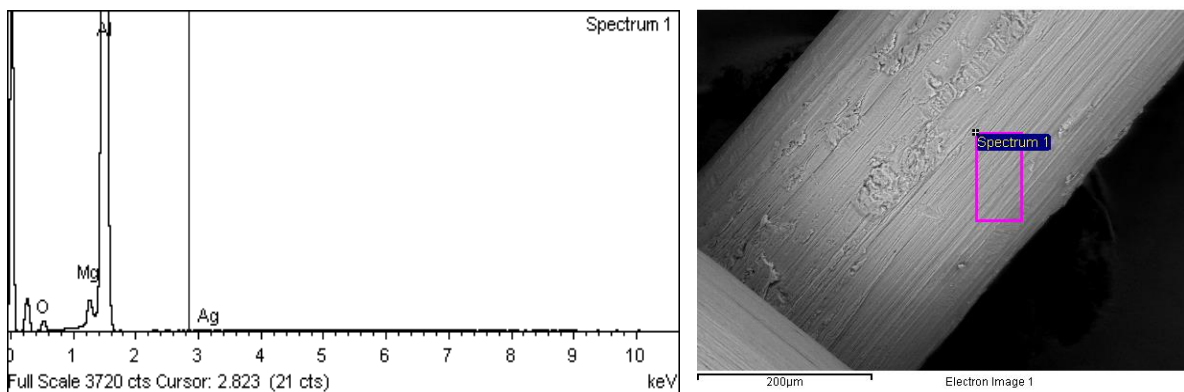
Figura 37 - Estereomicroscopia da malha metálica de latão (10x).



Fonte: Produção do próprio autor.

Tanto os fios da malha de cobre quanto da malha de latão apresentam 0,08 mm de diâmetro com 150 mesh. A Figura 38 apresenta o gráfico com os elementos químicos presentes e a região analisada do fio da malha de alumínio. Essa malha é a mesma utilizada em janelas, conhecida como “mosquiteiro”.

Figura 38 - Análise de EDS da malha metálica de alumínio.



Fonte: Produção do próprio autor.

Nesta malha foram encontrados, além do alumínio, elementos-traço como prata, magnésio e oxigênio.

A Tabela 8 apresenta os principais elementos obtidos a partir dessa análise.

Tabela 8 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de alumínio.

Elemento	Peso (%)	Porcentagem atômica (%)
O	6,64	10,73
Mg	1,76	1,87
Al	91,06	87,27
Ag	0,54	0,13
Total	100,00	100,00

Fonte: Produção do próprio autor.

Com a utilização do estereomicroscópio foram também obtidas imagens tanto da malha usada para o teste de soldagem, quanto da malha que passou somente pelo banho de ultrassom. A partir desta análise foi observado que não houve diferenças significativas no aspecto físico de ambas. A Figura 39 apresenta a malha de alumínio, com ampliação de 6,5x. Também não foi possível soldar com essa malha, devido as suas boas propriedades elétricas.

Figura 39 - Estereomicroscopia da malha metálica de alumínio (10x).



Fonte: Produção do próprio autor.

O resultado da composição da malha de aço inox AISI 304 é apresentado na Tabela 9 (SOUZA, 2013), diferindo somente pelo diâmetro do fio e pelo número de fios/polegada.

Tabela 9 - Análise do peso e da porcentagem atômica da malha de aço inox AISI 304 (SOUZA, 2013).

Elemento	Peso (%)	Porcentagem atômica (%)
C	4,74	17,71
O	2,00	5,60
Si	0,49	0,79
Cr	18,08	15,59
Fe	63,54	51,02
Ni	9,92	7,58
S	1,23	1,71
Total	100,00	100,00

Fonte: Produção do próprio autor.

Após a caracterização inicial e simultaneamente à realização dos condicionamentos ambientais dos materiais não soldados, foram realizados alguns testes preliminares com todos os elementos resistivos anteriormente apresentados. A malha de aço inox apresentou excelentes resultados iniciais, porém, nenhum dos demais elementos tiveram o mesmo sucesso. Este fato ocorreu, provavelmente, devido ao cobre, latão e alumínio serem excelentes condutores elétricos, e desta forma, durante o processo de união não houve tempo hábil para a malha aquecer e favorecer a soldagem. Para que a soldagem ocorra é necessário a utilização de uma corrente muito elevada para só então ultrapassar essa permeabilidade e permitir a união entre as partes. Porém, este processo não é conveniente, tanto para um processo industrial, quanto em escala de laboratório, pois além de necessitar de uma fonte muito potente e inviável economicamente, pode também apresentar um risco muito elevado de acidente.

Desta forma conclui-se que as malhas, para poderem ser utilizadas como elementos resistivos, devem apresentar uma condução elétrica moderada, pois neste caso a passagem da corrente elétrica é dificultada quando esta malha é comparada com excelentes condutores, havendo tempo suficiente para que ocorra a soldagem. Um método prático para saber se está ocorrendo a soldagem é notar se a malha consegue ficar incandescente, e isso não ocorreu com as malhas estudadas neste trabalho, a não ser com a malha de aço.

Sendo assim, a malha de aço foi considerada para o processo de soldagem do compósito PEEK/fibras de carbono.

Com o intuito de otimizar os processos de soldagem, reduzindo o número de variáveis e tempo de processo, foram realizados testes para verificar quais tipos de malhas de aço poderiam ser utilizados, com relação à porcentagem de área aberta e ao diâmetro do fio, pois conforme

(DUBÉ, et. al., 2011) há uma razão (R) que é a fração entre a área aberta pelo diâmetro do fio de forma que quanto maior essa razão, maior será o valor da tensão de *Lap Shear*. Ao maximizar essa razão, otimiza-se a tensão mecânica, ou seja, quanto menor o diâmetro do fio e maior a abertura da malha, maior será o resultado da tensão de *Lap Shear*, pois quando o diâmetro do fio for muito grande, atuando como uma inclusão na solda, e a abertura da malha for pequena, interferem negativamente no resultado final da tensão de *Lap Shear*.

No ANEXO B é apresentado o cálculo da razão para otimizar a tensão de *Lap Shear* de todas as malhas de aço 304 disponíveis no catálogo da empresa fornecedora.

Com isso, chegou-se ao resultado, a partir desta pré-avaliação, de que a malha mais adequada a ser utilizada é a de 250 mesh, com diâmetro de fio de 0,030 mm e área aberta de 49%. Para o presente estudo, foram realizados testes de soldagem com esta malha e o laminado prensado de PEEK/fibras de carbono, porém, não foi possível soldar adequadamente este laminado, pois tanto a malha quanto a matriz polimérica impediam a passagem total da corrente elétrica requisitada no software. Desse modo, optou-se pela utilização malha metálica de 300 mesh, com diâmetro de fio de 0,04 mm e área aberta de 33%. Essa malha já havia sido utilizada anteriormente em trabalhos anteriores envolvendo PPS como matriz, com sucesso (SOUZA, 2013).

#### 4.4 ESTABELECIMENTO DA METODOLOGIA POR SOLDAGEM POR RESISTÊNCIA ELÉTRICA

##### 4.4.1 Planejamento Experimental

Após a escolha da malha mais apropriada dentre as avaliadas, foi possível iniciar os testes para encontrar os valores mínimo e máximo dos parâmetros estudados (tempo, corrente e pressão).

Na sequência, as amostras a serem utilizadas nos ensaios de *Lap Shear* foram soldadas.

A Figura 40 apresenta as amostras sendo soldadas na soldadora por resistência elétrica.

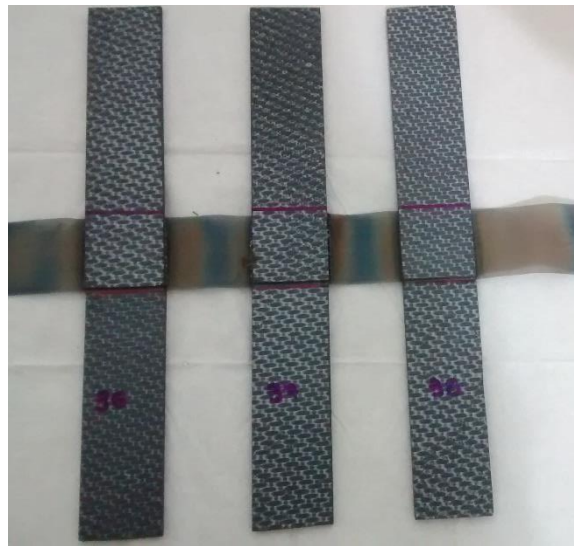
Figura 40 - Corpos de prova para os ensaios de *Lap Shear* sendo soldados (soldadora por resistência elétrica).



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 41 apresenta as amostras de *Lap Shear* utilizadas no planejamento de experimentos, após a soldagem. A malha entre as amostras foi cortada mantendo as amostras nas dimensões necessárias para a realização do ensaio.

Figura 41 - Amostras de *Lap Shear* soldadas por resistência elétrica.



Fonte: Produção do próprio autor.

Desta forma, foi utilizado o planejamento experimental fatorial completo  $2^3$  (considerando três fatores: tempo, corrente e pressão), do tipo composto central rotacional com 5 replicatas no ponto central. Para encontrar todas as combinações dos parâmetros mais adequados para o processo foi utilizado o software Design-Expert 6.0.6 (Stat-Ease Corporation, USA). Após a realização do ensaio de *Lap Shear*, os valores obtidos foram plotados no software Minitab para encontrar quais fatores afetam mais o planejamento de experimentos.

Os valores mínimo e máximo de tempo e pressão foram retirados de (Souza, 2013), devido ao conhecimento prévio do processo de soldagem em matrizes poliméricas.

Nas Tabelas 9, 10 e 11, aparecem alguns fatores, os quais devem ser levados em consideração para poder explicar os efeitos destes parâmetros. São estes:

- Adj SS: é a soma ajustada dos quadrados. Quantifica a variação para os parâmetros do modelo. No Minitab, esses valores são usados para calcular os termos “P” e  $R^2$  (estes termos são mais utilizados para interpretação dos dados ao invés da soma dos quadrados).

- Grau de liberdade (gl): fornece a quantidade de informações em seus dados.

- Valor F: este fator é usado para determinar se o parâmetro está associado com a resposta. Este valor F, se for suficientemente grande, indica que o parâmetro ou o modelo são significativos, podendo também ser utilizado para calcular o valor P.

- Valor P: é uma probabilidade que mede a evidência contra a hipótese nula, assim, probabilidades baixas fornecem uma evidência forte contra esta hipótese. Para saber se os parâmetros principais e a interação entre estes são significativas, este valor P é comparado com um nível de significância para então avaliar a hipótese nula. Neste trabalho foi utilizado um nível de significância ( $\alpha$ ) de 0,05, ou seja, indica um risco de 5 % de se concluir que existe um efeito quando não há nenhum efeito real. Desse modo, se o valor P for maior que o nível de significância, o efeito não é significativo. Se o valor P apresentar resultado igual ou menor em relação ao nível de significância, então o efeito é significativo.

- $R^2$ : este fator representa a porcentagem de variação na resposta, determinando se o modelo se encaixa de forma adequada aos dados fornecidos. Quanto maior o valor de  $R^2$ , melhor o modelo se adapta aos dados.

- $R^2$  adj.: o valor deste fator é utilizado quando deseja-se comparar modelos que têm quantidades diferentes de preditores, ajudando a escolher o modelo mais correto.

- $R^2$  pred.: é utilizado para determinar o quanto o modelo prevê a resposta para novas observações.

- S: representa o desvio padrão, e dessa forma, quanto menor o valor de S, melhor o modelo descreve a resposta.

A Tabela 10 informa todas as combinações que foram utilizadas para o processo de soldagem por resistência seguida da média para cada combinação.

Tabela 10 - Combinações do planejamento e valores da tensão do *Lap Shear*.

Variáveis Estudadas			Variável Resposta
Tempo (s)	Corrente (A)	Pressão (MPa)	Média da tensão de <i>Lap Shear</i> (MPa)
50,00	28,00	1,50	1,31 ± 1,35
300,00	28,00	1,50	5,56 ± 5,24
50,00	28,00	3,00	9,63 ± 7,06
300,00	28,00	3,00	1,43 ± 0,96
50,00	32,00	1,50	13,74 ± 4,60
<b>300,00</b>	<b>32,00</b>	<b>1,50</b>	<b>15,82 ± 3,53</b>
50,00	32,00	3,00	6,06 ± 1,90
300,00	32,00	3,00	15,00 ± 4,70
175,00	30,00	2,25	10,40 ± 2,32

Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 11 fornece os valores para a análise da ANOVA, sendo possível verificar que a tensão de ruptura obtida pelo ensaio *Lap Shear* (variável resposta) é dependente da pressão (variável independente) e das interações entre os fatores tempo-pressão, corrente-pressão e tempo-corrente-pressão. A variável independente e as interações foram encontradas a partir do valor de  $p < 0,05$ .

Tabela 11 - Estimativas dos efeitos das variáveis tempo, pressão e corrente, valores de  $P$  para a resposta do ensaio de *Lap Shear* (MPa), segundo os resultados do planejamento fatorial completo.

Variáveis	Adj. SS.	gl (grau de liberdade)	F	P
Tempo ( $X_1$ )	11868978	1	1,89	0,177
Corrente ( $X_2$ )	4738830	1	0,76	0,390
Pressão ( $X_3$ )	259366526	1	41,37	<b>0,000</b>
$X_1 * X_2$	7913775	1	1,26	0,269
$X_1 * X_3$	53876334	1	8,59	<b>0,006</b>
$X_2 * X_3$	39902955	1	6,36	<b>0,016</b>
$X_1 * X_2 * X_3$	90083900	1	14,37	<b>0,001</b>

\* $p$ : Valores significativos para valores de  $p < 0,05$

Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 12 fornece os valores dos parâmetros R e S. Observa-se que o valor de R<sup>2</sup> é relativamente alto e desse modo o modelo é adequado aos dados fornecidos.

Tabela 12 - Valores dos parâmetros R e S.

R <sup>2</sup>	67,73%
R <sup>2</sup> ajustado	60,56%
R <sup>2</sup> predito	49,57%
S	2503,88

Fonte: Produção do próprio autor.

A equação 7 da regressão utilizada assume a seguinte forma:

$$Lap\ Shear = 5348 + (2546 * Pressão) + (1161 * Tempo * Pressão) - (999 * Corrente * Pressão) + (1501 * Tempo * Corrente * Pressão)$$

[Equação 7]

#### 4.5 ESTABELECIMENTO DA METODOLOGIA PARA SOLDAGEM POR INDUÇÃO ELETROMAGNÉTICA

Antes da realização da soldagem por indução eletromagnética, foram necessários alguns testes iniciais, que pudessem estabelecer as melhores condições de união, da mesma forma como realizado para a soldagem por resistência. Desta forma, estes testes e o estabelecimento da metodologia mais adequada foram incluídas nesta tese como resultados preliminares.

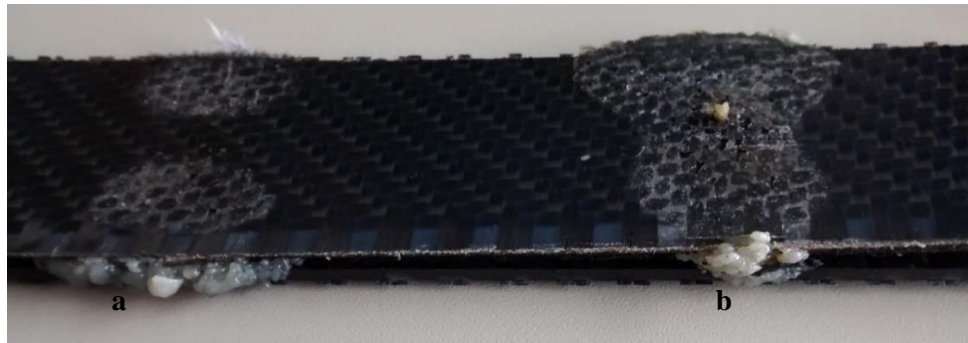
Durante o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa, a soldagem por indução eletromagnética também apresentou alguns problemas iniciais, bem como a soldagem por resistência elétrica. O primeiro teste (somente para instruções de máquina de soldagem) foi realizado em um laminado PPF/FC (poli(propileno fumarato)) com a bobina circular atuando diretamente acima da amostra. A partir deste procedimento, a região foi aquecida pelo campo magnético gerado pela bobina, e depois a mesa (na qual estava a amostra) movia-se, sendo a pressão e o resfriamento liberados por alguns segundos, unindo desta forma as duas partes.

Posteriormente, foi realizado um teste com o laminado PEEK/FC como recebido, para saber se o mesmo resultado seria obtido, porém ambos os testes não tiveram um resultado positivo, pois os laminados queimaram e a união das peças não foi possível, além de ter sido notado visualmente que a transferência de calor na superfície não era uniforme.

A Figura 42 ilustra a região soldada não uniforme da amostra do laminado PPF/FC.



Figura 42 - Laminado de PPF/FC após a realização do teste inicial.



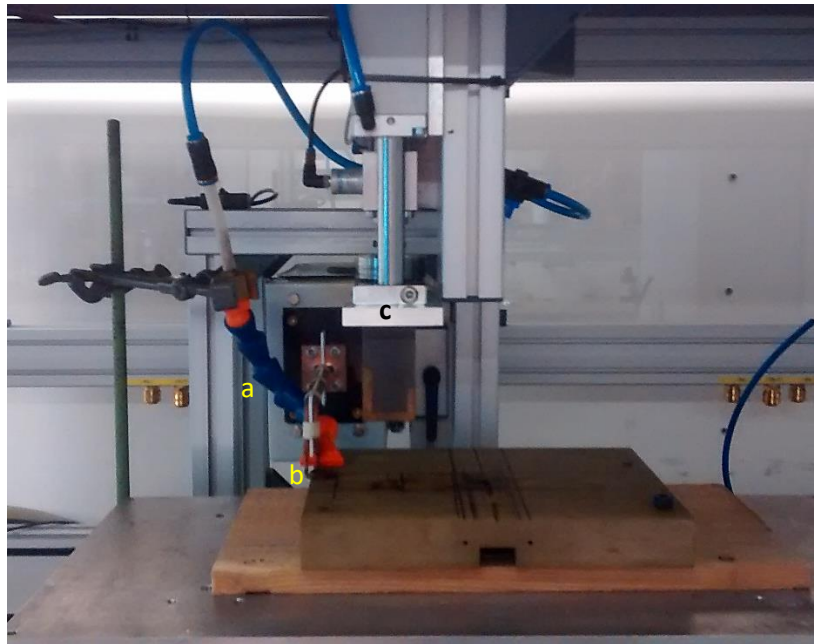
Fonte: Produção do próprio autor.

Na Figura 42, na região "a", a distribuição de calor não foi uniforme, pois o centro da amostra não estava soldado e a superfície estava queimada. Na região "b", além do polímero ter sido expulso do centro para as bordas da amostra, a região foi queimada. O mesmo ocorreu com o laminado PEEK/FC, porém como este laminado era mais fino do que o laminado apresentado na Figura 42, o dano causado no laminado PEEK/FC foi maior, pois a região soldada estava mais frágil e seca que a região do laminado de PPF/FC

Após a realização dos testes iniciais, foi decidido pela utilização da bobina circular de indução em contato direto com a amostra. Também foram realizados novos testes envolvendo modificações da amperagem, tempo e pressão utilizados, além do local e momento onde o resfriamento era liberado (no momento da soldagem, acima da bobina ou na prensa), mas os mesmos resultados foram obtidos, ou seja, não houve união, e o laminado ficou queimado. Às vezes, o laminado além de queimar, lançava o polímero fundido para a porta protetora de vidro. Desta forma, foi necessário estabelecer uma nova metodologia.

A Figura 43 apresenta como a máquina de soldagem foi utilizada para os primeiros testes. A letra "a" corresponde ao tubo o qual o gás foi liberado para o resfriamento. A letra "b" corresponde a bobina de indução de forma circular utilizada. E, finalmente, a letra "c" corresponde a prensa utilizada no processo.

Figura 43 - Soldadora por indução.

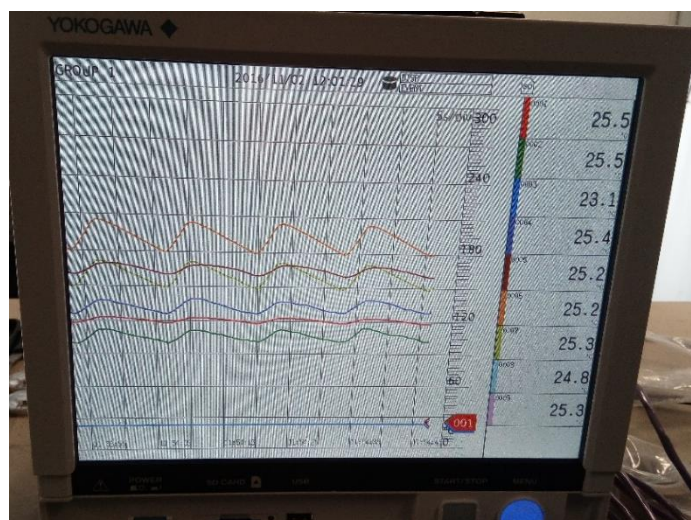


Fonte: Produção do próprio autor.

Durante a realização dos testes preliminares foram observados diversos problemas devido a distribuição heterogênea de calor e no excesso de calor absorvido. Para solucionar estes problemas, foi utilizado um equipamento de monitoramento de temperatura com 9 termopares na região a ser soldada do *Lap Shear* e então realizada a soldagem.

A Figura 44 apresenta o equipamento de medição utilizado para mapear a temperatura na região da área de solda do *Lap Shear*. No momento da imagem, os 9 termopares estão à temperatura ambiente ( $\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

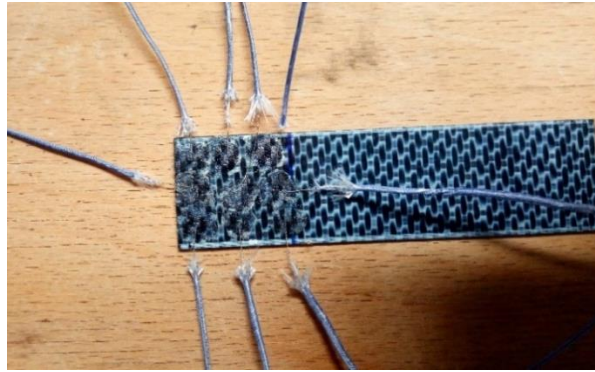
Figura 44 - Equipamento para medição da temperatura.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os termopares foram preparados e soldados um a um na amostra, como apresentado na Figura 45. Após a soldagem dos termopares, um filme de PEEK foi colocado entre as duas partes a serem unidas.

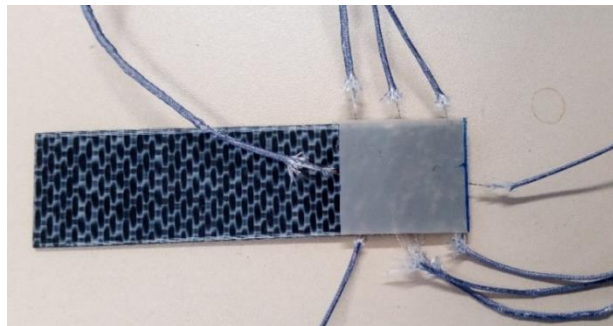
Figura 45 - Termopares soldados na região a ser unida na amostra de *Lap Shear*.



Fonte: Produção do próprio autor.

Na Figura 46, a amostra já está pronta com os termopares e coberta com o filme PEEK.

Figura 46 - Amostra pronta para ser soldada.



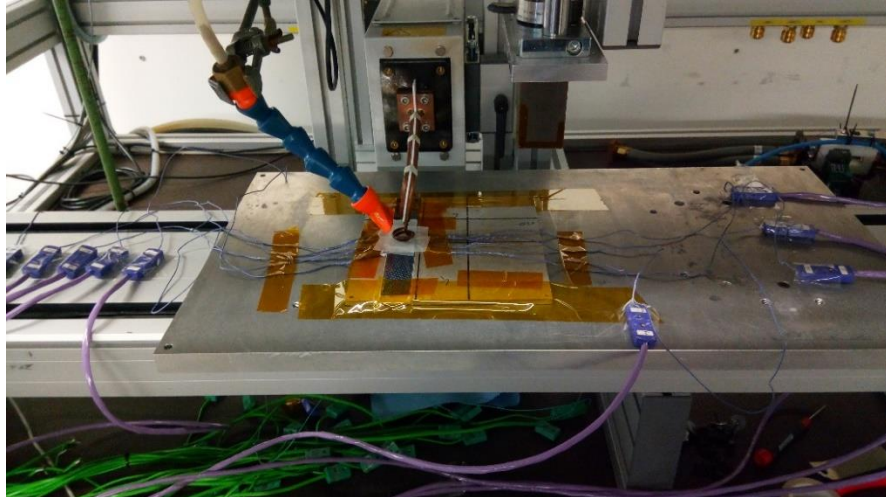
Fonte: Produção do próprio autor.

Um suporte de metal foi construído de modo que a amostra estava encaixada devidamente para soldagem, pois o anterior era de madeira e estava queimando devido a soldagem, como mostrado na Figura 43 (marcas de cor marrom). Os termopares e o suporte metálico foram protegidos por uma fita de polímero (fita de poliimida), o que impediu o superaquecimento local dessas regiões. A região a ser soldada foi protegida por uma fita de polímero com fibra de vidro. A Figura 47 apresenta o equipamento utilizado.

Por meio do equipamento de medição, verificou-se que durante o processo de soldagem o lado direito da amostra aquecia mais quando comparado ao lado esquerdo, ou seja, o fluxo de calor era mais intenso nessa região. O processo de soldagem foi semelhante ao anterior, ou seja:

a corrente foi liberada; a bobina produziu o campo eletromagnético e, ao mesmo tempo, o resfriamento foi liberado; a mesa foi movida para a prensa, que foi abaixada, unindo os laminados.

Figura 47 - Equipamento pronto para a soldagem.

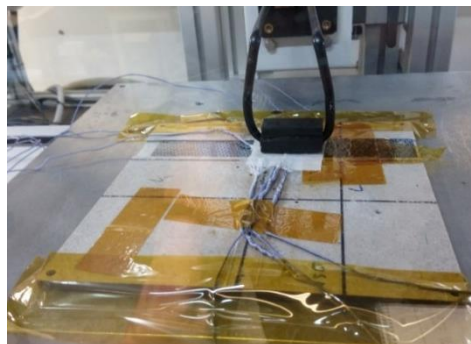


Fonte: Produção do próprio autor

Utilizando-se do procedimento anterior, foi possível realizar a união de forma mais eficiente quando comparada àquelas obtidas a partir dos primeiros procedimentos, porém as amostras também queimaram e, conseqüentemente, apresentavam uma região seca, ou seja, pobre em matriz polimérica. A partir desta avaliação foi possível verificar que a região foi aquecida uniformemente, mas não foi possível realizar uma soldagem adequada.

Desse modo, foi decidido trocar o formato da bobina para verificar se outro modelo forneceria uma junta soldada mais adequada. Foi escolhido uma bobina no formato retangular, pois a área a ser soldada era quase a mesma área da bobina. A Figura 48 apresenta essa nova bobina utilizada.

Figura 48 - Bobina retangular.



Fonte: Produção do próprio autor.

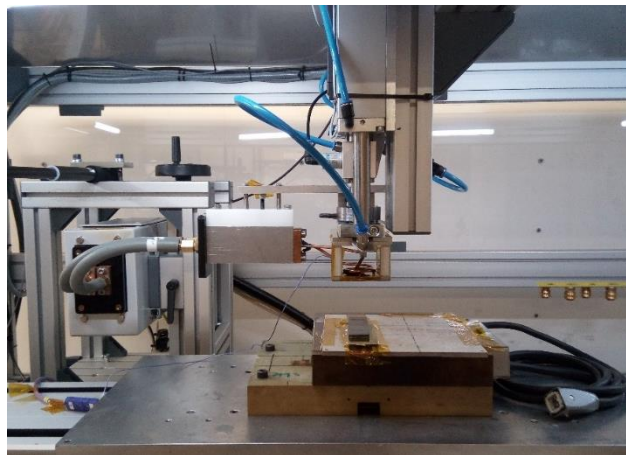
Alguns testes foram realizados com esta bobina, mas a união foi mais insatisfatória do que com a bobina circular, assim não foi possível realizar uma solda adequada, optando pela volta da bobina em formato circular.

Desta forma, foi preparado outro dispositivo, constituído de uma caixa de metal onde a bobina encontrava-se inserida em seu interior. O processo de soldagem também foi alterado, de forma que a mesa não mais se movia para a realização da pressão. A caixa contendo a bobina descia no momento apropriado; a corrente era liberada; a bobina produzia o campo magnético e, ao mesmo tempo, a amostra era pressionada para assegurar a união adequada e a eliminação de vazios. Após a conclusão da soldagem, a prensa e a corrente elétrica eram liberadas, e o resfriamento aplicado na bobina.

Utilizando-se deste novo procedimento, alguns testes foram realizados e a corrente mais adequada para o processo e para a bobina circular utilizada foi 11 A. Uma vez que cada variação na corrente elétrica exige uma bobina diferente, este parâmetro foi mantido fixo durante todo o trabalho realizado.

A sequência das Figuras 49 e 50 apresenta o suporte utilizado e a forma como os materiais foram colocados para a realização da solda. A Figura 49 mostra a máquina de soldagem já preparada, com a amostra antes da soldagem a ser realizada.

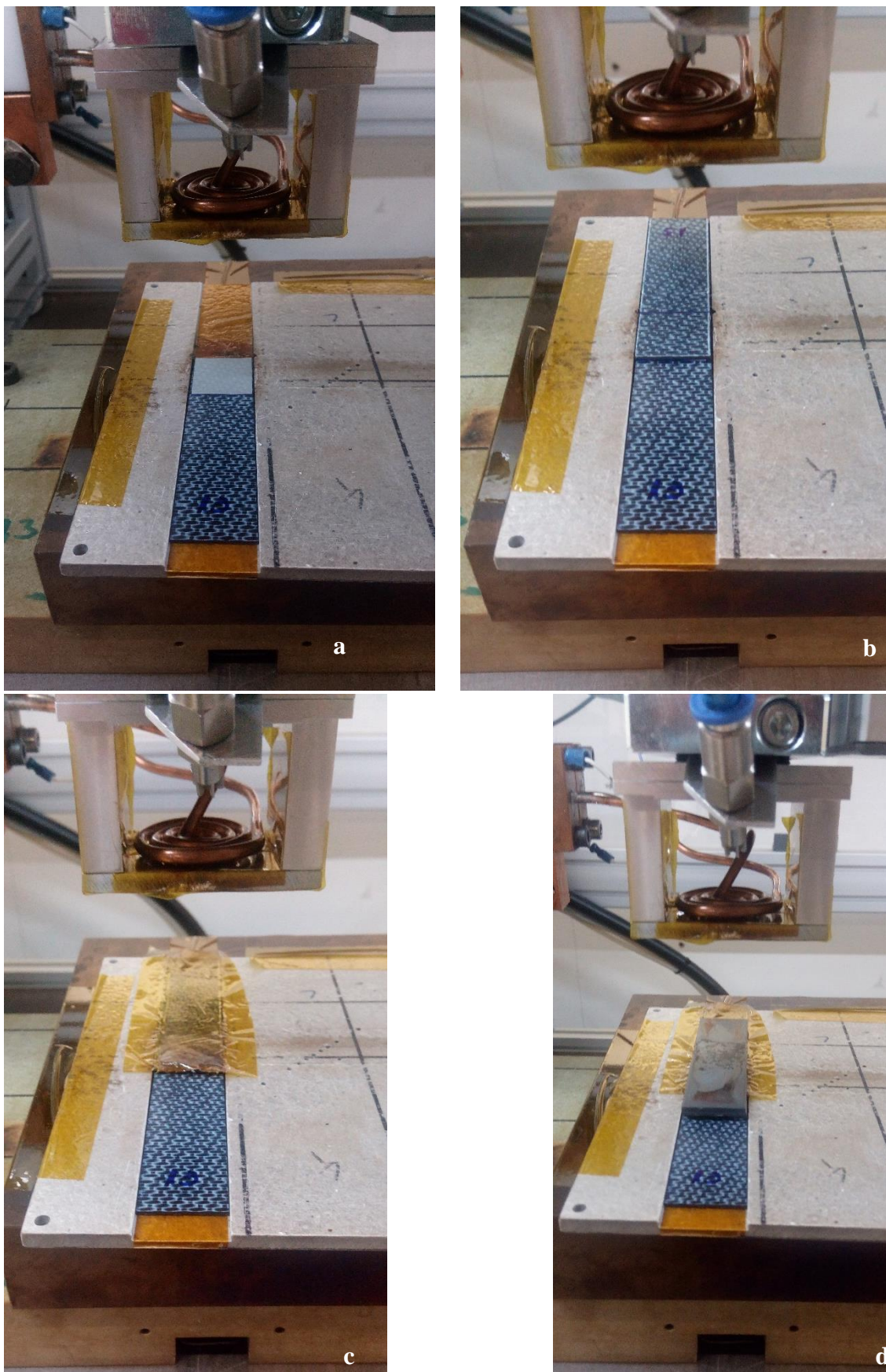
Figura 49 - Soldadora pronta para a soldagem por indução.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 50 apresenta a sequência que foi utilizada para a preparação da amostra no dispositivo para a realização da soldagem por indução.

Figura 50 - Sequência de preparação da amostra na soldadora por indução.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 51 (a) mostra a soldagem por indução já ocorrendo e a Figura 51 (b) apresenta a amostra com o termopar (fio roxo) e com as fitas. No centro da placa de aço inoxidável pode ser observada a fita queimada, porém o metal não foi danificado.

Figura 51 - Soldagem por indução: (a) Amostra sendo soldada; (b) Fita queimada após a soldagem.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 52 apresenta as amostras envolvidas com a fita. Todas as amostras foram envolvidas para que o polímero não fluísse para fora do laminado e para proteger a superfície do aquecimento, para que a mesma continuasse lisa, pois sem a fita as amostras apresentavam uma superfície áspera. Após a soldagem, a fita era removida.

Figura 52 - Amostras envolvidas com a fita antes da soldagem.



Fonte: Produção do próprio autor.

Após estabelecido o design mais apropriado do equipamento de soldagem por indução, foi necessário encontrar os parâmetros mais adequados de soldagem. Com esta finalidade, as temperaturas utilizadas foram baseadas nos resultados provenientes dos ensaios de TGA e DSC e também nos valores disponíveis no Datasheet do material, como apresentados anteriormente. Utilizando dois termopares, um colado no interior da caixa, embaixo da bobina, e outro entre os dois laminados, foi possível medir a diferença de temperatura entre as duas superfícies. O uso do termopar no interior da caixa, juntamente com a bobina, seria mantido ao longo da soldagem, mas o uso do termopar utilizado no interior da amostra não seria possível manter, pois soldar os termopares em todas as amostras antes da soldagem não seria viável, além de interferir no resultado da soldagem.

A partir dos resultados encontrados, verificou-se que houve uma diferença de 40 a 50 °C entre as temperaturas medidas nas superfícies do interior da caixa e entre os dois laminados, para atingir o valor de 400 °C entre os laminados, sendo esta considerada a temperatura de processamento máxima. Desta forma, embora o sistema de medição apresente a temperatura de 440 °C, a temperatura na amostra foi de, no máximo, 390 °C, ou seja, abaixo da temperatura de degradação da matriz polimérica.

Ao mesmo tempo, foi possível verificar o carregamento mínimo necessário para a utilização da prensa, mantendo a qualidade da soldagem. Foi observado que com um carregamento de 100 N, após 300 °C, esta carga apresentava uma oscilação entre 100 e 300 N na soldagem. Assim, a força mínima utilizada para o planejamento de experimentos foi de 150 N e a máxima de 300 N (levando em consideração o conhecimento já adquirido para a soldagem por resistência elétrica). Além disso, foi estudado quanto tempo levou para que o termopar da caixa atingisse 440 °C (o que seria entre 390 a 400 °C entre os laminados).



Desta forma, foram soldadas 10 amostras, utilizando as forças de 100 N (2 amostras), 150 N (3 amostras), 225 N (1 amostra) e 300 N (4 amostras). O tempo médio para que o termopar atingisse 440 °C foi de 2 min e 50 s (170 s).

Assim, o intervalo de força utilizado na prensa foi de 150 N a 300 N, corrente igual a 11 A e o tempo para atingir 440 °C no termopar da bobina foi de 2 min e 50 s.

Após o estabelecimento destes valores, foi necessário encontrar o intervalo de tempo para a realização da prensagem durante o processo de soldagem por indução. O estabelecimento deste tempo é necessário para consolidar o processo de soldagem, evitando a presença de vazios e, assim, comprimir adequadamente a região soldada, de modo que a união fosse mantida.

Em (DUHOVIC; HÜMBERT; MITSCHANG; MAIER, 2014), foi descrito um intervalo de tempo de 20 a 35 s para processos de soldagem por indução, porém somente 15 s de diferença era um intervalo pequeno que, em testes anteriores, não mostrou mudanças significativas entre as amostras soldadas. Desta forma, para a realização deste trabalho de pesquisa, foi escolhido um intervalo de 20 a 50 s. Assim, depois de atingir 440 °C na bobina, a corrente era encerrada e a pressão exercida pela prensa permanecia aplicada na amostra por mais 20 s ou 50 s (ou 35 s - tempo médio).

Dando continuidade ao trabalho realizado, o planejamento de experimentos foi realizado com duas variáveis (2<sup>2</sup>) mais o ponto central. Assim, houve 5 combinações, 6 repetições para cada combinação. As variáveis utilizadas foram tempo e força.

A Figura 53 apresenta 2 (duas) telas programadas para soldagem. A tela (a) mostra os valores da força (150 N) e o resfriamento (60 % de ar liberado). Na tela (b) é apresentada a amperagem (11,2 A).

Figura 53 - Telas com a programação para a soldagem.



Fonte: Produção do próprio autor.

Como mencionado anteriormente, utilizou-se um planejamento fatorial completo com duas variáveis (tempo de prensagem e força) mais o ponto central. Seis amostras foram soldadas para cada combinação, totalizando 30 amostras para o planejamento.

Desta forma, para a realização do planejamento experimental, 30 amostras foram soldadas, incluindo o ponto central. A Tabela 13 apresenta a média da tensão máxima para cada combinação de parâmetros. Assim, a combinação mais adequada encontrada para o laminado para a soldagem por indução foi 50 s e 150 N com um valor médio de  $24,8 \pm 7,0$  MPa.

Tabela 13 - Média da tensão de *Lap Shear* para as combinações obtidas na soldagem por indução.

Variáveis estudadas		Variável resposta
Tempo (s)	Força (N)	Média da Tensão de Cisalhamento (MPa)
20,0	150,0	$23,8 \pm 10,9$
20,0	300,0	$19,2 \pm 7,4$
<b>50,0</b>	<b>150,0</b>	<b><math>24,8 \pm 7,0</math></b>
50,0	300,0	$23,3 \pm 1,2$
35,0	225,0	$21,4 \pm 3,4$

Fonte: Produção do próprio autor.

Após a realização do teste *Lap Shear*, os valores obtidos foram plotados no software Minitab para avaliar quais fatores mais afetaram o planejamento.

A Tabela 14 fornece os valores para a análise de ANOVA, e pode-se observar que a tensão de cisalhamento obtida pelo *Lap Shear* (variável de resposta) é relativamente mais dependente da força do que do tempo. As variáveis independentes foram encontradas a partir do valor de  $p < 0,05$ .

Tabela 14 - Estimativas dos efeitos, valores de  $P$  para a resposta do *Lap Shear* (MPa).

Variáveis	Adj. SS.	F	P
Tempo ( $X_1$ )	22,234	6,34	<b>0,018</b>
Força ( $X_2$ )	29,704	8,47	<b>0,007</b>
$X_1 * X_2$	4,950	1,41	0,246

\* $p$ : Valores significantes para valores de  $p < 0,05$

Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 15 fornece os valores dos parâmetros  $R^2$  (38,42 %) e S (1,87). Observa-se que o valor  $R^2$  é maior dentre todos os fornecidos pelo planejamento de experimentos, porém é menor do que o planejado pela soldagem por resistência (aproximadamente 68 %). Especificamente para a soldagem por indução, o valor de S encontrado foi muito baixo, o que significa que o modelo utilizado é apropriado para a resposta obtida.

Tabela 15 - Valores dos parâmetros R e S.

$R^2$	38,42%
$R^2$ ajustado	31,31%
$R^2$ predito	20,18%
S	1,87

Fonte: Produção do próprio autor.

O equacionamento de regressão obtida é apresentado na Equação 8:

$$Lap\ Shear = 20,43 - (0,0290 * Força) - (0,0267 * Tempo) \quad [Equação\ 8]$$

Como somente o tempo e a força tiveram influência no processo, a combinação entre os parâmetros foi retirada da equação.

Dando continuidade ao trabalho experimental, foi feita também a soldagem por indução com o auxílio de um robô para poder comparar estes novos resultados com aqueles obtidos com a soldagem manual.

Os parâmetros utilizados durante a soldagem com a utilização do robô foram: distância de 5mm entre a bobina e a placa; 60 % da potência (*power supply*); e velocidade de 0,0025 m/s.

A soldagem com o robô foi semelhante à da máquina ou seja: a bobina era aquecida, gerando o campo magnético, o qual aquece as amostras, unindo as peças. À medida que a bobina percorreu o laminado, um cilindro logo após a bobina comprimiu as amostras, consolidando-as.

A Figura 54 apresenta duas tiras do laminado soldado com o robô. A soldagem em si era iniciada após 175 mm, a partir da extremidade da peça. Esta distância era necessária para começar a soldagem, pois antes disso esta não seria adequada. O comprimento soldado era de 150 mm. Dois conjuntos foram soldados conforme apresentado na Figura 54. No total, 12 amostras para o *Lap Shear* foram soldadas.

Figura 54 - Laminado soldado por indução com uso de automação.



Fonte: Produção do próprio autor.

Com a utilização da soldagem por indução, realizada na Alemanha, foi soldado um conjunto com 10 amostras (utilizando a combinação mais adequada) e trazido para o Brasil com o objetivo de ser ensaiado por *Lap Shear*. Após a realização deste ensaio, a média obtida dos valores de resistência ao *Lap Shear* foi de  $(22,3 \pm 3,1)$  MPa, isto é, valores muito próximos, aos obtidos pelos laminados soldados por indução, quando ensaiados na Alemanha, evidenciando que ambos os equipamentos de ensaios mecânicos (Alemanha e Brasil) estavam devidamente calibrados.

Os valores médios das amostras soldadas por indução (com a utilização tanto da soldadora como a da automação) e as amostras soldadas por resistência elétrica são apresentados na Tabela 16. As amostras soldadas com a automação resultaram no maior valor médio de *Lap Shear*, seguido de amostras soldadas com a soldadora por indução e, finalmente, as amostras de resistência elétrica.

Tabela 16 - Média dos valores da tensão de cisalhamento para o *Lap Shear*.

<b>Amostra</b>	<b>Média da tensão (MPa)</b>
Soldagem por indução - Automação	$29,4 \pm 2,0$
Soldagem por indução - Soldadora	$24,8 \pm 7,0$
Amostra de Indução ensaiadas no Brasil	$22,3 \pm 3,1$
Soldagem por resistência	$15,8 \pm 3,5$

Fonte: Produção do próprio autor.

Desta forma, considerando apenas os resultados de *Lap Shear*, é possível considerar a soldagem realizada com a automação como a mais eficiente dentre as demais realizadas,

constatado não somente pelo maior valor da resistência ao *Lap Shear* mas também pelo baixo valor de desvio-padrão apresentado. Este fato encontra-se associado, provavelmente, a menor influência de erros operacionais que podem ser induzidos pelo trabalho manual ou por condições não automatizadas.

Os valores obtidos a partir do ensaio de *Lap Shear* das amostras soldadas estão de acordo com os encontrados em literatura, uma vez que diversos autores afirmam que a faixa de valores para esta análise se encontra entre 30 e 33 MPa para o laminado de PEEK/fibras de carbono soldado por indução com Al (2024-T3) (MITSCHANG; VELTHUIS; DIDI, 2013). Em (O'SHAUGHNESSEY; DUBÉ; VILLEGAS, 2015) foi obtido o valor de  $(31,3 \pm 3,5)$  MPa e em (PAPPADÀ; SALOMI; MONTANARO; ANGIULI; PASSARO; CARUSO; MAFFEZZOLI, 2016) foi encontrado o valor de  $(26,27 \pm 2,91)$  MPa, ambos para o laminado PPS/fibras de carbono soldado por indução.

Vale ressaltar que, para todos os ensaios anteriormente apresentados, os laminados soldados por indução têm diferentes espessuras quando comparados aos laminados soldados por resistência e o laminado PEEK/FC como recebido. Os laminados recebidos apresentam uma espessura de 1,2 mm e, como apresentado anteriormente, verificou-se que, com essa espessura, não foi possível realizar a união pela soldagem por resistência, sendo necessária a obtenção de laminados mais espessos com a utilização do processo de moldagem por compressão a quente (resultando em espessura final de 2,4 mm). Assim, após a soldagem por resistência, os laminados apresentam aproximadamente 5 mm de espessura (devido à presença da malha metálica). Como o processo de soldagem por indução permite a união destes laminados nas espessuras como fornecido esta foi realizada em amostras com 1,2 mm de espessura, resultando em amostras de PEEK/CF soldadas com 2,4 mm de espessura, as amostras de soldagem por resistência são de aproximadamente 5 mm de espessura e as amostras soldadas por indução têm aproximadamente 2,5 mm de espessura.

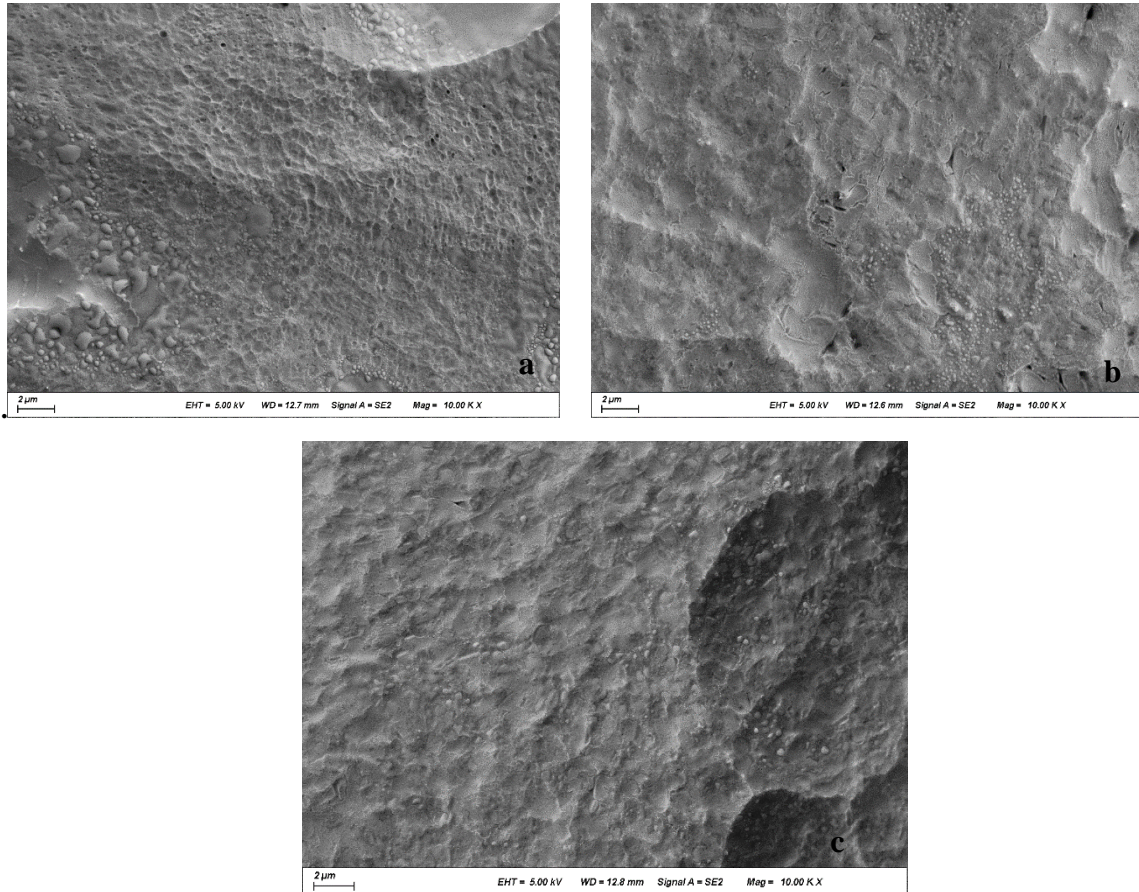
Objetivando a avaliação de possíveis alterações estruturais na matriz do compósito, devido a utilização da soldagem por indução, neste trabalho também foi realizado o ensaio *etching test*.

As Figuras 55 e 56 apresentam as imagens de MEV para as amostras não soldadas e soldadas por indução, respectivamente.

As amostras apresentadas na Figura 55 foram mantidas na solução descrita em Materiais e Métodos por diferentes períodos. A amostra apresentada na Figura 55(a) permaneceu na solução por 20 minutos; a amostra apresentada na Figura 55(b) foi mantida por 30 minutos e a

amostra da Figura 55(c) permaneceu na solução durante 50 minutos, no entanto, em nenhum destes casos foi possível verificar a presença de microestruturas esferulíticas.

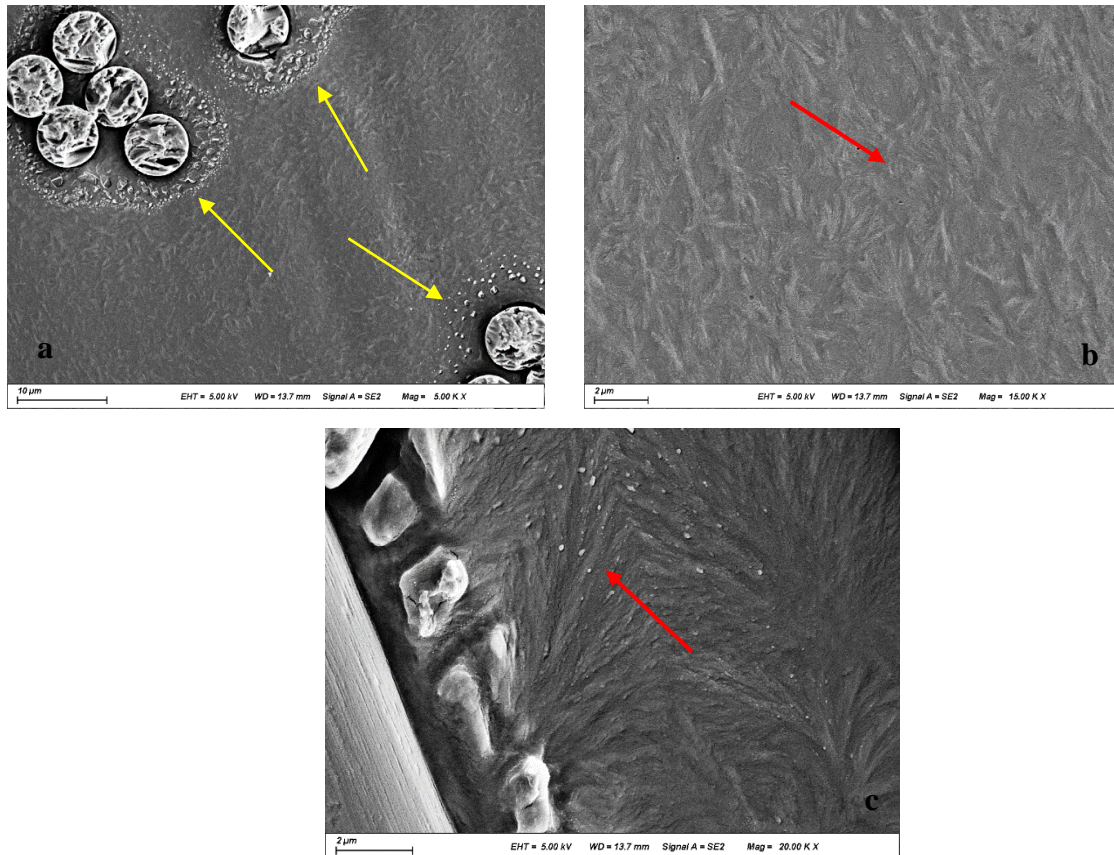
Figura 55 - Amostras de PEEK/fibras de carbono após ensaio por *etching test*: a) 20 min; b) 30 min e c) 50 min.



Fonte: Produção do próprio autor.

Entretanto, quando analisadas as amostras de PEEK/fibras de carbono soldadas, é possível verificar a presença de estruturas esferulíticas, tanto em regiões próximas a fibra (Figura 74a) quanto em áreas da matriz polimérica (Figuras 74b e 74c). As regiões próximas ao reforço estão assinaladas pelas setas em amarelo e as regiões com microestruturas esferulíticas estão demonstradas pelas setas em vermelho.

Figura 56 - Imagens das amostras soldadas: a) regiões próximas ao reforço; b) e c) regiões esferulíticas na matriz polimérica.



Fonte: Produção do próprio autor.

As amostras soldadas apresentavam aproximadamente 2,5 mm de espessura, enquanto que as amostras sem solda apresentavam 1,4 mm de espessura. Possivelmente, a estrutura esferulítica apareceu apenas nas amostras soldadas devido à maior área de contato com a solução utilizada para o teste de corrosão. Mesmo assim, foi possível verificar a formação das estruturas e que estas aparecem tanto na região do polímero como na interface entre a fibra e a matriz.

## 4.6 CONDICIONAMENTO AMBIENTAL

### 4.6.1 Condicionamento Higrotérmico

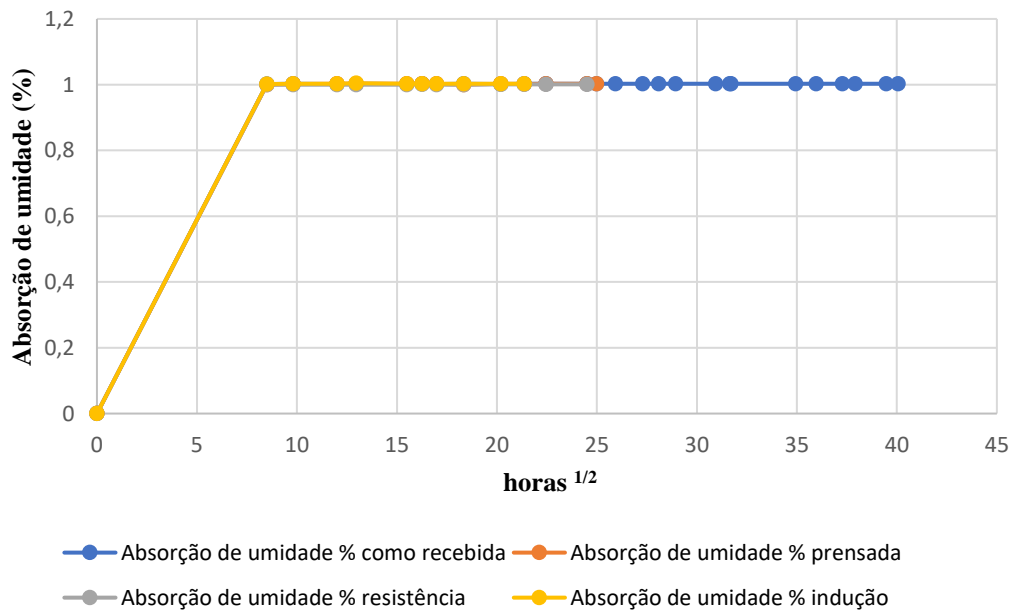
Os efeitos da umidade e temperatura devem ser sempre considerados em projetos de laminados para aplicação estrutural com aplicações aeroespaciais. Como descrito no Capítulo 2 - Revisão Bibliográfica; a umidade penetra na matriz polimérica pelo processo de difusão até que o equilíbrio seja atingido, sendo esse mecanismo acentuado pelo aumento da temperatura.

Neste trabalho, as amostras, após passarem pelo processo de secagem, foram colocadas na câmara higrotérmica. Na primeira semana as amostras foram pesadas diariamente com o objetivo de avaliar se a absorção de umidade se comportava de forma Fickiana ou não, e nas semanas seguintes somente três dias por semana. No início deste processo, foi possível observar que a matriz polimérica absorve pouca umidade, não apresentando uma grande variação de massa durante o processo de condicionamento higrotérmico.

A Figura 57 apresenta as curvas do condicionamento higrotérmico para o laminado como recebido, prensado, soldado por resistência elétrica e soldado por indução, respectivamente.

A análise do comportamento das curvas disponíveis na Figura 57 permite ainda concluir que, quando condicionadas em câmara climática, as amostras dos laminados de PEEK/fibras de carbono apresentam um ganho de massa de até 0,99 %, tendo este ganho se estabilizado após, aproximadamente, de 3 a 5 dias de condicionamento.

Figura 57 - Curvas de absorção de umidade para as amostras estudadas.



Fonte: Produção do próprio autor.

A análise dos dados apresentados na Figura 57 indica que a concentração de umidade na amostra prensada (de controle) aumenta linearmente com o tempo na primeira semana de exposição. Nesta etapa, as amostras absorvem água muito rapidamente, alcançando um estado conhecido como pseudo-equilíbrio, mantendo a quantidade de água praticamente a mesma depois de um determinado período de tempo, sugerindo, a princípio, um comportamento Fickiano. A água permanece no compósito como água livre e tende, com o tempo, a penetrar na matriz polimérica pelo gradiente de concentração. Com a contínua exposição, o processo de



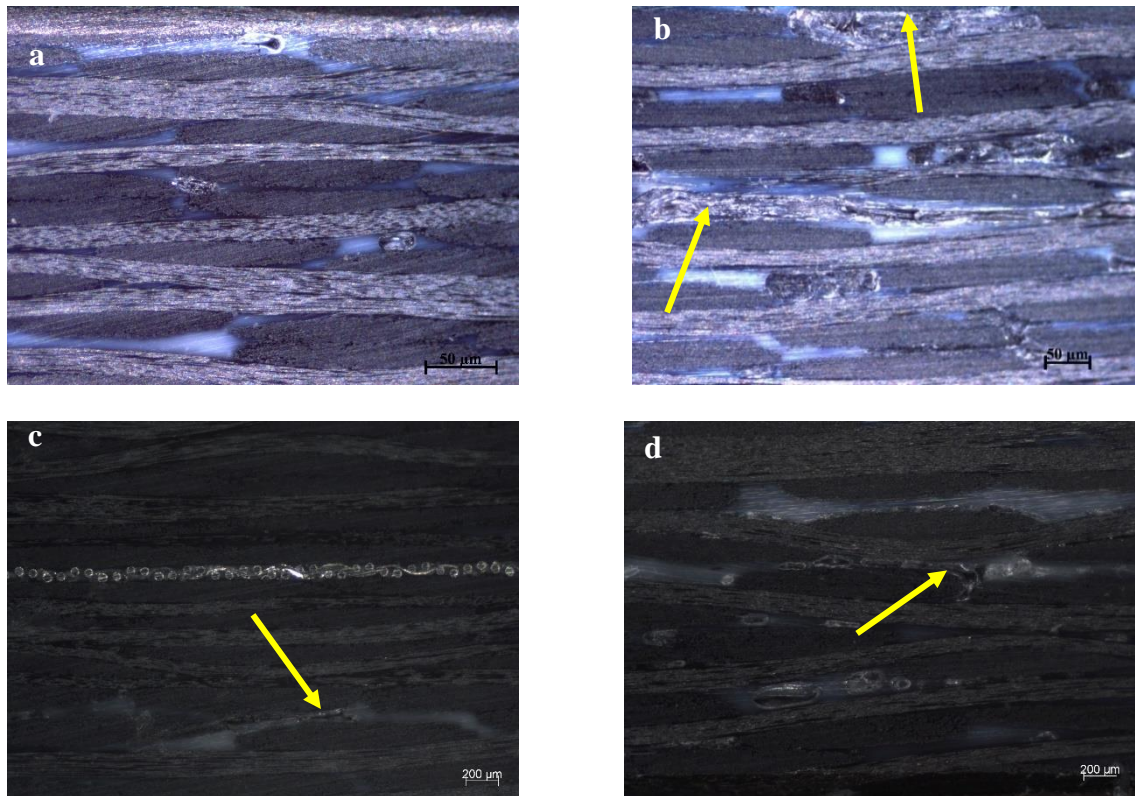
absorção de umidade se torna mais lento, e muitos autores atribuem a esse período, o início do processo de relaxação da cadeia polimérica e o preenchimento higrotérmico dos vazios existentes (CUNHA, 2006; CÂNDIDO, 2001; MAYER, 2003; COSTA, 2002).

Assim como ocorreu com as amostras como recebida e prensada, as amostras soldadas por resistência elétrica e por indução absorveram a umidade do condicionamento e logo após um curto período de tempo, encontravam-se saturadas.

Como pode ser observado a partir da Figura 57, para todos os conjuntos de amostras (como recebida, prensada, soldada por resistência elétrica e por indução) foi observado que a quantidade de água absorvida pela matriz polimérica foi pequena e praticamente a mesma (<1,0 %). Além disso o comportamento de absorção foi exatamente o mesmo, significando que o processo de soldagem não resultou em nenhuma alteração na amostra no que diz respeito ao seu comportamento quanto a absorção de umidade.

A Figura 58 apresenta o resultado por microscopia óptica da lateral da amostra prensada sem condicionamento (a), após ser condicionada na câmara higrotérmica (b), soldada por resistência e condicionada (c); e soldada por indução e condicionada (d). Todas estas análises foram realizadas com ampliação de 20x. As setas em amarelo indicam a matriz polimérica, a qual apresenta um aspecto superficial diferente da amostra sem condicionamento, o que confirma, além dos resultados obtidos para a tensão cisalhante, que o condicionamento pode ter degradado a amostra.

Figura 58 - Análise por estereomicroscopia da região transversal das amostras.



Fonte: Produção do próprio autor.

Associado ao processo de sorção de umidade da matriz polimérica, outros mecanismos devem ser levados em consideração tais como a capilaridade e o transporte de água através de microtrincas e vazios. O mecanismo de capilaridade envolve o fluxo de água ao longo da interface fibra/matriz seguido pela difusão através da interface até a matriz polimérica.

O transporte de umidade por meio de microtrincas envolve tanto o fluxo como o armazenamento de água nos vazios e em outras formas de microdefeitos. Como o fluxo de água é proporcional ao gradiente de concentração, amostras expostas a ambientes com maiores teores de umidade podem apresentar maiores valores de absorção de umidade. Dependendo do caso, esta difusão pode ainda gerar a entrada de umidade para regiões de volume livre, muitas vezes, resultando em um processo de *inchamento* da matriz polimérica.

#### 4.6.2 Névoa Salina

Durante o condicionamento por névoa salina, as amostras permaneceram na câmara até o limite de saturação da solução salina pelo laminado. A Tabela 17 apresenta o período de condicionamento para cada conjunto de amostras.

Tabela 17 - Período para as amostras na câmara durante o condicionamento por névoa salina.

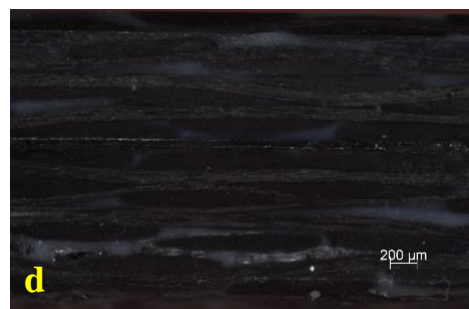
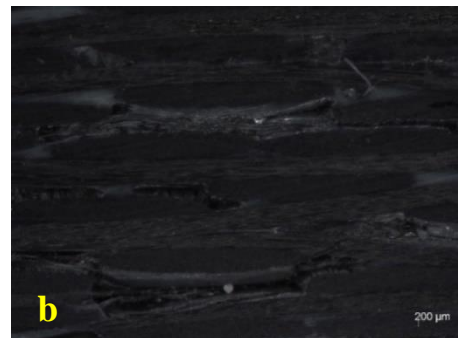
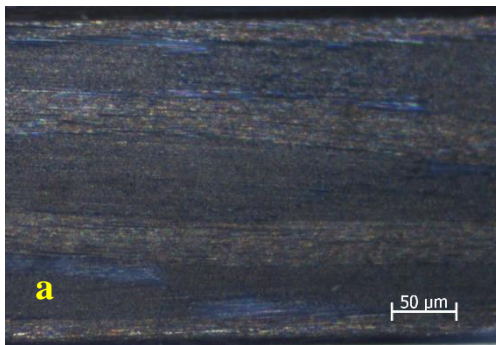
<b>Amostras</b>	<b>Período</b>
Laminado como recebido	44 dias (1056 horas)
Prensado	53 dias (1272 horas)
Soldado por resistência	53 dias (1272 horas)
Soldado por indução	15 dias (360 horas)

Fonte: Produção do próprio autor.

O menor período de condicionamento para as amostras soldadas por indução se deve ao fato de que estudos preliminares mostraram que o efeito mais agressivo promovido por este condicionamento a estas amostras, mesmo com a presença da malha metálica na região de interface de soldagem, ocorre em até 12 dias, portanto, os efeitos deletérios em todas as amostras considerando de 15 a 53 dias foi praticamente nulo.

A Figura 59 apresenta a região lateral da amostra após submetida ao condicionamento na câmara salina para as amostras como recebida (a), prensada (b), e soldadas por resistência elétrica (c) e por indução (d), respectivamente. As imagens foram realizadas em um estereomicroscópio.

Figura 59 - (a) amostra como recebida (25x); (b) amostra prensada (20x); (c) amostra soldada por resistência (20x); (d) amostra soldada por indução (10x).



Fonte: Produção do próprio autor.

Uma vez que existe a presença de elementos metálicos na região de interface soldada das amostras, era de se esperar a existência de degradações nesta interface resultantes da presença da solução salina, porém, a partir dos resultados de microscopia óptica foi observado que as amostras não apresentam estado de degradação devido a este condicionamento.

#### 4.6.3 UV - Radiação ultravioleta

A Tabela 18 apresenta o tempo de permanência das amostras na câmara UV. Assim como foi realizado para o condicionamento por névoa salina, amostras soldadas por indução permaneceram por um período menor na câmara pois não havia tempo hábil para a realização dos ensaios caso estas ficassem 63 dias, como as demais amostras. Além disso, estudos preliminares envolvendo as demais amostras mostraram que tempos entre 20 a 65 dias sob este condicionamento não resultavam em diferenças significativas.

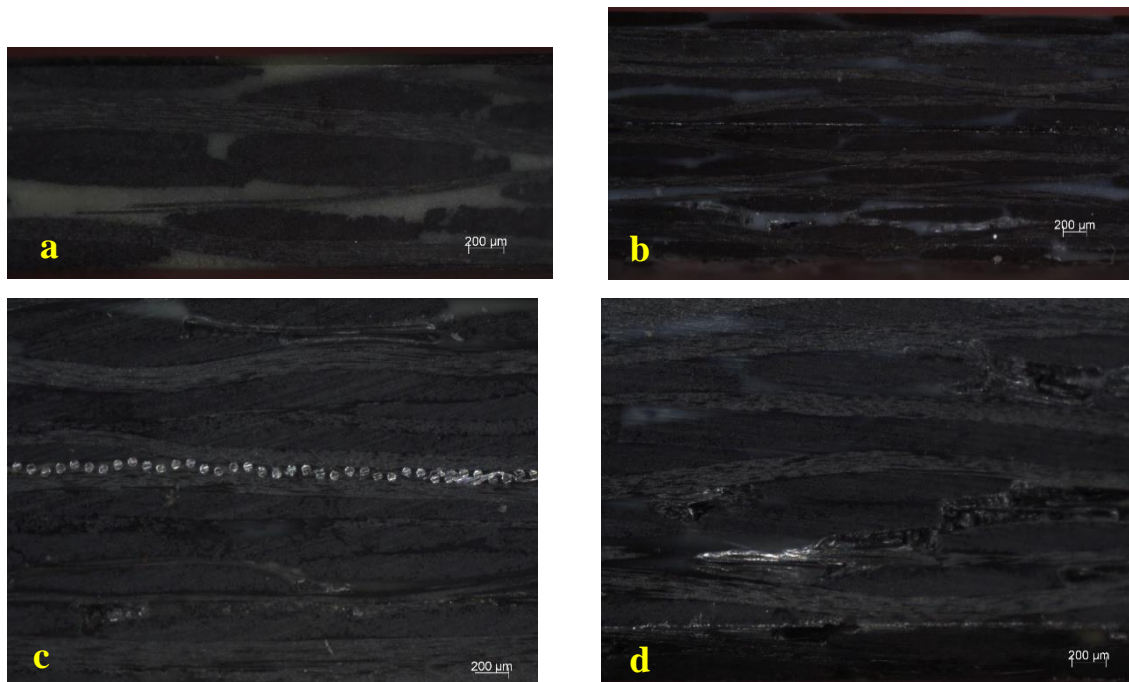
Tabela 18 - Período para as amostras na câmara do condicionamento por radiação ultravioleta.

<b>Amostras</b>	<b>Tempo de Equilíbrio</b>
Laminado como recebido	63 dias (1512 horas)
Prensado	63 dias (1512 horas)
Soldado por resistência	63 dias (1512 horas)
Soldado por indução	25 dias (600 horas)

Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 60 apresenta a lateral das amostras após o condicionamento na câmara de radiação UV. Aparentemente, as amostras não sofreram uma intensa degradação superficial devido ao condicionamento por radiação UV, como também constatado durante o condicionamento por névoa salina, pois as fibras e a matriz poliméricas encontram-se em bom estado. Apesar de não terem sido observadas mudanças significativas nas amostras quando analisadas por microscopia óptica, segundo a literatura (MCKAGUE, 2006) a radiação ultravioleta tende a agir no sentido de romper, por fotooxidação, a cadeia principal do polímero, ocasionando micro trincas na superfície da matriz. Esta mudança pode gerar a ocorrência do processo de foto-oxidação, onde há a formação de grupos químicos cromóforos absorvedores de luz visível, e conseqüentemente degradar o desempenho térmico e mecânico de amostras submetidas a este tipo de condicionamento.

Figura 60 - Incidência da radiação UV nas amostras analisadas: (a) como recebida (20x); (b) amostra soldada por indução (10x); (c) amostra soldada por resistência elétrica (20x); (d) amostra prensada (20x).



Fonte: Produção do próprio autor.

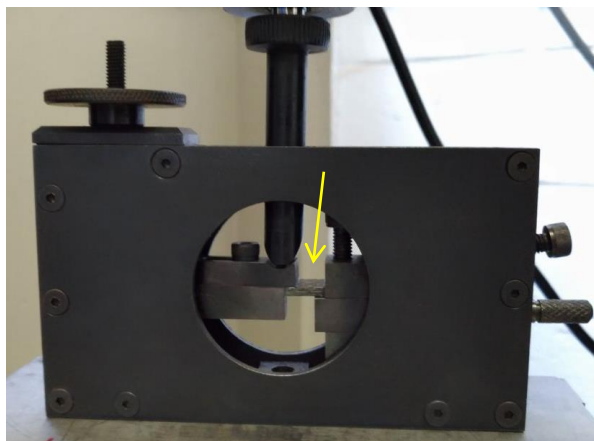
## 4.7 ENSAIOS MECÂNICOS

### 4.7.1 CST - Compression Shear Test

O ensaio *Compression Shear Test* foi desenvolvido na Alemanha e, especificamente para este trabalho, foi realizado com o intuito de analisar o quanto a amostra resiste ao ser comprimida e cisalhada, simultaneamente.

A Figura 61 apresenta o dispositivo que foi construído para a realização do ensaio CST. A amostra está indicada pela seta amarela.

Figura 61 - Amostra e dispositivo utilizado para o ensaio CST.



Fonte: Produção do próprio autor.

Na Tabela 19 é possível verificar a média dos valores da tensão máxima obtida para cada caso avaliado. Pode ser observado que os resultados encontrados a partir do ensaio por CST não foram conclusivos, devendo estes serem confirmados por outros ensaios. Esta afirmação se baseia nos elevados desvios-padrões apresentados em todos os casos e nos baixos valores encontrados para as amostras soldadas por indução, que neste caso inviabilizaram este estudo.

Considerando os respectivos desvios-padrões, pode ser observado que os resultados provenientes das amostras como fornecida e prensada, foram praticamente os mesmos, permitindo concluir que também quando considerado este ensaio não ocorreram mudanças significativas nas amostras após estas terem sido processadas por moldagem por compressão a quente.

Para as amostras prensadas, as menores médias de tensão foram obtidas após os condicionamentos por névoa salina e radiação UV, ou seja, embora os resultados preliminares envolvendo microscopia óptica tenham concluído que não ocorreram degradações significativas no compósito após a realização deste condicionamento, de acordo com este ensaio, provavelmente ocorreram degradações no interior da amostra, nas interfaces fibra/matriz ou elemento resistivo/compósito ou na matriz polimérica.

Na soldagem por resistência elétrica, os valores obtidos das amostras condicionadas foram menores que aqueles observados para as amostras não condicionadas (19,3 MPa), mostrando que todos os condicionamentos afetaram este material, aparentemente devido a possíveis efeitos de plasticização e/ou degradação da matriz polimérica.

Tabela 19 - Valores de cisalhamento interlaminar – CST.

<b>Amostras</b>		<b>Média da Tensão (MPa)</b>
	PEEK/fibras de carbono	27,8 ± 15,0
<b>Amostras prensadas</b>	PEEK prensado	16,5 ± 7,2
	PEEK prensado – higro	11,9 ± 2,5
	PEEK prensado – névoa salina	4,2 ± 2,1
	PEEK prensado – UV	4,4 ± 2,0
<b>Soldagem por Resistência</b>	PEEK soldado	19,3 ± 6,9
	PEEK soldado – higro	14,5 ± 5,4
	PEEK soldado – névoa salina	14,4 ± 3,2
	PEEK soldado – UV	15,7 ± 5,6
<b>Soldagem por Indução</b>	PEEK soldado	1,4 ± 0,6
	PEEK soldado – higro	2,4 ± 0,6
	PEEK soldado – névoa salina	2,4 ± 0,7
	PEEK soldado – UV	1,9 ± 0,6

Fonte: Produção do próprio autor.

Assim, foi verificado que a maior tensão média do cisalhamento obtida pertence ao laminado como recebido, seguido pela soldagem por resistência elétrica. Os valores mais baixos ocorreram nas amostras soldadas por indução, porém, estes foram tão baixos que inviabilizaram este estudo. Provavelmente a causa deste baixo valor de resistência ao cisalhamento por CST se deve a baixa espessura das amostras (aproximadamente 1,2 mm), que resultaram em esforços de flexão e torção durante o carregamento, desqualificando este ensaio para estas amostras.

Desse modo, a partir deste ensaio, é possível verificar que tanto a moldagem por compressão a quente quanto o processo de soldagem por resistência elétrica garantiram uma boa interface entre as partes que foram unidas.

Os resultados apresentados para as amostras como recebidas, prensadas e soldadas por resistência elétrica não condicionadas encontram-se próximos aqueles apresentados por Botelho (2002), como pode ser evidenciado na Tabela 20.

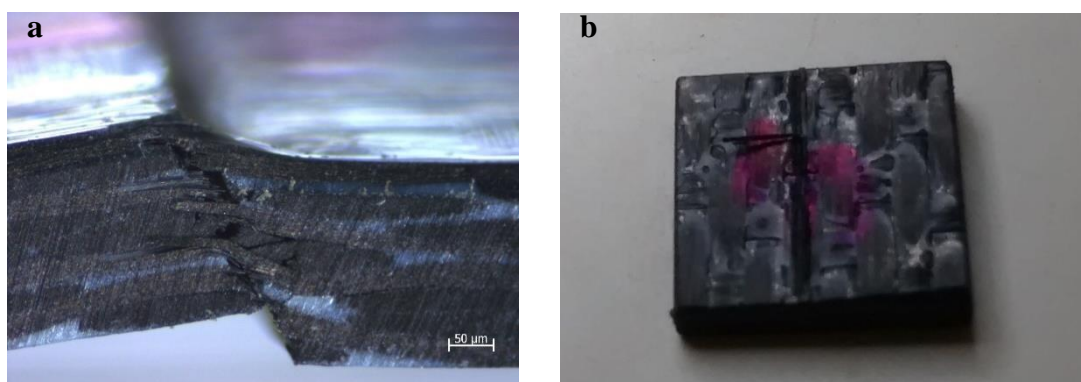
Tabela 20 - Valores de cisalhamento interlaminar (Botelho, 2002).

<b>Matriz</b>	<b>Volume do reforço (%)</b>	<b>Média da Tensão (MPa)</b>
PA6 (poliamida)	40	28,5 ± 2,7
	50	25,4 ± 3,1
	60	27,3 ± 3,4
PA6,6 (poliamida)	40	22,0 ± 3,0
	50	25,5 ± 4,9
	60	27,8 ± 2,3
PA/CF (poliamida/fibra de carbono)	60	26,0 ± 2,4

Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 62 (a) apresenta a imagem por estereomicroscopia da amostra como recebida, com ampliação de 20x, da fratura típica da amostra do ensaio de CST e as delaminações geradas entre as camadas, representativas deste tipo de ensaio. Já a Figura 62 (b) ilustra o corpo de prova após ser ensaiado. As imagens foram obtidas a partir de uma amostra do laminado como recebido.

Figura 62 - Análise fractográfica das amostras ensaiadas por CST: (a) avaliação da falha; (b) amostra ensaiada.



Fonte: Produção do próprio autor.

Somente para as amostras soldadas por indução não foi possível realizar as imagens, pois como a tensão de cisalhamento foi muito baixa, não houve fratura, a qual também não foi detectada a partir da utilização do microscópio óptico.



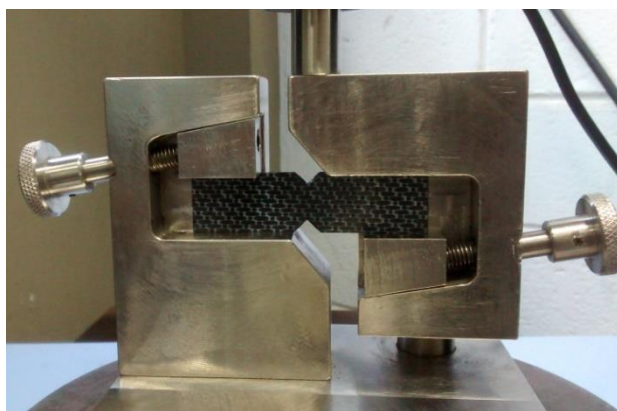
#### 4.7.2 Iosipescu

A influência do condicionamento ambiental na resistência mecânica de compósitos poliméricos pode ser determinada pela adesão fibra/matriz. O ambiente úmido e o efeito da temperatura, assim como junções provenientes de soldagem sobre a resistência na interface dos laminados podem afetar as propriedades mecânicas, sendo determinantes para a durabilidade do compósito. O interesse técnico-científico pelas propriedades da interface fibra/matriz do compósito existe desde quando os compósitos se tornaram efetivamente uma realidade em aplicações estruturais. Para a realização deste trabalho foi utilizado o ensaio de cisalhamento por Iosipescu com o propósito de verificar a tensão cisalhante no material e validar os resultados provenientes dos ensaios por CST.

Com este propósito, foram ensaiadas 6 amostras de cada grupo especificado na Tabela 21 (para as amostras soldadas por indução foram utilizadas cinco amostras para cada condição).

A Figura 63 apresenta uma amostra para o ensaio de Iosipescu inserida no dispositivo, antes do início do teste.

Figura 63 - Amostra e dispositivo utilizados para o ensaio de Iosipescu.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 21 apresenta os principais resultados obtidos a partir do ensaio de cisalhamento Iosipescu para o laminado em estudo. A partir da análise das curvas tensão/deformação foi observado que os laminados apresentaram um crescimento monotônico da tensão e um desvio na região elástica, comportamentos semelhantes ao de deformação plástica antes de falhar. Este comportamento não apresenta uma redução abrupta da carga ao ser atingida a tensão máxima de cisalhamento, ocorrendo um decaimento suave até a conclusão do ensaio. Este comportamento é característico de uma fratura dúctil devido à natureza viscoelástica da matriz termoplástica utilizada.

Primeiramente pode ser observado que, quando considerado os valores de tensão de cisalhamento com seus respectivos desvios-padrões, a amostra como recebida e a prensada não apresentaram diferenças significativas. Quando comparada à amostra prensada, a amostra soldada por resistência apresentou uma diminuição em seus valores de cisalhamento Iosipescu de aproximadamente 21,5 %. Esta diminuição ocorreu, provavelmente, devido a existência da malha metálica que pode agir como nucleador da propagação de trincas. Porém, quando a amostra soldada por resistência elétrica é comparada com as amostras como fornecidas, o valor da resistência ao cisalhamento Iosipescu foi praticamente o mesmo, ou seja, aproximadamente 113 MPa, comprovando o sucesso deste processo de soldagem. O mesmo sucesso foi evidenciado para a soldagem por indução, onde foi encontrado um valor de resistência de 120 MPa. Ao comparar as amostras soldadas, por resistência e indução, observou-se que a amostra de indução apresentou um aumento de 7,2 % em relação à amostra soldada por resistência.

A influência do condicionamento ambiental na resistência mecânica de laminados de fibras contínuas/PEEK pode ser determinada pela qualidade de adesão fibra/matriz. Ao ser comparado o laminado PEEK/FC prensado com a amostra condicionada na câmara higrotérmica, pode ser observado que houve uma redução significativa da média de tensão cisalhante, ou seja, a umidade provavelmente ocasionou a degradação da interface PEEK/FC ou ocasionou a plasticização da matriz polimérica. Uma vez enfraquecida a resistência da interface pelo ataque do ambiente úmido, o desempenho mecânico quanto ao cisalhamento e a compressão sofrem degradação, sendo determinantes para a durabilidade do compósito.

Tabela 21 - Valores de tensão máxima – Iosipescu.

<b>Amostras</b>	<b>Média da tensão de cisalhamento (MPa)</b>	
	PEEK/fibras de carbono	113,5 ± 37,6
<b>Amostras Prensadas</b>	PEEK prensado	143,4 ± 12,7
	PEEK prensado – higro	98,9 ± 25,4
	PEEK prensado – névoa salina	139,6 ± 27,4
	PEEK prensado – UV	144,9 ± 9,7
<b>Soldagem por Resistência</b>	PEEK soldado	112,6 ± 21,1
	PEEK soldado – higro	129,2 ± 9,4
	PEEK soldado – névoa salina	114,9 ± 13,4
	PEEK soldado – UV	116,1 ± 21,3
<b>Soldagem por Indução</b>	PEEK soldado	120,7 ± 8,0
	PEEK soldado – higro	119,7 ± 7,6
	PEEK soldado – névoa salina	108,9 ± 11,9
	PEEK soldado – UV	104,5 ± 10,9

Fonte: Produção do próprio autor.

Após a realização do condicionamento higrotérmico em amostras soldadas por resistência elétrica, foi observado um aumento de 14,7 % na resistência ao cisalhamento Iosipescu, enquanto que estes valores praticamente se mantiveram constantes após os demais condicionamentos. Porém, quando considerado os respectivos desvios-padrão, o ganho no desempenho mecânico destas amostras com o condicionamento higrotérmico é muito pequeno.

Este comportamento foi provavelmente devido a existência do efeito da reticulação na matriz polimérica, podendo ser atribuído a formação de interações secundárias tais como interações de van der Waals e/ou ligações de hidrogênio entre as cadeias poliméricas de éteres e cetonas. Os polímeros com grupamentos éteres e cetonas são menos resistentes à hidrólise, pois são mais polares, podendo aumentar sua interação com a água, como é o caso do PEEK. O fenômeno de plasticização pode aumentar, ainda, as tensões residuais e aumentar a viscoelasticidade do polímero.

As amostras soldadas por indução apresentaram valores de cisalhamento Iosipescu no mesmo intervalo que as demais amostras soldadas por resistência elétrica, porém o condicionamento higrotérmico nas amostras soldadas por indução, não causou um impacto

relevante como nas amostras soldadas por resistência elétrica. Além disso, neste conjunto de amostras soldadas por indução, os resultados da tensão cisalhante para as amostras condicionadas por névoa salina e UV apresentaram valores inferiores em relação as amostras que não foram condicionadas, diferentemente dos demais conjuntos de amostras (prensadas e soldadas por resistência). Porém, ao considerar os valores dos desvios-padrão, a tensão cisalhante fica próxima à tensão do laminado soldado, e assim, a perda do desempenho mecânico é pequeno.

Os valores obtidos a partir deste trabalho podem ser comparados com os resultados encontrados por Costa (2012), para o laminado PPS reforçados com fibras de vidro e de carbono, conforme apresentado na Tabela 22.

Tabela 22 - Valores de tensão máximas para ensaio Iosipescu (COSTA, 2012).

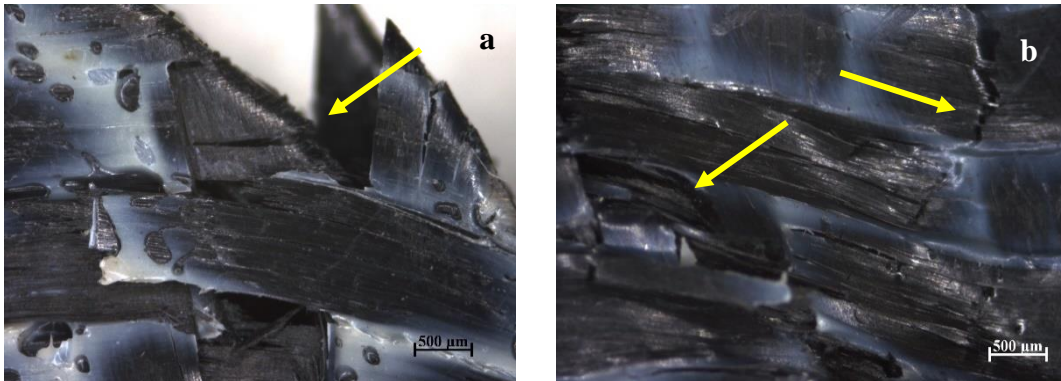
<b>Amostras</b>	<b>Média da tensão de cisalhamento (MPa)</b>
Não soldado	138,4 ± 8,8
Soldado seco	150,5 ± 8,1
Soldado/névoa salina	147,1 ± 5,9
Soldado/higrotérmico	136,8 ± 6,8
Soldado/higrotérmico/ciclagem térmica	133,2 ± 4,7
Soldado/ciclagem térmica 3000	125,6 ± 10,1

Fonte: Produção do próprio autor.

Desse modo, pode ser observado que os valores obtidos para as amostras de PEEK/fibras de carbono estão de acordo com os resultados encontrados em literatura para o laminado híbrido de PPS/fibras de carbono/fibras de vidro, sendo ambas matrizes termoplásticas polares.

A Figura 64 (*a* e *b*) apresenta a imagem por estereomicroscopia das fraturas da amostra prensada (10x de ampliação) após a realização do ensaio Iosipescu. A partir destes resultados podem ser observadas as fraturas e como o laminado resistiu à carga aplicada, pois as fibras de carbono também foram fraturadas. Já a Figura 65 apresenta o corpo de prova após a realização do ensaio. As setas em amarelo mostram as fraturas no entalhe.

Figura 64 - Análise por estereomicroscopia da amostra prensada após a realização do cisalhamento por Iosipescu.



Fonte: Produção do próprio autor.

A fratura apresentada pela seta em amarelo no corpo de prova na Figura 65 está de acordo com a ilustração fornecida na norma técnica utilizada para o ensaio (ASTM D5379). Esse tipo de fratura é comum no ensaio, além de ser um dos tipos de fratura que são aceitas pela norma.

Figura 65 - Amostra fraturada de Iosipescu.



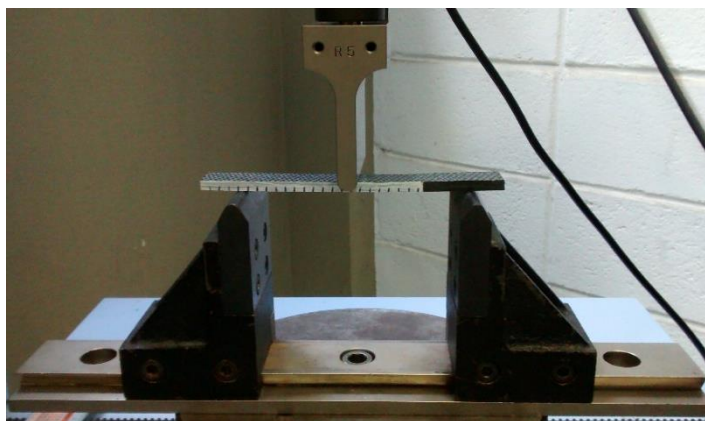
Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.7.3 ENF - *End Notched Flexure*

Durante a realização deste trabalho de pesquisa, o ensaio de ENF (*End Notched Flexure*) foi realizado visando a obtenção da tenacidade à fratura  $G_{IIc}$  (taxa de liberação de energia de deformação no modo II). Neste modo, a fratura ocorre pelo deslocamento relativo entre as superfícies da falha em direções opostas, ou seja, por cisalhamento no plano.

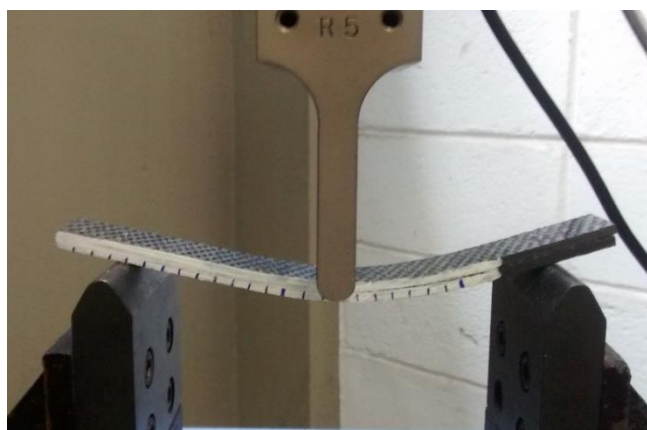
As Figuras 66 e 67 apresentam o dispositivo e amostra momentos antes do ensaio ser iniciado e a amostra sendo flexionada, respectivamente.

Figura 66 - Amostra e dispositivo utilizado para o ensaio de ENF.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 67 - Amostra sendo flexionada.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 23 fornece os resultados provenientes do ensaio ENF para todas as amostras estudadas neste trabalho.

Analisando primeiramente as amostras de PEEK/FC prensadas com as demais, podem ser observados os valores mais elevados de  $G_{IIC}$  (aproximadamente duas vezes mais elevado quando comparado aos demais), concordando com os demais resultados encontrados nos ensaios anteriormente apresentados. Este comportamento pode ser atribuído a não existência da malha metálica na interface de soldagem, que atua como um concentrador de propagação de trincas, facilitando a indução da trinca na região central da amostra, e portanto, reduzindo estes valores.

Analisando as amostras soldadas tanto por indução quanto por resistência elétrica, observa-se que nenhum dos condicionamentos realizados alteram significativamente os valores do módulo  $G_{IIC}$ , considerando seus respectivos desvios-padrões. Por outro lado, ao comparar os valores do módulo  $G_{IIC}$  para as amostras soldadas por resistência elétrica e indução, verifica-se

uma redução de 56,1 % nas amostras soldadas por indução e, portanto, para este tipo de carregamento, as amostras soldadas por resistência elétrica apresentam melhores valores do módulo  $G_{IIc}$  do que as amostras soldadas por indução.

Este resultado pode ser devido ao modo como as amostras foram soldadas por indução (vide Materiais e Métodos) e com isso os resultados foram prejudicados. Ambos conjuntos de amostras de ENF foram soldados por partes, porém, na soldagem por resistência elétrica somente a região a ser soldada estava em contato com a prensa, pois era delimitada pela malha metálica, já nas amostras soldadas por indução não era possível distinguir claramente a região seguinte a ser soldada, com isso, pode ter ocorrido pequenas regiões nas amostras de ENF que foram soldadas duas vezes.

Tabela 23 - Resultados provenientes dos ensaios de ENF.

<b>Amostra</b>	<b>Média da tensão máxima de cisalhamento (MPa)</b>	<b>Média da tensão de ruptura (MPa)</b>	<b>Modo <math>G_{IIc}</math> (J/mm)</b>
PEEK prensado	801,5 ± 58,6	795,9 ± 57,6	1114,8 ± 157,2
PEEK soldado – Resistência	341,9 ± 55,9	314,6 ± 50,7	679,6 ± 346,0
PEEK soldado Resistência – higro	434,9 ± 127,3	408,2 ± 126,7	777,3 ± 317,0
PEEK soldado Resistência – névoa salina	334,3 ± 25,5	296,2 ± 34,4	809,8 ± 333,8
PEEK soldado Resistência – UV	449,5 ± 111,9	414,9 ± 115,7	724,4 ± 421,4
PEEK soldado – Indução	92,6 ± 17,7	66,8 ± 8,6	298,1 ± 28,7
PEEK soldado Indução – higro	345,3 ± 61,9	229,6 ± 18,9	309,1 ± 32,2
PEEK soldado Indução – névoa salina	387,3 ± 88,9	329,6 ± 67,4	263,8 ± 92,8
PEEK soldado Indução – UV	341,0 ± 28,5	263,1 ± 11,8	386,7 ± 28,7

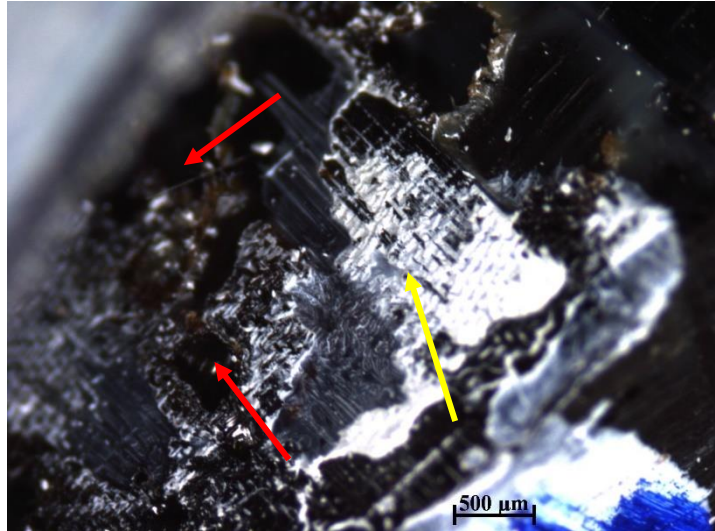
Fonte: Produção do próprio autor.

A partir dos resultados encontrados de ENF, pode-se concluir que tensão máxima média cisalhante é próxima da tensão média de ruptura. Já o modo de tenacidade à fratura é relativamente baixo, ao comparar com valores disponíveis na literatura para outros compósitos envolvendo matrizes termoplásticas e fibras de carbono (BOTELHO, 2002).

A Figura 68 apresenta uma imagem, com ampliação de 10x realizada no estereomicroscópio, do corpo de prova soldado para o ensaio de ENF após ser ensaiado. Na imagem é possível observar que a soldagem foi bem realizada, pois a malha encontra-se

incrustada com a matriz polimérica (setas em vermelho), sendo também perceptível a resistência da malha ao ser tracionada durante o ensaio, como mostrado pela seta em amarelo.

Figura 68 - Análise por estereomicroscopia da amostra de ENF fraturada.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 69 apresenta o corpo de prova de ENF soldado por resistência elétrica após o ensaio, para ilustração. A partir desta figura pode ser observado que houve um arrancamento de uma parte da malha metálica (seta amarela), mas ainda assim, a maior área da malha resistiu ao carregamento (seta azul), pois ficou ancorada na amostra, sugerindo que a soldagem foi realizada de modo adequado.

Figura 69 - Imagem da amostra de ENF fraturada.



Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.8. FRACTOGRAFIA CORRELATIVA

A análise de fractografia correlativa foi realizada objetivando avaliar as fraturas obtidas, com um detalhamento superior, pois sobrepõem imagens obtidas no microscópio óptico com imagens observadas no MEV. Para a utilização desta técnica, a área da fratura é localizada



primeiramente no microscópio óptico e em seguida, a mesma área é localizada automaticamente no MEV. Após isso, as imagens são sobrepostas, e utilizando o programa Image-J, é possível controlar o contraste e adicionar a escala.

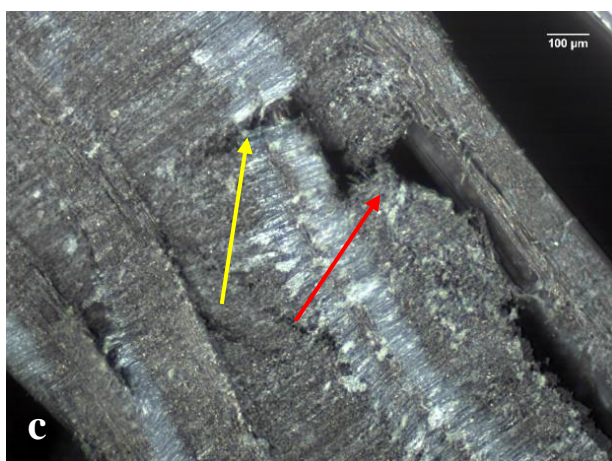
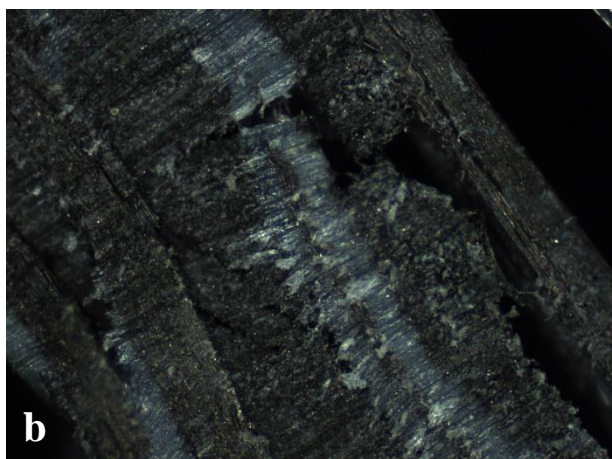
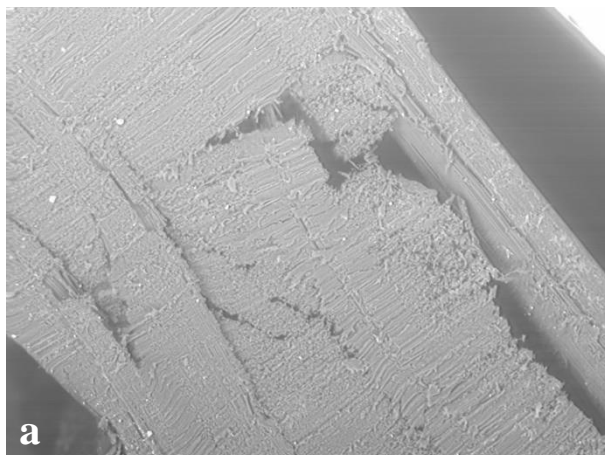
Para este ensaio, foram utilizadas 2 (duas) ampliações, sendo estas a 50X e 200X. Além disso, com a utilização do MEV, as imagens foram obtidas nos dois modos, VPSE (elétrons secundários) e BSE (elétrons retroespalhados).

Uma vez que para a realização deste ensaio são necessárias amostras de pequenas dimensões, somente foram avaliadas amostras provenientes das análises de CST.

A Figura 70 apresenta a mesma região fraturada da amostra como recebida, em (a) obtida no MEV, no modo BSE, em (b) no microscópio óptico e em (c) a sobreposição da imagem feita no MEV com a imagem proveniente do microscópio óptico.

Na Figura 70 (c) a seta amarela apresenta a região que foi cisalhada durante a realização do ensaio, o que em seguida, levou à região indicada pela seta vermelha, na qual houve a separação das camadas devido à tensão suportada.

Figura 70 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC como recebida após a realização do ensaio de CST: (a) MEV-BSE (50x); (b) Microscopia óptica (50x); (c) Sobreposição (50x).



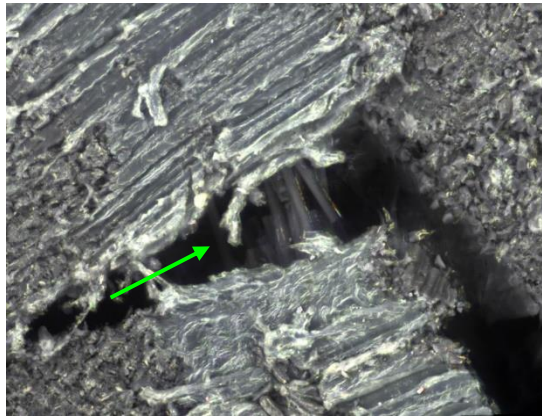
Fonte: Produção do próprio autor.

Pode ser observado que, embora a sobreposição forneça detalhes da fratura, os mesmos são observados apenas com a utilização da microscopia óptica, ou seja, o uso do MEV pode não ser necessário e nem adequado em alguns casos.

Na Figura 71 é apresentada a mesma região, evidenciada pela seta amarela na Figura 70(c), porém com ampliação de 200x.

A seta verde na Figura 71 apresenta as fibras de carbono no interior da fratura, as quais foram rompidas devido ao esforço mecânico. Nesta figura é apresentada somente a sobreposição das imagens obtidas no MEV e no microscópio óptico.

Figura 71 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC como recebida após a realização do ensaio por CST: sobreposição das imagens obtidas no MEV (VPSE(200x)) e no microscópio óptico.



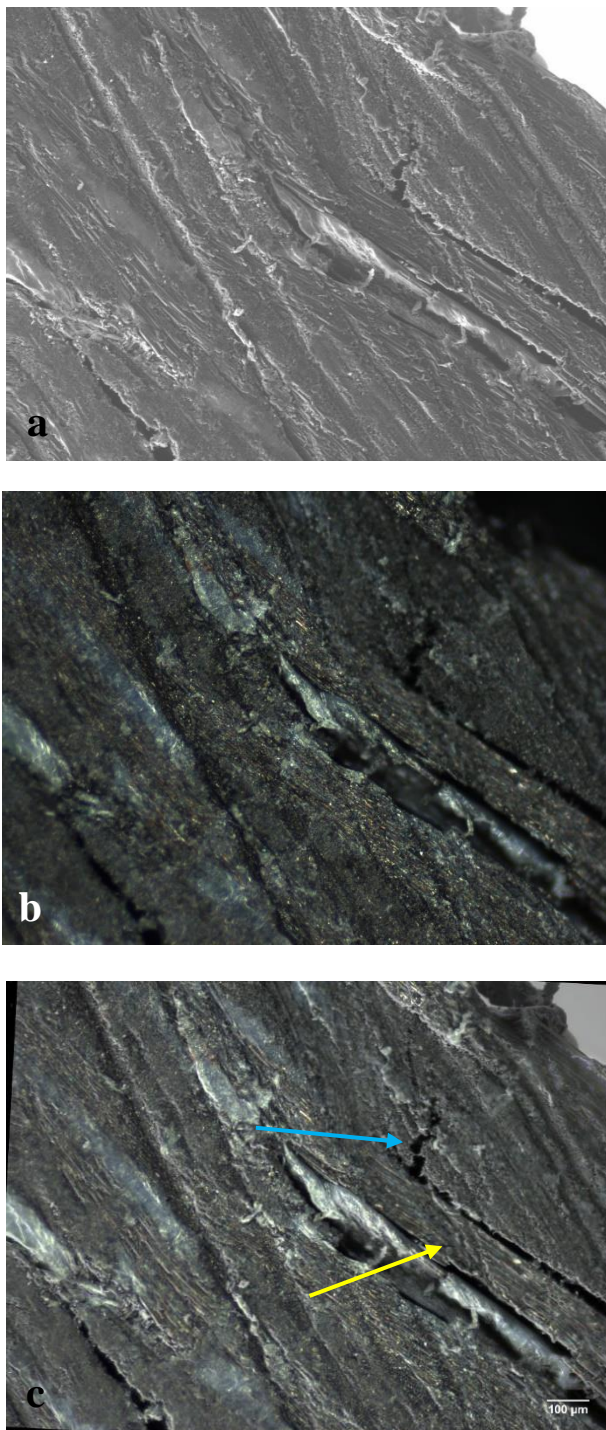
Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 72 apresenta uma micrografia da amostra de PEEK/FC prensada, com ampliação de 50x. Na Figura 4(a) é apresentada a imagem obtida a partir do MEV, no modo VPSE, em (b) a mesma região, porém realizada no microscópio óptico e em (c) a sobreposição das duas anteriores.

Na Figura 72 (c), a fratura indicada pela seta azul é o local onde houve a falha devido à tensão cisalhante, seguida da separação das camadas, apresentada pela seta amarela. O mesmo ocorreu com a amostra como recebida, apresentada anteriormente.

Nesta mesma figura fica evidenciado o mesmo evento da amostra como recebida, o uso do MEV pode ser dispensado, pois as regiões observadas na microscopia óptica fornecem um detalhamento melhor do relevo do que a imagem obtida pelo MEV.

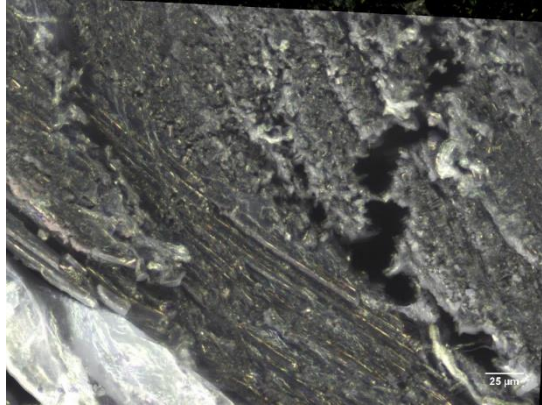
Figura 72 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC prensada após a realização do ensaio por CST: (a) MEV-VPSE (50x); (b) Microscopia óptica (50x); (c) Sobreposição (50x).



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 73 apresenta a mesma região da Figura 72, a qual está indicada na Figura 72 (c) pela seta azul, porém com um aumento de 200x. Esta imagem é a sobreposição das imagens obtidas no MEV (modo VPSE) e no microscópio óptico, com uma ampliação do detalhe da trinca.

Figura 73 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC prensada após a realização do ensaio por CST: sobreposição das imagens provenientes do MEV (VPSE (200x)) e do microscópio óptico.



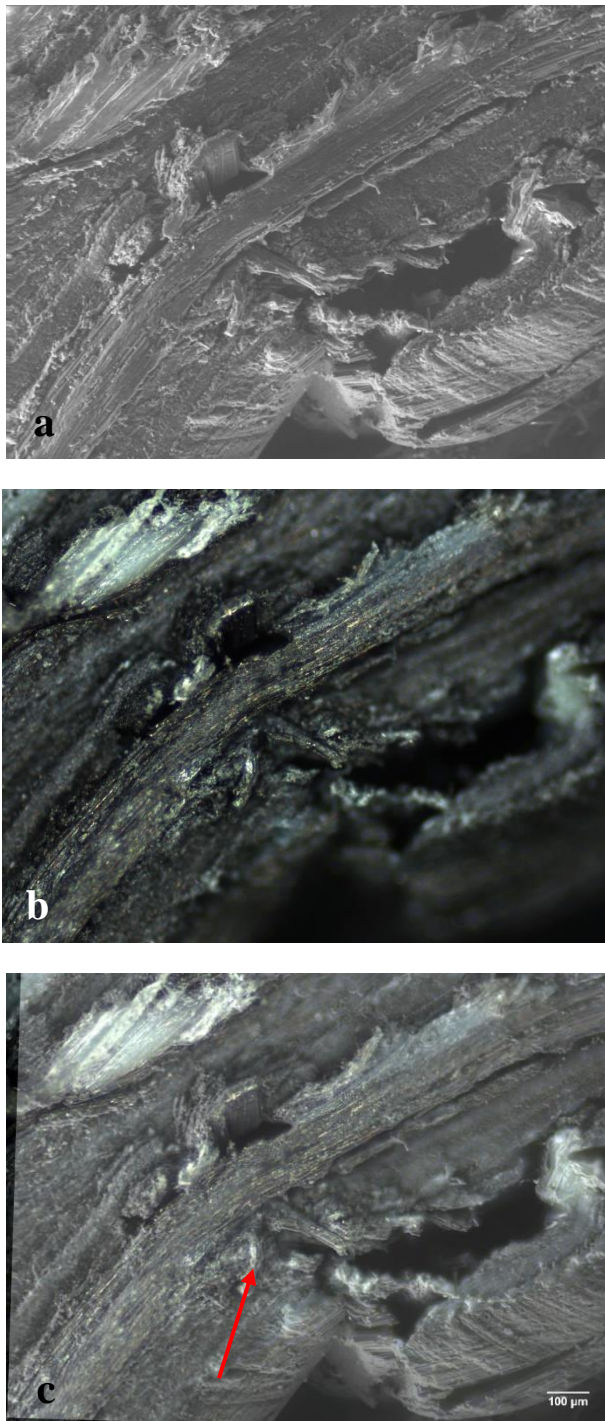
Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 74 apresenta a fratura da amostra soldada por resistência elétrica, com uma ampliação de 50x. Na Figura 66(a) é mostrada a imagem obtida no MEV (modo VPSE), em (b) é apresentado a imagem obtida no microscópio óptico e em (c) a sobreposição das duas anteriores.

A partir destes resultados pode ser observado que a amostra apresentou elevada resistência à tensão cisalhante, o que pode ser comprovado pela elevada deformação nesta região. A fratura se inicia onde a seta vermelha está indicando, seguindo da separação das camadas, assim como observado nas amostras anteriores.

Além disso, a sobreposição das imagens fornece os mesmos detalhes que a microscopia óptica, sendo mais fácil o entendimento do relevo da amostra, o qual é também facilitado devido a imagem ser colorida.

Figura 74 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC soldada por resistência elétrica após a realização do ensaio por CST: MEV-VPSE (50x); (b) Microscopia óptica (50x); (c) Sobreposição (50x).

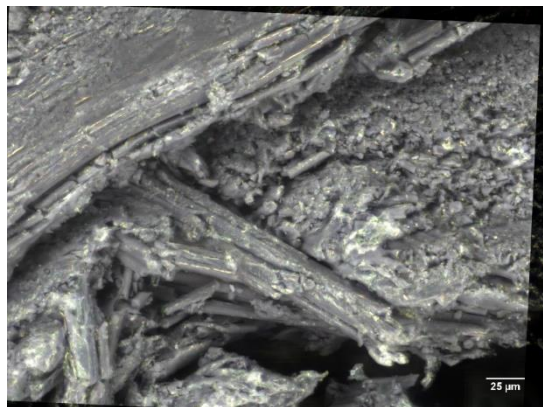


Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 75 apresenta a mesma região de fratura indicada na Figura 74 (c) pela seta amarela, porém com ampliação de 200x. Esta imagem é a sobreposição das imagens obtidas no MEV (modo BSE) e no microscópio óptico.

Na Figura 75 é possível visualizar as fibras de carbono fraturadas devido ao esforço sofrido durante a realização do ensaio mecânico de CST.

Figura 75 - Análise fractográfica da amostra PEEK/FC soldadas por resistência elétrica após a realização do ensaio por CST: BSE (200x).



Fonte: Produção do próprio autor.

## 4.9 ANÁLISES TÉRMICAS

### 4.9.1 Análise Dinâmico Mecânica (DMA)

Durante o desenvolvimento deste trabalho, a análise de DMA foi realizada com o propósito de se verificar a temperatura de transição vítrea, assim como possíveis variações no comportamento viscoelástico dos laminados em estudo. Para termoplásticos, como no caso da matriz PEEK, a temperatura de trabalho é definida com base nas temperaturas de transição vítrea, degradação e fusão/amolecimento (SANGERMANO et. al., 2008). Nesta análise a temperatura de transição vítrea pode ser obtida a partir de três diferentes dados disponíveis na curva de DMA sendo estes: *onset* do módulo de armazenamento ( $E'$ ); pico no módulo de perda ( $E''$ ) e pico no módulo  $\tan \delta$ .

A Tabela 23 apresenta os valores da temperatura de transição vítrea obtidos a partir destes 3 diferentes métodos. Na literatura (Tabela 1) é encontrado o valor para esta temperatura como sendo 143 °C para a matriz polimérica do PEEK (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011), (o mesmo é fornecido no *Data Sheet* – Apêndice B).

Com o propósito de ser realizada uma análise mais conservadora, optou-se neste trabalho pela escolha da avaliação da temperatura de transição vítrea a partir da análise da curva de  $E'$ , porém, pode ser observado na Tabela 23, que todas as demais formas para esta avaliação ( $E''$  e  $\tan \delta$ ) seguem esta mesma tendência. A partir dos resultados encontrados por  $E'$ , pode ser observado que o valor da temperatura de transição vítrea, quando comparado os laminados

como obtido e o prensado, aumentou em aproximadamente 7 °C, ou seja, em 6 %. Este resultado garante a qualidade da compactação do laminado, promovido a partir da moldagem por compressão a quente, no que se refere ao seu desempenho térmico, auxiliando na validação da utilização desta técnica para aumentar a espessura do laminado em estudo.

Conforme pode ser observado, a temperatura de transição vítrea das amostras de PEEK/FC prensadas analisadas sem condicionamento ambiental é de 118 °C (obtido a partir do E'), sendo este valor 12 %, 2 % e 11 % inferior aos encontrados para as amostras submetidas aos condicionamentos higrotérmico, por névoa salina e por radiação UV, respectivamente. Desta forma, a análise da temperatura de transição vítrea obtida pela curva de E' (método mais conservativo) (Tabela 23), evidencia o efeito principalmente da umidade e da radiação UV na T<sub>g</sub> deste material.

O aumento na T<sub>g</sub> observada pelos três métodos de determinação (*onset* E', pico E'' e pico tan δ), sugere que o condicionamento higrotérmico promoveu efeitos de reticulação na matriz polimérica dificultando a movimentação das cadeias poliméricas com o aumento da temperatura. Uma vez que também o aumento da T<sub>g</sub> foi evidenciado quando da incidência da radiação UV, este comportamento mostra claramente o ganho do componente elástico do material, causado pela sinergia dos efeitos da radiação ultravioleta e da umidade do ambiente de condicionamento. O aumento do módulo elástico indica o aumento da rigidez do compósito após a exposição à radiação ultravioleta.

Ainda, a partir da avaliação da Tabela 24, pode ser observado que a temperatura de transição vítrea das amostras soldadas por resistência elétrica e por indução, apresentaram um aumento de 6 % e 10 %, aproximadamente (avaliada a partir da curva de E'). Este comportamento também pode estar relacionado a indução de uma maior reticulação da matriz polimérica durante os processos de soldagem, seja por resistência, seja por indução.

Entretanto, os efeitos dos condicionamentos ambientais foram menos deletérios nas amostras soldadas, quando comparadas a não soldadas, uma vez que em todos os casos foram observadas variações nunca superiores a 9 % na temperatura de transição vítrea. Considerando as amostras soldadas por resistência elétrica, o condicionamento mais agressivo foi o condicionamento higrotérmico, sendo observado neste caso uma redução de 9% na T<sub>g</sub>, e desta forma, indicando que ocorreu a plasticização da matriz, com diminuição do módulo elástico e da rigidez do compósito. Já para o laminado soldado por indução, o condicionamento mais deletério foi aquele realizado em câmara de névoa salina. Este condicionamento pode agir de forma mais intensa na região de borda onde se localiza a malha metálica, uma vez que elementos metálicos são mais susceptíveis aos efeitos associados de umidade, temperatura e



salinidade. Porém, nesse caso, provavelmente, uma vez que o laminado utilizado para a soldagem por indução apresentava espessuras menores, este condicionamento foi mais evidente, neste caso. As curvas obtidas encontram-se no Anexo C.

Tabela 24 - Resultados de DMA provenientes das amostras analisadas.

Amostra	Tg por E' (°C)	Tg por E'' (°C)	Tg por tan δ (°C)
PEEK/fibras de carbono	111	143	149
PEEK prensado	121	147	153
PEEK prensado – higro	134	141	144
PEEK prensado – névoa salina	124	146	148
PEEK prensado – UV	134	143	146
PEEK – resistência	125	146	150
PEEK – resistência – higro	114	141	145
PEEK – resistência – névoa salina	127	145	150
PEEK – resistência – UV	122	144	146
PEEK – indução	139	150	155
PEEK – indução – higro	134	148	153
PEEK – indução – névoa salina	128	148	153
PEEK – indução – UV	134	149	153

Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.9.2 Análise Termomecânica - TMA

A Tabela 25 apresenta os resultados de TMA, tanto com os valores dos coeficientes de expansão térmica linear quanto com as temperaturas de transição vítrea.

Com relação ao coeficiente de expansão térmica linear, o intervalo de valores fornecido pela literatura (REZENDE, COSTA, BOTELHO, 2011), é  $40 - 108 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  para o PEEK. Desta forma, a partir dos resultados encontrados na Tabela 25, pode-se observar que o laminado PEEK/FC avaliado neste estudo apresenta valores próximos aos relatados em literatura ( $9.3 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ ), porém, tanto a amostra prensada quanto as soldadas apresentam valores maiores. Este aumento proporcionado na amostra prensada pode ser justificado por este processo ter resultado em uma maior compactação no material, e conseqüentemente auxiliado no processo de condução térmica da amostra. Já as amostras soldadas por resistência, como apresentam um elemento metálico em seu interior, naturalmente irão conduzir melhor o calor. É importante

ressaltar que a condutividade térmica foi a mesma, tanto para amostras soldadas por resistência elétrica quanto por indução, significando que este aumento independe do processo de união e sim é sensível a presença do elemento resistivo. Este fato também explica o motivo pelo qual nenhum condicionamento influenciou significativamente na condutividade térmica dos laminados soldados.

Na avaliação por TMA também foi confirmado que não houveram alterações significativas na Tg devido ao processo de moldagem por compressão à quente e também devido aos processos de soldagens. Em todos os casos, as temperaturas de transição vítrea ficaram próximas à fornecida pelo *Datasheet* (Apêndice B). Porém, alterações na Tg foram observadas nas amostras condicionadas. As amostras prensadas e condicionadas em câmara higrotérmica apresentaram reduções de 10% na Tg, enquanto que amostras prensadas e condicionadas em câmara de névoa salina apresentaram aumentos de 6 % nesta propriedade. As mesmas alterações foram evidenciadas nas amostras soldadas e condicionadas, sendo observado que para as amostras soldadas por resistência elétrica estas sofreram uma diminuição de 19 %, 19 % e 13 % quando submetidas aos condicionamentos higrotérmicos, por névoa salina e radiação UV, respectivamente e as amostras soldadas por indução sofreram reduções de 24 % e 21 % quando submetidas aos condicionamentos por névoa salina e radiação UV, respectivamente, não apresentando alterações após o condicionamento higrotérmico. Desta forma, quando analisado por TMA, foi observado que as amostras soldadas são mais susceptíveis ao condicionamento por névoa salina, o que pode ser explicado devido a presença da malha metálica na interface de soldagem deste material.

O coeficiente foi analisado no intervalo de 40-80 °C.

Tabela 25 - Resultados de TMA obtidos para as amostras analisadas.

<b>Amostras</b>	<b>Coefficiente de expansão térmica linear (K<sup>-1</sup>)</b>	<b>Tg - TMA (°C)</b>
PEEK/fibras de carbono	5,7 x 10 <sup>-5</sup>	145
PEEK prensado	5,9 x 10 <sup>-5</sup>	137
PEEK prensado – higro	5,8 x 10 <sup>-5</sup>	124
PEEK prensado – névoa salina	4,3 x 10 <sup>-5</sup>	145
PEEK prensado – UV	5,1 x 10 <sup>-5</sup>	134
PEEK – resistência	5,9 x 10 <sup>-5</sup>	148
PEEK – resistência – higro	5,4 x 10 <sup>-5</sup>	120
PEEK – resistência – névoa salina	4,8 x 10 <sup>-5</sup>	119
PEEK – resistência – UV	5,0 x 10 <sup>-5</sup>	131
PEEK – indução	3,3 x 10 <sup>-5</sup>	153
PEEK – indução – higro	8,0 x 10 <sup>-5</sup>	153
PEEK – indução – névoa salina	1,1 x 10 <sup>-4</sup>	117
PEEK – indução – UV	8,6 x 10 <sup>-5</sup>	122

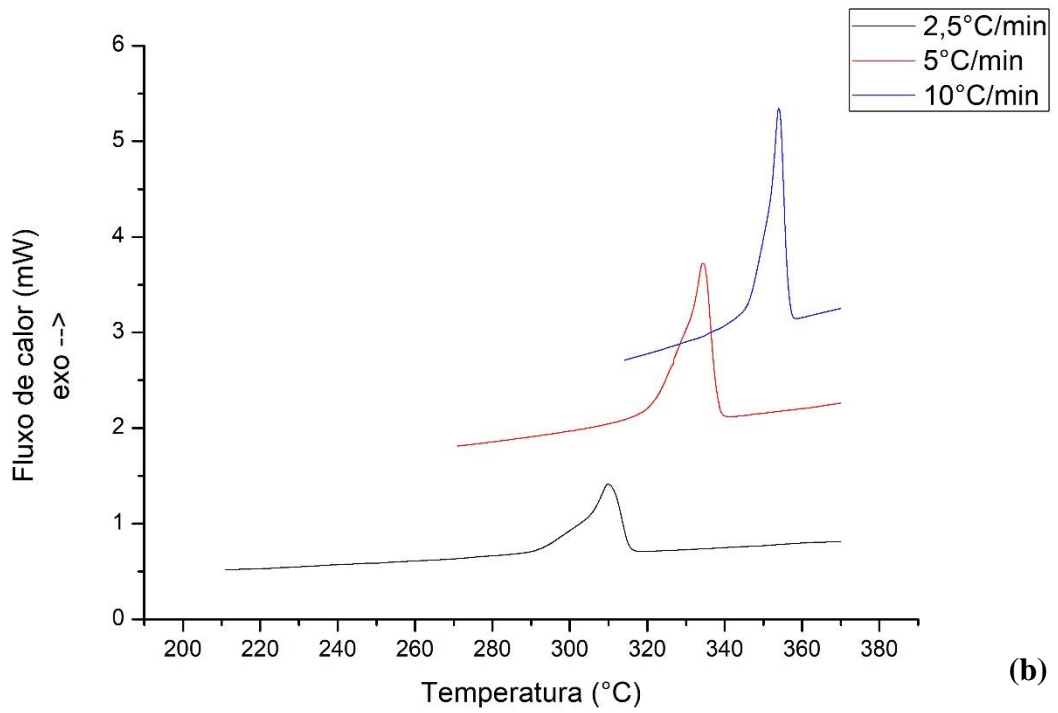
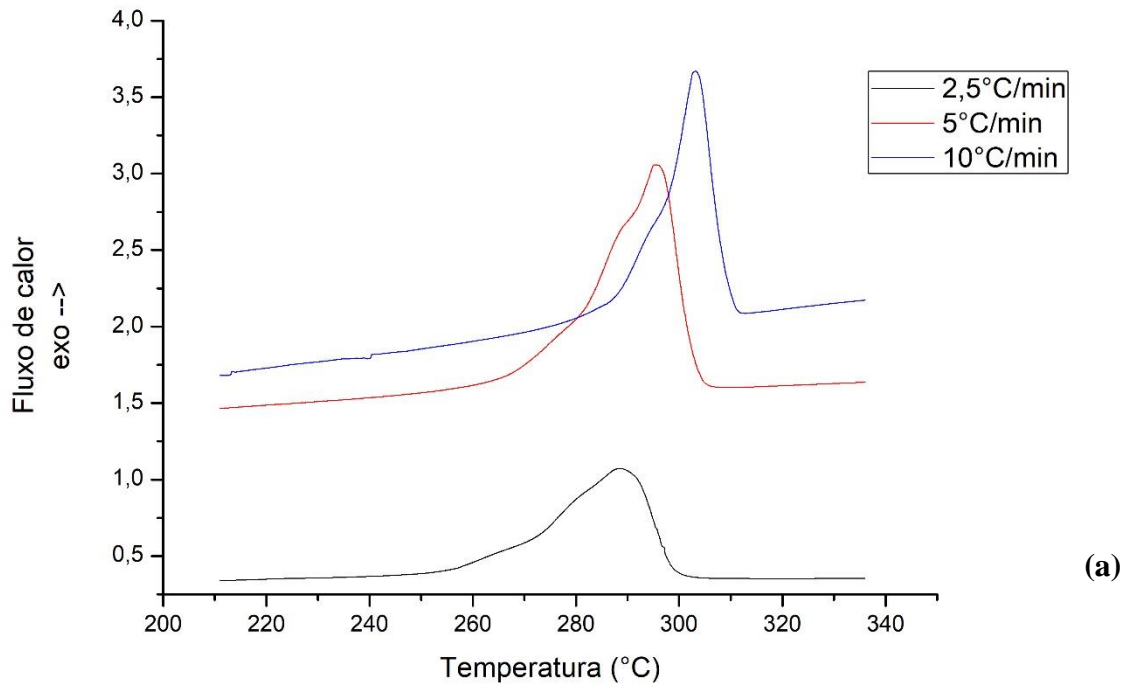
Fonte: Produção do próprio autor.

#### 4.9.3 Cinética de Cristalização

Com o propósito de avaliar diferenças na cristalização da matriz polimérica induzidas pela utilização de diferentes processos de soldagem (resistência elétrica e indução), estudos envolvendo cinética de cristalização foram realizados neste material.

As Figuras 76, 77 e 78 apresentam os gráficos com os dados da cinética de cristalização para as amostras soldadas por resistência elétrica e por indução. A Figura 76 apresenta as curvas de DSC para ambas amostras, quando analisadas em 3 (três) diferentes taxas de resfriamento.

Figura 76 – Curvas de cristalização obtidas por DSC: (a) soldagem por resistência elétrica; (b) soldagem por indução.



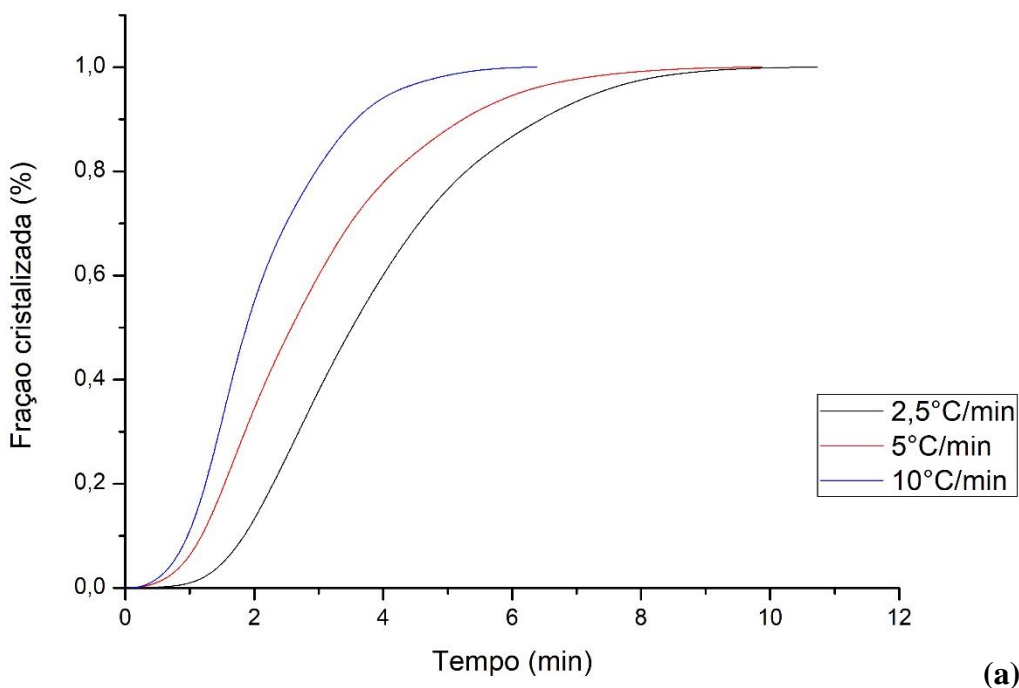
A Tabela 26 apresenta as temperaturas de pico para as curvas de cristalização para ambas as amostras mostradas na Figura 76. As temperaturas de pico foram maiores para as amostras soldadas por indução, indicando que a estrutura pode cristalizar mais rapidamente.

Taxas	Resistência	Indução
2,5 °C/min	288	309
5 °C/min	295	334
10 °C/min	303	354

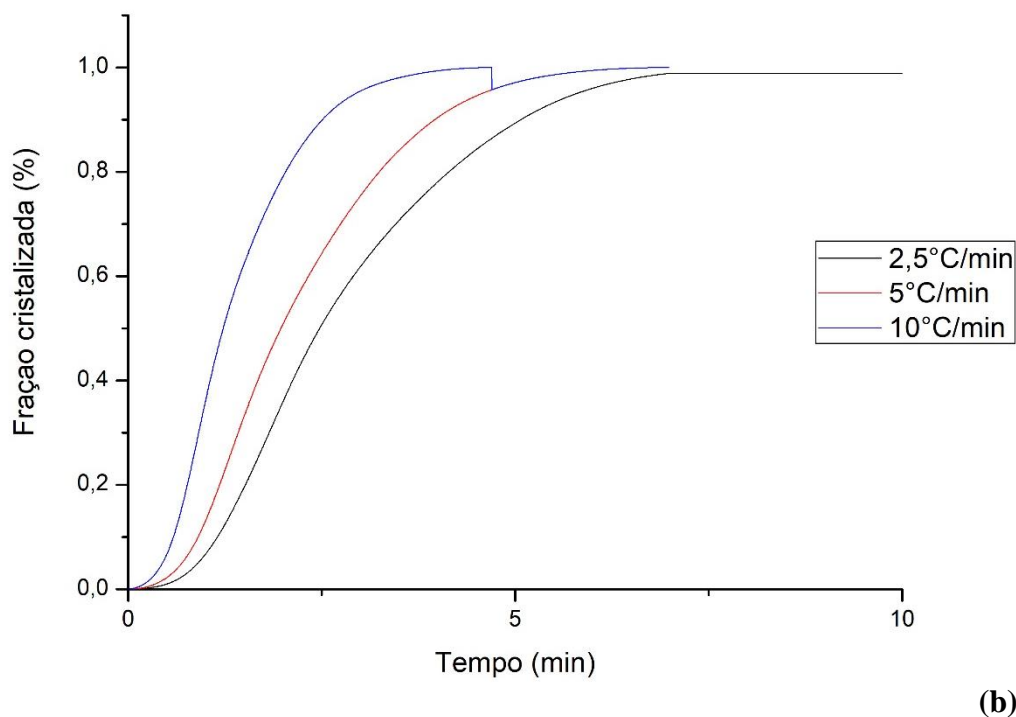
Fonte: Produção do próprio autor.

A partir dos resultados obtidos pelas análises preliminares de DSC, envolvendo três diferentes taxas de aquecimento (Figura 76), foi possível a obtenção da Figura 77, a qual apresenta os gráficos envolvendo a fração cristalizada da matriz polimérica em função do tempo. Estes resultados também evidenciam semelhança nos intervalos, além de apresentar coerência na distribuição das curvas, em relação às taxas de aquecimento utilizadas.

Figura 77 - Gráficos da fração cristalizada em função com o tempo de análise: (a) soldagem por resistência elétrica; (b) soldagem por indução



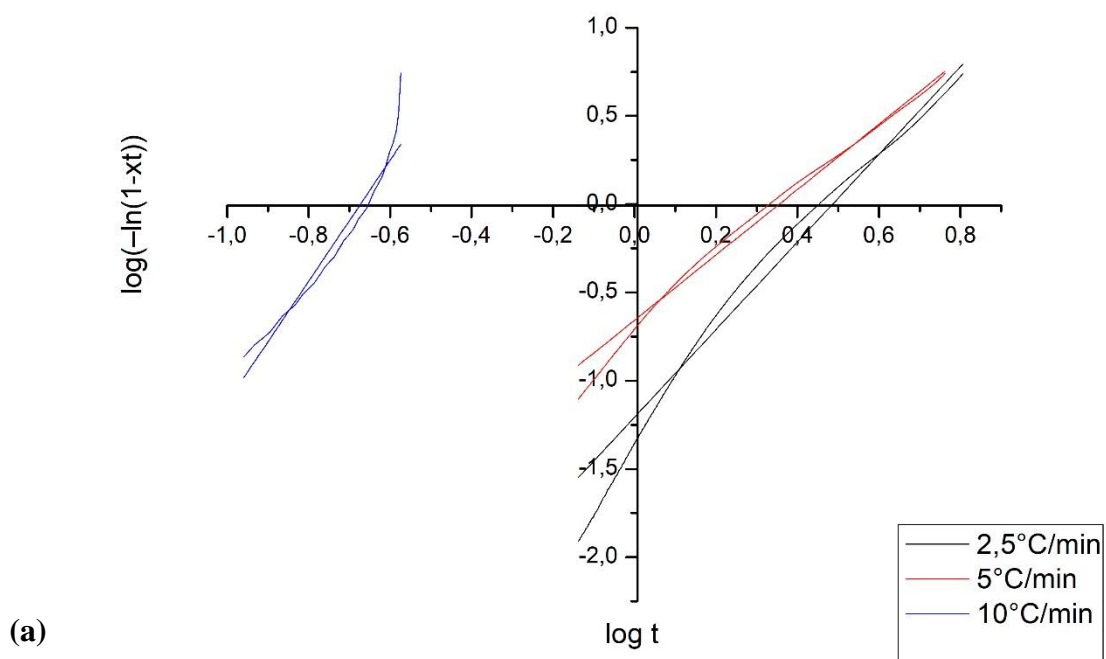
(a)

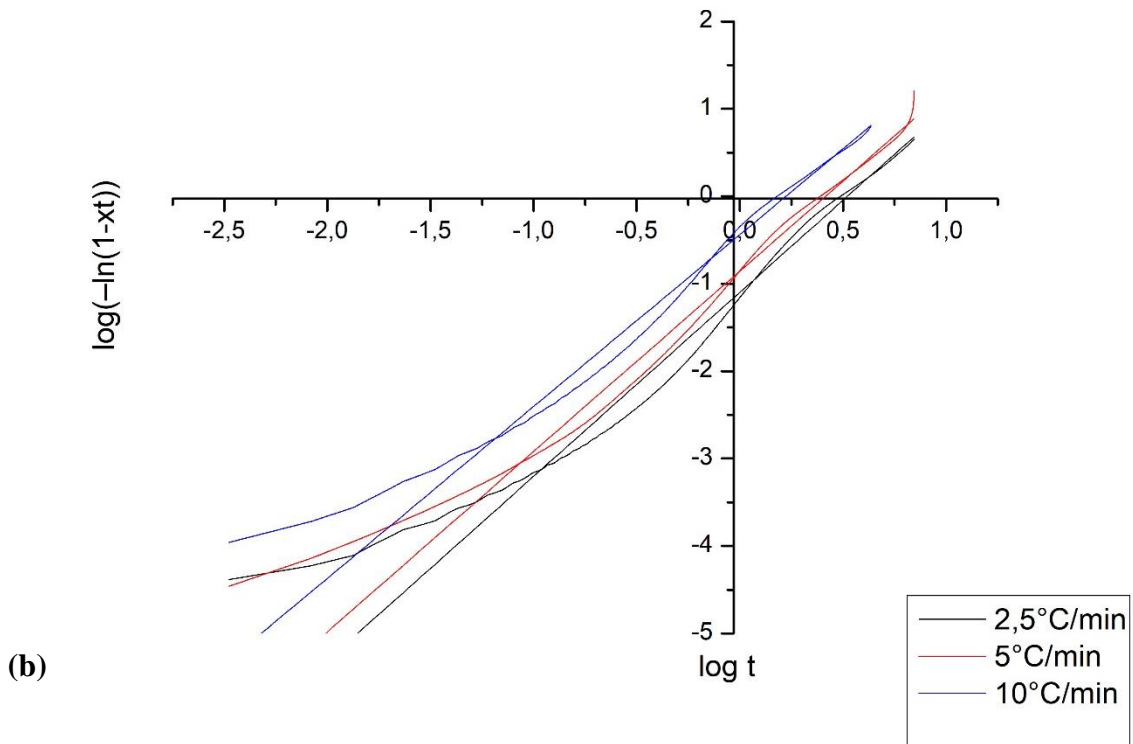


Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 78 apresenta as curvas de Avrami para as amostras soldadas por resistência (a) e soldadas por indução (b).

Figura 78 - Gráficos da curva de Avrami: (a) soldagem por resistência; (b) soldagem por indução.





Fonte: Produção do próprio autor.

A Tabela 27 apresenta os valores de  $R^2$  e as equações de retas obtidos a partir das curvas de Avrami na Figura 78. Os altos valores de  $R^2$  justificam que o processo está bem ajustado ao modelo.

Tabela 27 - Equações e valores de  $R^2$  obtidos a partir das curvas de Arami

	<b>Soldagem por resistência</b>	<b>Soldagem por indução</b>
<b>2,5 °C/min</b>	$2,4826x - 1,20696$ $R^2 = 0,97997$	$2,10578x - 1,09743$ $R^2 = 0,98328$
<b>5 °C/min</b>	$1,85151x - 0,65769$ $R^2 = 0,99199$	$2,06282x - 0,85605$ $R^2 = 0,98927$
<b>10 °C/min</b>	$3,43279x + 2,30942$ $R^2 = 0,94384$	$1,96575x - 0,43901$ $R^2 = 0,98715$

De acordo com a literatura (RIBEIRO, 2011), o valor do expoente de Avrami, o qual é representado pelo coeficiente angular da reta, varia de 1 a 4, dependendo da geometria do crescimento do cristal, os quais são apresentados na Tabela 28.

Tabela 28 - Valores dos expoentes de Avrami de acordo com a geometria de crescimento do cristal (FREITAG, 2009).

<b>Geometria de Crescimento</b>	<b>Nucleação</b>		
	<b>Instantânea</b>	<b>Esporádica</b>	<b>Heterogênea</b>
Esferulito	3	4	$4 > n > 3$
Disco	2	3	$3 > n > 2$
Bastão	1	2	$2 > n > 1$

Considerando os resultados obtidos neste trabalho (Figuras 78a e 78b), em relação ao coeficiente (n), este apresentou uma variação entre 2 e 4, para as amostras soldadas, desta forma, as geometrias apresentadas foram a de esferulito e a de disco. A geometria esferulítica já havia sido apresentada nos resultados do *Etching test*. Desse modo, pode-se dizer que o modelo foi adequado à matriz utilizada e devido à semelhança dos resultados, pode-se concluir que os processos de soldagens não induziram diferenças significativas na matriz polimérica no que diz respeito ao processo de cristalização do PEEK.



## CAPÍTULO 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 5.1. CONCLUSÕES

A análise global dos resultados obtidos neste trabalho permite concluir que os processos de soldagem, tanto por resistência elétrica quanto por indução, podem ser utilizados com sucesso para compósitos termoplásticos de PEEK/fibras de carbono, a partir das condições de processamento utilizadas nesta tese, para aplicações aeronáuticas. Destacam-se como principais conclusões:

- Em relação aos resultados obtidos para o laminado como recebido, os quais foram utilizados como materiais de referência, estes estão de acordo com os valores encontrados em literatura, confirmando que o material apresenta as especificações informadas;
- O laminado obtido a partir do processo de moldagem por compressão a quente, apresentou uma interface fraca entre as duas camadas compactadas, evidenciada a partir da inspeção por ultrassom. Porém, após a realização dos processos de soldagem (por resistência elétrica e por indução), este problema foi compensado uma vez que foi imposta à amostra uma nova prensagem. Desta forma, a metodologia proposta pode ser aplicada;
- As melhores condições para a realização do processo de soldagem por resistência elétrica para os compósitos estudados, avaliadas a partir do ensaio de *Lap Shear* associado com um adequado planejamento de experimentos, considerando a corrente elétrica, pressão e tempo de soldagem foram: 32 A, 1,5 MPa e 300 s, respectivamente. Para a soldagem por indução 50 s, 150N e 11 A.
- Os resultados provenientes das análises mecânicas e térmicas obtidos a partir da soldagem por resistência elétrica, mostraram que este processo é viável para aplicações estruturais, uma vez que os resultados referentes à temperatura de transição vítrea, cisalhamento Iosipescu, cisalhamento por CST e da tenacidade  $G_{IIc}$  foram similares àqueles encontrados para os laminados de PEEK/fibras de carbono não soldados, validando este processo quando considerados estes ensaios;
- Os resultados obtidos neste trabalho também evidenciam que a soldagem por indução pode ser realizada com sucesso para compósitos de PEEK/fibras de carbono, evidenciados pelos

ensaios de cisalhamento por Iosipescu, DMA, TMA e ENF. Porém, provavelmente devido a baixa espessura da amostra analisada, os resultados de cisalhamento por CST não foram conclusivos.

- As imagens obtidas pela estereomicroscopia revelaram a boa ancoragem entre a malha metálica e o laminado, na soldagem por resistência, além das fraturas típicas dos ensaios mecânicos, como nas amostras de Iosipescu;
- A partir dos resultados obtidos após a realização dos condicionamentos ambientais, foi constatado que o efeito de absorção de umidade, para as amostras tanto soldadas quanto não soldadas, foi mais relevante do que os efeitos provenientes da radiação UV ou da salinidade. Entretanto, mesmo o efeito higrotérmico não afetou significativamente a integridade do laminado, embora pequenas diferenças nos valores das propriedades mecânicas tenham sido observadas. Estes dados revelam que embora as moléculas de água provavelmente ocasionem um efeito de reticulação, concorrendo com o efeito plastificante sobre o sistema, provocando alterações nas propriedades térmicas e mecânicas do material, uma vez que não ocorreram alterações significativas nos valores de  $T_g$ , este efeito não ocasionou a criação de um “sistema modificado” e, conseqüentemente, alterações significativas da sua temperatura de serviço.
- As imagens obtidas a partir da microscopia correlativa mostraram que as amostras resistiram ao ensaio mecânico realizado, porém o ponto mais importante deste ensaio é mostrar que ao ser analisada uma imagem utilizando a correlação entre duas técnicas de microscopia e analisar a mesma área somente utilizando a técnica de microscopia óptica, pode-se obter as mesmas informações da fratura, e as vezes, com informações melhores em relação ao relevo. Assim, a técnica utilizando o MEV pode ser dispensada, utilizando somente a análise pelo microscópio óptico para o presente trabalho;
- A partir da análise por cinética de cristalinidade pode ser concluído que ambos os processos de soldagem induziram a processos de cristalização similares nas amostras soldadas, quando analisadas de acordo com o modelo de Avrami. Desta forma, em ambos os casos (amostras soldadas por resistência elétrica ou indução) são evidenciadas geometrias na forma de esferulito e disco. Para as amostras soldadas por indução, estes resultados foram confirmados a partir do ensaio de *etching test*.

- De um modo geral, ambos os processos de soldagem apresentaram resultados adequados, confirmando que as propriedades da matriz polimérica não foram prejudicadas, apesar da elevada temperatura imposta e da presença de um elemento contaminante (elemento resistivo metálico), após a realização da soldagem, viabilizando a utilização destes processos de união para aplicações estruturais.

## 5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar um estudo mais detalhado sobre a fratura de compósitos soldados, envolvendo outros ensaios mecânicos tais como impacto, DCB e fratura em modo misto e desta forma avaliar melhor a eficiência dos processos de soldagem em compósitos de PEEK/fibras de carbono;
- Estudo dos mecanismos de corrosão existentes na interface das amostras soldadas de PEEK/fibras de carbono;
- Avaliação do condicionamento por choque térmico sobre as propriedades mecânicas e térmicas de amostras de PEEK/fibra de carbono soldadas;
- Reavaliação por CST (cisalhamento interlaminar por compressão) dos compósitos soldados por indução;
- Comparação de outros métodos de soldagem com os utilizados neste trabalho;
- Desenvolver um padrão de inspeção por ultrassom de modo a relacionar atenuação com porosidade;
- Avaliar a condutividade térmica na trama e no urdume do elemento resistivo;
- Desenvolver um estudo mais detalhado sobre as cinéticas de cristalinidade induzidas a partir de diferentes métodos de soldagem.

## REFERÊNCIAS

AGEORGES, C.; YE, L. Resistance welding of thermosetting composite/thermoplastic composite joints. **Composites: Part A**, v. 32, p. 1603-1612, Dec. 2000.

AGEORGES, C.; YE, L. Simulation of Impulsive Resistance Welding for Thermoplastic Matrix Composites. **Composite Materials**, Netherlands, v. 8, p. 133-147, Dec. 1999.

AGEORGES, C.; YE, L.; HOU, M. Advances in fusion bonding techniques for joining thermoplastic matrix composites: a review. **Composites: Part A**, Sydney, v.32, p. 839-857, oct. 2000.8

AGEORGES, C.; YE, L.; HOU, M. Experimental investigation of the resistance welding for thermoplastic-matrix composites. Part I: heating element and heat transfer. **Composites Science and Technology**, Sydney, v. 60, p. 1027-1039, dec. 1999.

AGEORGES, C.; YE, L.; HOU, M. Experimental investigation of the resistance welding for thermoplastic-matrix composites. Part II: optimum processing window and mechanical performance. **Composites Science and Technology**, Sydney, v. 60, p. 1191-1202, jan. 2000.

AGEORGES, C.; YE, L.; MAI, Y.-W.; HOU, M. Characteristics of resistance welding of lap shear coupons. Part I: Heat transfer. **Composites: Part A**, Sydney, v. 29A, p. 899-909, jan. 1998.

AGEORGES, C.; YE, L.; MAI, Y.-W.; HOU, M. Characteristics of resistance welding of lap shear coupons. Part II: Consolidation. **Composites: Part A**, Sydney, v. 29A, p. 911-919, jan. 1998.

AGEORGES, C.; YE, L.; MAI, Y.-W.; HOU, M. Characteristics of resistance welding of lap shear coupons. Part III: Crystallinity. **Composites: Part A**, Sydney, v. 29A, p. 921-932, jan. 1998.

AHMED, T.J.; NINO, G.F.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Heat emitting layers for enhancing NDE of composites structures. **Composites: Part A**, Delft, v. 39, p. 1025-1036, feb. 2008.

AHMED, T.J. STAVROV, D.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Induction welding of thermoplastic composites – an overview. **Composites: Part A**, The Netherlands, v. 37, p.1638-1651, oct. 2005.

AMANCIO-FILHO, S.T.; dos SANTOS, J.F. Joining of polymers and polymer-metal hybrid structures: recent developments and trends. **Polymer Engineering and Science**, p. 1461-1476. 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **D5868**: *Lap Shear Adhesion Test for Fiber Reinforced Plastics*. Pennsylvania, 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **E1876-01**: Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. Pennsylvania, 2002.

ATCP Engenharia Física. São Carlos. Informativo Técnico-Científico ITC-ME/ATCP Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização. Disponível em: <[www.atcp.com.br/pt/produtos/caracterizacao-materiais.html](http://www.atcp.com.br/pt/produtos/caracterizacao-materiais.html)>. Acesso em: 09 fev. 2012.

ARIAS, M.; ZIEGMANN, G. The Impulse Resistance Welding: A new Technique for Joining Advanced Thermoplastic Composite Parts, **41st International SAMPE Symposium and Exhibition**, v. 41, n.2, p. 1361–1371. 1996.

BAERE, I.; VAN PAEPEGEM, W.; DEGRIECK, J. Fusion bonding of carbon fabric reinforced polyphenylene sulphide. In: EPJ Web of Conferences. 2010. Anais de EPJ Web of Conferences. 2010.

BATES, P. J.; TAN, S.; ZAK, G.; McLEOD, M. Shear strength and meltdown behavior of reinforced polypropylene assemblies. *Composites: Part A*, 40, 28–35, 2009.

BATISTA, N.L. **Influência do condicionamento ambiental no desempenho mecânico e térmico de compósitos avançados PEI/FC**. 2012. 130 f. Tese (Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 2012.

BOTELHO, E.C. **Compósitos aeronáuticos processados a partir de fibra de carbono impregnadas com poliamida 6/6 via processo de polimerização interfacial**. 2002. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 2002.

BUTTON, S. T. **Metodologia para planejamento experimental e análise de resultados**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, 2005.

CARETTO, F. **Studying the “induction welding” process applied to thermoplastic-matrix composites**. *Studi & Ricerche – Technical papers*, Italy, p. 103-111, june. 2011.

CHAWLA, K.K. **Composite materials, science and engineering**. 2. ed. New York: Springer-Verlag, 1998. 483 p.

COSTA, A.P. **Efeito do condicionamento ambiental em compósitos soldados de PPS/Fibras contínuas**. Guaratinguetá: Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2011.

COLAK, Z.S.; SONMEZ, F.O.; KALENDEROGLU, V. Process modeling and optimization of resistance welding for thermoplastic composites. **Journal of Composite Materials**, Istanbul, v. 36, n. 06, p. 720-744, jan. 2001.

DAVIES, P.; MOORE, D. R. Glass/nylon-6.6 composites: Delamination resistance testing. **Composites Science and Technology**. v. 38, 1990. 211 p.

DIAS, A.O.; SILVA, E.M.; COSTA, S.C.; CÔRREA, E.O. Aplicação da técnica de projeto e análise de experimento na soldagem do aço inoxidável aisi-304 com arame tubular. **Nono simpósio de mecânica computacional (ABMEC)**, São João del Rey, 2010.

DON, R.C.; BASTIEN, L.; JAKOBSEN, T.B.; GILLESPIE, JR, J.W. Fusion bonding of thermoplastic composites by resistance heating. **SAMPE Journal**, v.26, n.1, p. 59–66. 1990.

DUBÉ, M.; HUBERT, P.; GALLET, J.; STAVROV, D.; BERSEE, H.; YOUSEFPOUR, A. Metal mesh heating element size effect in resistance welding of thermoplastic composites. **Journal of Composite Materials**, Québec, v. 48, p. 911-919, March, 2012.

DUBÉ, M.; HUBERT, P.; YOUSEFPOUR, A.; DENAULT, J. Resistance welding of thermoplastic composites skin/stringer joints. **Composites: Part A**, Québec, v. 38, p. 2541-2552, July 2007.

DUBÉ, M.; HUBERT, P.; YOUSEFPOUR, A.; DENAULT, J. Fatigue failure characterisation of resistance-welded thermoplastic composites. *International Journal of Fatigue*, 31, 719–725, 2009.

DUHOVIC, M.; HÜMBERT, M.; MITSCHANG, P.; MAIER, M. Further advances in simulating the processing of composite materials by electromagnetic induction. 13th International LS-DYNA Users Conference, v.3, p. 1-17, jun. 2014

DUHOVIC, M.; MITSCHANG, P.; MAIER, M. Advances in simulating the processing of composite materials by electromagnetic induction. 9th European LS-DYNA Conference. 2013.

FARIA, M.C.M **Estudo das intempéries nas propriedades mecânicas e viscoelásticas de compósitos pps/fibras de carbono e Epóxi/fibras de carbono de uso aeronáutico** Guaratinguetá: Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2012.

FELTRAN, M.B. **Compósitos de PVC reforçados com fibra de vidro: uso de técnicas de processamento convencionais da indústria brasileira**. São Paulo: Escola Politécnica do Estado de São Paulo, 2008.

FREITAG, C. P. M. **Estudo do processo de cristalização e propriedades de poliuretanos termoplásticos com agentes nucleantes**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.

FIORE, V.; CALABRESE, L.; PROVERBIO, E.; PASSARI, R.; VALENZA, A. Salt spray fog ageing of hybrid composite/metal rivet joints for automotive applications. **Composites Par B**, v. 198, p. 65-74, Sep. 2016.

GARDINER, G. Thermoplastic composites gain leading edge on the A380. **High-Perform Composites**. p. 50-55, March. 2006.

HEIMERDINGER, M. W. Structures and Materials Panel on - Composite Repair of Military Aircraft Structures. In: 79th Meeting of the AGARD. 1994. Seville, Spain. **Anais de 79th Meeting of the AGARD**. Seville, Spain, 1994.

HOU, M.; FRIEDRICH, K. Resistance welding of continuous glass fibre-reinforced polypropylene composites. **Composites Manufacturing**, v. 3, n. 3, p. 153-163, Aug. 1992.

HOU, M.; YANG, M.; BEEHAG, A.; MAI, Y.-W.; YE, L. Resistance welding of carbon fibre reinforced thermoplastic composite using alternative heating element. **Composites Structures**, Bankstown, v. 47, p. 667-672, 1999.

HOU, M.; YE, L.; MAI, Y.-W.; An experimental study of resistance welding of carbon fibre fabric reinforced polyetherimide (CF fabric/PEI) composite material. **Composites Materials**, Bankstown, v. 6, p. 35-49, aug. 1998.

KAGAN, V.A.; NICHOLS, R. J. Benefits of induction welding of reinforced thermoplastics in high performance applications. *Journal of reinforced plastics and composites*, USA, v. 24, n.13, p. 1345-1352. 2005

KANEKO, T. Relation Between Flexional Resonant Frequency Equations for the Flexional Vibration of Cylindrical Rods. **J. Res. Natl. Bur. Stand.**, v. 64B, p. 237, 1960.

KHAW, J.F.C.; LIM, B.S.; LIM, L.E.N. Optimal design of neural networks using the Taguchi method. **Neurocomputing**, Singapore, v. 7, n. 3, p. 225–245, Apr. 1995.

LAGE, L. G.; KAWANO, Y.; Estudos Sobre a Cinética de Decomposição Térmica do Poli(Sulfeto de Fenileno). **Polímeros**, v.9, n.4, 1999.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L.C. **Compósitos estruturais - ciência e tecnologia**. 1. ed. São Paulo: Edgar Blücher, 2006. 313 p.

MCKAGUE, L. - “**Thermoplastic Resins**”, *in*: ASM Handbook, 21, Composites, ASM International, Materials Park, OH, 44073-0002, ISBN: 0-87170-703-9, (2006).

MARQUES, L.S.; NARITA, N.E.; COSTA, G.G.; REZENDE, M.C. Avaliação dos comportamentos mecânico e térmico de laminados de PPS/fibra de carbono processados em autoclave sob diferentes ciclos de consolidação. **Polímeros**, São José dos Campos, v. 20, n. 4, p. 309-314, maio 2010.

MARQUES, P.V.; MODENESI, P.J.; BRACARENSE, A.Q. **Soldagem - Fundamentos e Tecnologia**. 3. ed. Belo Horizonte: UFMG, 2007. 362 p.

MEI, Z.; CHUNG, D.D.L. Thermal stress-induced thermoplastic composite debonding, studied by contact electrical resistance measurement. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, v. 20, p. 135-139, jun. 1999.

MCKNIGHT, S.H.; HOLMES, S.T.; GILLESPIE, JR., J.W.; LAMBING, C.L.T.; MARINELLI, J.M. Scaling Issues in Resistance-Welded Thermoplastic Composite Joints, **Advances in Polymer Technology**, v. 6, n. 4, p. 279–295. 1997.

MITSCANG, P.; VELTHUIS, R.; DIDI, M. Induction spot welding of metal/CFRPC hybrid joints. **Advanced Engineering Materials**, v.15, n.9, p. 804-904. 2013.

MONTGOMERY, D.C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**. 2. ed. Rio de Janeiro, 2003. 463 p.

NETO, B.B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Comos fazer experimentos - Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2. ed. Barão Geraldo: Editora da Unicamp, 2001. 412 p.

NINO, G.F.; AHMED, T.J.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Thermal NDI of resistance welded composite structures. **Composites: Part B**, Delft, v. 40, p. 237-248, Nov 2008.

OLIVEIRA, G.H.; GUIMARÃES V.A.; BOTELHO. E.C. Influência da Temperatura no Desempenho Mecânico de Compósitos Pei/Fibras de Vidro. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 19, n. 4, 2009, p. 305-312.

O'SHAUGHNESSEZ, P.G.; DUBÉ, M.; VILLEGAS, I.F. Modeling and experimental investigation of induction welding of thermoplastic composites and comparison with other welding processes. **Journal of composite materials**, v.0, p.1-16, jun. 2015.

PAIVA, A.E.M. **Desenvolvimento de um Equipamento para Avaliar Propriedades Elásticas de Cerâmicas Refratárias a Altas Temperaturas pelo Método de Ressonância de Barras**. 2002. 161f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2002.

PANNEERSELVAM, K.; ARAVINDAN, S.; NOORUL HAQ, A. Study on resistance welding of glass fiber reinforced thermoplastic composites. **Materials and Design**, Tamilnadu, v. 41, p. 453-459, May 2012.

PAPPADÀ, S.; SALOMI, A.; MONTANARO, J.; ANGIULI, R.; PASSARO, A.; CARUSO, A.; MAFFEZZOLI, A. Induction welding of PPS-carbon composites: modeling and experimental results. 19th ICCM, 2017.

PARLEVLIET, P.P.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Residual stresses in thermoplastic composites – a study of the literature. Part III: Effects of thermal residual stresses. **Composites: Part A**, v. 38, p. 1581-1596, dec. 1996.

PARLEVLIET, P.P.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Residual stresses in thermoplastic composites – A study of the literature – Part I: Formation of residual stresses. **Composites: Part A**, v. 37, p. 1847-1857, dec. 2005.

PARLEVLIET, P.P.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Residual stresses in thermoplastic composites – A study of the literature – Part II: Experimental techniques. **Composites: Part A**, v. 38, p. 651-665, jul. 2006.

PATEL, P.; HULL, T.R.; McCABE, R.W.; FLATH, D.; GRASMEDER, J.; PERCY, M. Mechanism of thermal decomposition of poly(ether ether ketone) (PEEK) from a review of decomposition studies. **Polymer Degradation and Stability**, v.95, p. 709-718, jan. 2010.

PICKETT, G. Equations for Computing Elastic Constants from Flexional and Torsional Resonant Frequencies of Vibration of Prisms and Cylinders. **Am. Soc. Test. Mater.**, v. 45, p. 846-865, 1945. Proceedings.



RABE, A. Joining of polymer and polymer composites. **Polymer and composites processing**, p.1-16.

RIBEIRO, B. **Estudo da cinética de cristalização e de degradação de compósitos nanoestruturados de poliamida 6,6/nanotubos de carbono**, 2011. Dissertação de Mestrado (Mestre em Engenharia Mecânica) Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

REZENDE, M.C.; COSTA, M.L.; BOTELHO, E.C. **Compósitos estruturais - tecnologia e prática**. 1. ed. São Paulo: ArtLiber, 2011. 396 p.

RUDOLF, R.; MITSCHANG, P.; NEITZEL, M. Induction heating of continuous carbon-fibre-reinforced thermoplastics. *Composites Part A*, v. 31, p. 1191-1202. May 2000.

SANGERMANO, M.; ORTIZ, R.A.; URBINA, B.A.P.; DUARTE, L.B.; VALDEZ, A.E.G.; SANTOS, R.G. Synthesis of na epoxy functionalized spiroorthocarbonate used as low shrinkage additive in cationic UV curing of an epoxy resin. **European Polymer Journal**, v. 44, p. 1046-1052, Feb. 2008.

STAVROV, D.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS A. The influence of the heating element on resistance welding of thermoplastic composite materials. **International Conference on Composite Materials (ICCM -14)**, San Diego, 2003.

STAVROV, D.; BERSEE, H.E.N. Resistance welding of thermoplastic - an overview. **Composites: Part A**, Delft, v. 36, p. 39-54, June 2004.

STAVROV, D.; NINO, G.F.; BERSEE, H.E.N.; BEUKERS, A. Optimization tool for welding of thermoplastic composites, **International Conference on Composite Materials (ICCM)**, Kyoto, 2007.

SPEYER, R.F. **THERMAL ANALYSYS OF MATERIALS**. 1. ed. Atlanta: Taylor & Francis, 1993. 285 p.

SILVA, F.; BARBOSA, J.S.; GARCIA.G.; FAEZ, R.; ALBERS, A.P.F. Avaliação dos Parâmetros de Processamento nas Propriedades de Compósitos Termoplásticos. **X Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e VI Encontro Latino Americano de Pós-Graduação – Universidade do Vale do Paraíba**, Jacareí, 2011.

SILVA, J.F.M.G. **Pré-Impregnados De Matriz Termoplástica: Fabrico E Transformação Por Compressão A Quente E Enrolamento filamantar**. Porto: Universidade do Porto, Faculdade de Engenharia do Porto, 2005.

TALBOT, E.; YOUSEFPOUR, A.; HUBERT, P. Thermal Behaviour During Thermoplastic Composites Resistance Welding. In: ANTEC'05, 2005. Anais de ANTEC'05, 2005.vol.1, p 1 -5.

TROUGHTON, M. **HANDBOOK OF PLASTICS JOINING**. 2. Ed. TWI, 2008. 600p.

VILLEGAS, I.F.; MOSER, L.; YOUSEFPOUR, A.; MITSCHANG, P.; BERSEE, H.E.N. Process and performance evaluation of ultrasonic, induction and resistance welding of

advanced thermoplastic composites. **Thermoplastic composite material**, v.26, p. 1007-1024, 2012.

XIAO, X. R.; HOA, S. V.; STREET, K. N. Processing and modelling of resistance welding of APC-2 composite. **Journal of Composite Materials**, V. 26. 1031–49, 1992.

YOUSSEFPOUR, A.; HOJJATI, M.; IMMARIGEON, J.-P. Fusion bonding/welding of thermoplastic composites. **Journal of thermoplastic composite materials**, v. 17, p. 302-341, jul. 2004.

## APÊNDICE A - MATERIAL SAFETY DATA SHEET.

### MATERIAL SAFETY DATA SHEET



#### 1. CHEMICAL PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION

##### CHEMICAL PRODUCT IDENTIFICATION

Product Name: CETEX<sup>®</sup> TC1200 PEEK, CETEX<sup>®</sup> PEEK, CETEX<sup>®</sup> PEEK RTL

Chemical Name: Mixture  
 CAS No: None Assigned  
 Common Name: Carbon fiber reinforced polyetheretherketone (PEEK) prepreg tape, prepreg fabric and consolidated laminates.  
 Product Use: A heat formable reinforced plastic

##### MANUFACTURER INFORMATION

TenCate Advanced Composites  
 USA, Inc. 18410 Butterfield Blvd.  
 Morgan Hill, CA 95037  
 USA Tel: 408-776-0700  
 Fax: 408-776-0107

#### 2. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

Chemical Name: The reinforcing fibers contain: Carbon (Graphite), 92-99.7% carbon  
 CAS No: 7740-44-0  
 Common Name: Textile fiber (Carbon/Graphite); continuous filament carbon/graphite fibers  
 Percent in Product: Approx. 20-70% by weight  
 LD50: N/A  
 LC50: N/A  
 Exposure Limits: 

<u>OSHA PEL</u>	<u>ACGIH TLV TWA</u>
Total: 15 mg/m <sup>3</sup>	Total: 10 mg/m <sup>3</sup>
Respirable: 5 mg/m <sup>3</sup>	Respirable: 3 mg/m <sup>3</sup>

  
 Chemical Name: The matrix contains: Polyetheretherketone  
 (PEEK) CAS No: 84137-36-0  
 Common Name: ---

Percent in Product: Approx. 30-80% by  
 weight LD50: N/A  
 LC50: N/A  
 Exposure Limits: OSHA PEL ACGIH TLV TWA  
 None None  
 (if ground into powder – see above)

### 3. HAZARD IDENTIFICATION

#### EMERGENCY OVERVIEW

	Health	F	Reacti	0 - Minimal
NFPA Rating:	1	1	0	1 - Slight
HMIS Rating:	1	1	0	2 - Moderate
				3 - Serious (High)
				4 - Severe (Extreme)

\* - Chronic Health Effect(s)

#### POTENTIAL HEALTH EFFECTS

Primary Routes of Entry: Inhalation, skin and eye contact.  
 Acute Inhalation: Temporary upper respiratory irritation.  
 Chronic Inhalation: None known.  
 Acute Skin Contact and Sensitization: Temporary skin irritation seen in certain individuals.  
 Chronic Skin Contact: None known.  
 Skin Absorption: None.  
 Acute Eye Contact: Temporary eye irritation.  
 Chronic Eye Contact: None known.  
 Acute Ingestion: Unlikely. Contact physician if unusual reaction is noted.  
 Chronic Ingestion: None known.  
 Medical Conditions Which May be Aggravated by: Pre-existing conditions which may be aggravated by  
 Be Aggravated: mechanical irritants upon inhalation or skin contact.  
 Carcinogenicity:  
 Ingredient: Textile or Continuous Carbon  
 Fiber NTP: Not Listed  
 OSHA: Not Regulated  
 Mutagenicity: None known.  
 Teratogenicity: None known.

Reproductive Toxicity: None known.  
Toxicological Synergistic Products: None known.

#### **4. FIRST AID MEASURES**

Inhalation: Remove from exposure. Get medical help if irritation persists.  
Eye Contact: Flush well with running water for at least 15 minutes. Get medical help if irritation persists.  
Skin Contact: Cleanse with soap and water. Get medical help if irritation persists. If hot or molten material burns skin, immerse the burned area in cold running water and obtain medical attention immediately. Do not peel off the solidified material.  
Ingestion: Unlikely. Consult physician if unusual reaction is noted.  
Fires: Remove to fresh air. Administer oxygen and get medical help.

Information for Medical Practitioners: Skin irritation responds well to mild hydrocortisone cream. If heated to too high a temperature, the material can burn, but smoke emission is low (CO, CO<sub>2</sub>).

#### **5. FIRE FIGHTING MEASURES**

Flash Point (°F): 1,067°F (575°C)  
Flammable Limits: LEL: N/A UEL: N/A  
Extinguishing Media: Use that which is applicable to surrounding fire. Dry chemical, CO<sub>2</sub>, foam or water spray.  
Special Fire Fighting Procedures: Fire fighters must wear full protective gear including eye protection and self contained breathing apparatus.  
Unusual Fire and Explosion Hazard: Materials may thermally decompose or burn. Smoke emission is low (CO, CO<sub>2</sub>).

#### **6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES**

Spills/Leaks: Vacuum dust deposits.  
Accidental or Unplanned Releases: Clean area with vacuum or wet methods.

#### **7. HANDLING AND STORAGE**

HANDLING: When handling and/or applying this product:

- Wear long sleeves, gloves and cap.
- Wear eye protection (goggles, safety glasses or face mask).
- Use a NIOSH/MSHA approved dust respirator such as a 3M model #8710 or #9900 or equivalent, when necessary.

After handling and/or applying this product:

- Bathe with soap and warm water.
- Wash work clothes separately and rinse washer after use.

**Packaging and Storage:** Each roll is packed in a cardboard box. Store in original packaging away from humidity and at a moderate temperature. Best conditions would be 15-35°C (59-95°F) and 35-55% relative humidity. If stored below 15°C (59°F), condition product in workshop 24 hours before use.

## **8. EXPOSURE CONTROL/PERSONAL PROTECTION**

### **PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT:**

**Respirators:** Wear NIOSH/MSHA approved respirators when handling and applying fibrous products if there is a possibility of dust generation in accordance with the following NIOSH based exposure guidelines:

Exposure – Dust Respirator (or equivalent)  
 Less than 10 times NIOSH REL 3M 8710 or 3M 9900  
 Less than 50 times NIOSH REL MSA Ultra Twin Full-Face Respirator with type H filter (HEPA)

For exposure to thermal processing fumes or vapors in excess of PELs, use a NIOSH/MSHA-approved organic vapor respirator.

**Gloves and Protective Clothing:** To reduce skin irritation or burns during processing.

**Eye Protection:** Safety glasses with side shields as a minimum.

## 9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

<b>Physical State: Boiling</b>	<b>Sol</b>	<b>Vapor Density (Air=1): Specific</b>	<b>N/A</b>
<b>Melting Point (°F):</b>	334°C	Vapor Pressure:	<b>&lt; 0.001 mm</b>
<b>Freezing</b>	None	% Volatile:	<b>Negligible</b>
<b>Odor:</b>	Negligible	% Solubility (in water):	<b>Non</b>
<b>Odor</b>	None	pH:	<b>N/A</b>
<b>Color:</b>	<b>Black</b>	<b>Coefficient of Water to Oil Distribution:</b>	<b>Non</b>
			<b>e</b>

Electrical Conductivity: Carbon fiber dust is electrically conductive and can short circuit or disturb electrical/electronic equipment.

## 10. REACTIVITY

Stability: Chemically stable

Reactivity: Not reactive

Reactivity with Water: Not reactive

Incompatible Substances: None known.

Hazardous Decomposition Products: Carbon Monoxide, Carbon Dioxide. Hazardous Polymerization: Will not occur

## 11. TOXICOLOGICAL INFORMATION

Carbon fibers are not listed as carcinogens by the NTP and are not regulated by OSHA. This product does not contain any chemicals subject to the reporting requirements of SARA 313.

## 12. ECOLOGICAL INFORMATION

This product is not manufactured with, nor does it contain any Class I Ozone depleting chemicals as defined by EPA in Title VI of the Clean Air Act Amendments of 1990 40 CFR Part 82, Protection of Stratospheric Ozone. This product is not classified as a hazardous air pollutant in Title III Clean Air Act of 1990.

## 13. WASTE DISPOSAL CONSIDERATIONS

Scrap material should be disposed of in a sanitary landfill in accordance with federal, state and local regulations. Waste material is not considered hazardous as defined by RCRA (40 CFR Part 261).

## 14. ADDITIONAL COMMENTS

Acronyms/definitions used in this MSDS:

ACGIH:	American Conference of Governmental Industrial Hygenists
CAS No:	Chemical Abstracts Service Number
EPA:	Environmental Protection Agency
f/cc:	Fibers per cubic centimeter
HEPA: (filter)	High Efficiency Particulate Air
HMIS: System	Hazardous Material Identification
IARC:	International Agency for Research on Cancer
LC50:	The air concentration of a substance, when administered over a specified time period in an animal assay, is expected to cause the death of 50% of a defined animal population.
LD50:	The single dose of a substance that, when administered by a defined route in an animal assay, is expected to cause the death of 50% of a defined animal population.
LEL: cubic meter	Lower Explosive Limit mg/m <sup>3</sup> : Milligrams per
MSHA:	Mine Safety & Health Administration
N/A:	Not Applicable
NFPA:	National Fire Protection Association
NIOSH: and Health	National Institute for Occupational Safety
NTP:	National Toxicology Program
OSHA: Administration	Occupational Safety and Health
PEL:	Permissible Exposure Limit
PP:	Polypropylene
RCRA: Recovery Act	Resource Conservation and
REL:	Recommended Exposure Limit
SARA:	Superfund Amendments and Reauthorization Act
Title III:	Emergency Planning and Community Right to Know Act



Section 302 - Extremely Hazardous  
Substances Section 313 - Toxic  
Chemicals

TLV:	Threshold Limit Value
TSCA:	Toxic Substances Control Act (USA)
TWA:	Time Weighted Average
UEL:	Upper Explosive Limit
WHO:	World Health Organization

TenCate Advanced Composites USA, Inc. (TCAC-USA) believes that the information contained herein (including data and statements) is accurate as of the date hereof. NO WARRANTY OF MERCHANTABILITY, FITNESS FOR ANY PARTICULAR PURPOSE OR ANY OTHER WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, IS MADE AS CONCERNS

THE INFORMATION HEREIN PROVIDED. The information provided herein relates only to the specific product designated and may not be valid where such product is used in combination with any other materials or in any process. Further, since the conditions and methods of use of the products and information referred to herein are beyond the control of TCAC-USA (references to TCAC-USA including its divisions, affiliates, and subsidiaries), TCAC-USA expressly disclaims any and all liability as to any results obtained or arising from any use of the product of such information. No statement made herein shall be construed as a permission or recommendation for the use of any product in a manner that might infringe on existing patents.

**APPENDICE B - DATA SHEET**

**TenCate  
 Cetex® TC1200  
 PEEK Resin System**

**PRODUCT TYPE**

Polyetheretherketone (PEEK)  
 Thermoplastic Resin System

**SERVICE TEMPERATURE**

Approximately 250°F (121°C)

**FEATURES**

- Ambient temperature storage
- Flame retardant
- Low moisture absorption
- Good impact resistance
- 3-5 minute thermoforming cycles
- Excellent structural performance
- Outstanding solvent resistance
- Very low void content (<1%)

**TYPICAL APPLICATIONS**

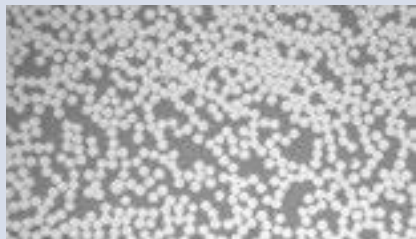
- Primary Aircraft Structure
- Secondary Aircraft Structure
- Access Panels, Rib Stiffeners,  
 Brackets, Conduit, Flooring

Tg ..... 290°F (143°C)

Tm ..... 649°F (343°C)

**PROCESSING OPTIONS**

Press, Thermoform,  
 in-situ ATL or Autoclave



Very low void content, 500x view of single ply Cetex UD prepreg, as produced, without further consolidation. Average void level of <0.2% with even fiber and resin distribution.

**PRODUCT DESCRIPTION**

TenCate Cetex® TC1200 is a semi-crystalline polyetheretherketone thermoplastic composite available in fabric and unitape form. It offers excellent resistance to chemicals and solvents, is flame retardant and combines outstanding toughness with high temperature performance. TenCate Cetex® TC1200 unitapes are offered with standard or intermediate modulus carbon fiber or S-2 glass fiber. TenCate Cetex TC1200 has a very low void content (<1%). Typical carbon unitape width offered is 3-12 inches/75-305 mm.

## MECHANICAL PROPERTIES - CETEx TC1200 PEEK AS-4

Data generated on AS-4, 146 gsm FAW, resin content of 34% by weight, 59% fiber by volume.  
Prepreg areal weight 218 gsm.

Property	condition	test method	result	
Tensile Strength (0°)	RTD	ASTM D3039	330 ksi	2280 MPa
Tensile Modulus (0°)	RTD	ASTM D3039	18.9 Msi	130 GPa
Poisson's Ratio	RTD	ASTM D3039	0.33	
Tensile Strength (90°)	RTD	ASTM D3039	12.5 ksi	86 MPa
Tensile Modulus (90°)	RTD	ASTM D3039	1.4 Msi	10 GPa
Compressive Strength (0°)	RTD	ASTM D6641	188 ksi	1300 MPa
Compressive Modulus (0°)	RTD	ASTM D6641	18 Msi	124 GPa
Compressive Strength (0°)	ETW (1)	ASTM D6641	176 ksi	1210 MPa
Compressive Modulus (0°)	ETW	ASTM D6641	17.6 Msi	121 GPa
In-Plane Shear Strength (±45°)	RTD	ASTM D3518	22 ksi	152 MPa
In-Plane Shear Modulus (±45°)	RTD	ASTM D3518	0.75 Msi	5.2 GPa
Flexural Strength (90°)	RTD	ASTM D7264	22.0 ksi	152 MPa
Interlaminar Shear Strength (SBS) 0°/ 90°	RTD	ASTM D2344	13.7 ksi	94 MPa
Interlaminar Shear Strength (SBS) 0°/ 90°	ETW	ASTM D2344	11.2 ksi	77 MPa
Open Hole Tensile Strength	RTD	ASTM D5766	56.1 ksi	387 MPa
Open Hole Compressive Strength	RTD	ASTM D6484	46.4 ksi	320 MPa

(1) ETW is tested at 180°F/82°C after 14 day soaks in 160°F/71°C water.

## MECHANICAL PROPERTIES - TENCATE CETEx TC1200 PEEK 5HS LAMINATE

Data generated on 5HS fabric, 280 gsm FAW, resin content of 42% by weight, 50% fiber by volume. (Fiber used T300 JB3K).

Property	condition	test method	result	
Tensile Strength (0°)	RTD	ISO 527-4	776 MPa	113 ksi
Tensile Modulus (0°)	RTD	ISO 527-4	56.1 GPa	8.1 Msi
Tensile Strength (90°)	RTD	ISO 527-4	827 MPa	120 ksi
Tensile Modulus (90°)	RTD	ISO 527-4	55.6 GPa	8.1 Msi
Compression Strength (0°)	RTD	AITM 1-0008	585 MPa	84.8 ksi
Compression Modulus (0°)	RTD	AITM 1-0008	51.6 GPa	7.5 Msi
Compression Strength (90°)	RTD	AITM 1-0008	595 MPa	86.3 ksi
Compression Modulus (90°)	RTD	AITM 1-0008	49.7 GPa	7.2 Msi
Flexural Strength (90°)	RTD	EN 2562	859 MPa	125 ksi
Flexural Modulus (90°)	RTD	EN 2562	46.3 GPa	6.7 Msi
In Plane Shear Strength	RTD	AITM 1-0002	155 MPa	22.5 ksi
In Plane Shear Modulus	RTD	AITM 1-0002	4.5 GPa	0.65 Msi
Compression After Impact Strength	RTD @ 40J	AITM 1-0002	265 MPa	38.4 ksi

$T_g = 289^{\circ}\text{F}/143^{\circ}\text{C}$   $T_m = 649^{\circ}\text{F}/343^{\circ}\text{C}$

### MECHANICAL PROPERTIES – TENCATE CETEx TC1200 PEEK IM-7

Data generated on IM-7, 146 gsm FAW, resin content of 34% by weight, 59% fiber by volume.  
Prepreg areal weight 218 gsm.

Property	condition	test method	result	
<b>Tensile Strength (0°)</b>	RTD	ASTM D3039	400 ksi	<b>2760 MPa</b>
<b>Tensile Modulus (0°)</b>	RTD	ASTM D3039	25.0 Msi	<b>172 GPa</b>
<b>Tensile Strength (90°)</b>	RTD	ASTM D3039	12.5 ksi	<b>86 MPa</b>
<b>Tensile Modulus (90°)</b>	RTD	ASTM D3039	1.5 Msi	<b>10 GPa</b>
<b>Compressive Strength (0°)</b>	RTD	ASTM D6641	175 ksi	<b>1210 MPa</b>
<b>Compressive Modulus (0°)</b>	RTD	ASTM D6641	17.9 ksi	<b>123 GPa</b>
<b>Interlaminar Shear Strength (SBS)</b>	RTD	ASTM D2344	13.9 ksi	<b>96 MPa</b>
<b>Flexural Strength (90°)</b>	RTD	ASTM D7264	23.5 ksi	<b>162 MPa</b>
<b>Open Hole Compression Strength</b>	RTD	ASTM D 6484	44 ksi	<b>303 MPa</b>
<b>Open Hole Tensile Strength</b>	<b>RTD</b>	<b>ASTM D 5766</b>	<b>73.5 ksi</b>	<b>506 MPa</b>

**MECHANICAL PROPERTIES - TENCATE CETEx TC1200 S2 GLASS UNITAPE**

Data generated on S-2 205 gsm FAW, resin content of 29%, 56% fiber by volume. Prepreg areal weight of 218 gsm.

Property	condition	test method	result
Tensile Strength 0°	RTD	ASTM D3039	220 ksi (1520 MPa)
Tensile Modulus 0°	RTD	ASTM D3039	7.5 Msi (52 GPa)
Poisson's Ratio	RTD		0.29
Compression Strength 0°/90°	RTD	ASTM D6641	232 ksi (1600 MPa)
Compression Modulus 0°/90°	RTD	ASTM D6641	7.7 Msi (53 GPa)
In-Plane Shear Tension Strength ±45°	RTD	ASTM D3518	11.2 ksi (77 MPa)
In-Plane Shear Tension Modulus ±45°	RTD	ASTM D3518	0.48 Msi (3.3 GPa)
0° Flexural Strength	RTD	ASTM D790	232 ksi (1600 MPa)
0° Flexural Modulus	RTD	ASTM D790	7.7 Msi (53 GPa)
0° Short Beam Shear ILSS	RTD	ASTM D2344	12.5 ksi (86 MPa)

**Processing Guidelines for tencate cetex<sup>®</sup> tc1200 (Polyetheretherketone) thermoplastic composite Materials**

TenCate Cetex<sup>®</sup> TC1200 thermoplastic composite materials from TenCate are processed by heating the material above the PEEK melting point, molding it and cooling it under pressure to the desired shape. Because no chemical change occurs to the PEEK matrix, processing is very rapid. The quick easy processing of TenCate Cetex materials is also made possible because of the rapid crystallization rate of the PEEK matrix. The key thermal processing parameters are:

Melt Temperature ..... 649°F (343°C)

Typical Processing Temperature ..... 700-750°F (370-400°C)

TenCate can also produce TenCate Cetex slit tape & simple profiles (round rods, ovals, rectangles, etc.). TenCate also has the capability to chop the slit tape & simple profiles into discrete length long fiber thermo- plastic type materials for injection or compression molding type processes.

## **AUTOMATED PROCESSES**

Below are several examples of automated processes that are utilized and available in the market today. The three processes utilize similar premises in that they eliminate the need for autoclave consolidation of thermoplastic composite parts, thereby dramatically reducing the cost and time of producing continuous fiber composite structures.

### **Fiber Placement with In Situ Consolidation**

This process utilizes narrow width tapes typically 0.25 – 1 inches (6 – 25 mm) as its composite material medium and lays down, heats via hot gas, laser, or other heating methods and consolidates the composite material onto the tool, in situ, without the need for further consolidation processes.



Photo courtesy of Automated Dynamics

[www.automateddynamics.com](http://www.automateddynamics.com)



Photo courtesy of AFPT

[www.afpt.biz/](http://www.afpt.biz/)

### **Rapid Lamination /Forming**

This process uses wider UD tapes typically  $\geq 2$  inches (50 mm) width automated tape laying equipment to rapidly lay down and consolidate the thermoplastic composite material into an engineered laminate structure that can then be transformed into parts via a secondary compression thermoforming process.

Automated tape laying of tailored blank followed by consolidation



Photo Courtesy of FiberForge  
www.fiberforge.com

The consolidated flat laminate is first consolidated, then thermoformed to a 3-D final shape.



Photo courtesy of TenCate

### Continuous Compression Molding

In this multi-step process, multiple plies of thermoplastic unitape are fed into a continuous process through a heated mold and pressed into a laminate. This laminate is then pressed into a mold and thermoformed to the desired profile. A final step then molds with heat and pressure into the curved profile through a process called continuous compression molding. Items such as clips, rails, beams and profiles are manufactured in this type of process.



Photo Courtesy of ACM/Xperion Aerospace www.acm-fn.de

**Press Lamination:** A laminate can be fabricated from any TenCate Cetex prepreg by stacking two or more plies in the desired orientation into a picture frame mold, transferring the assembly to a heated platen press where it is brought to approximately 700-750°F (370-400°C) at contact pressure until the material reaches temperature. The pressure should then be increased to 100-300 psi (7-21 bar) and held for approximately 15-30 minutes. The part should then be cooled to room temperature at a 5-20°C cool down rate to maintain the crystalline nature of PEEK for solvent resistance.



**Autoclave Lamination:** Autoclave consolidation may be used for fabricating laminates from any TenCate Cetex prepreg tape. Individual layers are stacked in the desired orientation and vacuum bagged (vacuum should be maintained throughout the entire process). A high temperature bagging material, such as Kapton or polyimide should be used. The assembly should then be placed in the autoclave and brought to approximately 700-750°F (370-400°C), at which time the pressure is increased from ambient to 100-300 psi (7-21 bar) and maintained for around 5-30 minutes. The part should then be cooled to room temperature at a 5-20°C cool down rate to maintain the crystalline nature of PEEK for solvent resistance.

**Thermoforming Laminates into Shapes:** Thermoforming is used to convert a flat consolidated continuous fiber reinforced laminate into a complex shape with no change in starting laminate thickness. The laminate should be heated to around 700-750°F (370-400°C) in an infrared or similar oven, and then quickly transferred to a matched core/cavity mold where it can be formed at 150-600 psi (10-40 bar). For optimum properties and formability, heating of the composite laminate should take no longer than 8 minutes. Overall part production cycle times are between 2-10 minutes, depending on material thickness and part geometry. Production tooling consists of machined aluminum halves, one that has a compliant layer of cast silicone, and an associated laminate tensioning system to prevent wrinkling within the part being thermoformed.

**Cutting and Machining:** Thermoplastic composite laminates and thermoformed parts can be machined with feed rates and tip speeds similar to those used when machining brass.

The following are some general guidelines:

Circular Saw:	Diamond-grit-edge blade of 220 grit. Blade speed: 6000 fpm (1830 mpm) with water or soap solution as coolant. Feed rates depend on thickness.
Turning Operations:	Cutting Speed: 350-400 fpm (105-120 mpm) for high speed tools, 1500-2500 fpm (180-455 mpm) for Stellite or carbide tools, and 2000-4000 fpm (600-1200 mpm) for diamond tools
Milling Operations:	Tip speed: 250-450 fpm (75-135 mpm) for carbide and diamond tools Plunge feed rate: 0.5-1 fpm (0.15-0.30 mpm)

	Feed Rate: 0.008-0.016 in/rev (0.2-0.4 mm/rev)
	Drill speed: 150-300 fpm (45-90 mpm)
Drilling Operations:	Drill point angles: 60° for thin parts, 90° for thick parts
	Clearance angle: 15°
Tapping:	Tool rake of 0° to 5° negative
Shearing:	Thicknesses up to 0.125 inch (3.2 mm)

**Joining:** Thermoplastic composites can be joined via mechanical fasteners, adhesive bonding, or fusion welding. Fusion welding via resistance or inductive welding is common preferred method of joining thermoplastics.

Strong adhesive bonds are possible with epoxy adhesives when PEEK surfaces are cleaned with a suitable degreasing solvent (i.e. MEK), abrasive treatment (i.e., abrasion wheels, sand paper, or grit blasted with #100 or #200 Aluminum Oxide). The surface energy may also be enhanced by flame/corona treatment, chromic acid etching, laser treatment, or plasma techniques. Epoxy films or pastes with cure temperatures up to 350°F (177°C), anaerobics, silicone sealers, and cyanoacrylates are effective adhesives depending on specific requirements.

TenCate Cetex<sup>®</sup> TC1200 based composites may also be bonded using conventional thermo- plastic welding techniques. PEEK based materials have very high melt temperatures and considerable amounts of energy must be put into the interface to achieve a good bond.

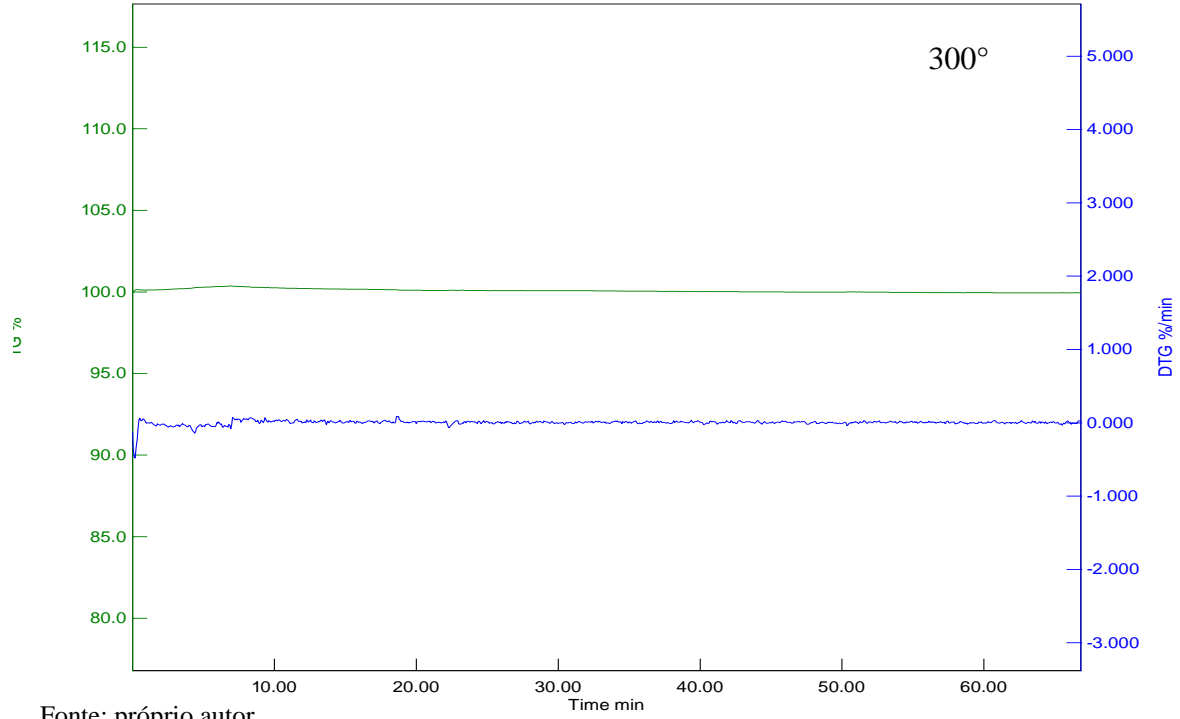
Satisfactory results have also been obtained using induction or resistance welding.

**Painting:** TenCate Cetex<sup>®</sup> TC1200 composite surfaces can be painted with a variety of products. It is recommended that a paintable (non-silicone) mold release be used, if possible, during the molding of all surfaces to be painted. If a silicone or Teflon mold release is used during molding, laminate and part surfaces may require abrasion prior to painting. In all cases, surfaces must be wiped with a suitable solvent to remove oils, release agents, or other impurities.

**Health & Safety:** Health and safety information on handling and processing TenCate composite materials is described in a Material Safety Data Sheet available from TenCate Advanced Composites USA, Inc. To obtain this or any other information about TenCate PEEK thermoplastic composite materials, contact: TenCate Advanced Composites USA, Inc. at the addresses and telephone numbers below, or our website at [www.tencateadvancedcomposites.com](http://www.tencateadvancedcomposites.com).

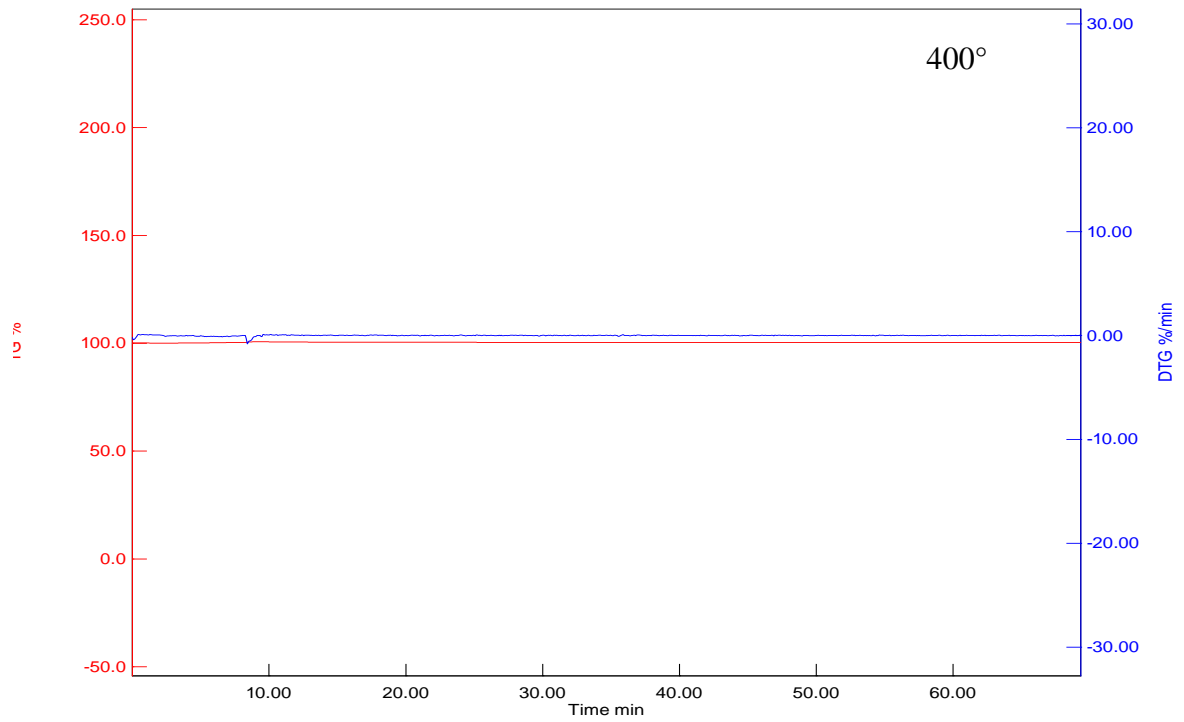
### ANEXO A – Curvas isotermas para o PEEK

Figura 1- Isoterma à 300°C (massa = 6,786mg)



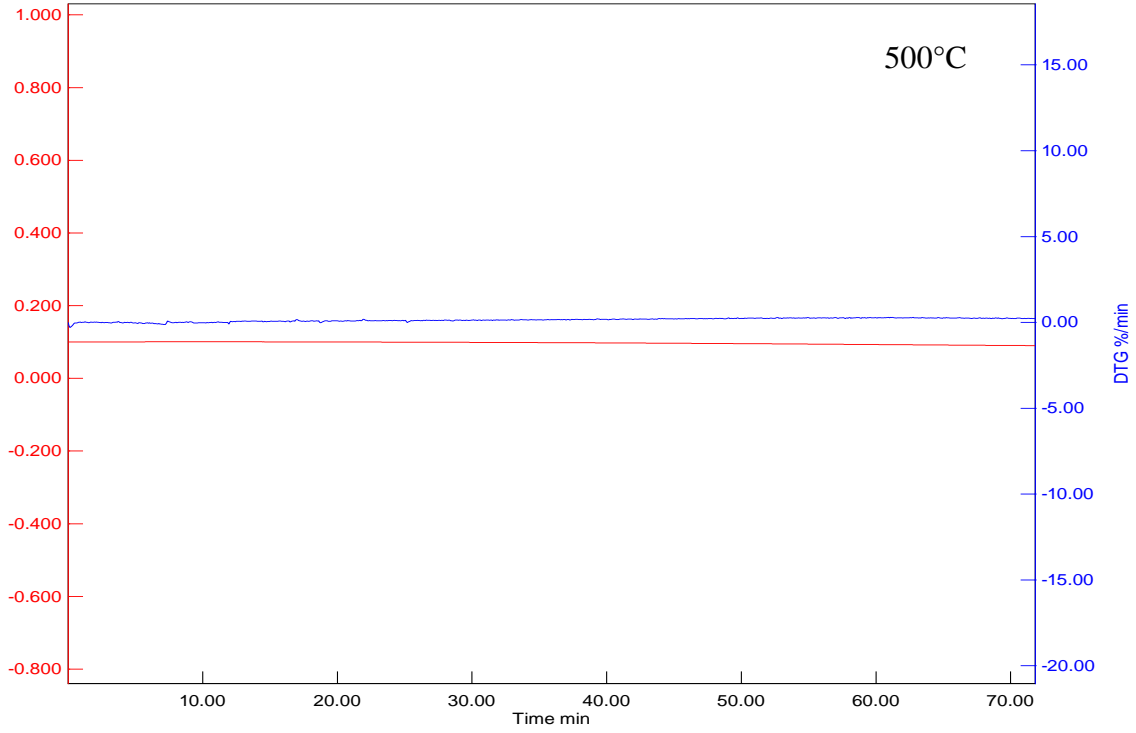
Fonte: próprio autor.

Figura 2 - Isoterma à 400°C (massa = 5,077mg)



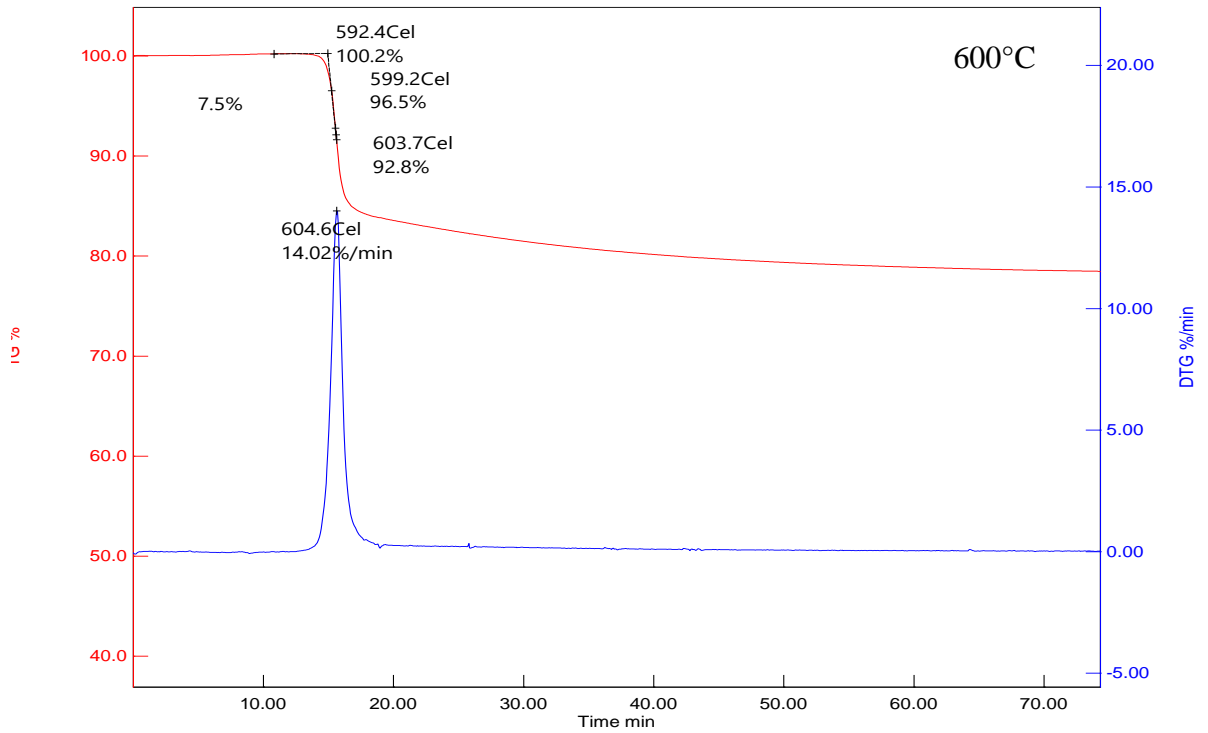
Fonte: próprio autor.

Figura 3 - Isoterma à 500°C (massa = 7,571mg)



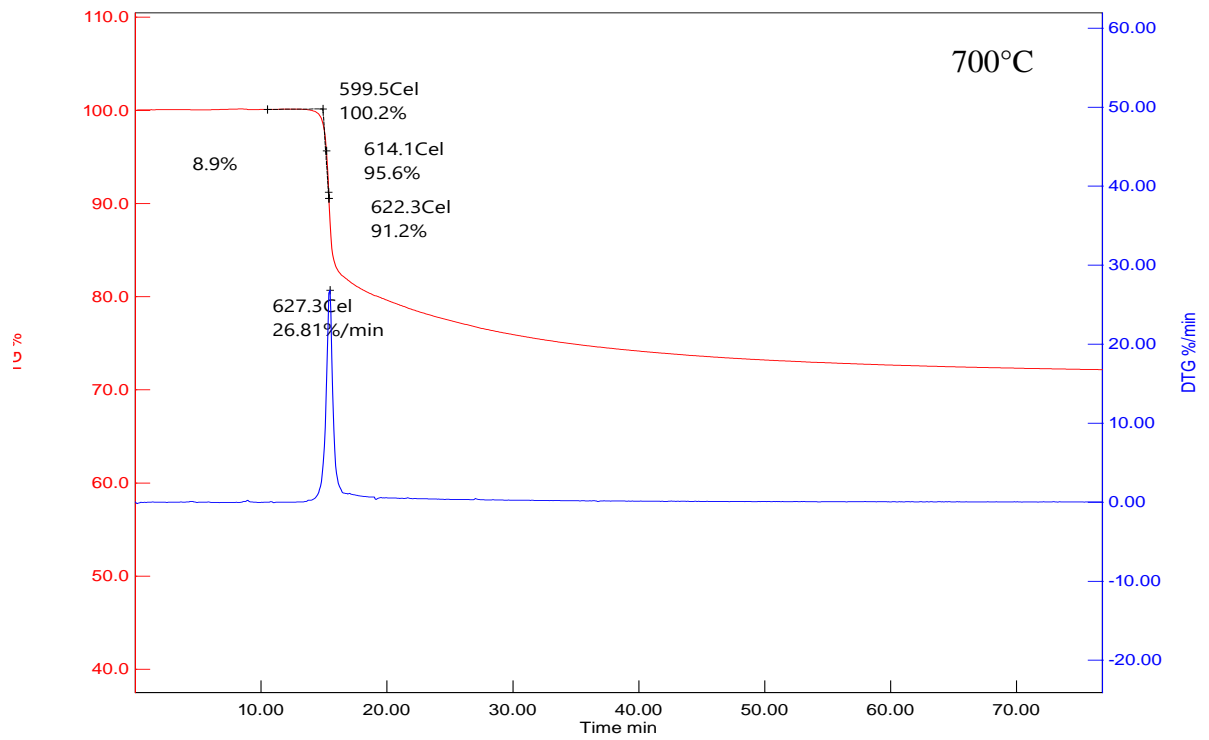
Fonte: próprio autor.

Figura 4 - Isoterma à 600°C (massa = 14,720mg)



Fonte: próprio autor.

Figura 5 - Isoterma à 700°C (massa = 10,438mg)



Fonte: próprio autor.

**ANEXO B – Cálculo da razão para otimiza o valor da tensão de *Lap Shear***

n° de fios/polegada	Diâmetro do fio (mm)	Abertura (mm)	Área aberta (%)	$R = \frac{\text{área aberta}}{\text{diâmetro do fio}}$
100	0,08	0,17	38	4,75
100	0,10	9,15	36	3,60
100	0,11	0,14	31	2,81
110	0,09	0,14	44	4,89
120	0,06	0,15	51	8,50
120	0,08	0,18	36	4,50
120	0,09	0,12	34	3,77
120	0,10	0,11	30	3,00
130	0,06	0,13	37	6,16
140	0,06	0,12	46	7,67
140	0,08	0,10	34	4,25
150	0,06	0,109	42	7,00
150	0,063	0,106	38	6,03
150	0,065	0,104	36	5,54
150	0,07	0,10	34	4,86
165	0,05	0,104	46	9,20
165	0,065	0,089	38	5,85
170	0,05	0,10	44	8,80
180	0,04	0,10	48	12,00
180	0,05	0,091	41	8,20
180	0,053	0,088	38	7,17
180	0,06	0,081	35	5,83
200	0,04	0,087	43	10,75
200	0,05	0,077	36	7,20
200	0,053	0,074	34	6,42
200	0,055	0,072	31	5,64
200	0,058	0,070	30	5,17
200	0,06	0,067	28	4,67
200	0,065	0,062	24	3,69
220	0,050	0,065	40	8,00
230	0,035	0,075	46	13,14
250	0,030	0,071	49	16,33
250	0,035	0,067	43	12,28
250	0,040	0,062	37	9,25
265	0,040	0,056	34	8,50
270	0,035	0,059	39	11,14
270	0,040	0,054	33	8,25
280	0,035	0,056	35	10,00
300	0,035	0,050	34	9,71
300	0,040	0,045	33	8,25
325	0,028	0,050	41	14,64
325	0,03	0,048	38	12,66
325	0,035	0,043	29	8,29
400	0,025	0,038	33	13,20

400	0,028	0,035	32	11,42
400	0,030	0,033	30	10,00
500	0,025	0,025	25	10,00
635	0,020	0,020	25	12,50

**ANEXO C – Curvas obtidas no ensaio de DMA**

Figura 1 - Laminado como recebido

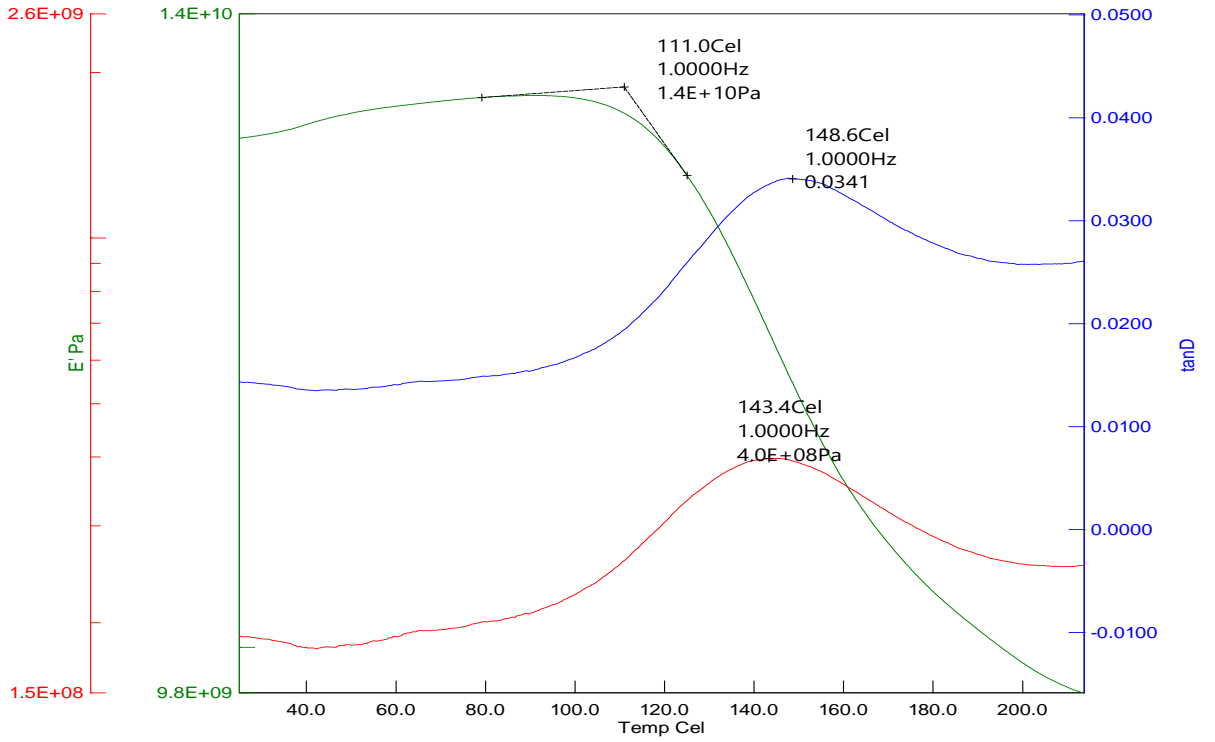


Figura 2 - Laminado prensado

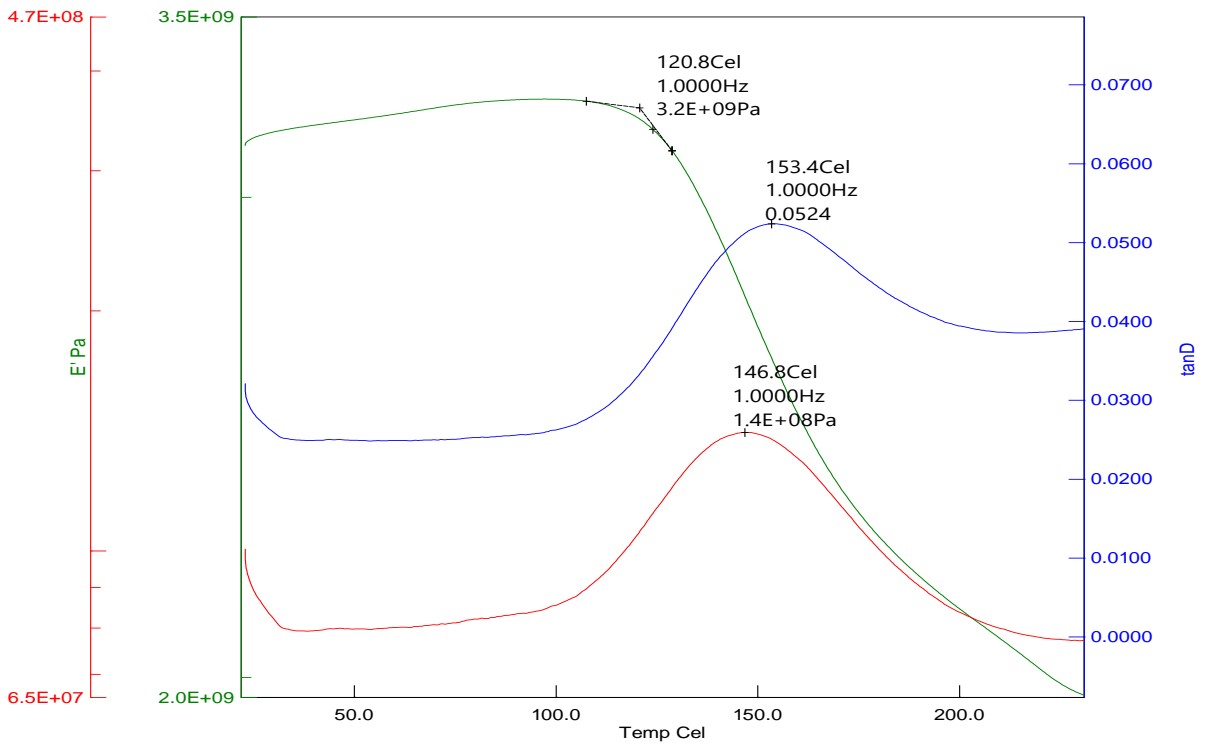




Figura 3 - Laminado prensado – Higo

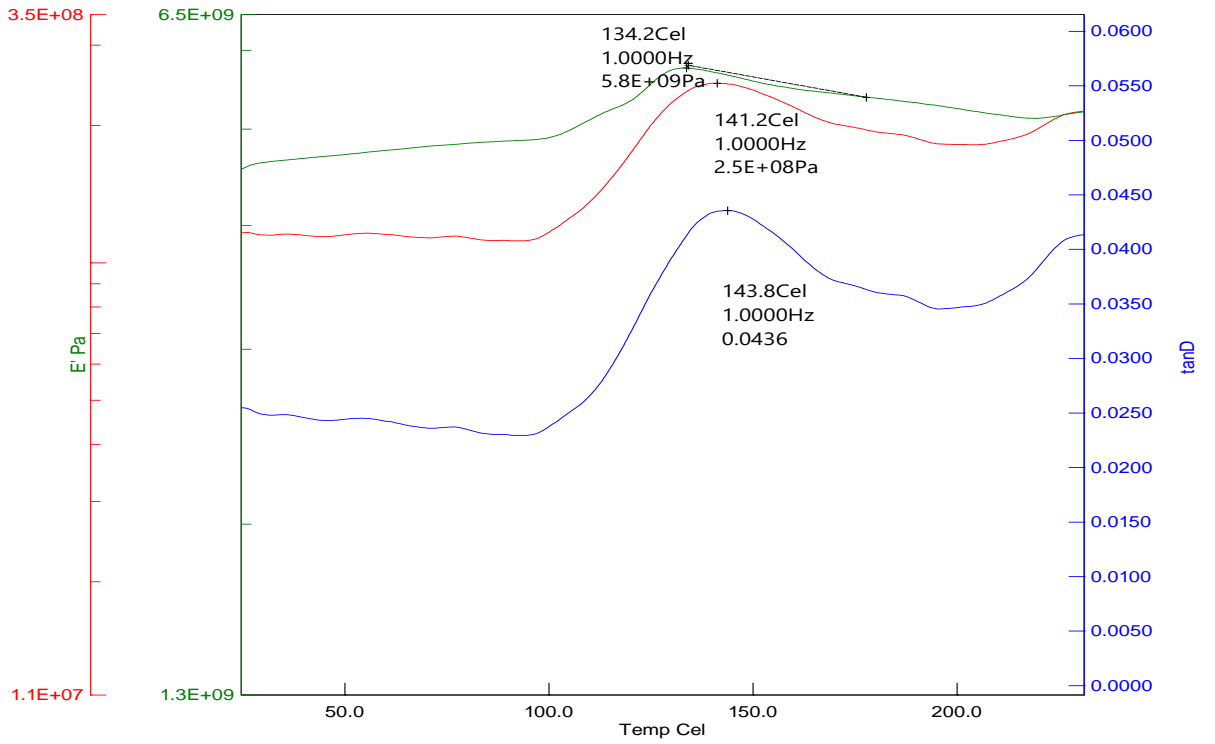


Figura 4 - Laminado prensado – Névoa Salina

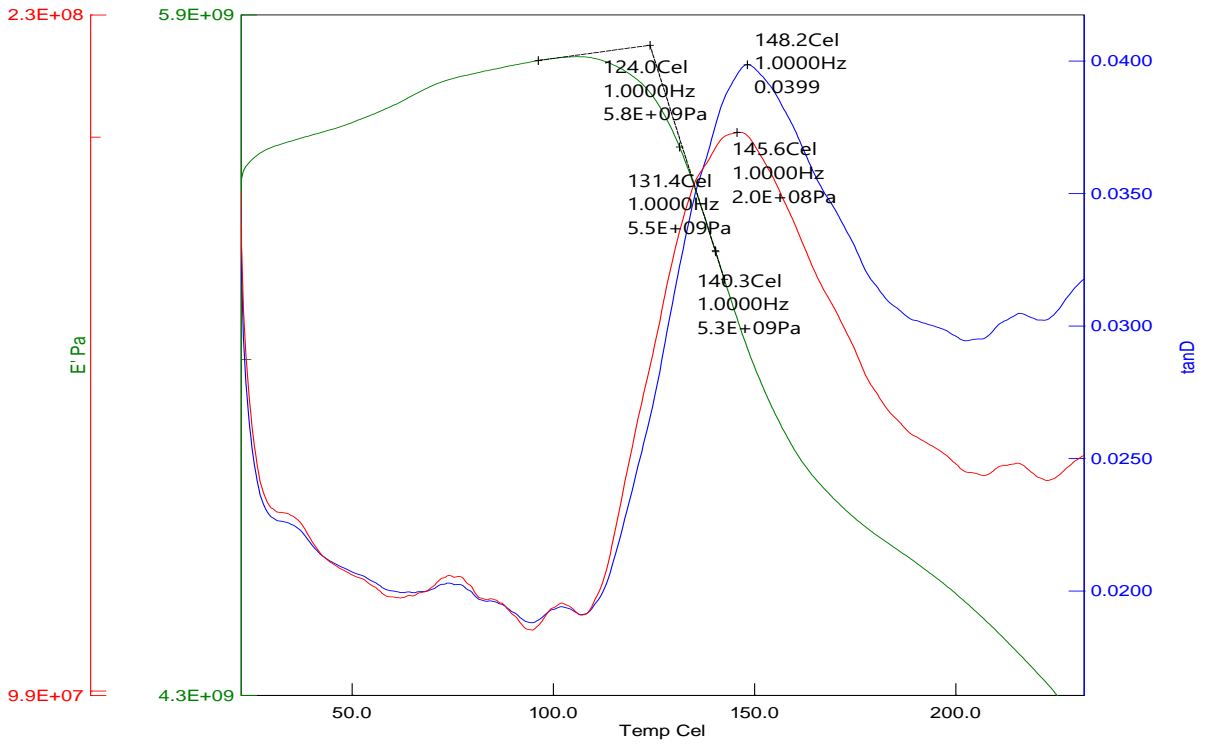


Figura 5 - Laminado prensado – UV

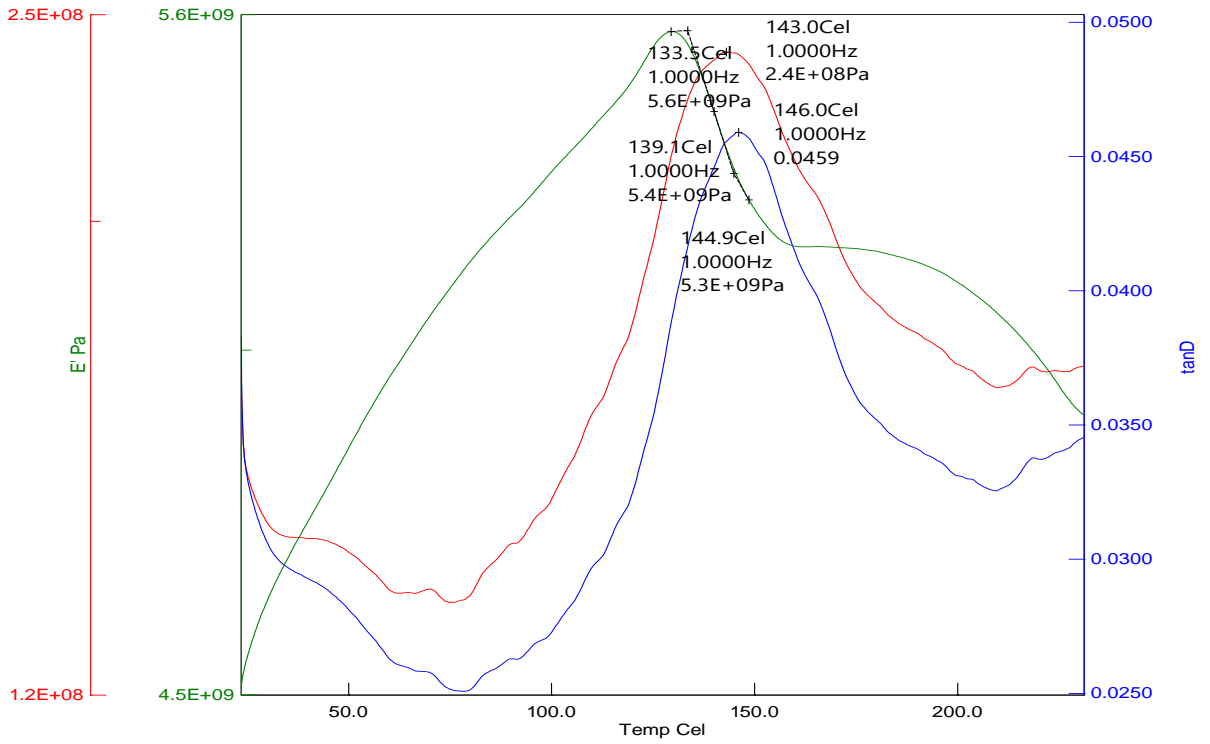


Figura 6 - Laminado soldado – Resistência

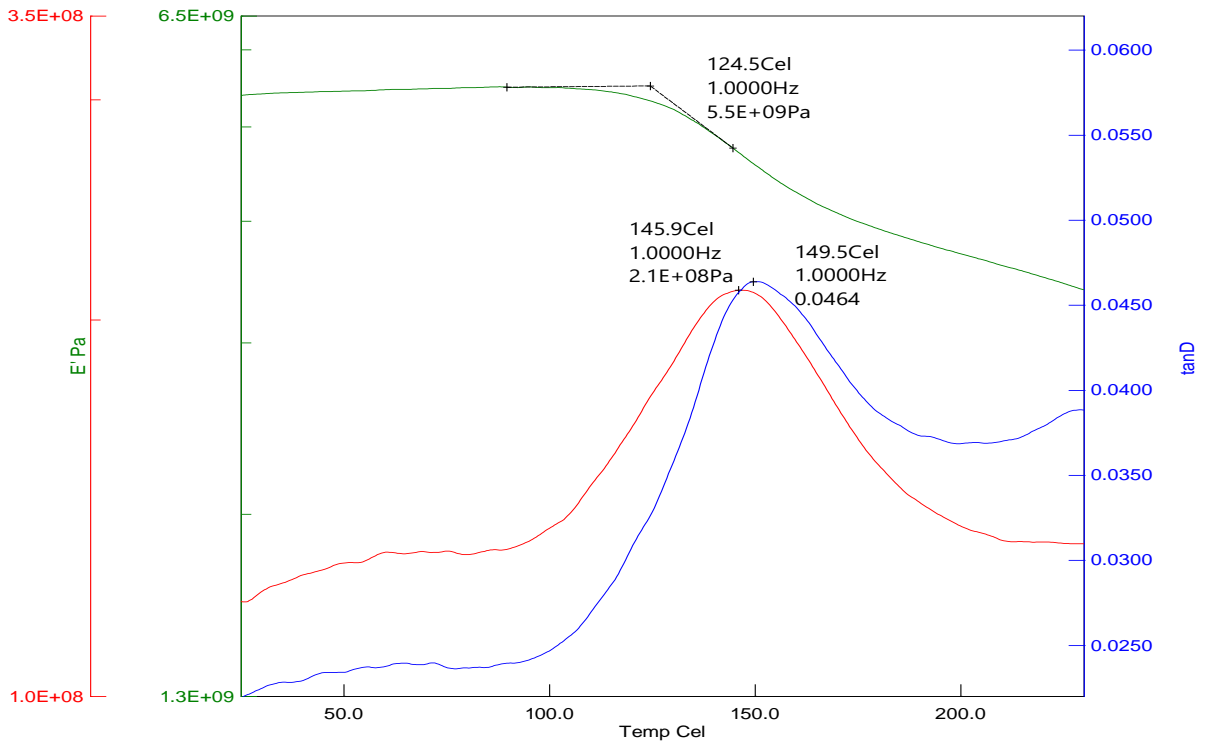


Figura 7 - Laminado soldado – Resistência – Hígro

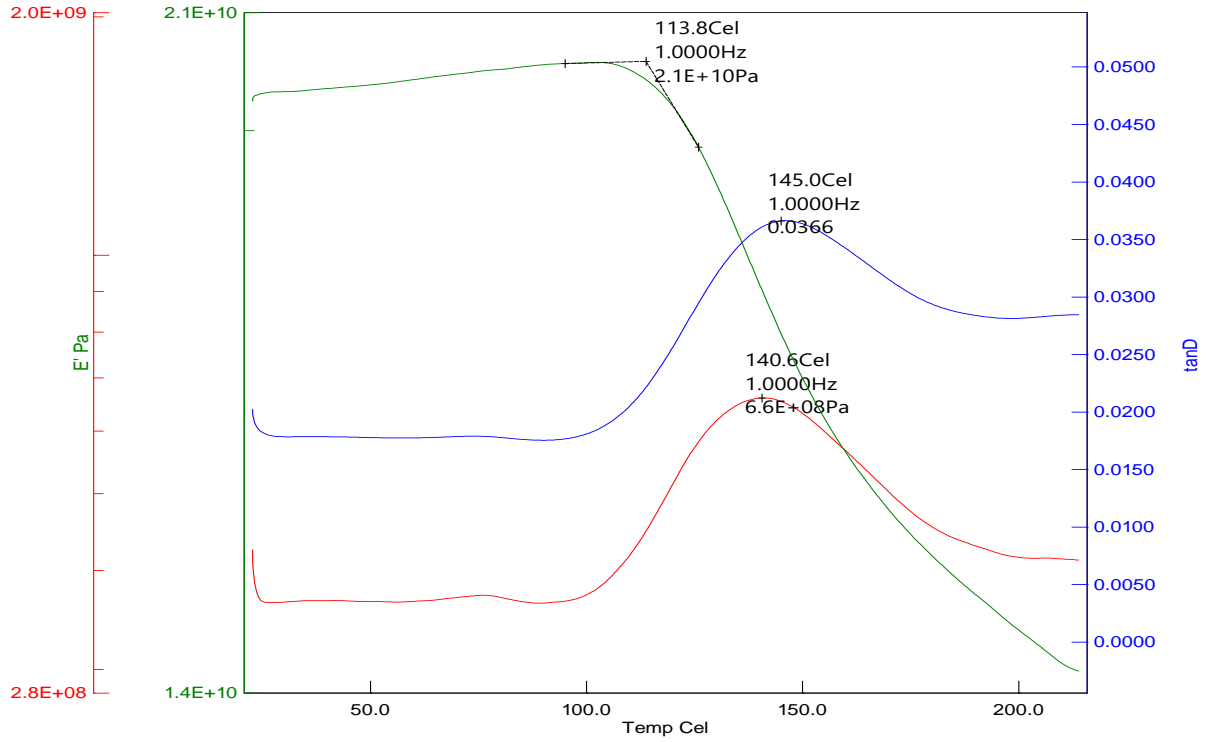


Figura 8 - Laminado soldado – Resistência – Névoa Salina

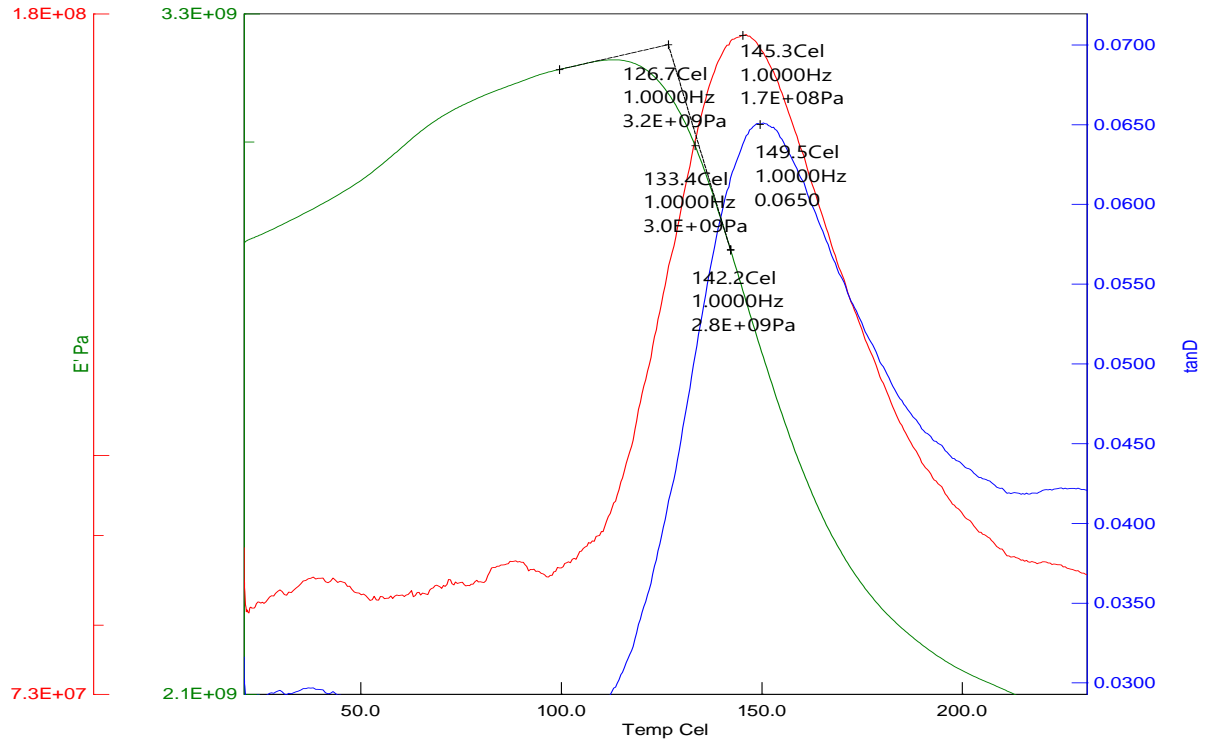


Figura 9 - Laminado soldado – Resistência – UV

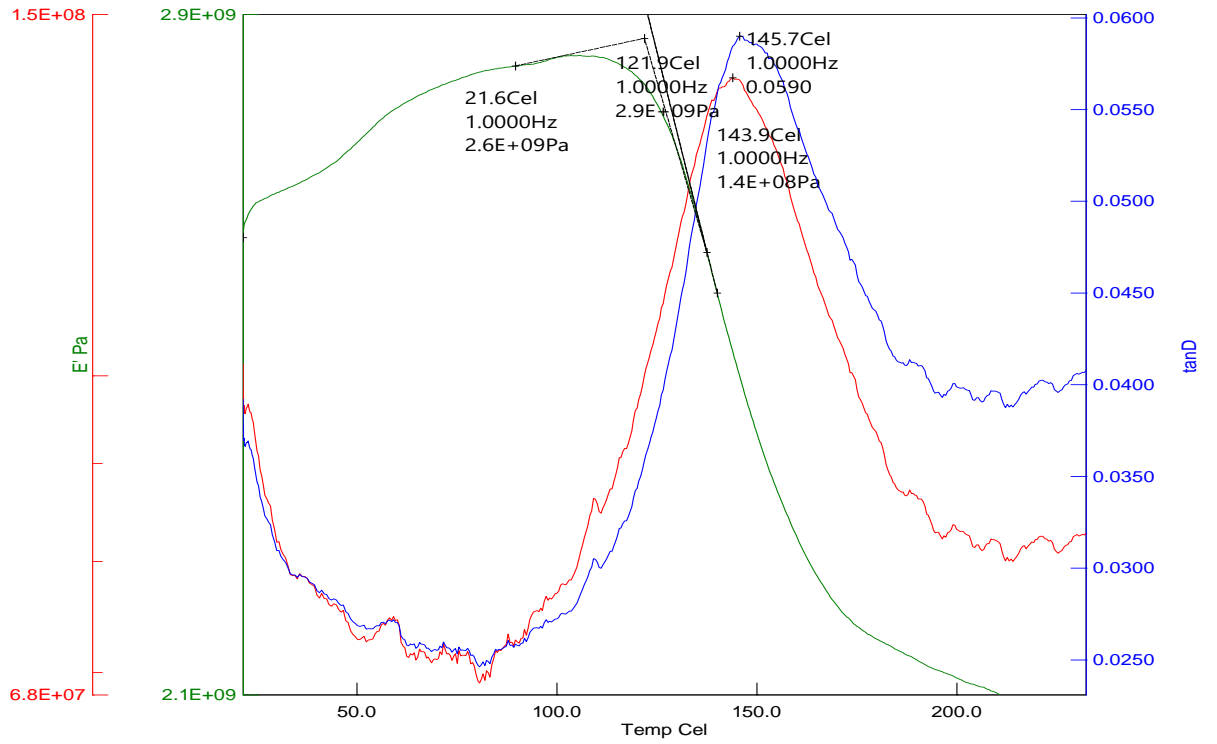


Figura 10 - Laminado soldado – Indução

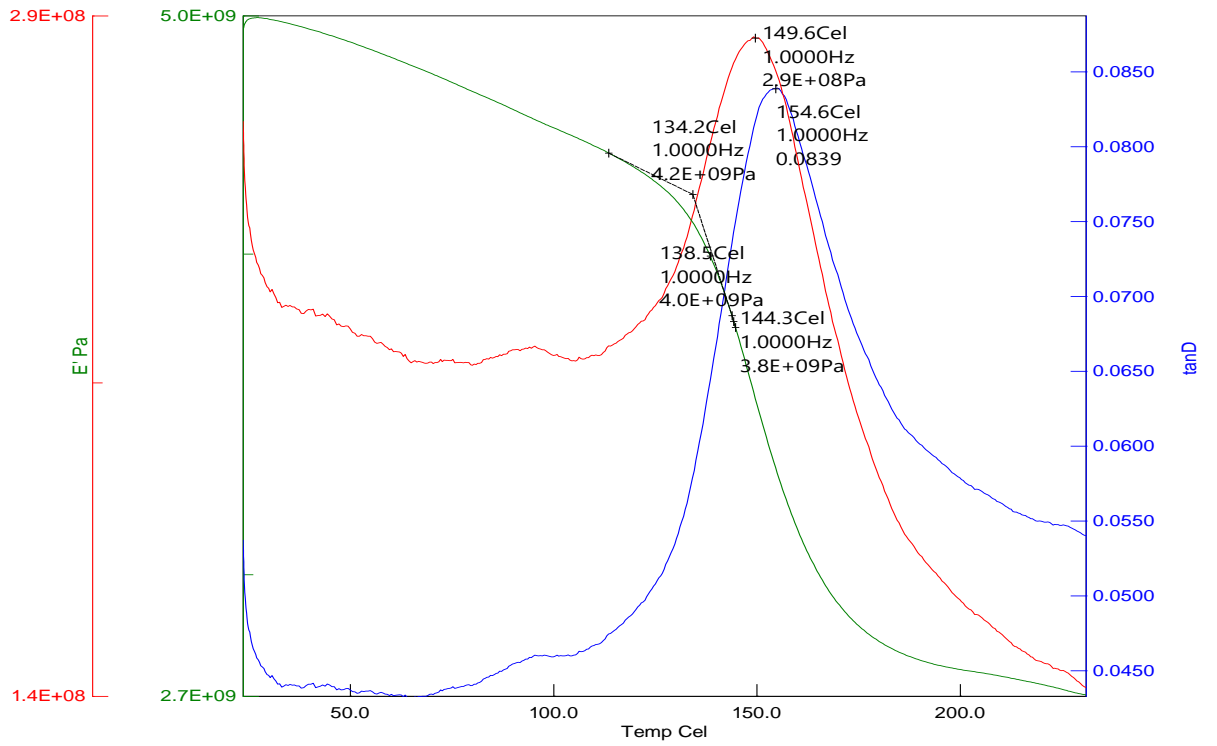


Figura 11 - Laminado soldado – Indução – Hígro

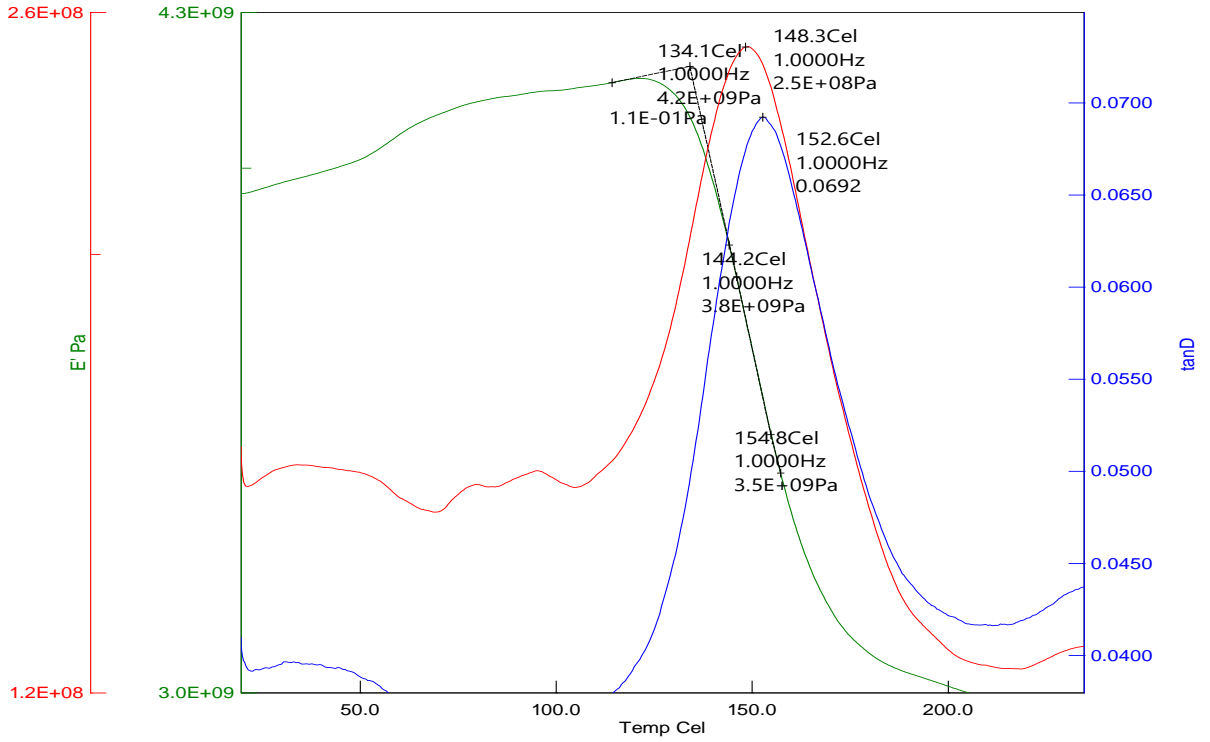


Figura 12 - Laminado soldado – Indução – Névoa Salina

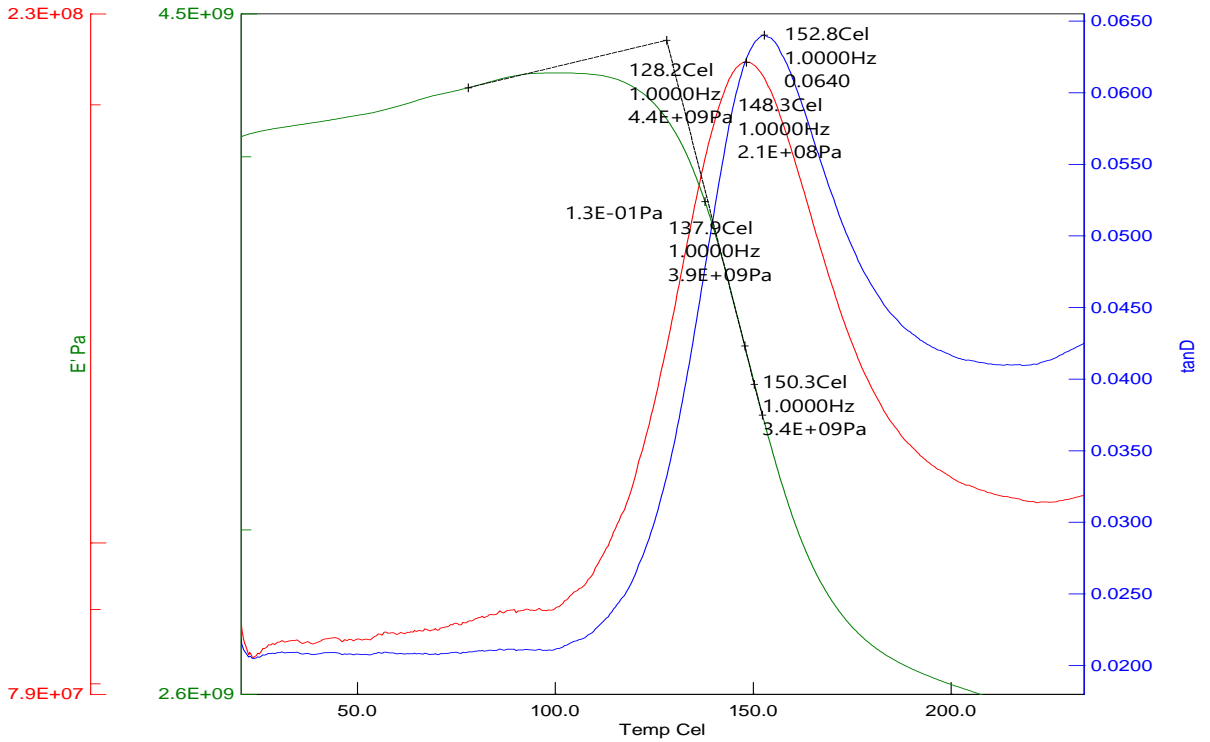
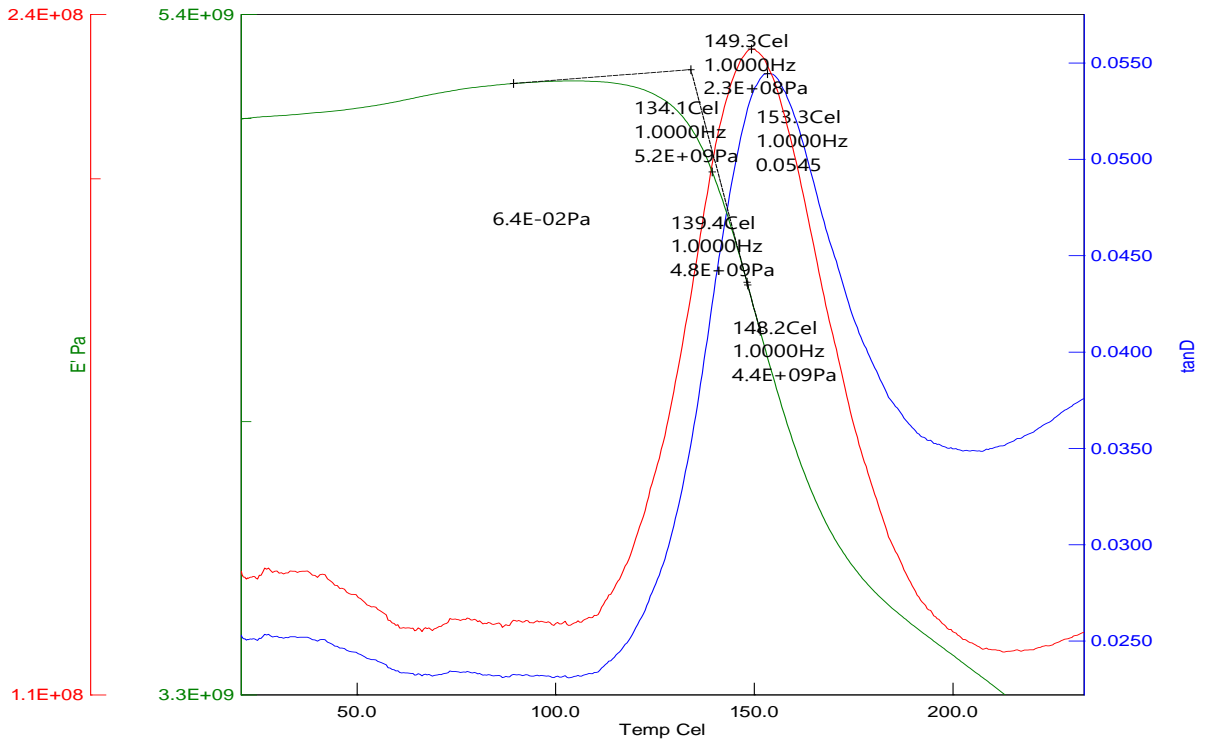


Figura 13 - Laminado soldado – Indução – UV



**ANEXO D – Curvas obtidas no ensaio de CST**

Figura 1 - PEEK como recebido: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

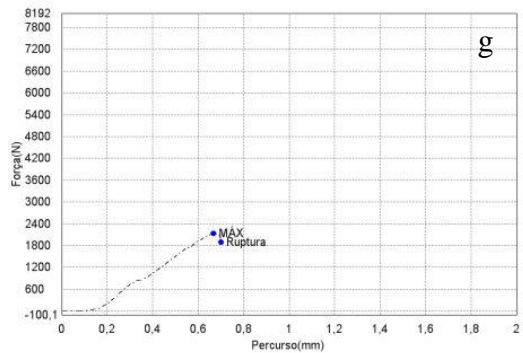
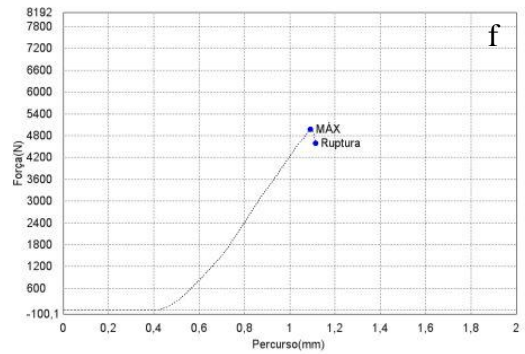
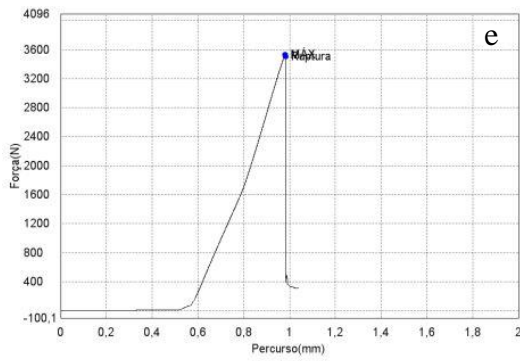
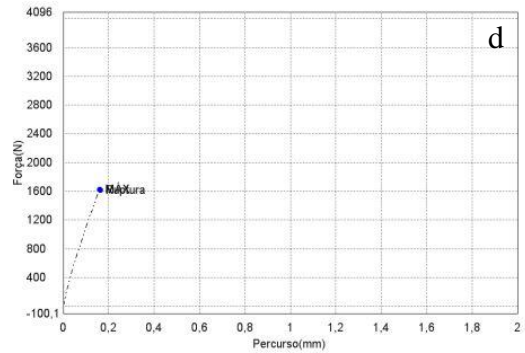
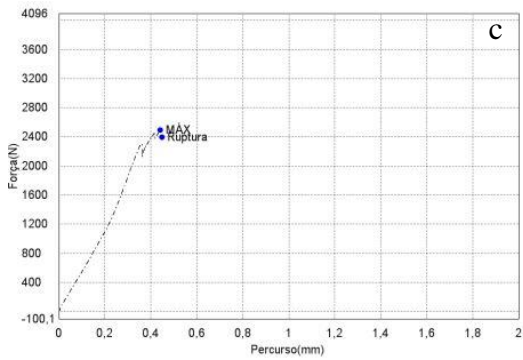
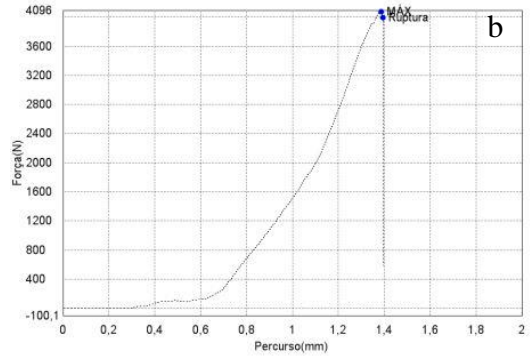
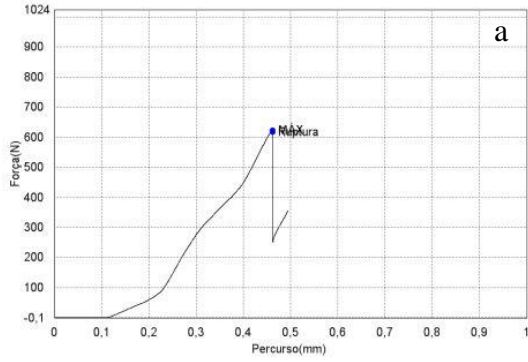


Figura 2 - PEEK prensado – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

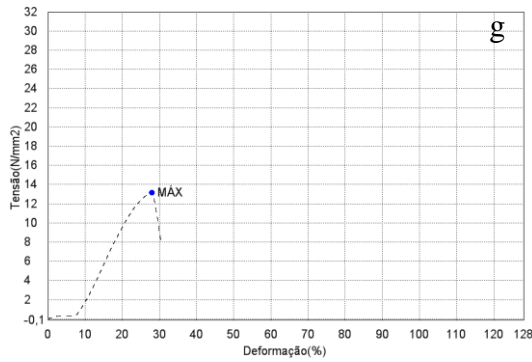
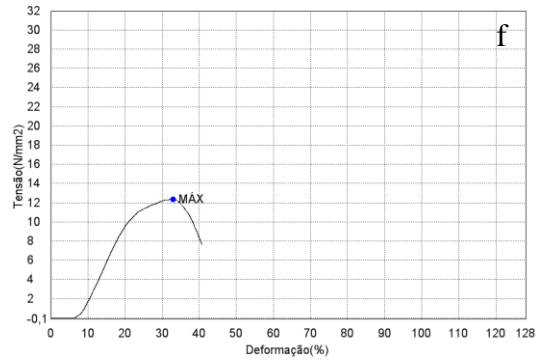
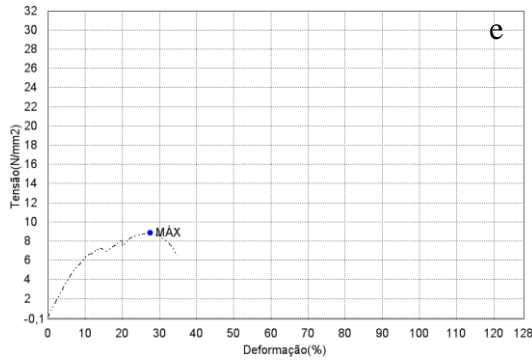
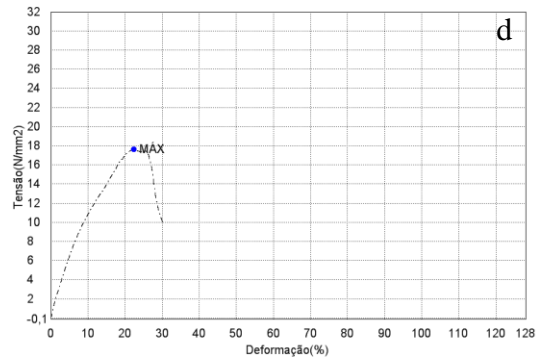
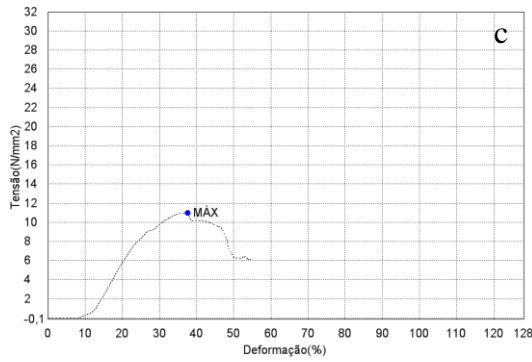
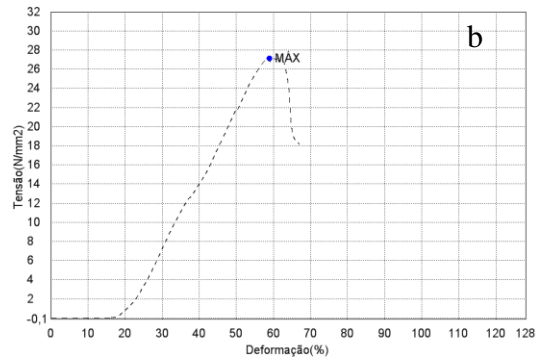
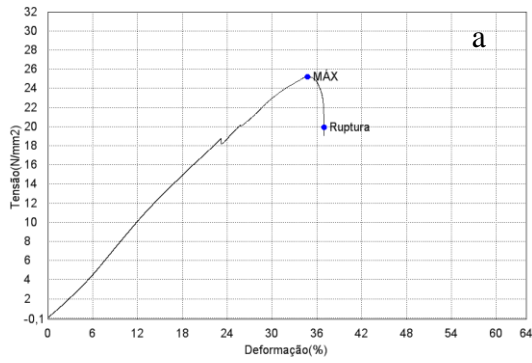




Figura 3 - PEEK prensado – Higo: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

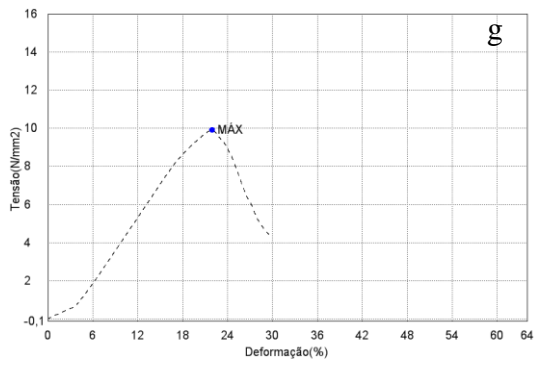
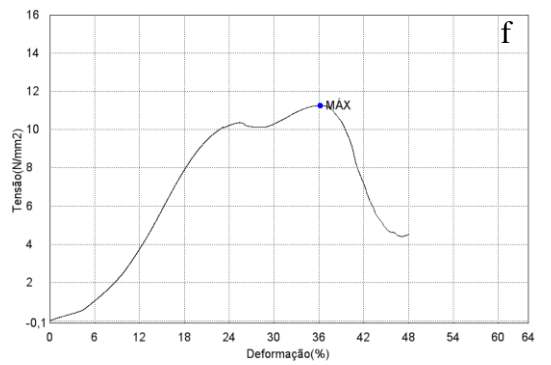
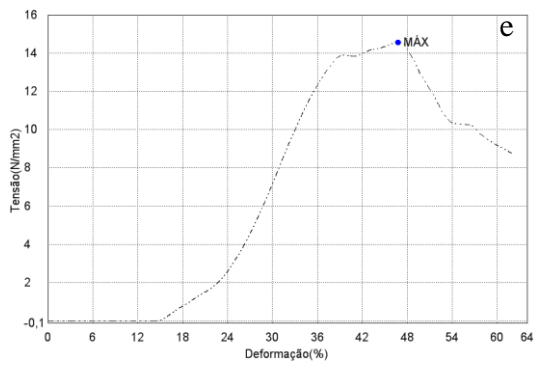
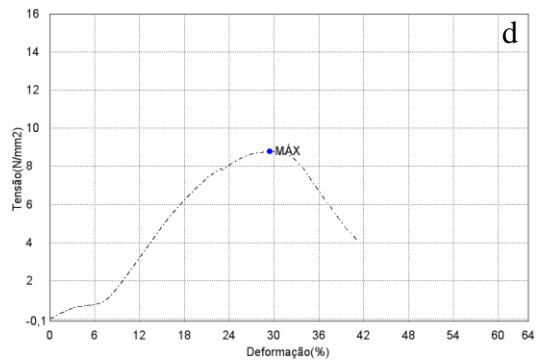
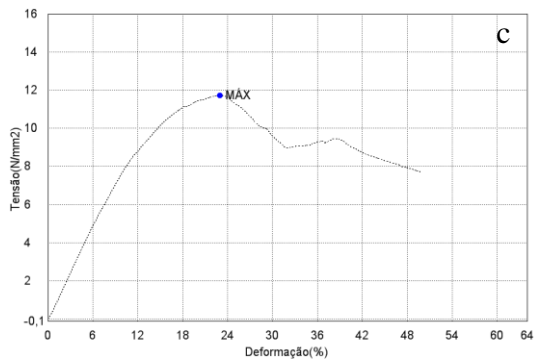
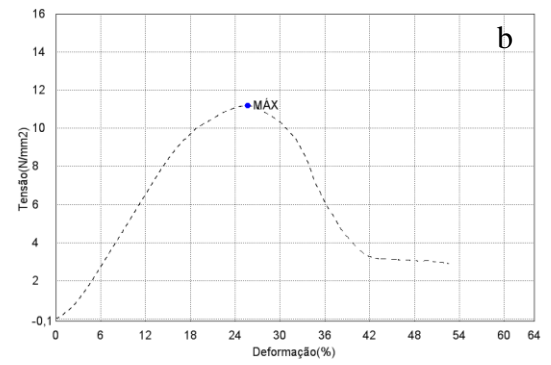
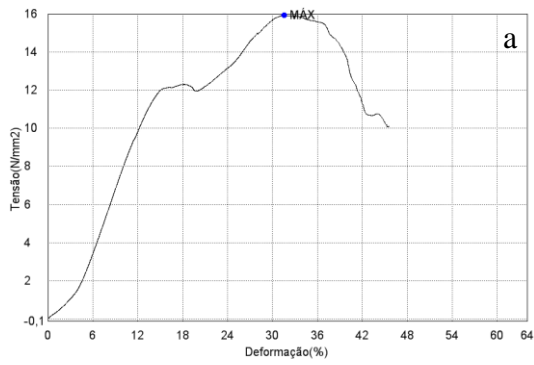


Figura 4 - PEEK prensado – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

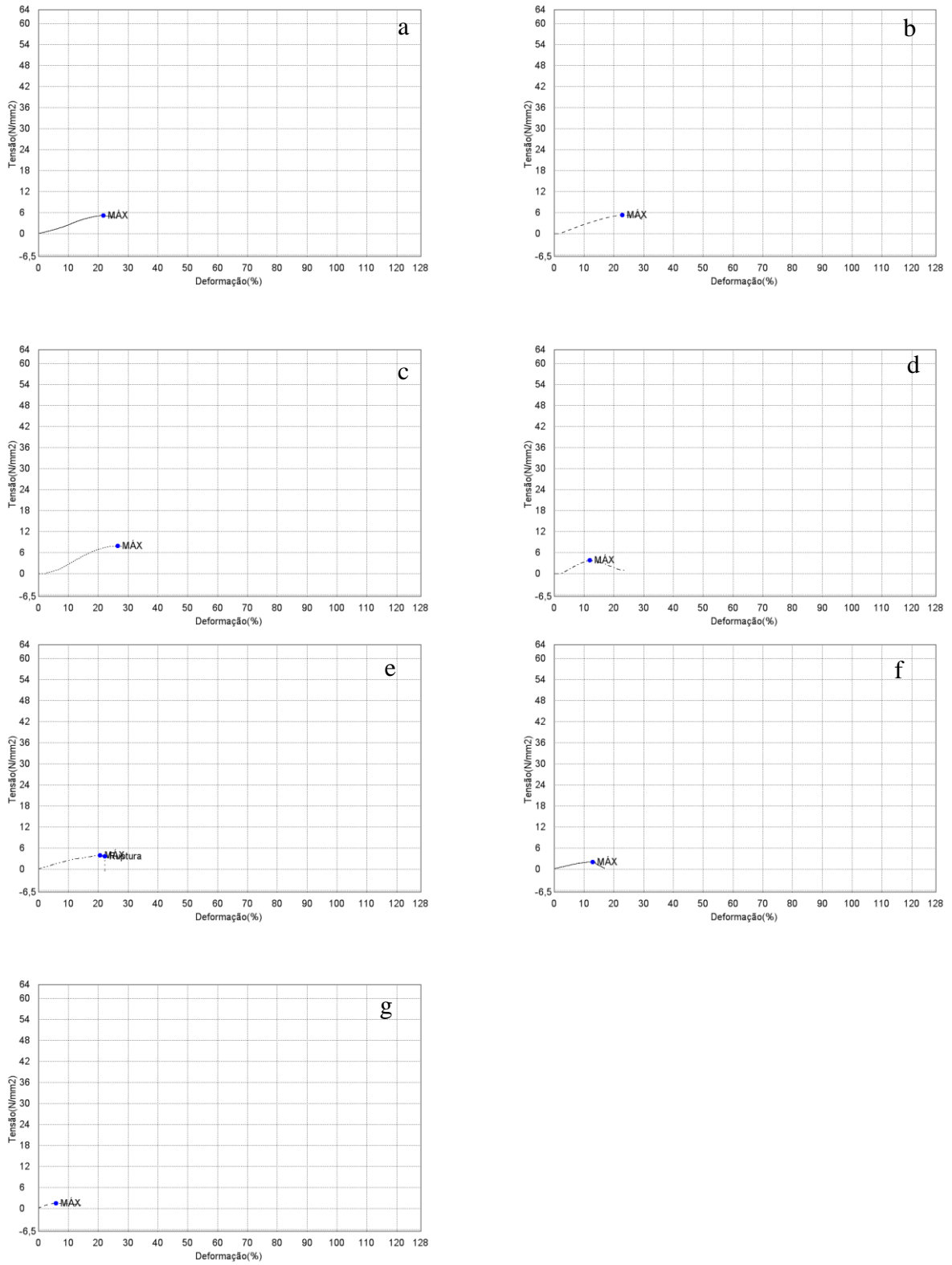


Figura 4 - PEEK prensado – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

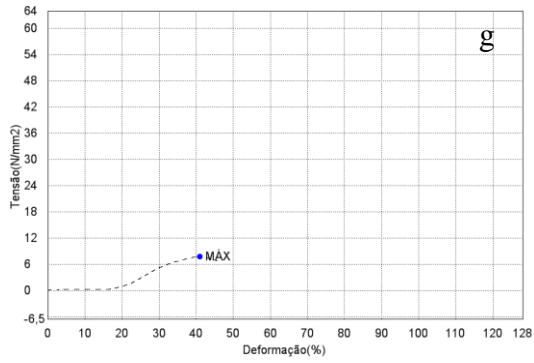
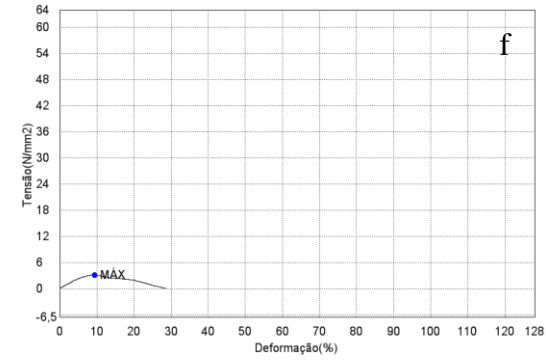
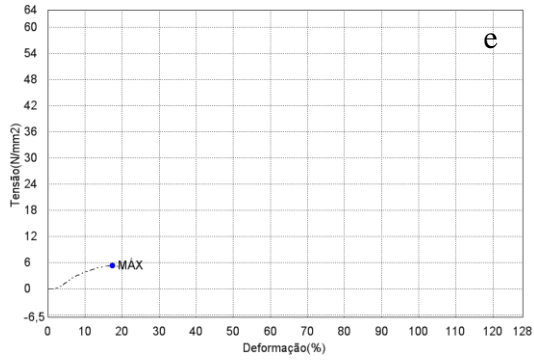
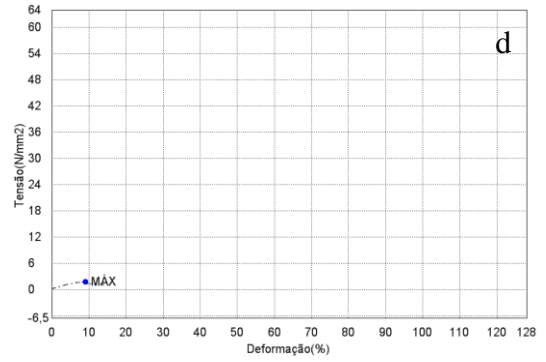
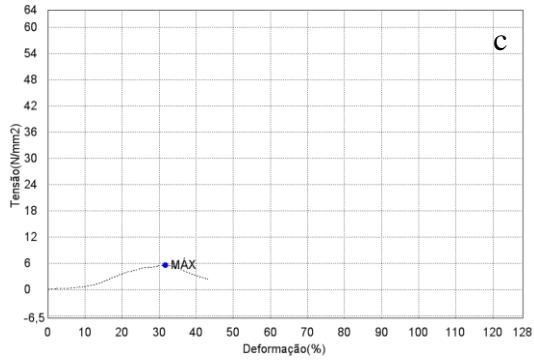
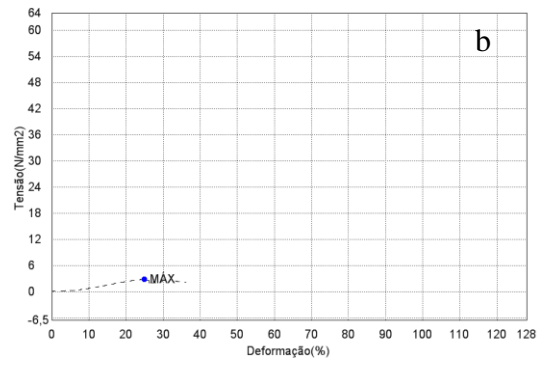
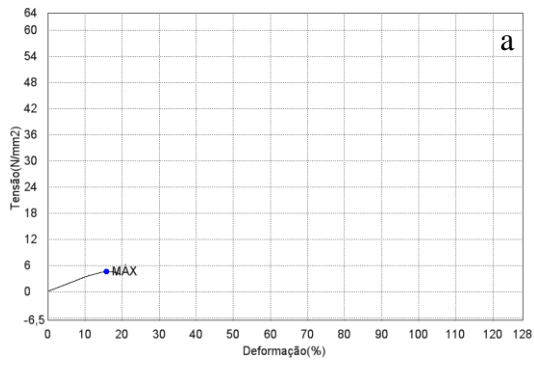


Figura 5 - PEEK soldado por resistência – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

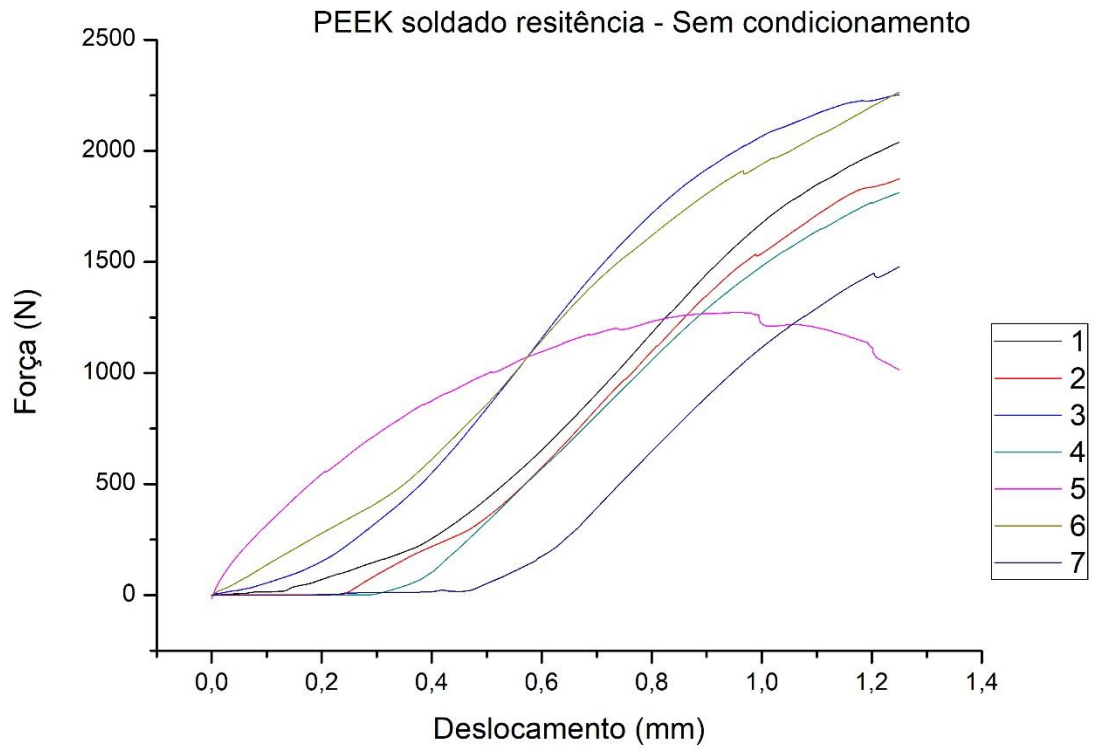


Figura 6 - PEEK soldado por resistência – Higo: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

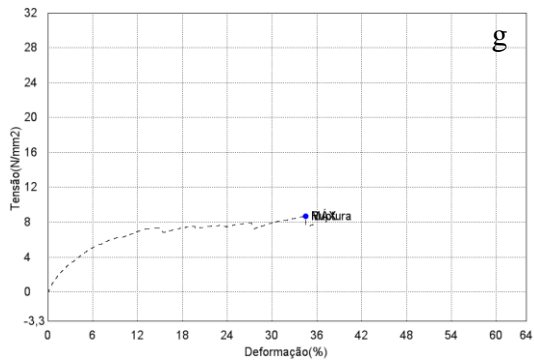
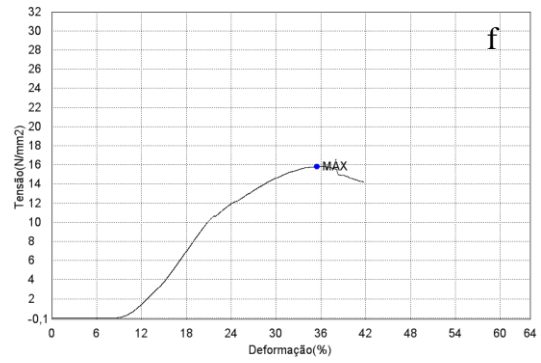
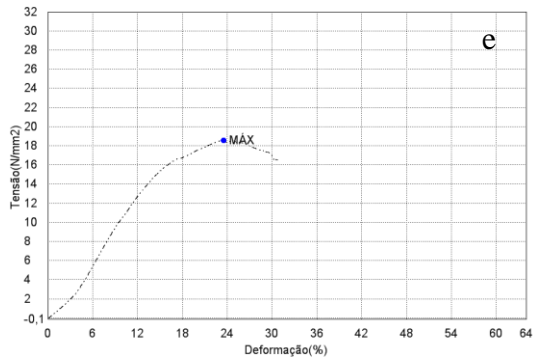
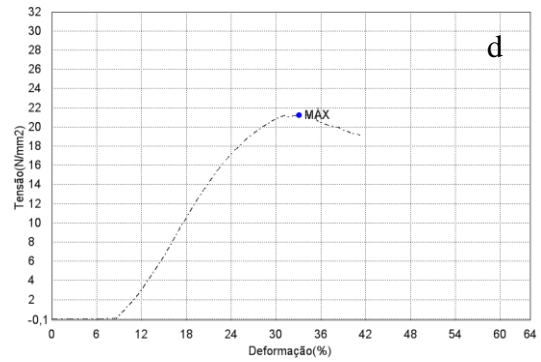
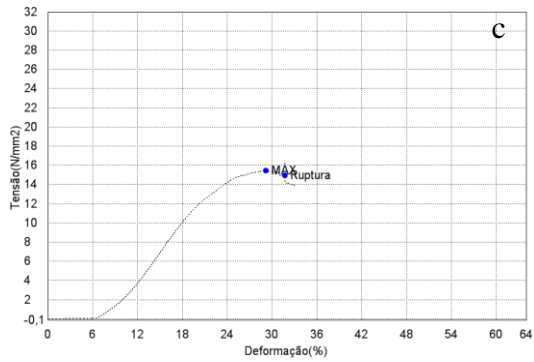
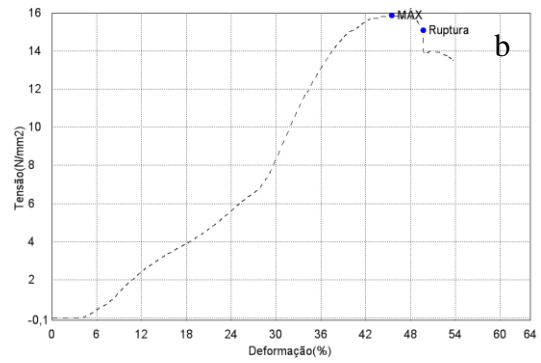
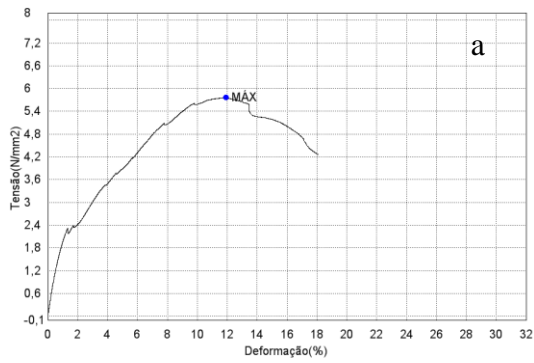


Figura 7 - PEEK soldado por resistência – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

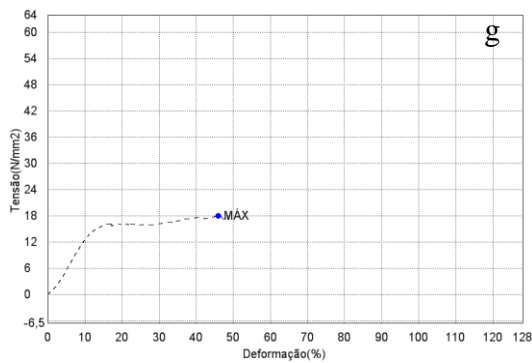
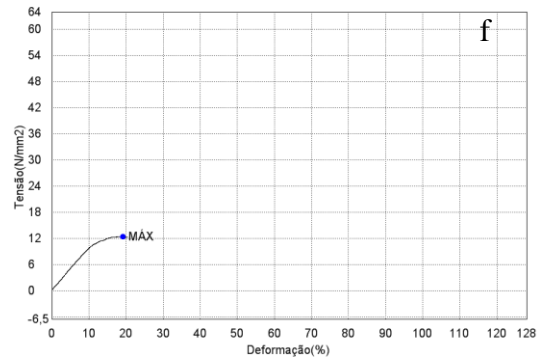
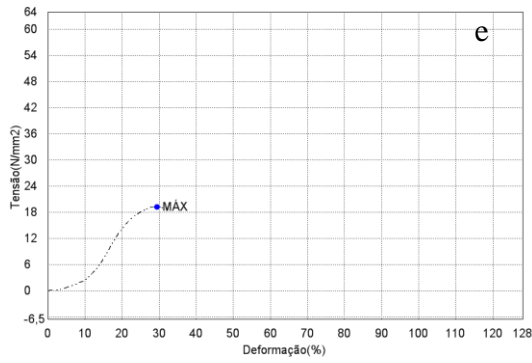
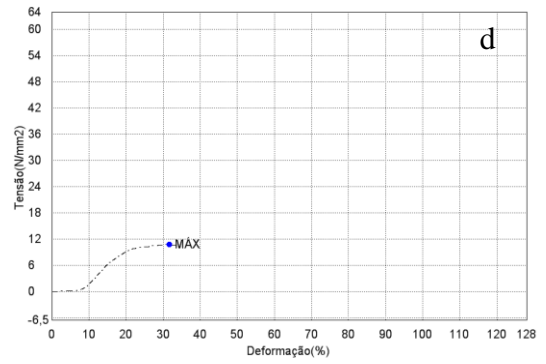
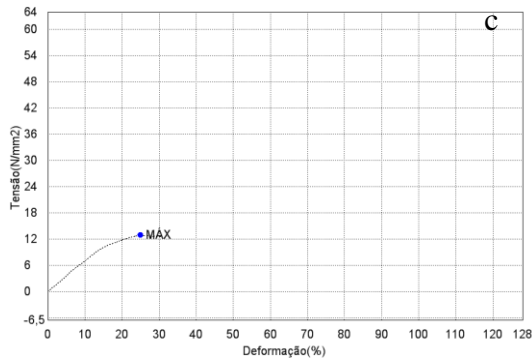
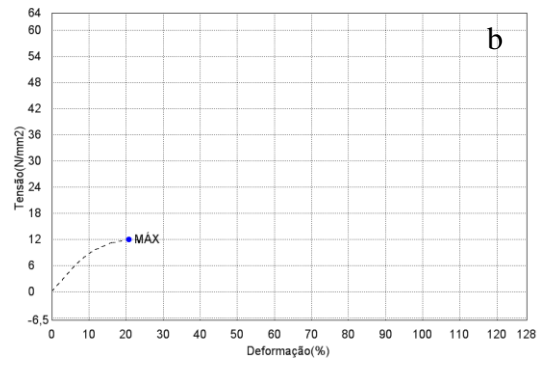
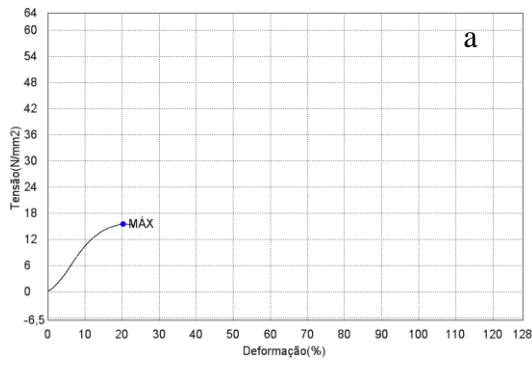


Figura 8 - PEEK soldado por resistência – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6; (g) amostra 7.

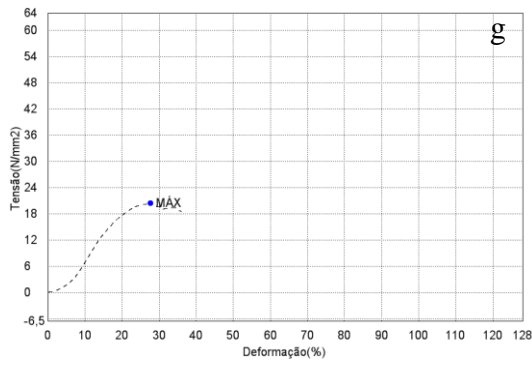
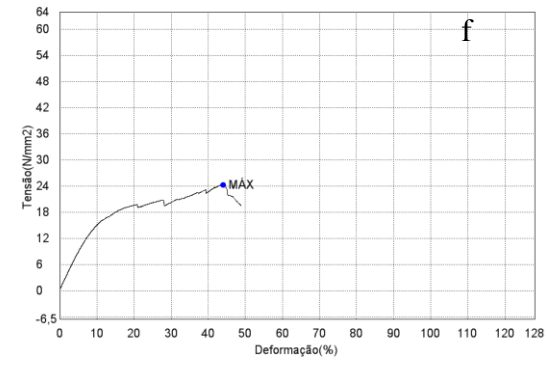
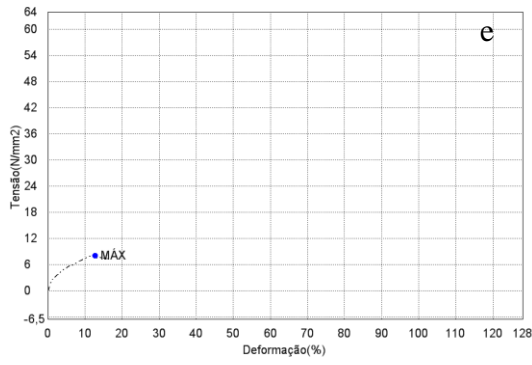
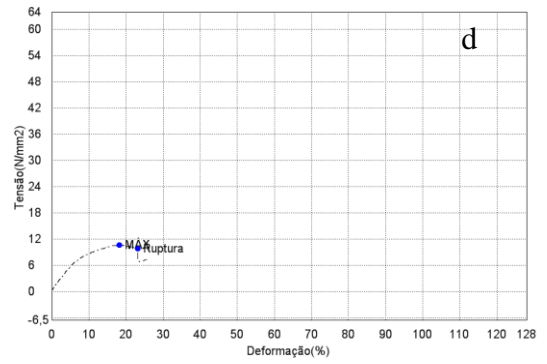
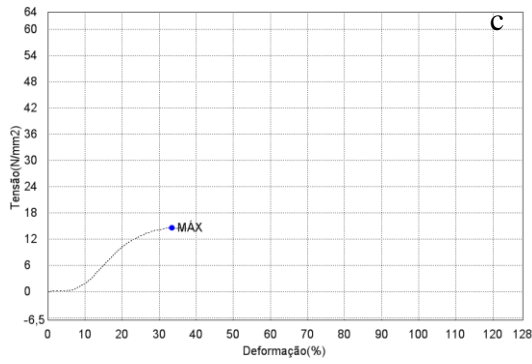
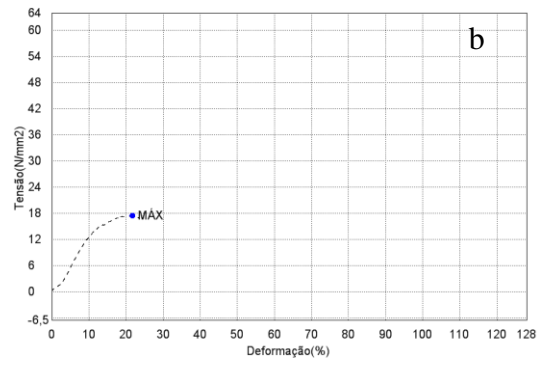
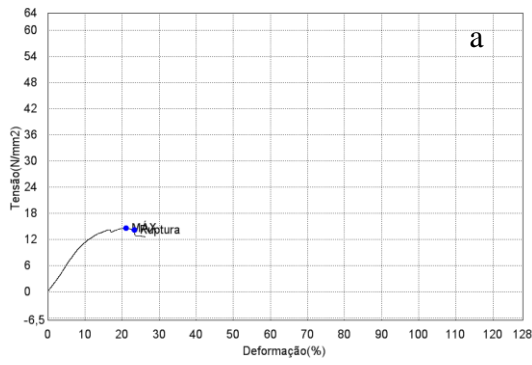


Figura 9 - PEEK soldado por indução – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

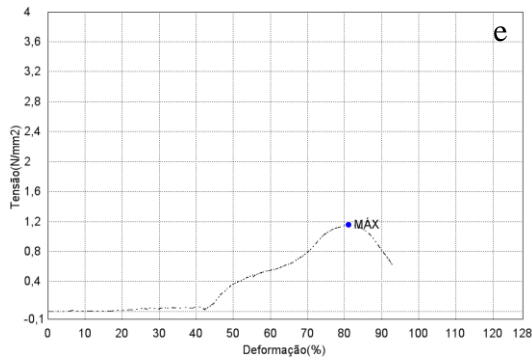
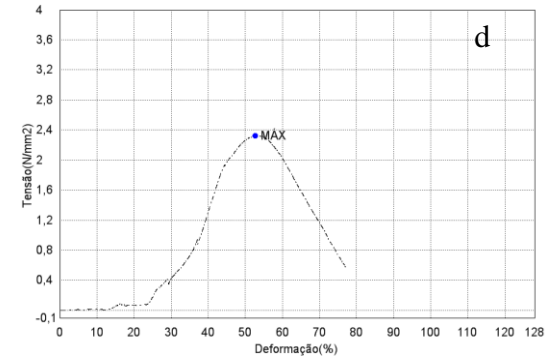
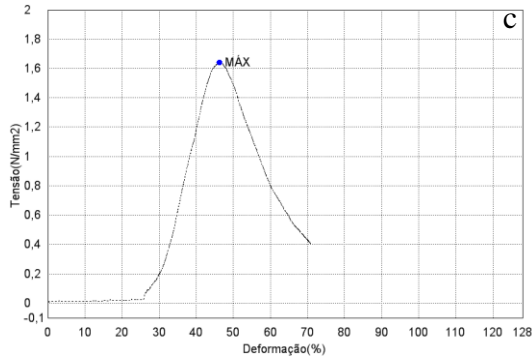
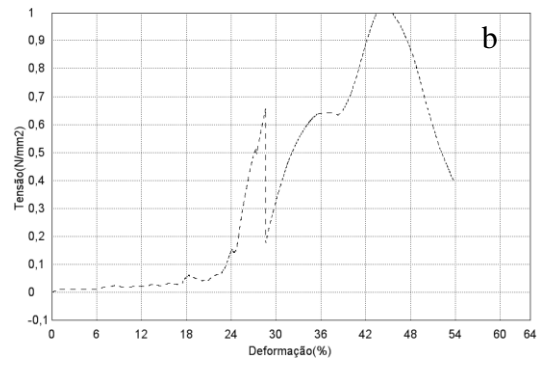
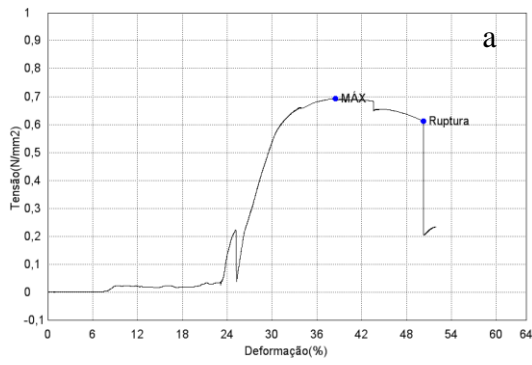




Figura 10 - PEEK soldado por indução – Higo: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

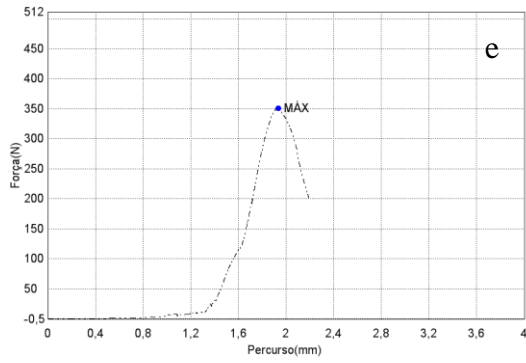
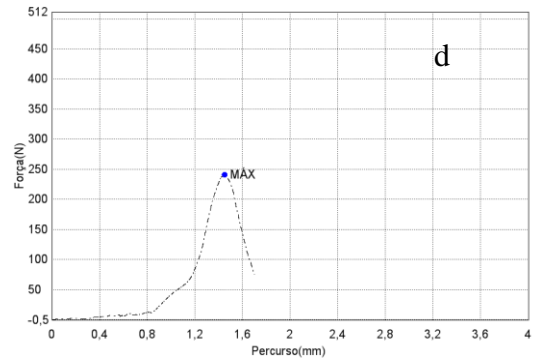
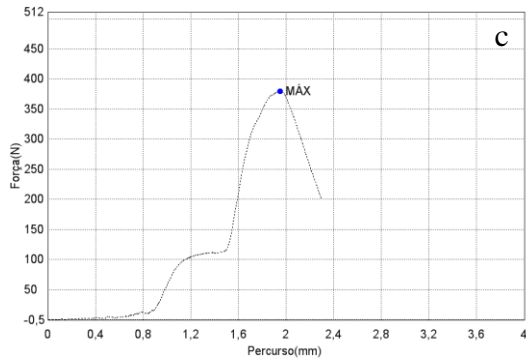
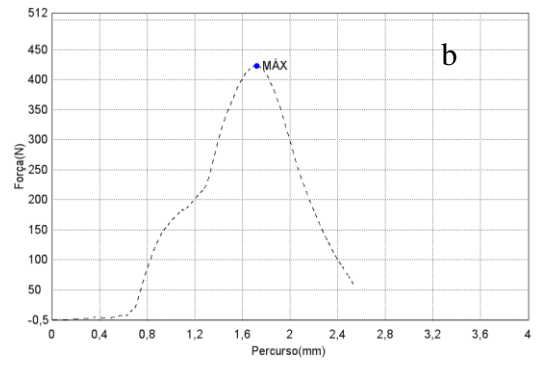
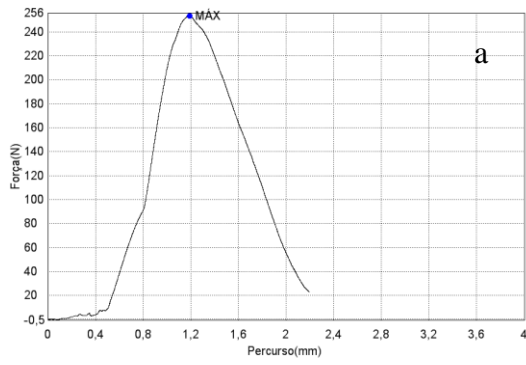


Figura 11 - PEEK soldado por indução – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

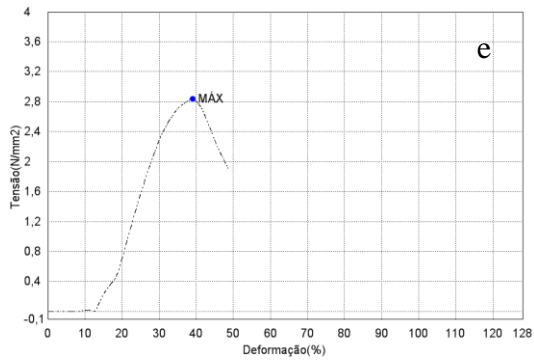
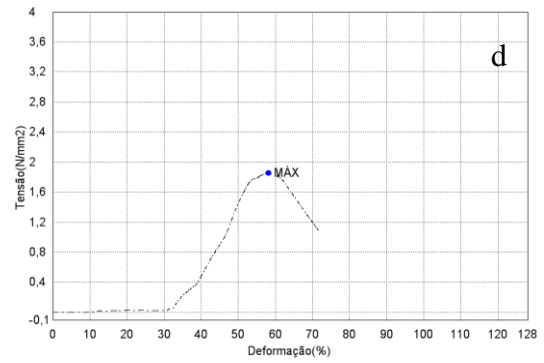
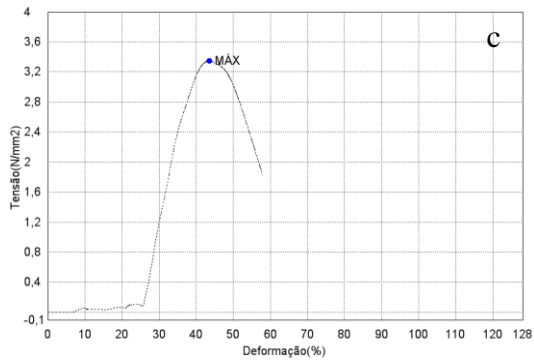
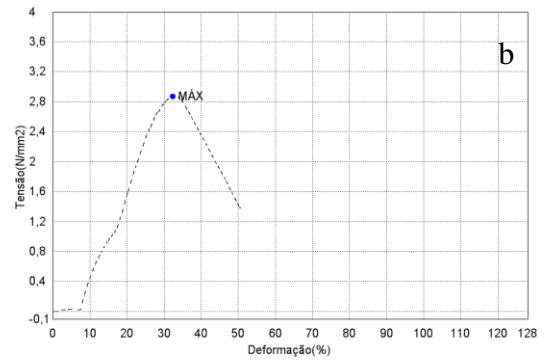
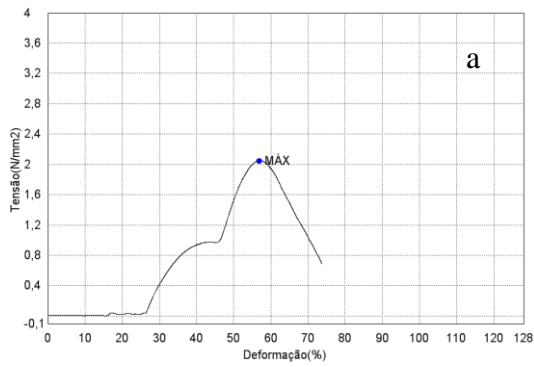
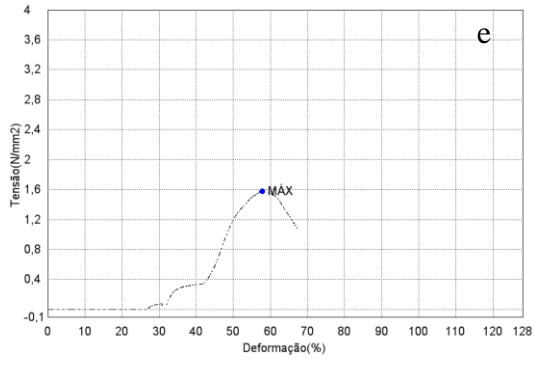
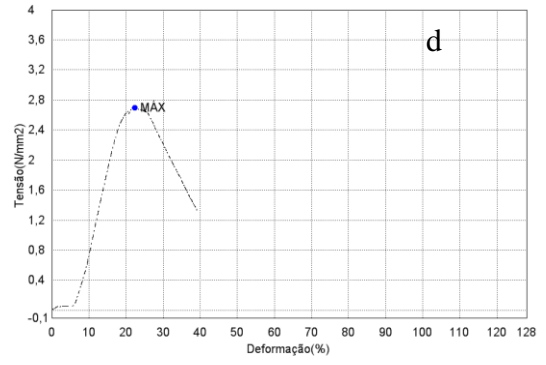
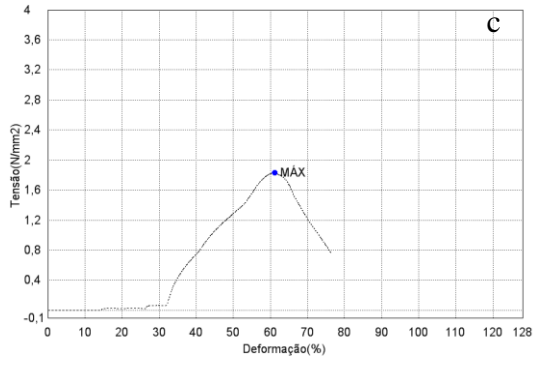
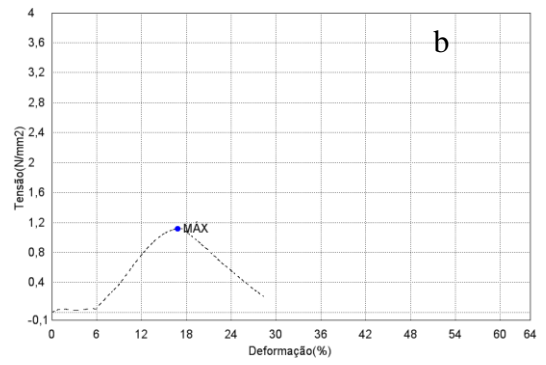
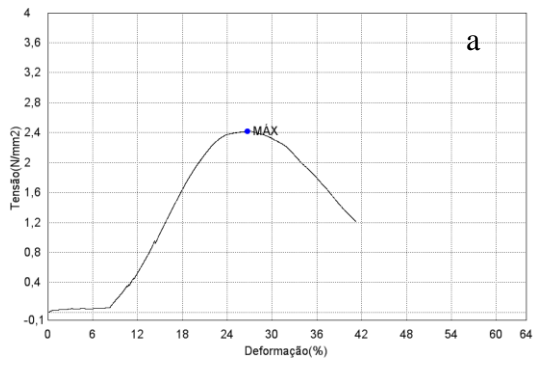


Figura 12 - PEEK soldado por indução – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.



**ANEXO E – Curvas obtidas no ensaio de Iosipescu**

Figura 1 - PEEK como recebido: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

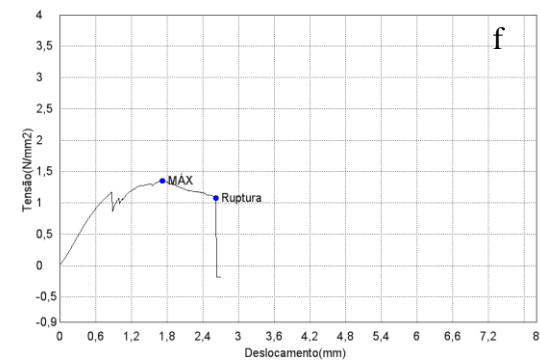
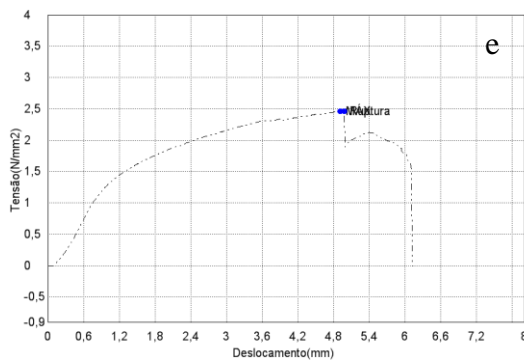
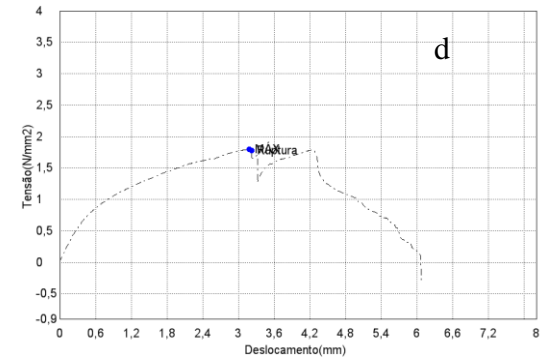
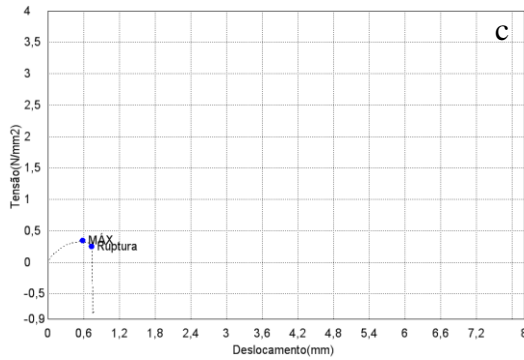
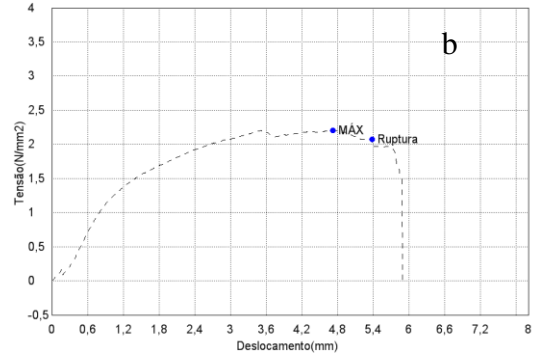
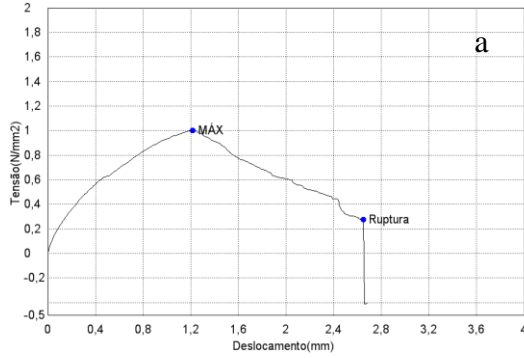


Figura 2 - PEEK prensado – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

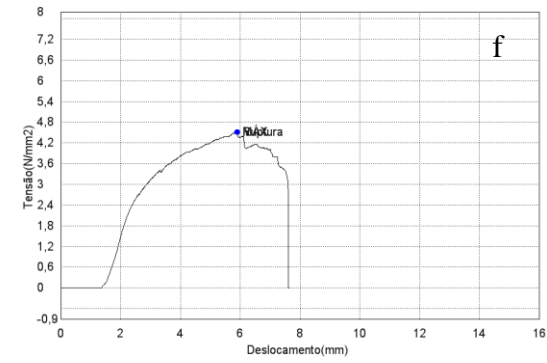
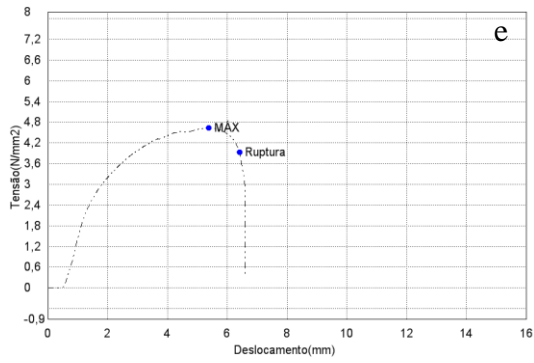
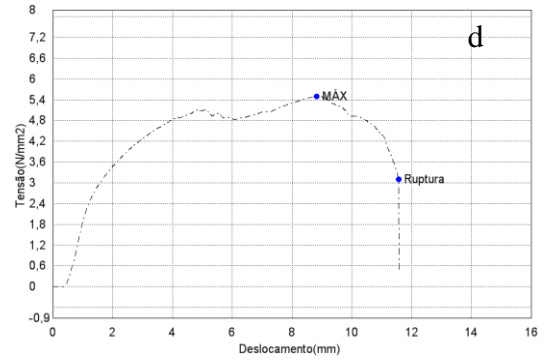
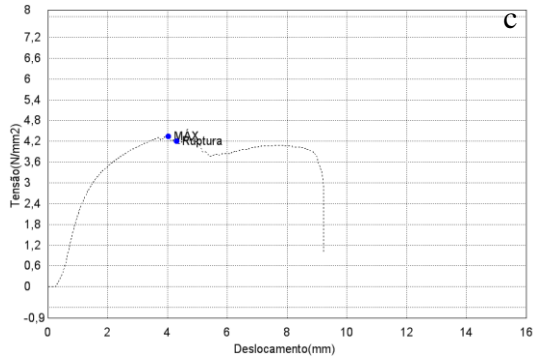
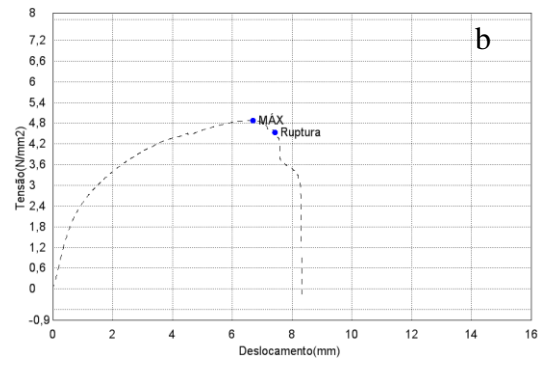
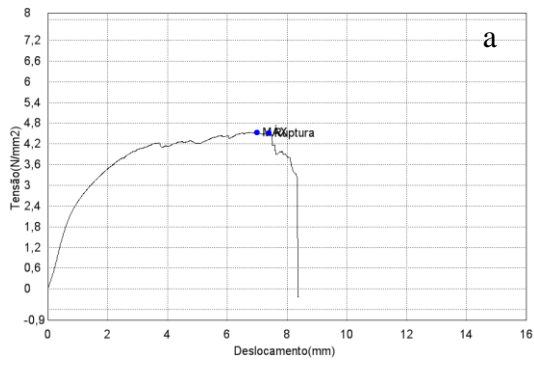


Figura 3 - PEEK prensado – Histro.

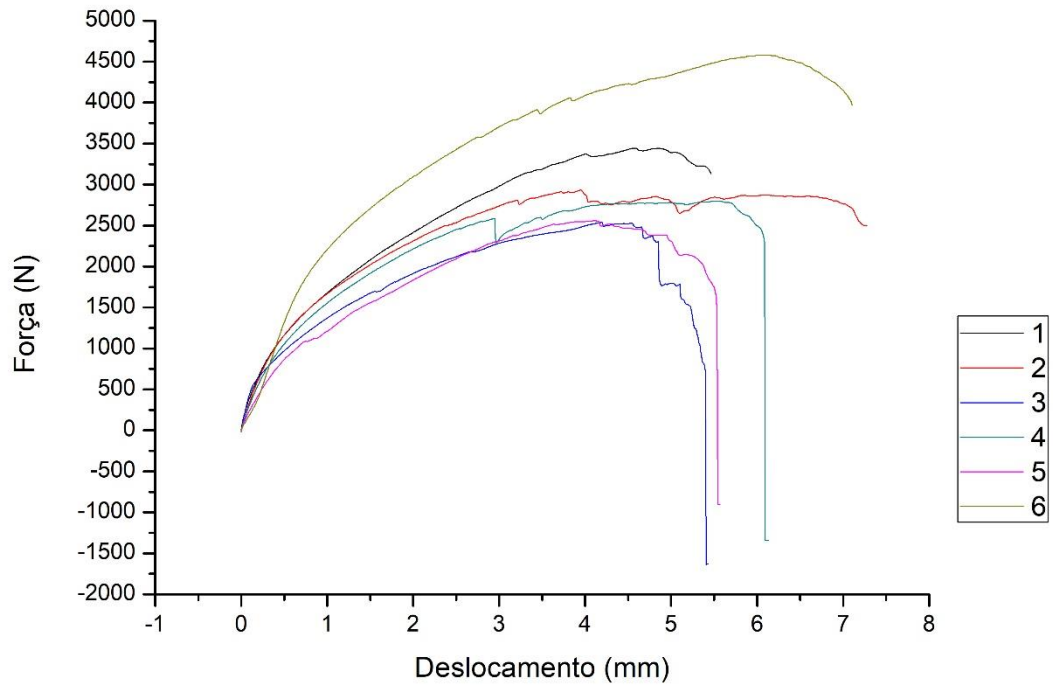


Figura 4 - PEEK prensado – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

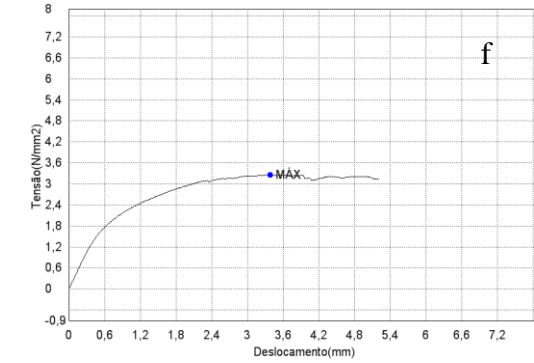
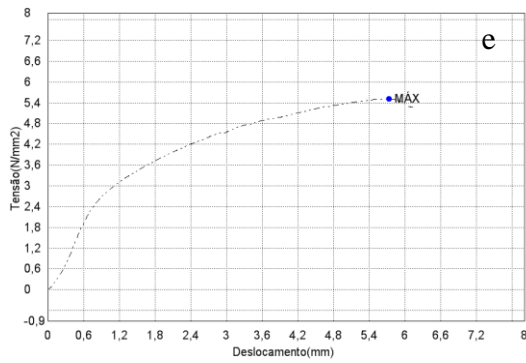
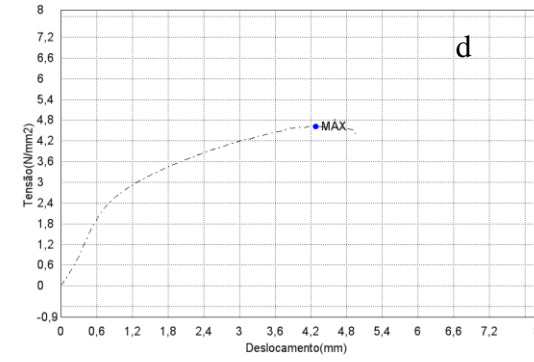
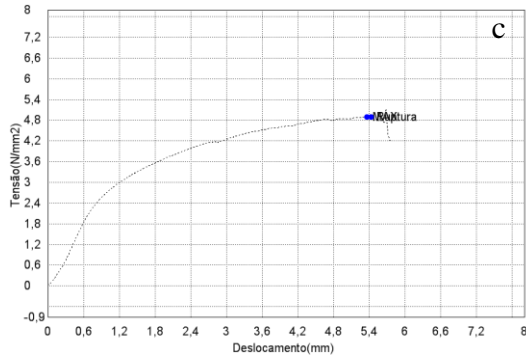
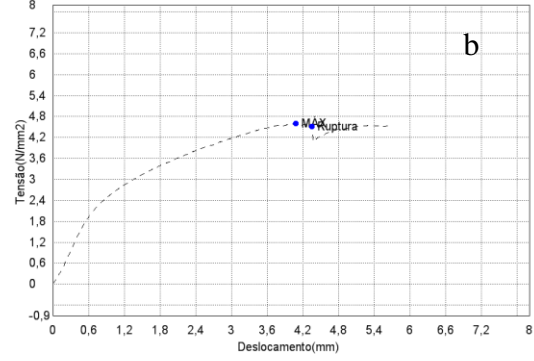
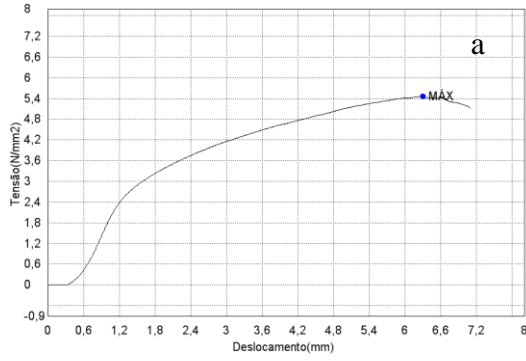


Figura 5 - PEEK prensado – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

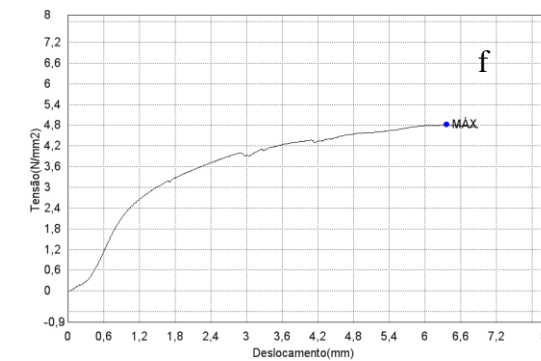
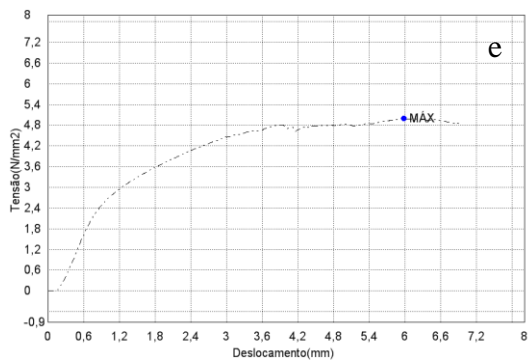
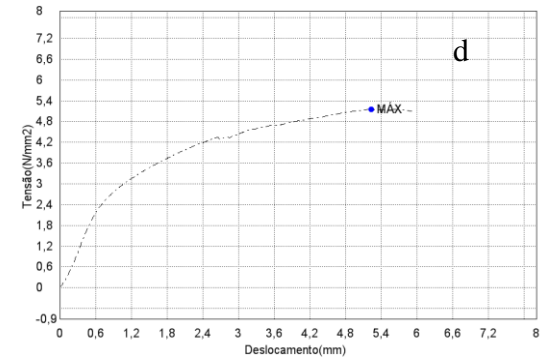
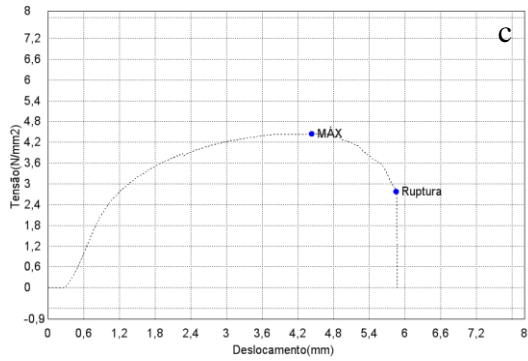
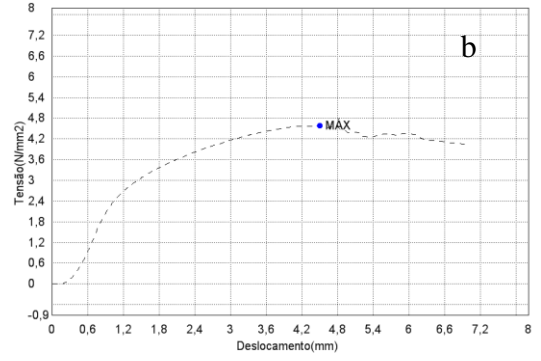
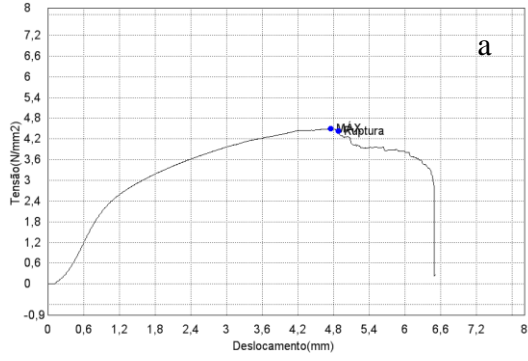




Figura 6 - PEEK soldado por resistência – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

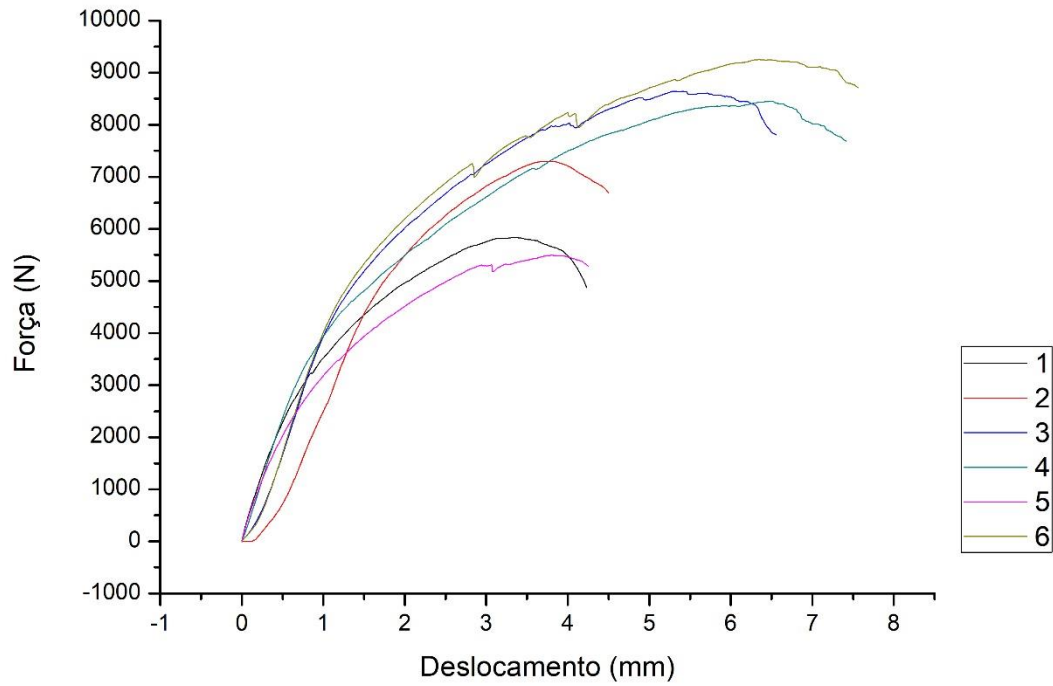


Figura 7 - PEEK soldado por resistência – Higo: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

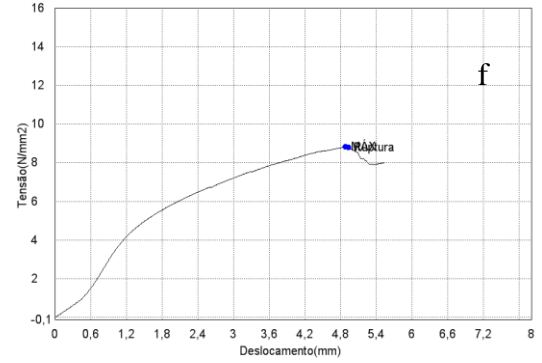
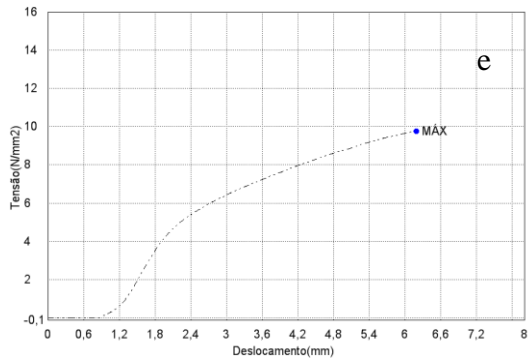
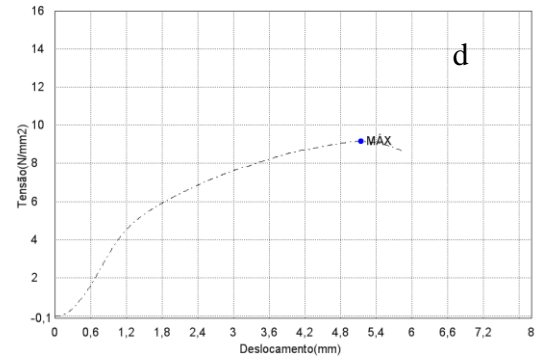
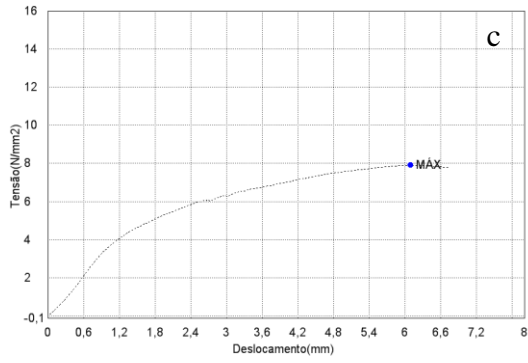
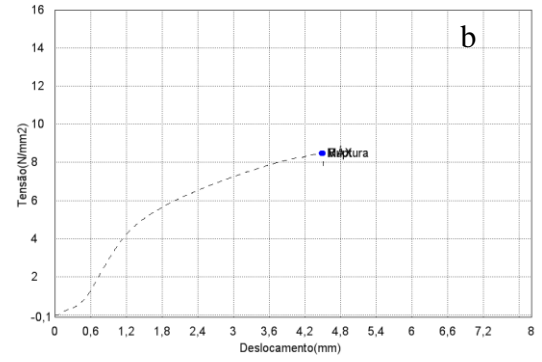
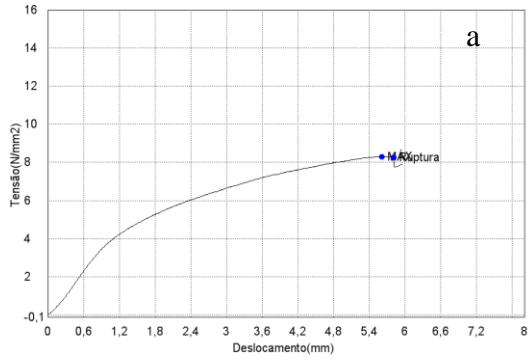


Figura 8 - PEEK soldado por resistência – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

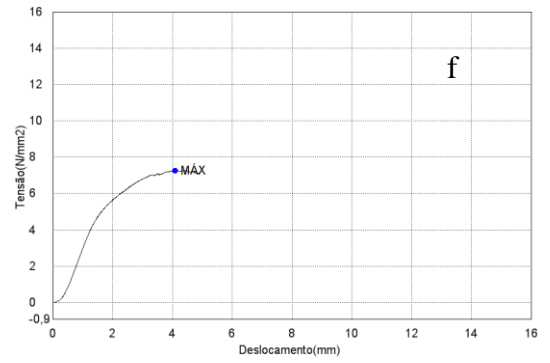
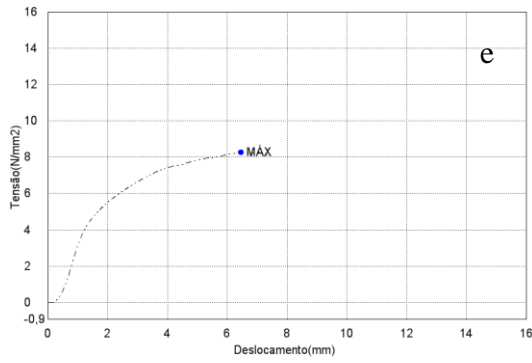
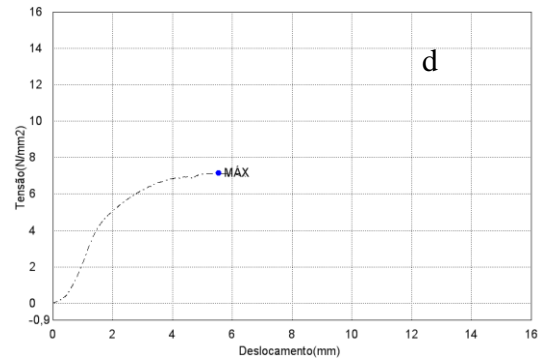
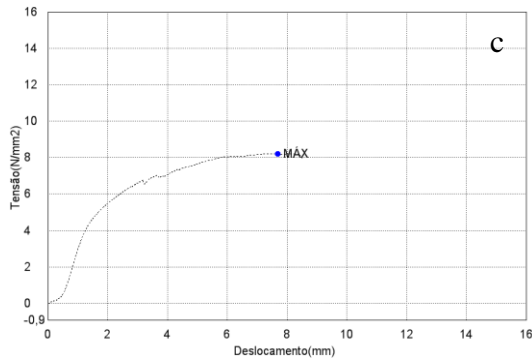
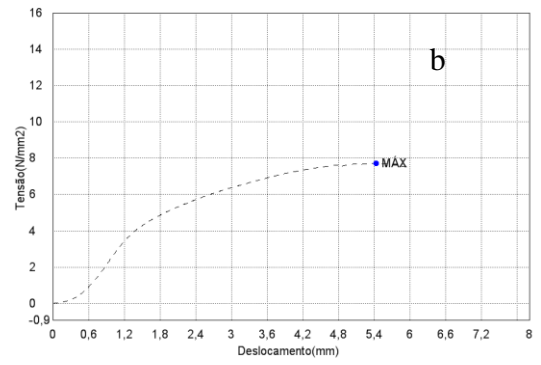
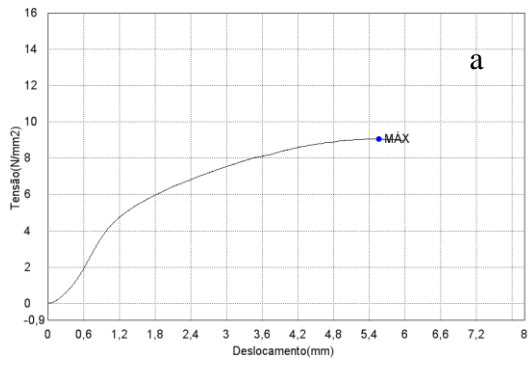


Figura 9 - PEEK soldado por resistência – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5; (f) amostra 6.

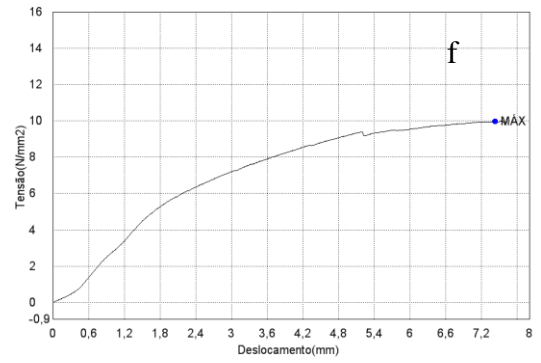
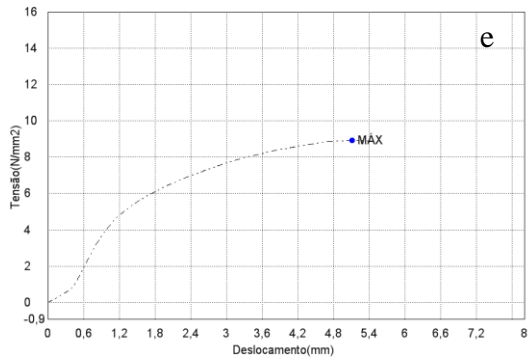
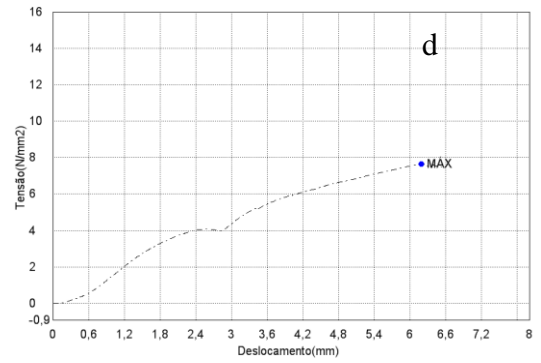
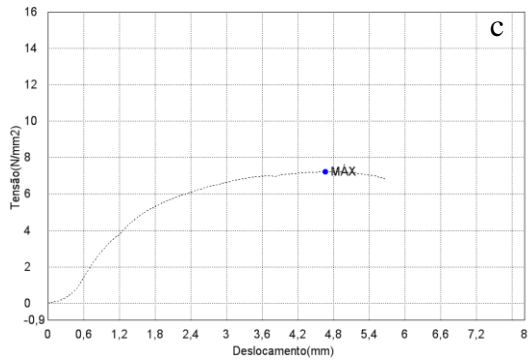
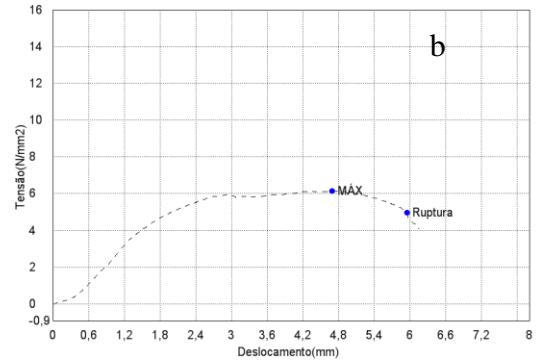
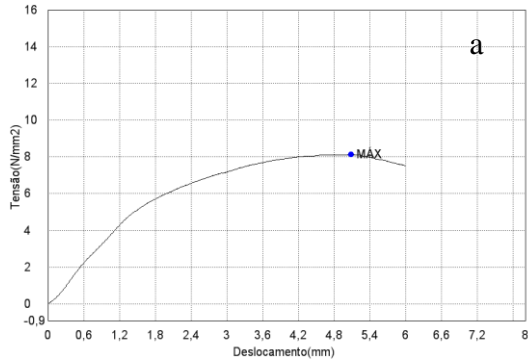


Figura 10 - PEEK soldado por indução – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

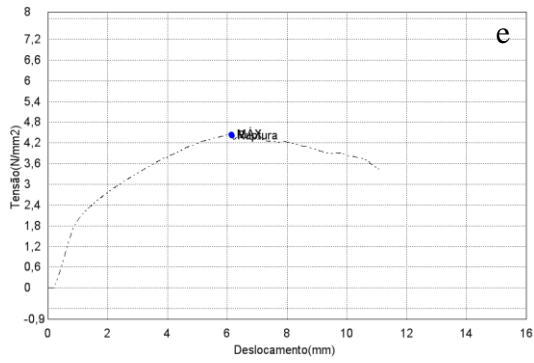
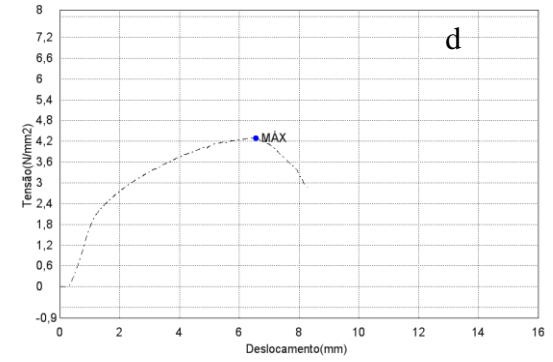
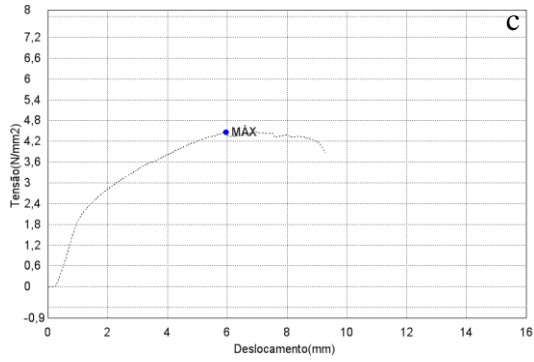
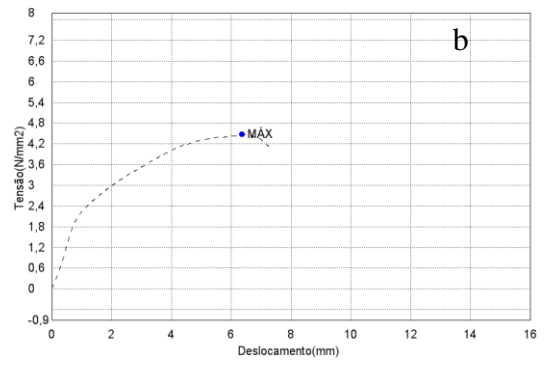
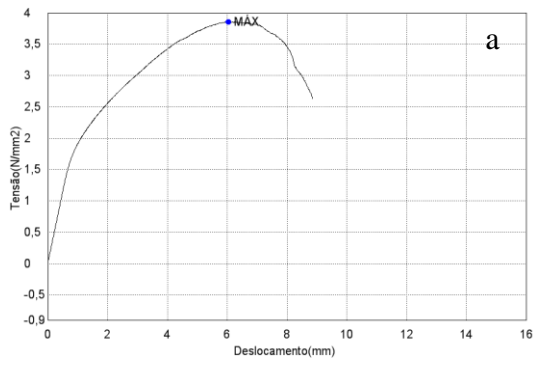


Figura 11 - PEEK soldado por indução – Hígro: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

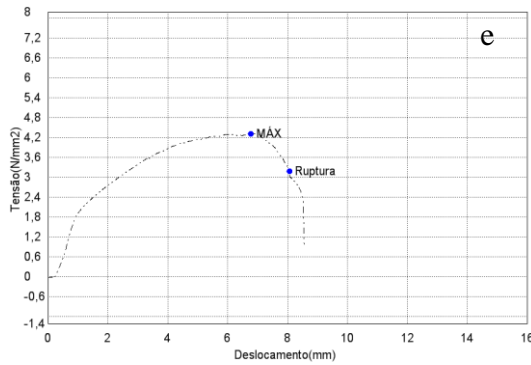
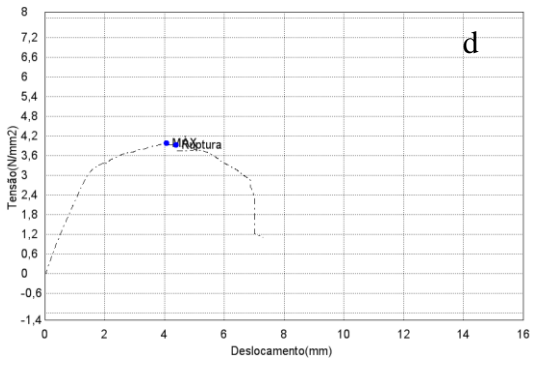
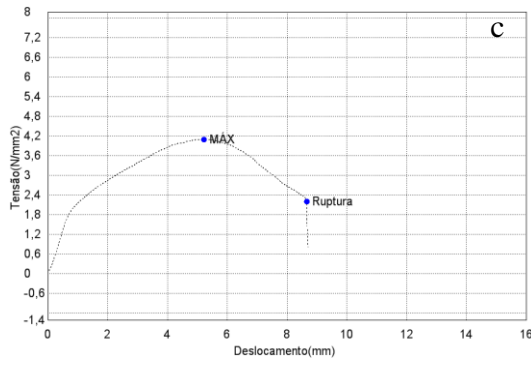
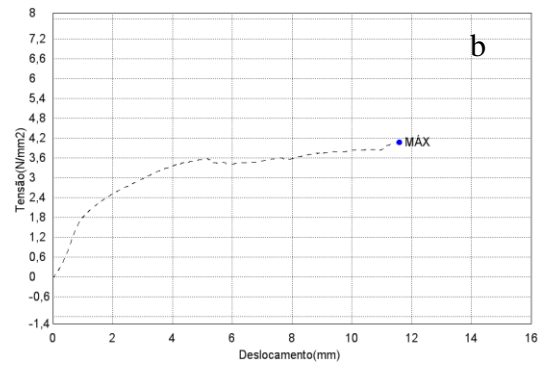
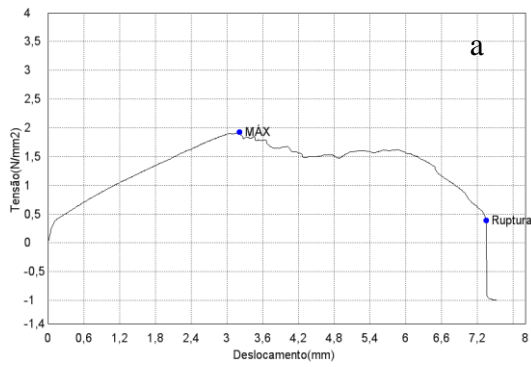


Figura 12 - PEEK soldado por indução – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

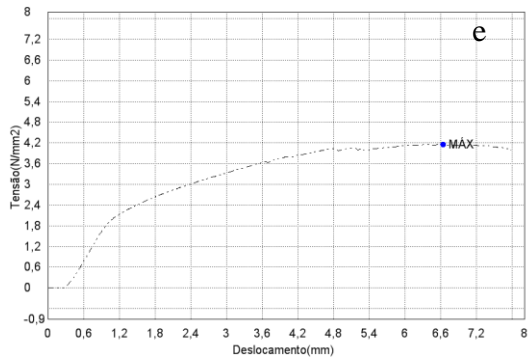
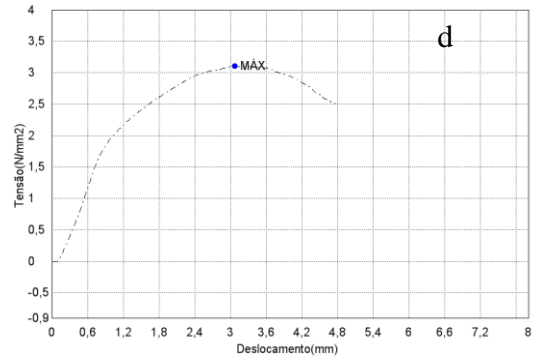
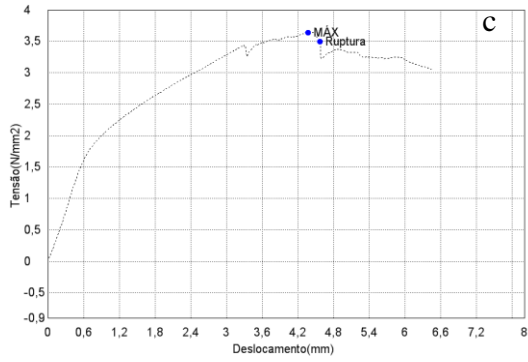
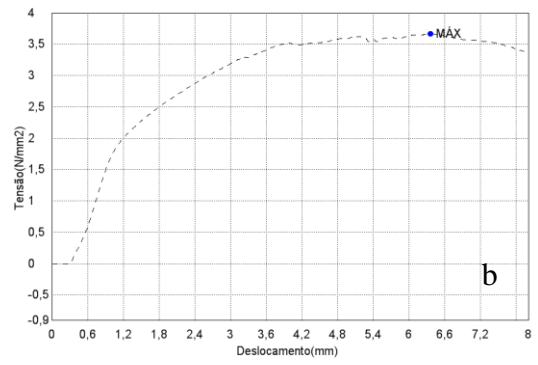
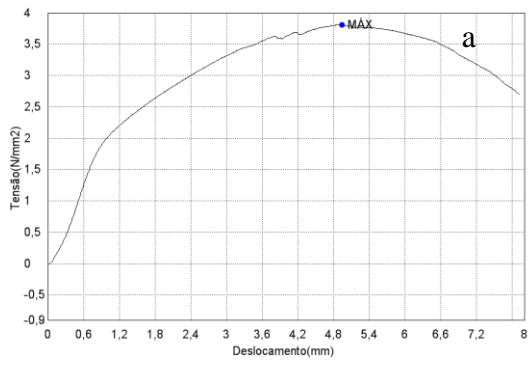
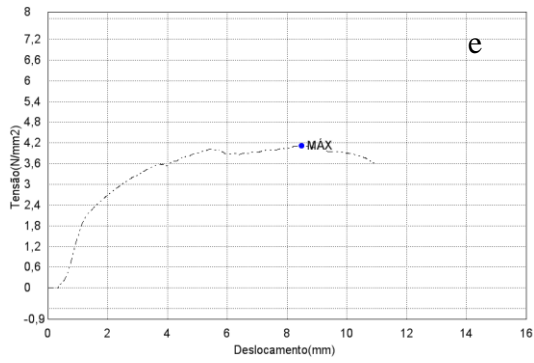
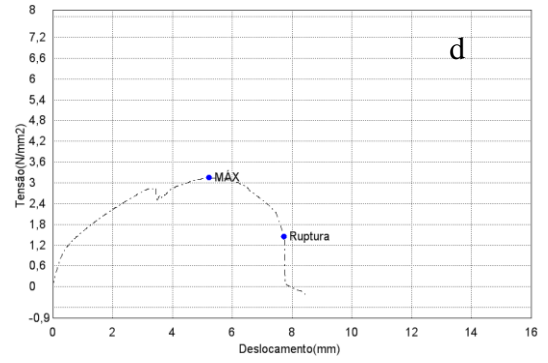
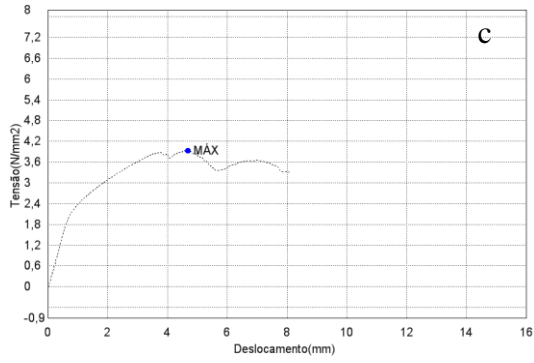
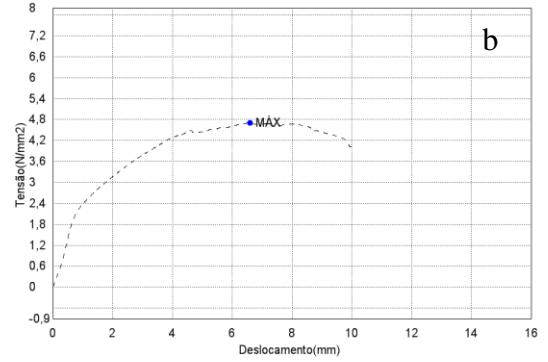
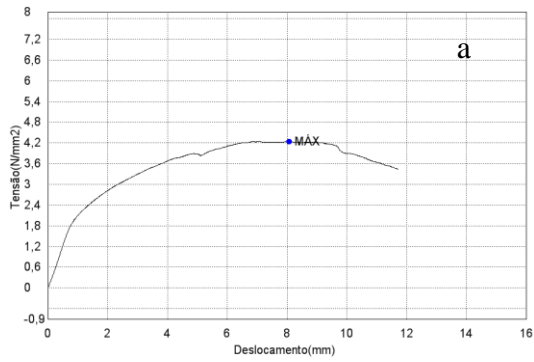


Figura 13 - PEEK soldado por indução – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.





## ANEXO F – Curvas obtidas no ensaio de ENF

Figura 1 - PEEK prensado – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 4; (d) amostra 5; (e) amostra 3.

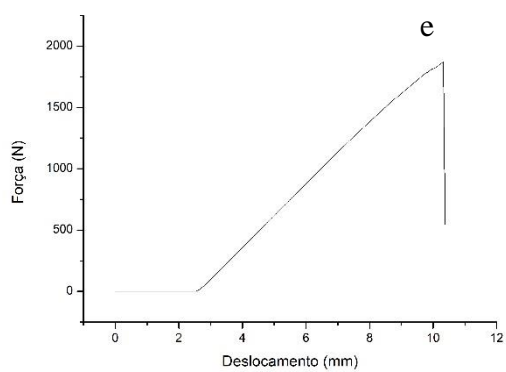
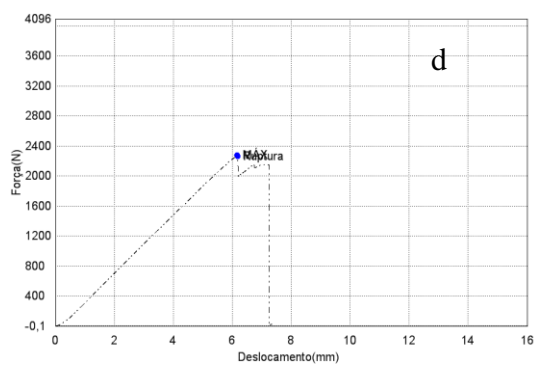
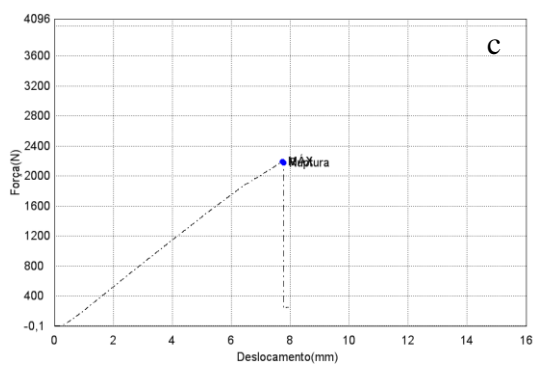
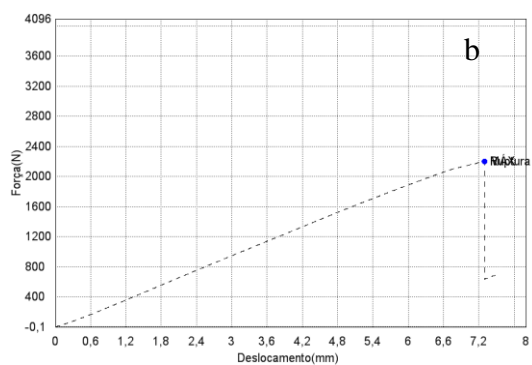
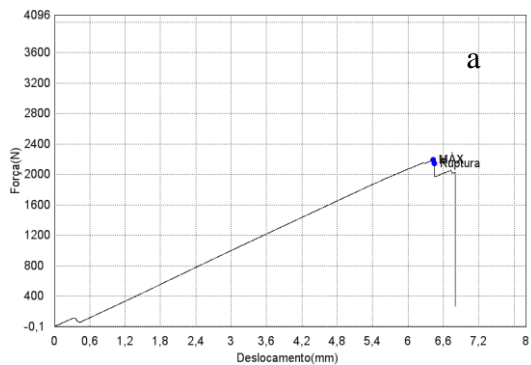


Figura 2 - PEEK soldado por resistência – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

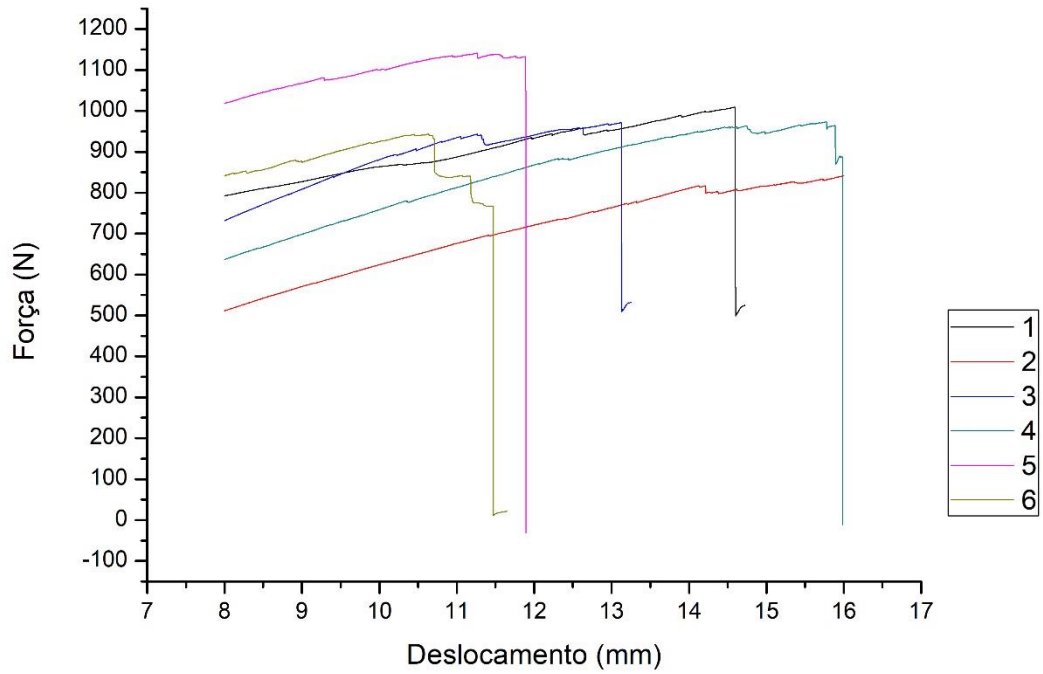


Figura 3 - PEEK soldado por resistência – Higo: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

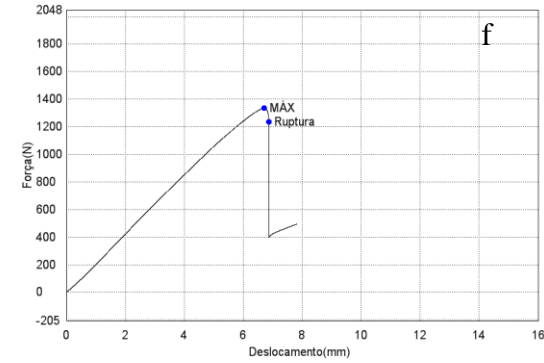
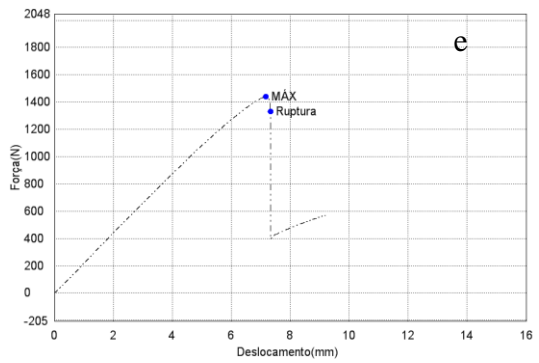
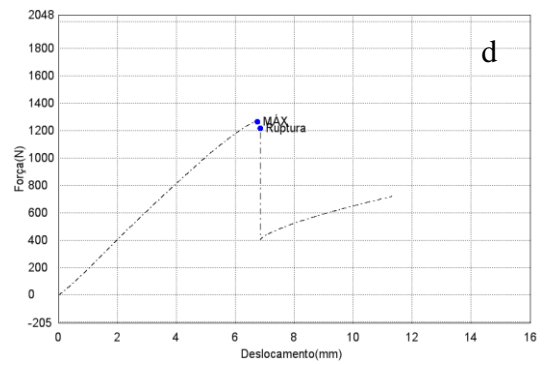
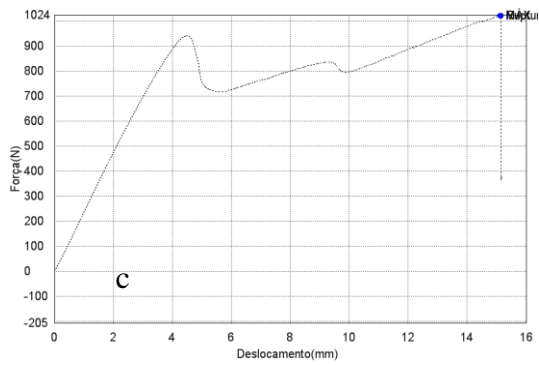
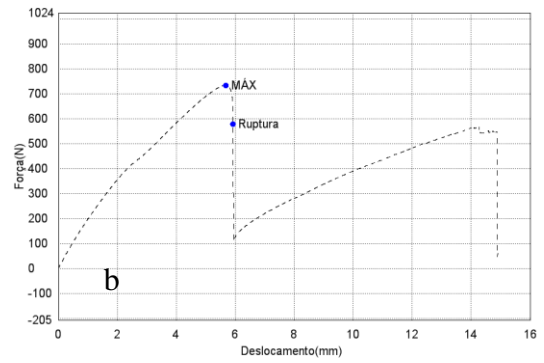
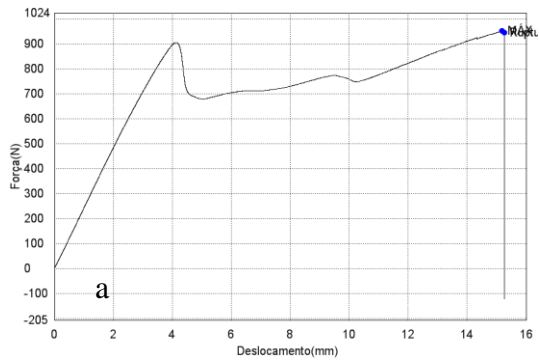


Figura 4 - PEEK soldado por resistência – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

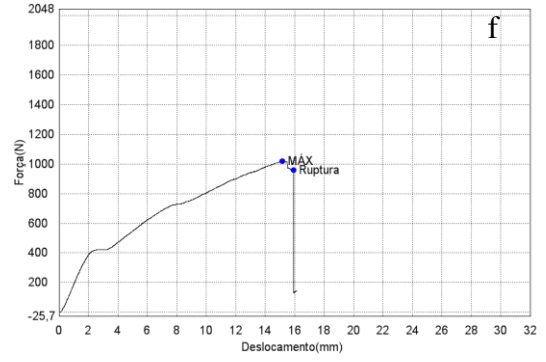
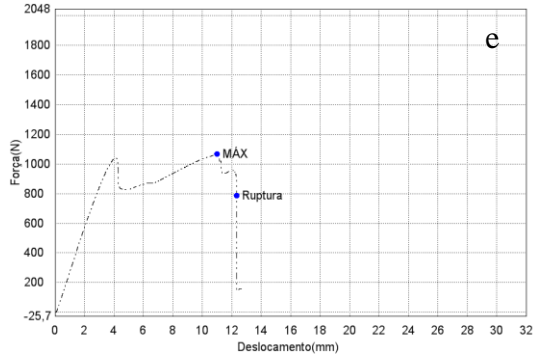
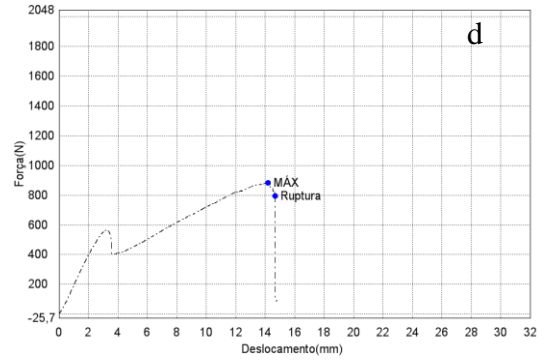
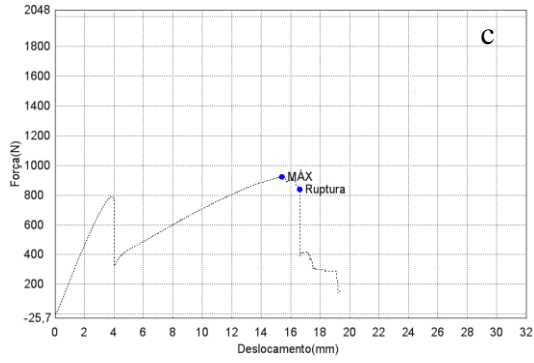
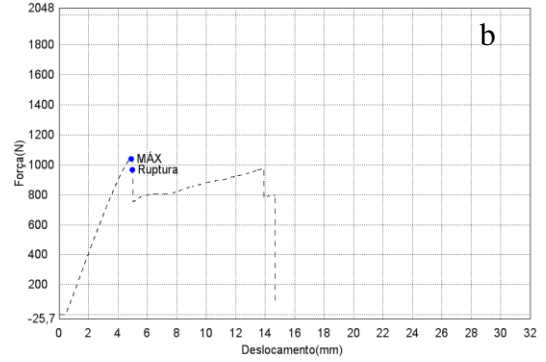
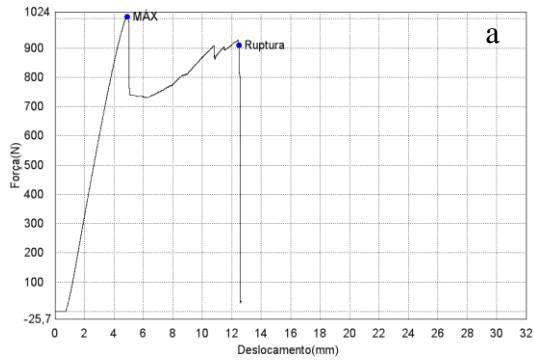


Figura 5 - PEEK soldado por resistência – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

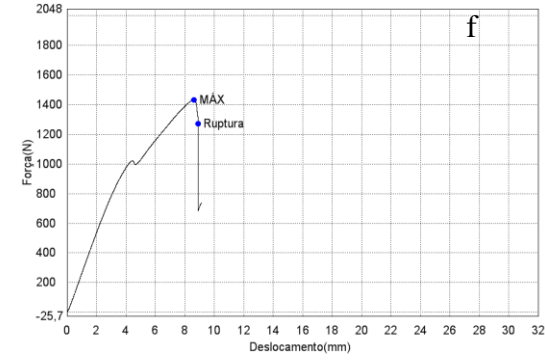
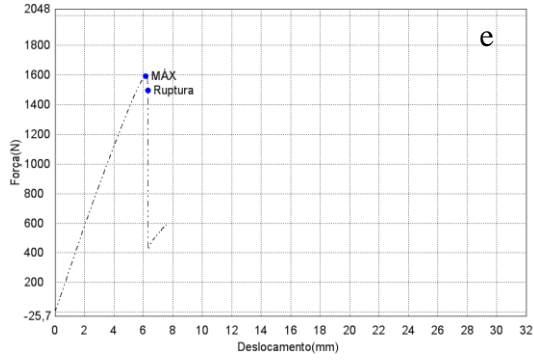
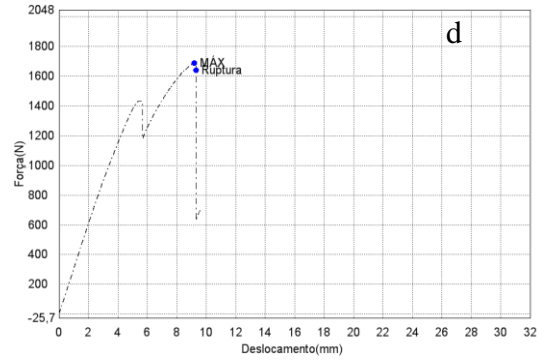
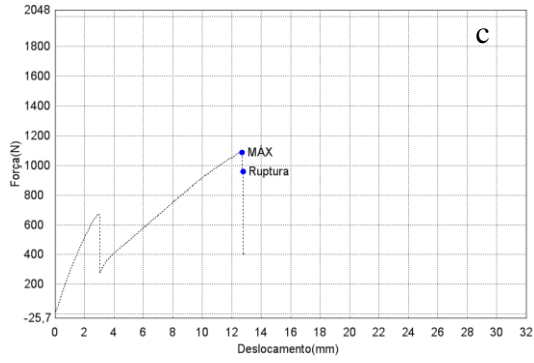
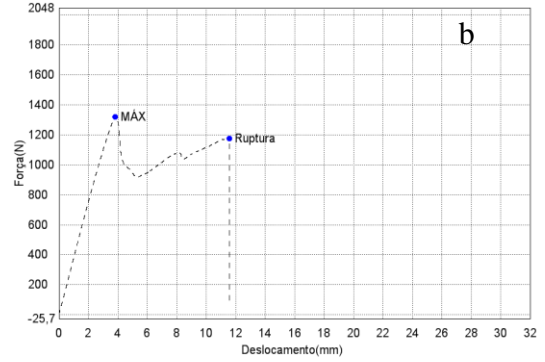
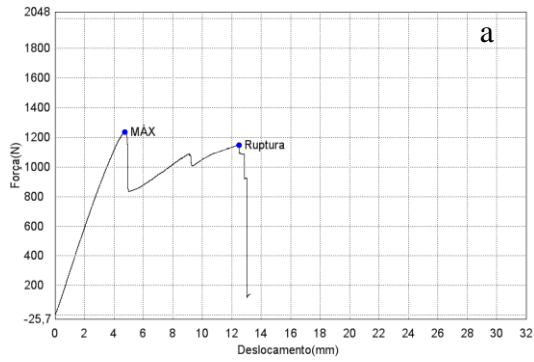


Figura 6 - PEEK soldado por Indução – sem condicionamento: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

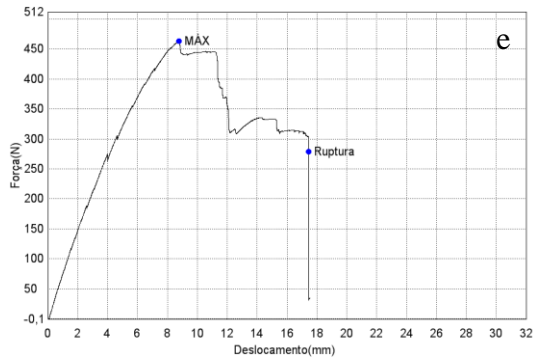
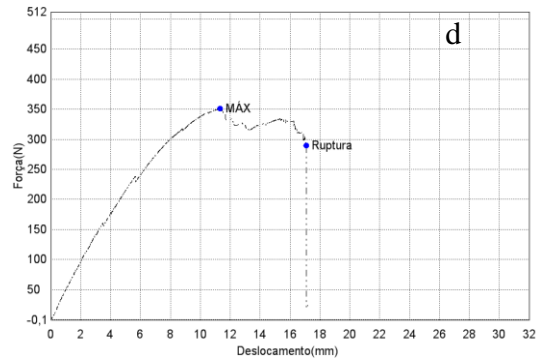
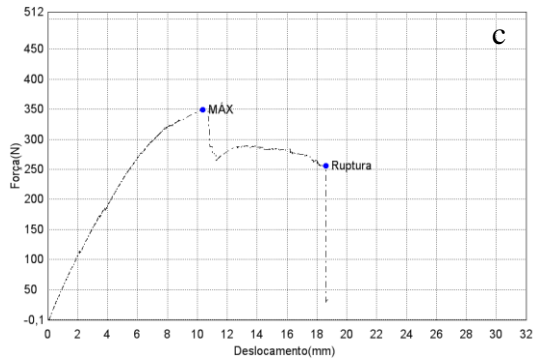
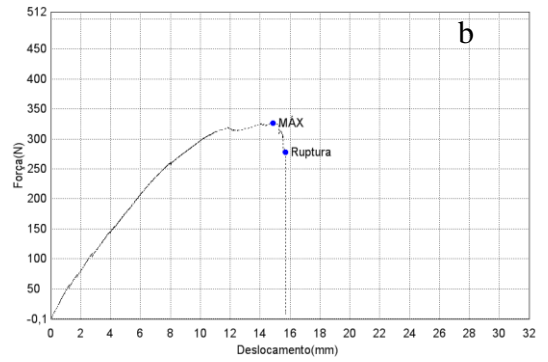
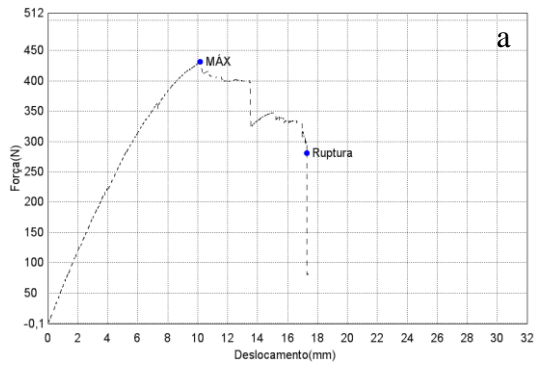


Figura 7 - PEEK soldado por Indução – Higo: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

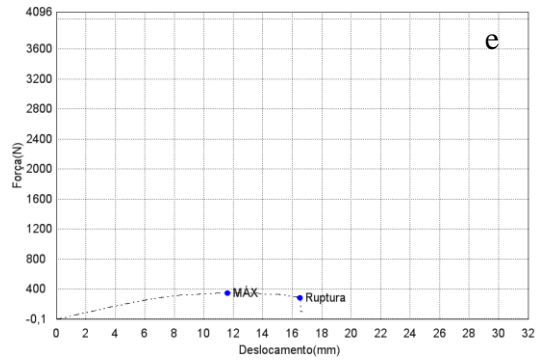
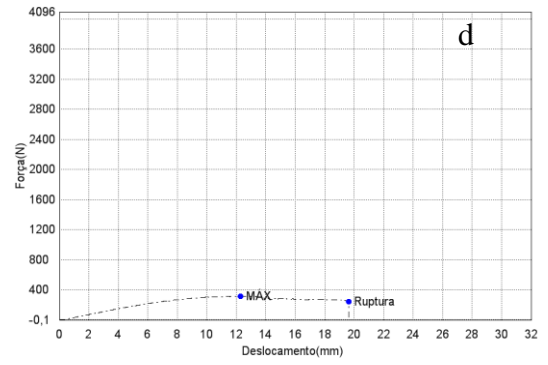
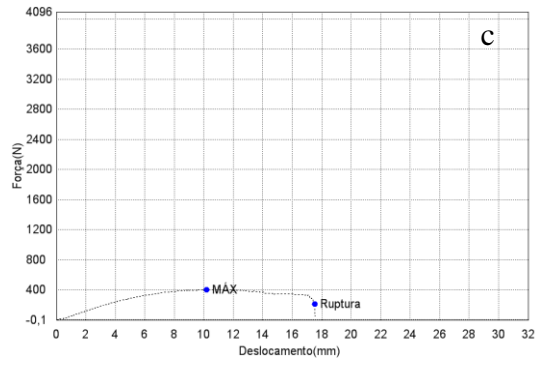
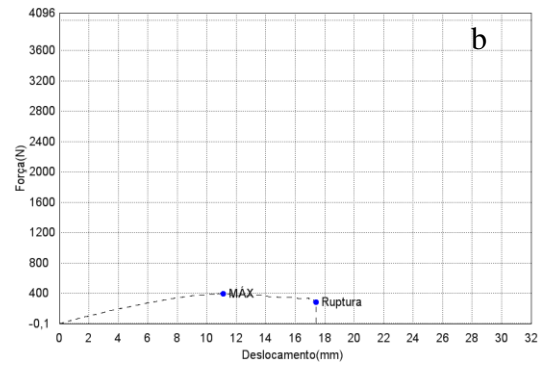
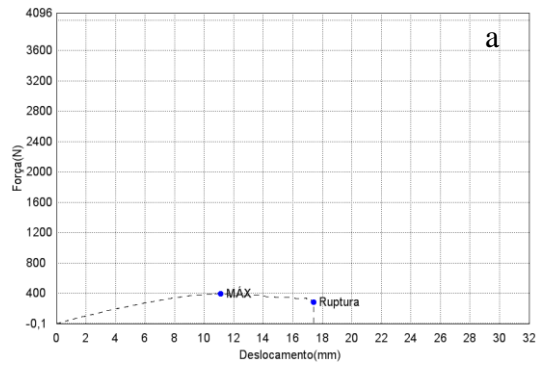


Figura 8 - PEEK soldado por Indução – Névoa salina: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

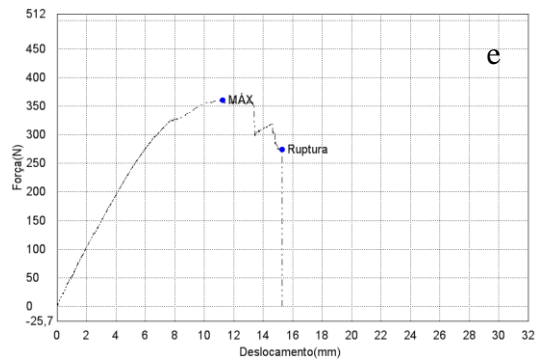
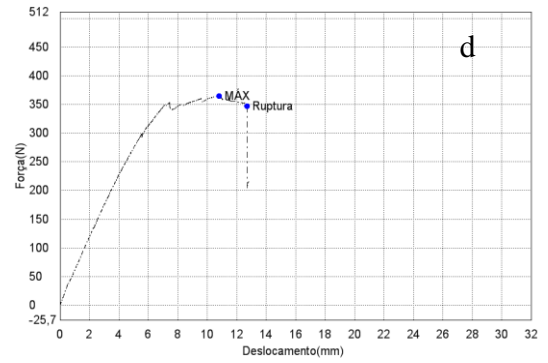
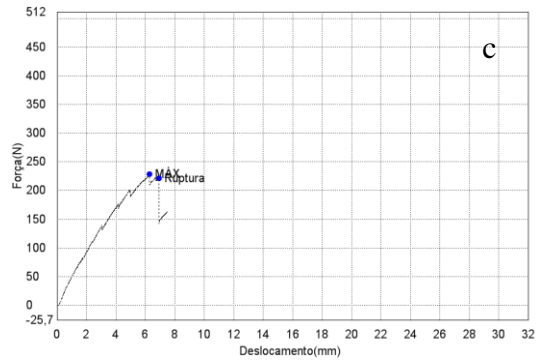
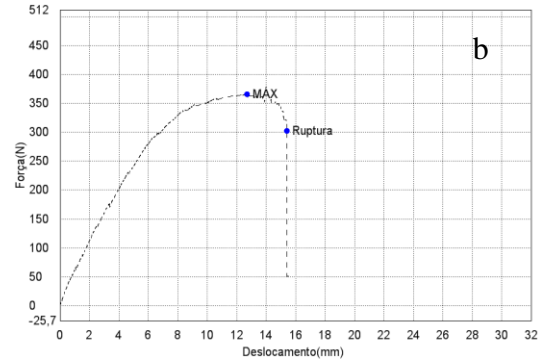
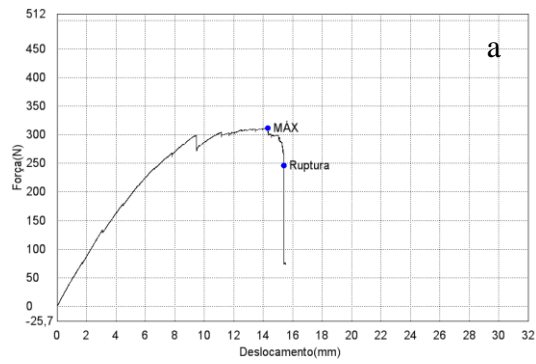




Figura 9 - PEEK soldado por Indução – UV: (a) amostra 1; (b) amostra 2; (c) amostra 3; (d) amostra 4; (e) amostra 5.

