unesp UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

MARIANA DE BARROS PENTEADO

Influência do intemperismo sobre o desempenho mecânico de compósitos PEI/ fibra de vidro com aplicações aeronáuticas

Guaratinguetá - SP
2014

Mariana de Barros Penteado

Influência do intemperismo sobre o desempenho mecânico de compósitos PEI/ fibra de vidro com aplicações aeronáuticas

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

Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

Guaratinguetá - SP
2014

Penteado, Mariana de Barros
P419i Influência do intemperismo sobre o desempenho mecânico de compósitos PEI/ Fibra de vidro com aplicações aeronáuticas / Mariana de Barros Penteado — Guaratinguetá, 2018.
75 f. : ii.
Bibliografia: f. 70-75

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais — Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2018.
Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

1. Compósitos poliméricos. 2. Fibras de vidro. 3. Materiais compostos.
1. Título.

CDU 620.1

Luciana Máximo
Bibliotecária-CRB-8/3595

unesp UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

MARIANA DE BARROS PENTEADO

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

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

Prof. Dr. Miguel Angel Ramirez Gil
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho
Orientador/UNESP-FEG

Natassia Lona Batista
UNESP-FEG

Alberto Lima Santos
UNESP-FEG

Dezembro de 2014

DADOS CURRICULARES

MARIANA DE BARROS PENTEADO

NASCIMENTO	20.08.1991 – Santos / SP
FILIAÇÃO	Luiz Gonzaga de Barros Penteado Clarissa Bianco Toledo
2010/2014	Curso de Graduação Engenharia de Materiais- Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” – Campus de Guaratinguetá

Dedico este trabalho de modo especial, a minha mãe Clarissa, que se dedicou muito a me dar os melhores estudos, que me deu apoio e excelentes conselhos em todos os momentos difíceis e que vibrou com todas as minhas conquistas.

AGRADECIMENTOS

Agradeço Aquele que me deu a vida, que me dá forças diariamente, que ilumina meu caminho e me faz ser grata a tudo o que tenho: Deus e seu filho Jesus.

Agradeço a Nossa Senhora, virgem Maria, que sempre me forneceu amor e cuidados.

Aos meus pais Clarissa e Luiz que com suas individualidades me deram educação, bons exemplos, muito amor e incentivo durante toda a faculdade.

Às minhas avós Maria Luiza e Maria Ruth, que me fizeram entender o amor puro e o valor da saudades.

Ao meu orientador Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho pelas oportunidades que me concedeu e por toda a dedicação. Além disso, me forneceu algo mais importante ainda do que seus conhecimentos técnicos: acreditou em meu potencial.

Às pessoas da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá FEG/UNESP e do Departamento de Materiais e Tecnologia que me auxiliaram durante a pesquisa.

As minhas amigas e amigos da FEG e de Guaratinguetá pela parceria, amizade, confiança e acolhimento.

A CNPq pelo auxílio financeiro a partir da concessão da bolsa de Iniciação Científica.

“Mas, sejam fortes e não desanimem, pois
o trabalho de vocês será recompensado.”
2 Crônicas 15,7.

RESUMO

O principal objetivo desse trabalho é analisar a influência do intemperismo nas propriedades mecânicas de compósitos poliméricos de poli(éter-imida)/ fibra de vidro. Para atingir tal objetivo corpos de prova deste laminado foram condicionados em câmaras: higrotérmica, de radiação UV, de névoa salina e de choque térmico. Em uma segunda etapa, o efeito proveniente destes condicionamentos foram avaliados por microscopia óptica e por ensaios mecânicos de tração e cisalhamento interlaminar. A inovação deste projeto, quando comparado com os resultados disponíveis em literatura, se encontra em dois pontos principais: avaliação sistemática sobre a influência de variações súbitas de temperatura e a utilização de técnicas de termografia durante os ensaios de tração, que irão possibilitar a avaliação das tensões geradas durante este ensaio. Não obstante, os demais condicionamentos também se fazem necessários uma vez que ainda não existe um consenso na literatura sobre os reais efeitos resultantes a partir destes condicionamentos. A partir deste trabalho pode ser concluído que a diminuição da resistência ao cisalhamento interlaminar após os condicionamentos foi pequena para o higrotérmico e choque térmico, intermediária para a radiação UV por 600 horas razoavelmente alta para a névoa salina. Já a diminuição da resistência a tração foi baixa após os condicionamentos por UV, salt spray e higrotérmico e não teve alteração para o choque térmico. Com as análises por FT-IR, os resultados obtidos das radiações UV mostraram que o compósito não perde sua integridade estrutural.

PALAVRAS-CHAVE: Condicionamento ambiental. Compósitos poliméricos termoplásticos. PEI/fibra de vidro. Poli(éter imida). Ensaios mecânicos.

ABSTRACT

The main objective of this work is to analyze the influence of weathering on the mechanical properties of poly (ether-imide) / glass fiber composites. In order to achieve this objective, test specimens of this laminate were conditioned in hygrothermal, UV radiation, salt spray and thermal shock chambers. In a second step, the effect from these conditions were evaluated by optical microscopy and mechanical tests of traction and shear interlaminar. The innovation of this project, when compared to the results available in the literature, is in two main points: systematic evaluation on the influence of sudden temperature variations and the use of thermography techniques during the tensile tests, which will allow the evaluation of the voltages generated during this test. Nevertheless, the other conditions are also necessary since there is still no consensus in the literature about the real effects resulting from these conditions. From this work it can be concluded that the decrease in interlaminar shear strength after the etchings was small for the hygrothermal and thermal shock, intermediate to UV radiation for 600 hours reasonably high for the salt spray. However, the decrease in tensile strength was low after UV, salt spray and hygrothermal conditioning and there was no change in thermal shock. With the FT-IR analysis, the UV radiation results showed that the composite does not lose its structural integrity.

KEYWORDS: Environmental conditioning. Thermoplastic polymer composites. PEI / fiberglass. Poly (imid ether). Mechanical tests.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....11
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....11
1.2 OBJETIVO.....13
1.3 MOTIVAÇÃO.....14
1.4 JUSTIFICATIVA.....14
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....16
2.1 COMPÓSITOS ESTRUTURAIS.....16
2.2 COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS.....16
2.3 MATRIZ PEI.....16
2.4 REFORÇO DE FIBRA DE VIDRO.....18
2.5 PEI/FIBRA DE VIDRO.....18
2.6 CONDIÇÕES AMBIENTAIS.....19
2.6.1 Umidade.....19
2.6.2 Radiação Ultravioleta.....20
2.6.3 Choque Térmico.....21
2.6.4 Névoa Salina (maresia) 21
2.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....22
2.7.1 Cisalhamento Interlaminar (ILSS) 22
2.7.2 Tração.....23
2.8 POLARISCOPIA.....24
2.9 FT-IR.....26
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....28
3.1 MATERIAIS.....28
3.2 METODOLOGIA UTILIZADA.....28
3.3 CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO.....29
3.4 CONDICIONAMENTO POR CHOQUE TÉRMICO.....30
3.5 CONDICIONAMENTO POR RAIOS ULTRAVIOLETA (UV).....31
3.6 CONDICIONAMENTO POR NÉVOA SALINA (SALT SPRAY).....31
3.7 ENSAIOS MECÂNICOS.....32
3.7.1 Ensaios de Resistência ao Cisalhamento Interlaminar (ILSS) 32
3.7.2 Ensaios de Resistência à Tração.....34
3.8 POLARISCOPIA.....35

3.9 ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....36
3.10 ANÁLISE POR FT-IR.....37
4 RESULTADOS.....38
4.1 ULTRASSOM.....38
4.2 ABSORÇÃO DE UMIDADE.....39
4.2.1 Cdp's de Tração.....39
4.2.2 Cdp's de Cisalhamento Interlaminar (ILSS) 41
4.3 ANÁLISE POR FT-IR.....44
4.4 INFLUÊNCIA DOS CONDICIONAMENTOS AMBIENTAIS.....46
4.4.1 Resistência ao Cisalhamento Interlaminar (ILSS) 46
4.4.2 Resistência a Tração.....50
4.5 ANÁLISE QUALITATIVA POR POLARISCOPIA.....55
4.6 ANÁLISE POR MICROSCOPIA.....59
4.6.1 Cdp's de Tração.....59
4.6.2 Cdp's de Cisalhamento Interlaminar (ILSS) 59
5 CONCLUSÃO.....67
REFERÊNCIAS 70

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Os estudos e projetos de pesquisa e desenvolvimento na área de compósitos poliméricos termoplásticos (CPT), que são constituídos por uma matriz polimérica termoplástica e por elementos de reforço, estão se tornando cada vez mais importantes. Os compósitos termoplásticos apresentam grande potencial para substituir alguns compósitos termorrígidos utilizados atualmente na indústria aeronáutica, pois apresentam vantagens atraentes para este setor. Dentre estas, pode-se destacar: maior resistência ao impacto; maior tenacidade à fratura; elevada resistência à fadiga; alta rigidez (Tabela 1); maior temperatura de serviço; menor absorção de água; menores custos de processamento, transporte e estocagem; maior facilidade na execução de reparos; apresentam maiores possibilidades de integração; e possibilidade de reciclagem de rejeitos, minimizando dessa forma, os impactos causados ao meio ambiente.

Tabela 1- Módulo de Elasticidade de alguns polímeros.

E (GPa)	Polímeros
3,6	PEI
3,7	PPS
3,6	PEEK

Fonte: Burakowski (2001)

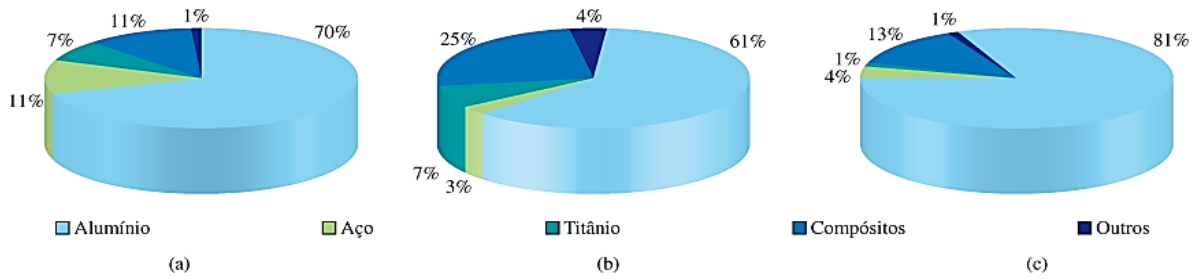
Além disso, alguns compósitos termoplásticos exibem certas propriedades mecânicas iguais ou superiores às apresentadas pelos compósitos termorrígidos convencionalmente utilizados na indústria aeroespacial, aliados a uma baixa massa específica.

No setor aeronáutico, o uso de compósitos termoplásticos é promissor na construção de fuselagens permitindo uma redução de peso em torno de 25%, em relação às estruturas metálicas hoje utilizadas (AeroMagazine, 2012).

Os compósitos poliméricos estruturais, também denominados avançados, foram utilizados restritamente durante décadas em alguns setores da indústria, como na área de mísseis, foguetes e aeronaves de geometrias complexas. A partir da década de 60, foram introduzidos de maneira definitiva na indústria aeroespacial. Atualmente, esses compósitos têm ampliado a sua utilização a nível mundial em diferentes setores da indústria moderna (com um crescimento de uso de 5 % ao ano), na construção de novas aeronaves em empresas como a Airbus e a Boeing, e na gradativa substituição de compósitos termorrígidos por termoplásticos

em empresas como a EMBRAER. A Figura 1 exemplifica o uso desses materiais por essas empresas. Essa crescente ampliação de uso dos compósitos poliméricos ocorre, pois estes correlacionam o alto desempenho estrutural combinado ao baixo peso específico, assim como os diferentes processos de manufatura com a redução de custo (REZENDE, 2007).

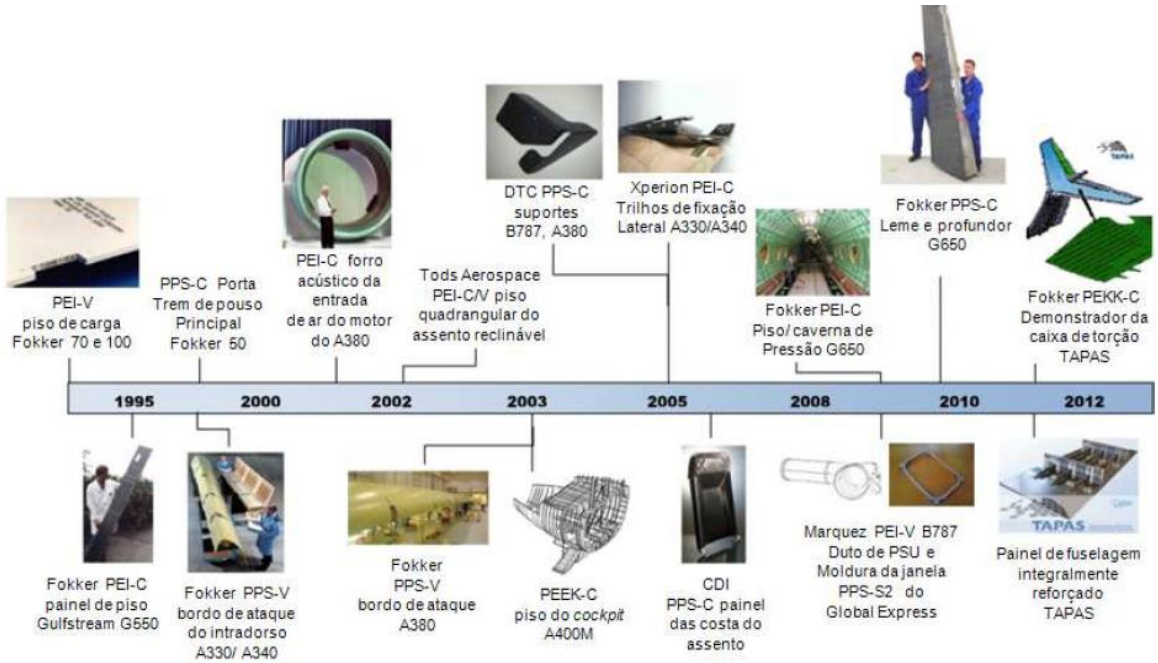
Figura 1 - Percentagem global em peso dos materiais utilizados na fabricação das aeronaves: (a) BOEING 777; (b) AIRBUS A380; (c) EMBRAER 170.



Fonte: Rezende (2007)

Atualmente, os compósitos poliméricos termoplásticos vêm sendo utilizados, principalmente, no setor aeronáutico (civis e militares) e espacial (Figura 2), automotivo, esportivo, de construção civil, de energia e na área biomédica (em implantes ortopédicos e odontológicos). Nesse contexto, a tendência mundial mostra que a indústria automotiva a médio e longo prazo será a maior usuária dos compósitos poliméricos.

Figura 2 - Linha do tempo dos materiais termoplásticos na aviação comercial



Fonte: Composits World (2011)

O polímero poli(éter-imida) (PEI) consiste em um termoplástico de alto desempenho, utilizado desde 1982. Seu rígido grupo imida proporciona uma elevada temperatura de transição vítrea, assim como elevadas propriedades mecânicas mesmo a elevadas temperaturas. (HANSMANN, 2003; CALLISTER, 2007).

Os compósitos poliméricos quando submetidos a condições de serviço, são expostos a uma grande variedade de agentes ambientais como choque térmico, umidade relativa, radiação ultravioleta (UV) e maresia, que provocam degradações na estrutura molecular do material, as quais podem ser irreversíveis.

Devido a tais fatores, neste trabalho realizou-se um estudo sobre a influência desses agentes ambientais nas propriedades dos compósitos estruturais de PEI/fibra de vidro, avaliando-se: resistência à corrosão; absorção de umidade; temperaturas de serviço e de transição vítrea e resistência à radiação ultravioleta. Essas propriedades foram avaliadas após os condicionamentos por névoa salina, higrotérmico, por choque térmico e por radiação UV. Em seguida, as mudanças nas propriedades físicas do material foram observadas por meio de ensaios mecânicos de tração e cisalhamento interlaminar (ILSS).

1.2 OBJETIVO

O principal objetivo do presente trabalho foi avaliar a influência da variação súbita de temperatura (choque térmico), da radiação ultravioleta, da umidade relativa e da maresia em compósitos de PEI/fibra de vidro, por meio de condicionamentos ambientais, observando as mudanças nas propriedades mecânicas desse material, a partir de ensaios de tração e cisalhamento interlaminar (ILSS), associados a termografia para avaliação das tensões durante o ensaio e a microscopia óptica para avaliação fractográfica.

Para se atingir tal objetivo, o trabalho apresenta três etapas principais, melhor detalhadas a seguir:

Etapa 1: Preparo dos corpos de prova (cdps) e realização dos condicionamentos ambientais por choque térmico, higrotérmico, névoa salina e radiação UV, sendo avaliado o ganho de massa e se o comportamento de absorção de umidade respeita as leis de Fick ou não. Também foi avaliado se a radiação UV resultou em degradação da matriz polimérica (via ensaios de FT-IR).

Etapa 2: Realização da análise mecânica por meio de ensaios de tração e cisalhamento interlaminar e análises de termografia durante o ensaio de tração, para avaliar as tensões térmicas residuais;

Etapa 3: Estudo fractográfico das amostras ensaiadas por cisalhamento interlaminar, a partir da microscopia óptica.

1.3 MOTIVAÇÃO

Os compósitos estão gradativamente sendo mais utilizados na indústria aeroespacial para atender às crescentes exigências em serviço das aeronaves. Esse fato encontra-se ligado à significativa redução no peso das estruturas dos compósitos em relação aos materiais tradicionalmente utilizados, e uma grande melhora nas resistências à corrosão e à fadiga.

Seguindo essa tendência de uso, a empresa aeronáutica brasileira se destaca, pois vem substituindo peças metálicas por compósitos, por estes serem mais vantajosos.

Na indústria aeroespacial, os compósitos se destacam em aplicações como: componentes de aeronaves de última geração; estruturas de satélites e de veículos lançadores de satélites; suportes de assentos; foguetes; aeronaves de geometrias complexas e em mísseis. Além do setor aeroespacial, na indústria náutica eles são empregados: em plataformas marítimas de petróleo, submarinos e cascos de embarcações; e nas indústrias automobilísticas: em veículos automotores e trens de alta velocidade.

Devido ao interesse, tanto da EMBRAER quanto do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA), este projeto de pesquisa foi realizado nos laboratórios do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP do campus de Guaratinguetá, aonde vem sendo criada a área de compósitos estruturais.

1.4 JUSTIFICATIVA

Em indústrias aeroespaciais, náuticas e automobilísticas, o assunto segurança deve ser considerado de suma importância e tratado a níveis próximos à perfeição. Aliado à segurança, outras preocupações também existem, tais como, a econômica e ambiental. Desta forma, quando se pensa em materiais que devem compor o sistema de sustentação de cargas aplicadas em aeronaves, são realizados esforços crescentes para que este material apresente alta resistência mecânica e garanta uma sustentação adequada, com baixo consumo energético para sua fabricação e possua um alto nível de confiabilidade, tudo isso associado a uma baixa massa específica.

Estas preocupações com relação à segurança tornam importante o presente estudo sobre os danos que possivelmente podem ocorrer nas estruturas de compósitos durante sua aplicação,

os quais podem ser causados por agentes ambientais como choque térmico, umidade, radiação ultravioleta e efeitos de maresia.

Considerando-se a utilização de compósitos termoplásticos na construção de novas aeronaves em empresas como a Airbus e a Boeing, e a gradativa substituição de compósitos termorrígidos por termoplásticos em outras empresas como a EMBRAER, esse projeto ganha destaque em relação ao compósito termoplástico estudado (poli(éter-imida) (PEI)).

Este projeto tem como base a utilização dos laboratórios de caracterização e condicionamento ambiental implementados na UNESP. A realização do projeto é favorecida pela proximidade com a EMBRAER e do DCTA, sendo ele realizado no Departamento de Materiais de Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 COMPÓSITOS ESTRUTURAIS

Os compósitos estruturais são constituídos de fibras contínuas de reforço, com orientação definida dispersas em uma matriz metálica, cerâmica ou polimérica. Devido a sua baixa massa específica (0,9 a 1,5 g/cm^3), excelentes propriedades mecânicas e por conferir ao projetista a flexibilidade de produzir peças complexas com propriedades locais específicas, os compósitos estruturais poliméricos vem a cada ano conquistando mais espaço em aplicações como material de engenharia (NOGUEIRA; MARLET; REZENDE, 1999).

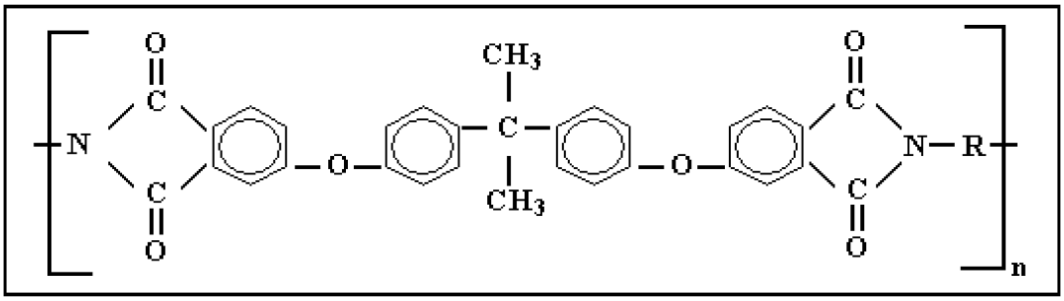
2.2 COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS

Os compósitos estruturais poliméricos são divididos em termoplásticos e termorrígidos (ou termofixos). Os termoplásticos possuem algumas vantagens em relação aos termorrígidos, dentre estas, pode-se destacar: maior resistência ao impacto; maior tenacidade à fratura; elevada resistência à fadiga; maior temperatura de serviço; menor absorção de água; menores custos de processamento, transporte e estocagem; e maior facilidade na execução de reparos (FARIA, 2008).

2.3 MATRIZ PEI

O polímero poli(éter-imida) (PEI) é um termoplástico de alto desempenho e apresenta estrutura amorfa. Sua estrutura química consiste em repetidas imidas aromáticas e unidades éter (Figura 3). O rígido grupo imida confere boas propriedades mecânicas em altas temperaturas e uma elevada temperatura de transição vítrea (Tg), temperatura na qual a mobilidade das cadeias moleculares se torna restrita pela coesão intermolecular, ou seja, abaixo dela, a mobilidade desaparece e o material torna-se rígido. A flexibilidade da sua molécula proporciona facilidade na fusão durante o processamento assim como boa resistência química (OLIVEIRA; BOTELHO, 2007).

Figura 3- Estrutura química da matriz polimérica termoplástica poli(éter imida) (PEI).



Fonte: Salleh et al. (2011)

Além dos elevados valores de resistência e rigidez em altas temperaturas, o PEI apresenta propriedades elétricas e pode ser produzido em alta escala (Tabela 2) (OLIVEIRA, G. H.; GUIMARÃES, V. A.; BOTELHO, 2009).

Tabela 2- Principais propriedades do polímero PEI

Propriedades Físicas	PEI
Massa específica (g/cm^3)	1,35
Absorção de umidade (%)	0,24
Dureza Rockwell M	110
Dureza Rockwell R	120
Dureza Shore	86
Propriedades Mecânicas	**PEI**
Resistência à tração (MPa)	100
Módulo de Elasticidade (GPa)	3,6
Elongação (%)	44,9
Módulo de Flexão (GPa)	4,5
Resistência ao Impacto Izod (J/cm)	0,67
Propriedades Térmicas	**PEI**
Temp. de Deflexão a 1,8 MPa (°C)	200
Temp. de Fusão (°C)	---
Temp. máx. de serviço ar (°C)	200
Temp. Processamento (°C)	360
Temp. Transição Vítrea (°C)	220

Fonte: Faria (2008)

2.4 REFORÇO DE FIBRA DE VIDRO

Dentre as principais vantagens da utilização da fibra de vidro encontram-se: baixo custo se comparada com a fibra de carbono; elevadas resistências à tração e a ataques químicos; excelentes propriedades de isolação térmica e possibilidade de aumento de resistência mecânica por meio da manipulação dos seus constituintes. As fibras de vidro apresentam como principais desvantagens quando comparadas às fibras de carbono: baixo módulo de elasticidade; elevada massa específica (2,5g/cm^3), baixa resistência à fadiga e alta dureza. (WIEBECK; HARADA, 2005).

A Tabela 3 apresenta as principais propriedades da fibra de vidro (na forma de tecido *plain weave*) quando esta é considerada como reforço.

Tabela 3- Principais propriedades da fibra de vidro na forma de tecido *plain weave*

Propriedades	**Fibra de Vidro**
Massa específica (g/cm^3)	2,45
Módulo de elasticidade longitudinal (GPa)	71
Módulo de elasticidade transversal (GPa)	71
Coeficiente de Poison	0,22
Módulo de cisalhamento (GPa)	30
Resistência à tração longitudinal (MPa)	3500
Elongação (%)	3,50
Coeficiente de expansão térmica, 10^{-6}K	5

Fonte: Pardini (1996); Costa (2006).

2.5 PEI/FIBRA DE VIDRO

O compósito PEI/fibra de vidro possui valores de temperaturas de transição vítrea (T_g) e de serviço de grande interesse para a indústria aeroespacial as quais são especificadas na Tabela 4, assim como elevados valores de resistência à tração e módulo de elasticidade, como apresentado na Tabela 5 (OLIVEIRA; BOTELHO, 2007).

Tabela 4- Valores de T_g e $T_{máx.serviço}$ do PEI/fibra de vidro

Compósito	**T_g (°C)**	**$T_{máx.\ serviço}$ (°C)**
PEI/ vidro	192	167

Fonte: Oliveira; Botelho (2007).

Tabela 5- Resistência à tração e módulo de elasticidade para o PEI/ fibra de vidro

Laminado	**$\sigma_{cisalhamento}$ 25°C (MPa)**	**$\sigma_{cisalhamento}$ 80°C (MPa)**	**σ_{ult} 25°C (MPa)***	**σ_{ult} 80°C (MPa)**	**E 25°C (GPa)**
Fibra de vidro/PEI	88 ± 2.7	77 ± 1.6	580 ± 23	310 ± 12	36,4 ± 1.6

***Tensão na ruptura**

Fonte: Oliveira; Guimarães; Botelho (2009)

2.6 CONDIÇÕES AMBIENTAIS

Alguns materiais quando submetidos a certos tipos de condicionamentos ambientais podem perder parte de suas propriedades físicas ou químicas. Dentre os condicionamentos, se destacam: variações de temperatura, absorção de umidade, radiação ultravioleta e maresia.

2.6.1 Umidade

Os compósitos poliméricos são sensíveis a condições rigorosas e variáveis de calor e umidade quando submetidos. Quando o material é submetido a intervalos distintos e periódicos de temperatura, o aquecimento e resfriamento podem gerar tensões interlaminares, provocando defeitos na microestrutura, dependendo do fator de delaminação dos materiais, podendo levar a deformações mecânicas de origem térmica (fadiga térmica) (CÂNDIDO, 2000; REZENDE, 2007; MAZUR 2010).

A umidade pode penetrar na estrutura dos laminados por processos capilares de acordo com a 2ª lei de Fick e/ou difusivos, primeiramente para a matriz e em menor quantidade para as fibras, iniciando um processo de trincas e podendo causar a plasticização e inchaço da matriz polimérica. Este efeito é acentuado com o aumento da temperatura, pois neste caso se intensifica o processo de difusão. Em particular, a absorção de umidade reduz as propriedades mecânicas, tais como a resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS), resistência à tração, força de compressão, energia de deformação na ruptura e rigidez. Assim, uma vez que a umidade absorvida pode alterar o estado de tensão e degradar a interface fibra/matriz, a

compreensão do comportamento higrotérmico é crítica para prever o desempenho estrutural, sendo que a plasticização também está relacionada ao abaixamento da Tg, fator importante quando se deseja projetar estruturas aeronáuticas (MAZUR et al, 2008).

O mecanismo mais utilizado para a modelagem da difusão de umidade é a teoria clássica descrita pela 2ª lei de Fick, a qual é baseada na hipótese de que o fluxo de umidade é proporcional ao gradiente de concentração. Uma expressão para o cálculo do ganho de massa em função do tempo para o material totalmente exposto, em que o conteúdo de umidade e a temperatura são constantes é proposta por (MAYER, 2003; RAZERA, 2006)

O mecanismo de difusão de água em matrizes poliméricas é resultado da movimentação randômica das moléculas e pode, teoricamente, ser classificada em três categorias:

- I. Difusão Fickiana em que a taxa de difusão é menor que a mobilidade dos segmentos de cadeia. Neste caso o equilíbrio de sorção é rapidamente estabilizado, sendo dependente do tempo somente até um certo limite;
- II. No outro extremo em que a taxa de difusão e mobilidade são maiores quando comparados a processos de relaxação das cadeias. Neste caso, o processo de sorção é fortemente dependente da cinética de intumescimento da matriz polimérica;
- III. Difusão anômala, que ocorre quando a mobilidade de permeação da água e relaxação dos segmentos das cadeias são comparáveis. Quando a difusão é analisada com os polímeros no estado vítreo ou em regiões próximas à temperatura de transição vítrea, em que os segmentos têm pouca mobilidade, este comportamento pode ser encontrado (BOTELHO, 2008).

2.6.2 Radiação Ultravioleta

A radiação ultravioleta pode ocasionar uma reação foto-oxidativa que altera a estrutura química da matriz polimérica, com a presença de cisão e/ou formação de ligações cruzadas. A cisão consiste no rompimento ou na ruptura de ligações das cadeias moleculares, diminuindo sua massa molar. A incidência da radiação UV mais próxima à superfície do compósito pode favorecer a formação de ligações cruzadas superficiais, que conduzem a uma excessiva fragilidade e, consequentemente, à formação de micro-trincas na superfície do material. A presença desse tipo de dano compromete as resistências mecânicas e térmicas do componente em questão (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011).

2.6.3 Choque Térmico

O choque térmico ocorre como resultado de mudanças rápidas e bruscas de temperatura. O choque em si é o resultado do gradiente térmico, devido ao fato da mudança de temperatura acontecer de forma irregular. Essa alteração faz com que o objeto ensaiado expanda, porque as ligações que mantêm a forma das moléculas são enfraquecidas (ASTM INTERNATIONAL, 2003; MARQUES 2010).

Os materiais são testados dentro de uma câmara de choque térmico, onde são examinados em sua capacidade de resistir a temperaturas extremas. Dentro da câmara, os produtos são expostos a rápidos ciclos de temperaturas elevadas e criogênicas. O condicionamento por choque térmico é usado em várias indústrias, incluindo a de produção de veículos terrestres, aéreos e espaciais AS(TM INTERNATIONAL, 2003).

Na prática existem duas abordagens principais no projeto e seleção de materiais para resistirem ao choque térmico: (1) Evitar o início ou nucleação de uma trinca gerada a partir de um tensionamento térmico e (2) Evitar ou dificultar a propagação desta trinca (KINGERY,1976).

Para um material cerâmico que é resfriado rapidamente, a resistência ao choque térmico depende não somente da magnitude da variação de temperatura, mas também das propriedades mecânicas e térmicas do material. A resistência ao choque térmico é maior no caso dos materiais cerâmicos que possuem elevadas resistências à fratura, elevadas condutividades térmicas, bem como reduzidos módulos de elasticidade e baixos coeficientes de expansão térmica (RENDTORFF N., AGLIETTI, 2010).

2.6.4 Névoa Salina (maresia)

A névoa salina, mais conhecida como maresia, caracteriza-se pela grande quantidade de íons cloreto presentes na mesma. A mistura desse íon com a umidade e os demais componentes da água do mar (sais de magnésio, sais de cálcio, bio-organismos, etc.), quando carregada pelos ventos ou pela impulsão provocada pela própria arrebentação, interage com os materiais expostos na orla de diversas maneiras. (MIRANDA, 2001).

O ensaio de névoa salina simula a corrosão acelerada em laboratório verificando o desempenho perante a corrosão de um determinado material. Este ensaio foi utilizado por pesquisadores durante muitos anos com algumas finalidades: desenvolver novos produtos, avaliar pinturas de revestimentos, analisar novos revestimentos metálicos e realizar tratamentos

químicos de pintura para utilização em chapas de aço revestidas com material metálico (TREVIZAN; SILVA, 2013).

As câmaras de névoa salina produzem atmosfera de umidade controlada que simulam ambientes de altíssima umidade relativa, reproduzindo resultados que ocorrem nas condições reais de intemperismo, sendo que este ambiente acelera o processo de corrosão e reduz a durabilidade dos materiais (TREVIZAN; SILVA, 2013).

Atualmente, este ensaio de umidade saturada é utilizado para atender diversos setores industriais: automobilístico, petroquímico, eletrônico, militar, tintas e vernizes, dentre outros.

2.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS

As propriedades físicas determinam o comportamento do material em todas as circunstâncias do processo de fabricação e de utilização, sendo estas divididas principalmente em propriedades mecânicas, térmicas e elétricas. Os ensaios que reproduzem as condições de serviço são criteriosamente programados e realizados com o intuito de verificar corretamente as propriedades mecânicas dos determinados materiais. As condições ambientais (temperatura e umidade relativa, por exemplo), a natureza da carga (tração, compressão ou cisalhamento), o modo de aplicação desta (constante ao longo do tempo ou sofrendo variações contínuas) e a duração de aplicação (segundos ou até anos) são os fatores a serem considerados nestes ensaios (CÂNDIDO, 2000; REZENDE, 2007; MAZUR 2010).

2.7.1 Cisalhamento Interlaminar (ILSS)

Quando os compósitos poliméricos são utilizados na fabricação de componentes estruturais, a determinação da resistência ao cisalhamento interlaminar é um parâmetro particularmente importante no projeto dessas estruturas (PAIVA, 2009).

Este ensaio deve fornecer uma região de cisalhamento puro e uniforme, ser reprodutível, não necessitar de um equipamento especial de ensaios e fornecer uma resposta de tensão/deformação confiável. Para o resultado ser significativo, o modo de falha deve ser cisalhante ou apresentar uma deformação plástica com evidência de falha por delaminação (FARIA,2008). O modo de falha resultante desse ensaio deve apresentar uma das notações ilustradas na Figura 4.

Figura 4- Modo de falha possíveis em amostras ensaiadas por cisalhamento interlaminar



Fonte: Savage (1993).

Dentre os testes existentes, um dos mais utilizados para cisalhamento interlaminar é o cisalhamento em três pontos, uma vez que esse método utiliza pouco material e possui dispositivo de ensaio simples quando comparados aos outros métodos, permitindo avaliar quantitativamente diferenças entre materiais (FARIA, 2008).

O ensaio de cisalhamento em três pontos *"short beam"* também conhecido como ILSS, é recomendado para avaliação e controle da qualidade dos materiais, por ser rápido na avaliação das condições de processamento dos compósitos, conforme norma American Society for Testing and Materials (ASTM) D 2344/ D 2344 M-00. O dispositivo de ensaio utiliza o sistema de fixação do ensaio de flexão de 3 pontos, sendo a carga aplicada por um cilindro superior. A flexão é o esforço que se caracteriza por induzir numa peça tensões de compressão numa parte de uma secção transversal e tensões de tração na parte restante (COSTA, 2001).

2.7.2 Tração

O ensaio de tração tem por objetivo determinar o limite de ruptura e de escoamento de um material. Porém, além dessas propriedades, outras também são possíveis de serem determinadas, como o alongamento por exemplo. Neste ensaio as deformações que o material sofre são consideradas distribuídas de forma praticamente uniformemente em toda a sua dimensão. Além disso, a velocidade com que a carga é aplicada no material é suficientemente lenta, permitindo medir corretamente a resistência do material (GARCIA; SANTOS, 2000).

A curva gerada pelo gráfico de tensão em função da deformação pode ser obtida diretamente pela máquina de ensaio ou por pontos.

Para materiais que possuem a propriedade de ductilidade (materiais metálicos, por exemplo) quando este atinge a carga máxima suportada ocorre o fenômeno da estricção no qual a secção do corpo de prova diminui, ocasionando perda da uniformidade. Na maior parte dos casos o corpo de prova se rompe na região de menor secção transversal do material ensaiado,

porém se existir algum defeito relevante ele pode se romper em outra região (GARCIA; SANTOS, 2000).

Para este ensaio as dimensões do corpo de prova são padronizadas e o mesmo sofre esforços crescentes em sua direção axial. O cdp é ensaiado, na maioria dos casos, até a ruptura, medindo se as deformações e os esforços correspondentes (BOTELHO, 2002; FARIA, 2008).

Os corpos de prova para os ensaios de tração de materiais compósitos exigem uma condição de preparo em que são colocados *tabs* com filme adesivo. O intuito é proteger a superfície do cdp e distribuir as forças de forma homogênea durante o agarramento da máquina de ensaio no corpo de prova. São obtidos a partir de laminados de vidro/epóxi, pois ao deformarem-se elasticamente, distribuem as tensões por uma área ampla, absorvendo energia (FARIA, 2008).

O módulo de Young ou módulo de elasticidade é um parâmetro mecânico que proporciona uma medida da rigidez de um material sólido. Este consiste em um parâmetro fundamental para a engenharia e aplicação de materiais, pois está associado com a descrição de várias outras propriedades mecânicas, como por exemplo, a tensão de escoamento, a tensão de ruptura, a variação de temperatura crítica para a propagação de trincas sob a ação de choque térmico, etc. Este módulo pode ser quantificado pelo ensaio de tração, por meio da análise da curva σ x ε, obtido pelo coeficiente angular da parte elástica da curva, que é dado pela equação (1):

$$E = \sigma / \varepsilon \qquad (1)$$

Onde:

E= Módulo d e Elasticidade d e primeira o r d em ou Módulo d e Y o u n g;

σ= Tensão;

ε= Deformação específica

2.8 POLARISCOPIA

O polariscópio é o equipamento básico utilizado na realização de um experimento fotoelástico. A aplicação da análise fotoelástica em campo está sendo mais utilizada nos dias atuais, principalmente para verificação de equipamentos que se encontram já instalados e em funcionamento normal, mas que requerem periodicamente inspeções de segurança ou de qualidade estrutural (FAKHOURI, 2008).

Os polariscópios (ou polarioscópios) possuem diversas aplicações. Dentre elas destacam-se as em indústria automotiva, em otimização de peças, estudos em sistemas de potência, em componentes de suspensão e na análise de blocos de motores; em bioengenharia: em estudo de aparelhos ortopédicos, próteses e demais instrumentos médicos e na análise de tensões em ossos humanos; na engenharia civil: em paredes de minas subterrâneas, em estruturas de pontes e barragens. Para estes casos, o polariscópio de reflexão pode ser aplicado pois contém elementos como placas que retardam a onda (quarto de onda), placas polarizadora e analisadora, e uma fonte de luz, e altera apenas a forma de montagem das mesmas (SMITH NETO, 2007).

Quando a peça analisada é submetida a tensões e deformações utilizando se esta técnica, pode se obter os parâmetros necessários, tendo uma visualização global do campo dos esforços submetidos (MELLO, 2011).

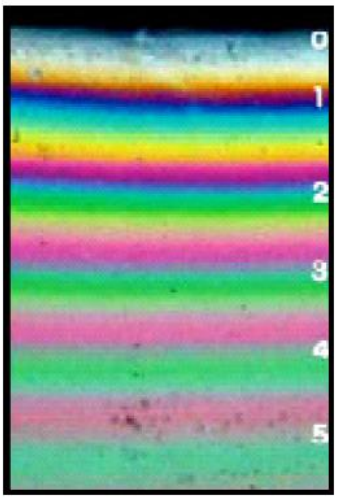
Basicamente, o princípio do funcionamento do polariscópio de reflexão é tal que a 1ª lente, que é a polarizadora, possui uma placa de quarto de onda na qual a luz passa e reflete, passando por mais duas lentes até então chegar no analisador (que gera as imagens). Este é composto, basicamente, de uma fonte de luz, que pode ser branca ou monocromática, dois polarizadores de luz plana, analisador e polarizador, e dois polarizadores de luz circular, lentes de quarto de onda com birrefrigência permanente (SMITH, 2007).

A resina fotoelástica colada ao cdp, quando submetida a um carregamento em um ensaio mecânico, altera suas propriedades de polarização da luz proporcionalmente à tensão gerada em cada ponto, permitindo a visualização da distribuição de tensões no objeto a partir da exposição a uma fonte de luz polarizada enxergada através de um polariscópio.

A analise da fotoelásticidade é realizada a partir da ordem de franjas sendo diretamente proporcional a diferença entre as tensões principais e estas diferenças está relacionada com a birrefringência e consequentemente com a cor da franja. O espectro observado no analisador, apresenta colorações típicas para ordens de franja (Figura 5) (BERNARDES et. al., 2003).

Franja de ordem N=0 -> Preta;
Franja de ordem N=1 -> Violeta;
Franja de ordem N=2 -> Transição Violeta- azul;
Franja de ordem N=3 -> Transição Vermelho- verde;
Franja de ordem N=4 -> Transição Vermelho + verde;
Franja de ordem N=5 -> Transição Vermelho + verde;

Figura 5 – Padrão típico das ordens de franjas isocromáticas inteira.



Fonte: Souza; Araújo (2005).

Quanto maior for o número de franjas, maior será a intensidade das tensões e quanto mais próximas as franjas uma das outras, maior é a concentração de tensões (FRENCH et al., 1989).

Para que um material seja fotoelástico ele deve possuir algumas propriedades, tais como:

- Ser livre de tensões residuais;
- Ter boa transparência à luz empregada no polariscópio; isotropia óptica e mecânica;
- Ter sensibilidade às tensões e deformações, verificada com um baixo valor da franja do material e um alto módulo de elasticidade;
- Ter baixo custo;
- Ter boa homogeneidade; valor de franja não variar com a temperatura;
- Ser livre de efeito de borda;
- Possibilidade de fundição em grandes tamanhos (SMITH, 2007).

Para produzir diferentes misturas é necessário apenas variar alguns parâmetros: o tipo de resina, o agente de cura (endurecedor) e a porcentagem de cada componente (SMITH, 2007).

2.9 FT-IR

A espectroscopia no infravermelho é uma das mais importantes técnicas analíticas disponíveis atualmente. Uma das grandes vantagens desta técnica é que grande parte das

amostras, em praticamente qualquer estado físico, pode ser estudada (STUART, 2004).

A introdução de espectrômetros de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) melhorou drasticamente a qualidade dos espectros no infravermelho e minimizou o tempo necessário para obtenção de dados. Os espectrofotômetros de infravermelho com transformada de Fourier possuem dados submetidos à conversão analógico- digital (STUART, 2004).

Cada frequência de absorção presente num espectro no infravermelho corresponde a uma frequência de vibração de uma parte de uma molécula. As posições das bandas nos espectros no infravermelho podem ser apresentadas em comprimento de onda (μm) ou número de ondas (cm-1), e as intensidades das bandas em porcentagem de transmitância (%T) que é a razão entre a energia radiante transmitida por uma amostra e a energia radiante que nela incide (HAACK, 2010).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais e a metodologia utilizados para o desenvolvimento deste trabalho de graduação estão citados a seguir.

3.1 MATERIAIS

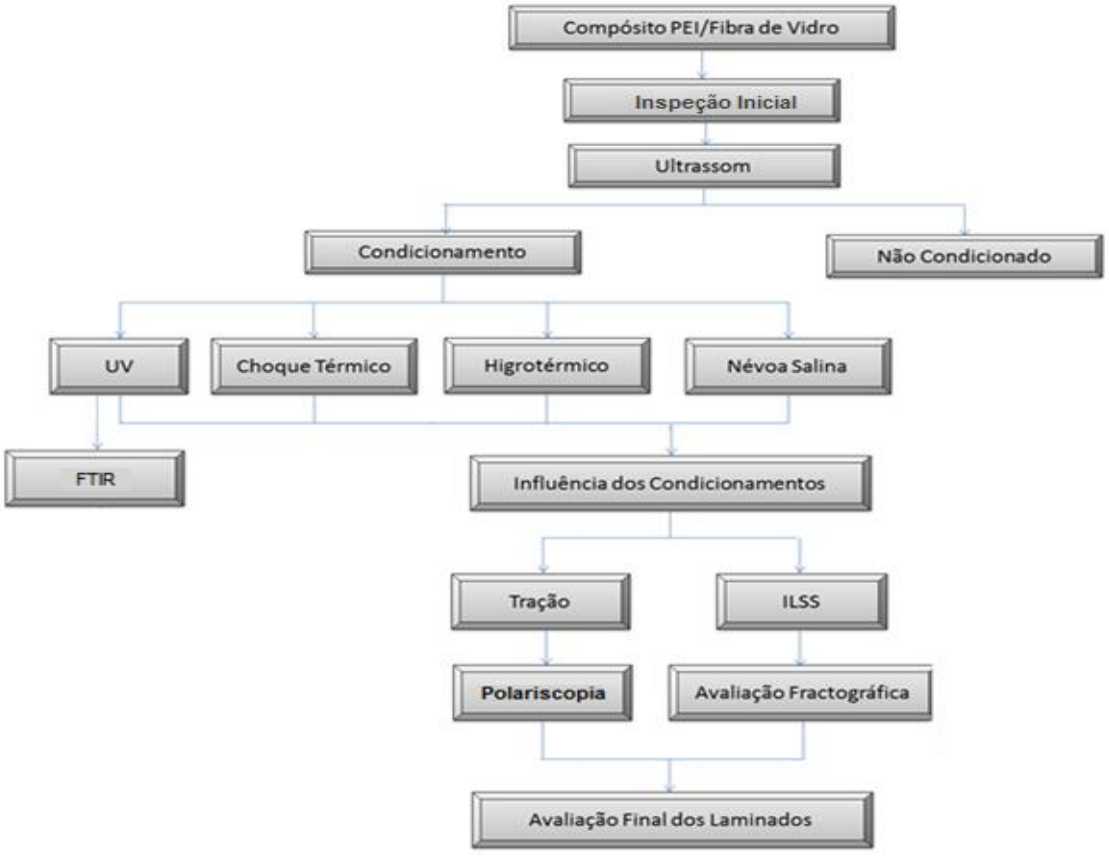
As amostras do compósito PEI/fibras de vidro foram confeccionadas e fornecidas pela empresa holandesa Ten Cate Advanced Composites via moldagem por compressão a quente.

Os laminados de PEI/fibras de vidro, com espessura nominal de 1,92 mm, foram confeccionados com tecidos na configuração 8 HS (*hard satin*).

3.2 METODOLOGIA UTILIZADA

As etapas realizadas no presente trabalho encontram-se apresentadas no fluxograma da Figura 6.

Figura 6 - Fluxograma de execução do projeto de pesquisa



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

3.3 CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO

Para o condicionamento higrotérmico dos laminados foi utilizada uma câmara de climatização computadorizada da marca Marconi, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP de Guaratinguetá (Figura 7).

Figura 7 – Câmara de condicionamento higrotérmico (a) vista geral (exterior); (b) interior.



(a) (b)

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Cinco corpos de prova, antes de serem condicionadas, foram submetidos a um processo de secagem em estufa a uma temperatura de 80°C por um período de 48 horas e mantidos em um dessecador a vácuo até que a temperatura ambiente fosse atingida. Após este período, as amostras foram pesadas e condicionadas na câmara de climatização, a uma temperatura de 80°C com umidade relativa de 90%, por um período de sete semanas (para se atingir a saturação de umidade).

A exposição higrotérmica em câmara de climatização foi baseada na norma ASTM D 5229/D 5229 M-04 para materiais compósitos a serem submetidos a ensaios mecânicos na condição úmida.

Cada cdp avaliado higrotermicamente foi pesado três vezes, com auxílio de uma balança de precisão (analítica), e então, foi feita uma média dos valores com o intuito de se obter o menor erro possível no ensaio. Neste procedimento, tomou-se cuidado em manusear a balança analítica disponível, já que esta é muito sensível podendo apresentar erros nas

medições caso as calibrações e estabilizações não sejam devidamente efetuadas. Este procedimento exigiu certo rigor, já que semanalmente, os cdps eram retirados rapidamente da câmara de climatização e pesados.

3.4 CONDICIONAMENTO POR CHOQUE TÉRMICO

Para o condicionamento por choque térmico dos laminados, foi utilizado um equipamento da marca Envirotronics, modelo TSV.5-2-2-2-AC, Two zone vertical Thermal Shock (Figura 8), localizado no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP de Guaratinguetá. Este equipamento possui duas câmaras, sendo: uma responsável por elevadas temperaturas (até 150°C) e a outra por temperaturas baixas (até -65°C). A comunicação entre estas câmaras é realizada a partir de um elevador vertical, permitindo a programação desejada das velocidades de subida, descida e do tempo de permanência em cada câmara.

Para se determinar a resistência do compósito às variações bruscas de temperaturas (-50°C a +80°C), que é a faixa de trabalho de peças aeronáuticas (envelope aeronáutico), as amostras foram submetidas a 1000 ciclos, ficando condicionadas por um período de 20 minutos em cada câmara.

Figura 8 - Câmara de condicionamento por choque térmico.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

3.5 CONDICIONAMENTO POR RAIOS ULTRAVIOLETA (UV)

Para o condicionamento ultravioleta, utilizou-se uma câmara de envelhecimento modelo QUV/spray (Figura 9), que possui um controle automático dos parâmetros de temperatura e umidade relativa. Esse equipamento opera com lâmpadas fluorescentes UVB, podendo ser, por exemplo, de vapor de mercúrio, que irradia quantidades de energia de acordo com a norma ASTM G154, alternando entre exposição à radiação UV e condensação d'água. As amostras foram submetidas a um processo de envelhecimento por períodos de 200, 600 e 1200 horas, sendo utilizados para cada caso cinco corpos de prova.

Tipicamente, o PEI é resistente à radiação UV sem adição de estabilizantes, tomando como exemplo uma exposição sob radiação de 0,35W/m^2 , num comprimento de onda de 340nm a 63°C, em um *wheatherometer* com lâmpada de xenônio, durante 1000 horas. Nesse caso, os efeitos sobre as características mecânicas do material são praticamente desprezíveis.

Figura 9- Câmara de condicionamento por radiação ultravioleta.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

3.6 CONDICIONAMENTO POR NÉVOA SALINA (SALT SPRAY)

Para o condicionamento de névoa salina foi utilizado uma máquina da marca Equilam SS600e (Figura 10). Este condicionamento tem como objetivo a obtenção de valores de resistência à corrosão do material ensaiado (um fator relevante na nas aplicações em construção naval e na indústria petroquímica) e foi realizado segundo a norma ASTM 117 – 03, para

verificar a resistência em condição salina por um determinado período. Os valores recomendados pela norma para obter a saturação da solução salina são: temperatura de 46 ºC e pressão de 9,81N/cm^2

Figura 10- Câmara de condicionamento por névoa salina (Salt Spray).



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

3.7 ENSAIOS MECÂNICOS

Os compósitos termoplásticos, antes e após serem submetidos aos condicionamentos ambientais, foram caracterizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, em Guaratinguetá. Para estes ensaios, dispositivos apropriados de tração e cisalhamento, assim como uma máquina universal de ensaios mecânicos da Shimadzu (modelo AG-X) e uma máquina universal de ensaios Instron (modelo 8801) foram utilizadas.

3.7.1 Ensaios de Resistência ao Cisalhamento Interlaminar (ILSS)

Um dos métodos mais utilizados para determinar a resistência ao cisalhamento interlaminar de compósitos é a partir do ensaio de cisalhamento em três pontos, também conhecido como ILSS (*interlaminar shear strenght*), denominado *short-beam shear test*, normatizado pela ASTM D 2344/ D 2344 M-00.

O método requer uma pequena quantidade de material, fornecendo valores comparativos confiáveis de resistência ao cisalhamento interlaminar. Para este ensaio foi utilizada uma máquina universal de ensaios Shimadzu (modelo AG-X) (Figura 11), com célula de carga de 5 kN, acoplada à um computador que processa graficamente as curvas de carga em função do deslocamento. A velocidade do ensaio foi de 1,5 mm/min. As dimensões do cdp: 10,8 mm x 5,35 mm x 1,8 mm (comprimento x largura x espessura).

Figura 11 – Máquina Shimadzu (modelo AG-X), disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, em Guaratinguetá/SP.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Como descrito na norma, o método de cisalhamento em três pontos estabelece a utilização de uma amostra retangular apoiada em dois cilindros de sustentação permitindo um movimento lateral. Os corpos de prova na condição seco e à temperatura ambiente. O valor do cisalhamento interlaminar (ILSS) foi calculado de acordo com a equação (2):

$$\tau = \frac{3\,Pmax}{4bh} \qquad (2)$$

Onde: Pmax, b e h representam a força máxima, largura e espessura do corpo de prova, respectivamente.

3.7.2 Ensaios de Resistência à Tração

Os corpos de prova dos compósitos de vidro foram submetidos a ensaios de resistência à tração utilizando-se a máquina Instron (modelo 8801) (Figura 12). O principal objetivo deste ensaio foi de determinar o valor médio da resistência a tração e selecionar as tensões a serem utilizadas, empregando para isso o sistema de extensiometria.

Figura 12 – Máquina Instron modelo 8801 (ensaios de tração), disponível no Laboratório de Fadiga 1 do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, em Guaratinguetá/SP.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Estes ensaios foram realizados baseados na norma ASTM-D 3039 a temperatura ambiente, sendo que nos corpos de prova foi colado *tab* (Figura 13).

Figura 13- Corpo de prova (com *tab*) para ensaios de tração.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

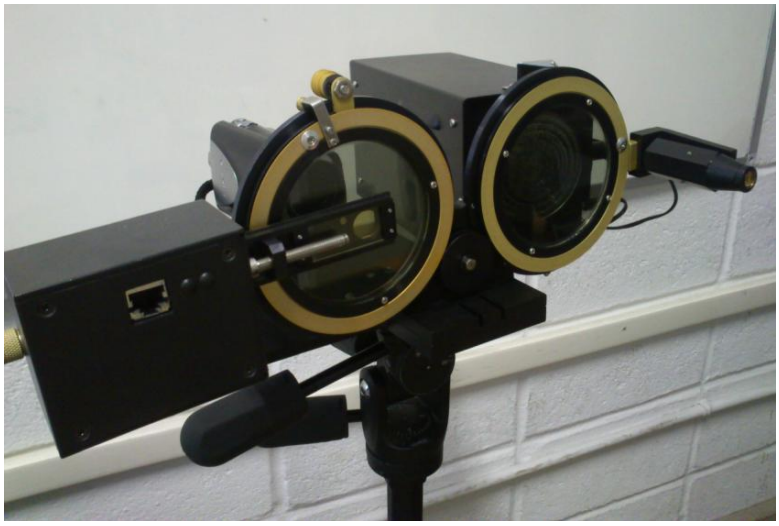
3.8 POLARISCOPIA

Análises de polariscopia foram realizadas juntamente com os ensaios de tração. O compósito analisado foi, primeiramente, limpo, retirando-se qualquer resíduo de tinta, graxa ou sujeira, que possa comprometer a análise. Em seguida, aplicou-se uma fina camada de tinta reflexiva que, depois de seca, tal tinta foi recoberta com uma camada de material fotoelástico (resina), utilizando-se de uma cola apropriada, de forma a produzir uma interface entre o corpo de prova e a camada fotoelástica. Esta interface precisa estar bem integra, pois ao submeter o cdp a um dado carregamento, a deformação sofrida deve ser transmitida para a camada fotoelástica. Da fonte de luz incidem feixes que passam por um polarizador, depois por um quarto de onda e atingem a camada fotoelástica colada no cdp. O feixe sofre reflexão e volta passando por um quarto de onda, depois um analisador e finalmente é captado pela câmera. Dessa forma, as imagens geradas pelos meios ópticos podem ser analisadas, com o objetivo de observar em qual região se localiza o maior calor e como este é distribuído na amostra.

Primeiramente foram escolhidos alguns cdp’s para cada tipo de condicionamento ambiental submetido.

Depois de coladas as resinas nas amostras desejadas, o ensaio de tração foi realizado simultaneamente à filmagem deste com o polariscópio de reflexão. A empresa fabricante do polariscópio é a Vishay. Modelo LF/Z-2-Photo stress pluss (Figura 14). Portanto, cada condicionamento ambiental gerou um vídeo e, para melhor análise dos resultados, as imagens do vídeo foram registradas a cada momento em que havia uma transformação de cores.

Figura 14 - Polarioscópio de reflexão utilizado no presente trabalho.



Fonte: Konatu (2014)

A resina utilizada foi a PL-2-Epoxy dietileno triamina (Figura 15), pois inicialmente esta se comporta de forma isotrópica e uni-refringente e depois de tensionada torna-se anisotrópica e birrefringente, mudando seu índice de refração e por isso evidenciando com a variação de cores, mudanças nas tensões do cdp

Figura 15- Resina com cola sobre o cdp.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Para a preparação da resina utilizou-se 45g de resina com 45g de endurecedor, para uma área de resina de 400mm^2, a ser aplicada em todos os cdps submetidos a análise. Para a preparação da cola utilizou-se 20g de outra resina (não especificada) com 20g de endurecedor.

Depois de seca, a placa de resina foi cortada de acordo com o tamanho desejado e colada (com a cola preparada) em cada cdp a se analisar.

3.9 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Para avaliar o compósito antes e após a realização dos ensaios mecânicos foram utilizadas as técnicas de microscopias óptica e eletrônica de varredura. Os compósitos PEI/ fibra de vidro foram caracterizados utilizando o Microscópio Óptico NIKON do Laboratório de Imagens, disponível na UNESP em Guaratinguetá (Figura 16), modelo Epiphote 200.

Primeiramente, a microscopia teve como principal objetivo caracterizar os compósitos, localizando eventuais defeitos no interior e/ou na superfície do laminado em estudo, após os condicionamentos ambientais. Desse modo, o intuito foi detectar delaminações e/ou vazios existentes na interface PEI/ fibra de vidro que poderiam influenciar no comportamento mecânico do material fornecido.

Figura 16- Microscópio óptico



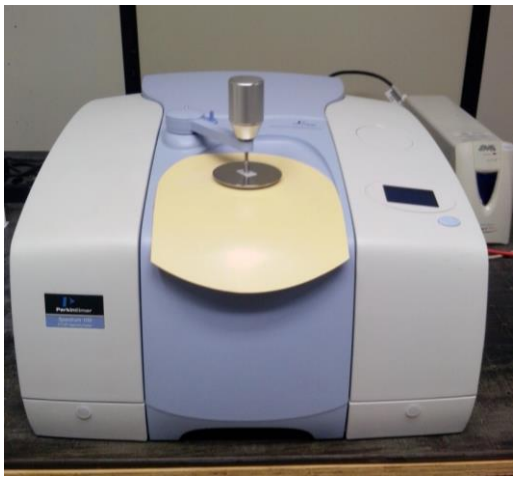
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

3.10 ANÁLISE POR FT-IR

A análise por FT-IR (Espectrometria na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier) foi conduzida para se observar possíveis alterações na estrutura química dos materiais condicionados por radiação UV, verificando os gráficos resultantes desta análise.

Estas análises foram realizadas utilizando um espectrofotômetro Perkin Elmer, modelo Spectrum 100 (Figura 17), disponível no Departamento de Física e Química, da UNESP de Guaratinguetá. Os resultados obtidos foram comparados de maneira qualitativa com os dados disponíveis na literatura.

Figura 17- Espectrofotômetro Perkin Elmer para análise por FT-IR.



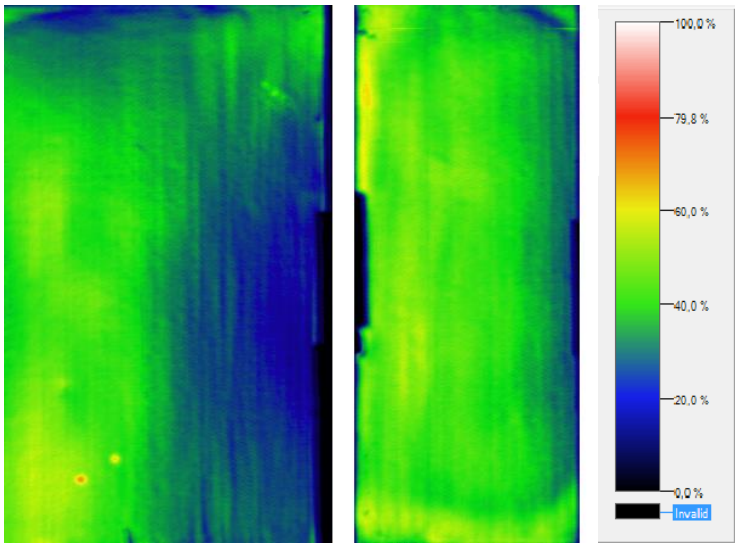
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

4 RESULTADOS

4.1 ULTRASSOM

A Figura 18 apresenta os resultados obtidos da amostra de PEI/fibra de vidro após esta ser submetida ao ensaio de ultrassom. Observa-se um nível homogêneo de atenuação (presença de uma coloração parecida ao longo de praticamente toda a amostra). Este fato permite concluir que a amostra apresenta uma boa compactação das camadas, contendo uma baixa quantidade de poros e delaminações.

Figura 18- Imagens de ultrassom do PEI/ fibra de vidro antes do condicionamento com frequência de 5MHz: placa maior e placa menor e escala de cores para o ultrassom.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

A cor azul encontrada, principalmente na placa maior pode ser explicada como sendo provavelmente devido a um efeito do empenamento, pois ocorreu principalmente nas bordas das placas. Esse efeito pode ser compreendido verificando que a espessura do material é de 1,92 mm, sendo desta forma considerada muito fina, portanto este possui facilidade para empenar, diminuindo a frequência do ultrassom.

Outro resultado obtido a partir da análise da placa maior (Figura 18) foi o aumento da frequência de ultrassom em pequenos pontos, mostrando as cores amareladas à alaranjadas. Estes pontos são pequenos defeitos que provavelmente surgiram durante o processo de moldagem por compressão a quente.

4.2 ABSORÇÃO DE UMIDADE

4.2.1 Cdp's de Tração

A Tabela 6 apresenta os resultados provenientes de ganho de massa das amostras de PEI/fibra de vidro, após serem submetidas ao condicionamento em câmara higrotérmica. Estas amostras foram posteriormente submetidas ao ensaio de tração.

Tabela 6- Ganho de massa dos cdp's de tração de PEI/fibras de vidro em função do tempo de exposição em câmara higrotérmica.

Data	17/out	24/out	31/out	07/nov	14/nov	21/nov	28/nov	05/dez
Semana	0	1	2	3	4	5	6	7
Tempo (h)	0	168	336	504	672	840	1008	1176
Raiz Tempo (h)	0	13,0	18,3	22,4	25,9	29,0	31,7	34,3
Cdp	**Massa (g)**							
1	33,12	33,24	33,29	33,33	33,34	33,36	33,35	33,34
2	34,66	34,82	34,86	34,86	34,88	34,88	34,88	34,86
3	34,58	34,75	34,75	34,86	34,74	34,74	34,75	34,72
4	34,64	34,79	34,83	34,88	34,86	34,86	34,87	34,84
5	36,05	36,18	36,18	36,18	36,16	36,16	36,16	36,14

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

O cálculo da absorção de umidade em cada cdp do compósito exposto à câmara é definido como o ganho médio de massa como apresentado pela equação (3) conforme descrito na norma AST- D 5229/D 5229- 04.

$$\%\ umidade = \frac{(massa\ da\ amostra\ úmida - massa\ da\ amostra\ seca) x\ 100\ (\%)}{(massa\ da\ amostra\ seca)} \quad (3)$$

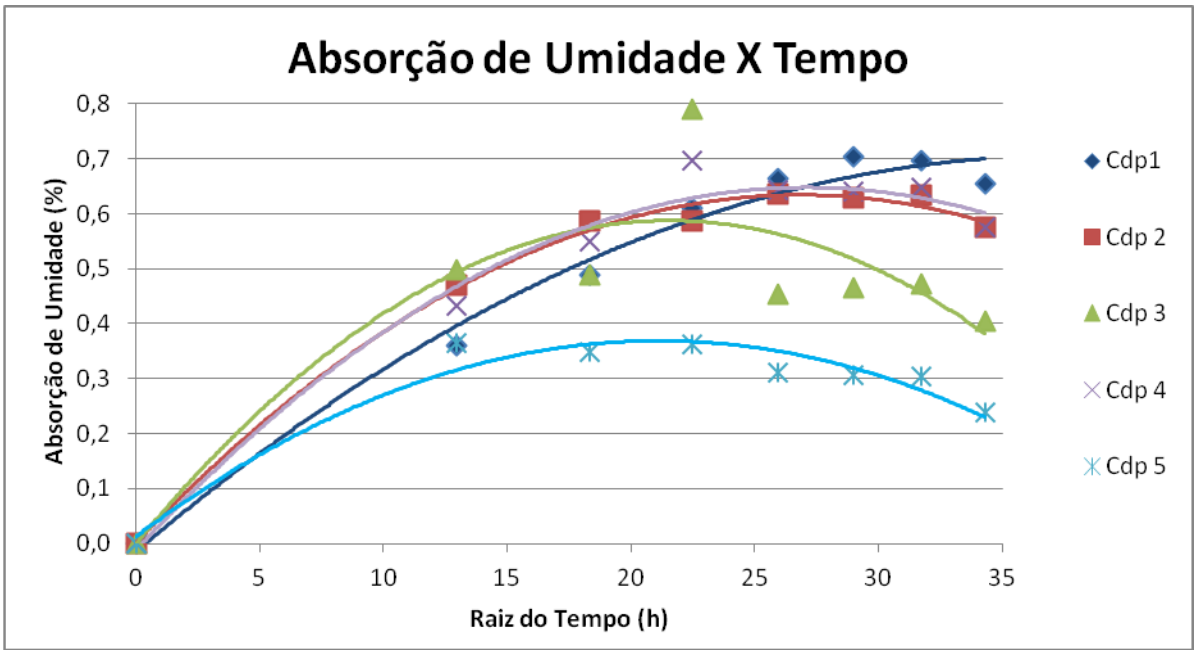
Os resultados do cálculo da porcentagem de absorção de umidade são apresentados na Tabela 7 e no gráfico de absorção de umidade em função do tempo para os 5 cdp's de tração (Figura 19). Para cada cdp foi traçado uma linha de tendência polinomial de ordem 2, para melhor análise dos resultados.

Tabela 7 – Teor de absorção de umidade dos cdp's de tração de PEI/fibra de vidro em função do tempo de exposição à câmara higrotérmica.

Data	17/out	24/out	31/out	07/nov	14/nov	21/nov	28/nov	05/dez
Semana	0	1	2	3	4	5	6	7
Tempo (h)	0	168	336	504	672	840	1008	1176
Raiz Tempo (h)	0	13,0	18,3	22,4	25,9	29,0	31,7	34,3
Cdp	**Absorção de Umidade (%)**							
1	0	0,36	0,49	0,61	0,67	0,70	0,70	0,65
2	0	0,47	0,59	0,59	0,63	0,63	0,63	0,57
3	0	0,50	0,49	0,49	0,45	0,47	0,47	0,40
4	0	0,43	0,55	0,70	0,64	0,64	0,65	0,57
5	0	0,36	0,35	0,36	0,31	0,31	0,30	0,24

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 19- Gráfico de absorção de umidade em função do tempo de condicionamento para os 5 cdp's de tração.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Como dito anteriormente, um comportamento Fickiano é aquele no qual a difusão do fluído aumenta linearmente com a raiz quadrada do tempo de imersão até atingir gradualmente um nível de equilíbrio ou saturação.

Com a análise desses dados verificou-se que a concentração de umidade nos cdp's de tração do compósito PEI/fibra de vidro condicionado higrotermicamente aumenta linearmente na primeira semana de exposição. Nesta etapa, as amostras absorvem água rapidamente, (aproximadamente 0,5% de água). Da segunda semana em diante a maior parte dos cdp's começam a absorver uma menor quantidade de água, alcançando um estado conhecido como pseudo-equilíbrio. Nesse estado, o material mantém aproximadamente a mesma quantidade de água depois de um período de tempo, evidenciando um comportamento Fickiano. A mudança da absorção de água com o passar do tempo de exposição pode ser explicado devido à existência de diferentes gradientes de fluxo de umidade para o interior das amostras, inicialmente o cdp possui uma menor quantidade de água, o que causa um aumento do gradiente do fluxo, e posteriormente quando o teor de umidade absorvida é alto, o gradiente de fluxo se torna menor.

A absorção de água ocorre pelo mecanismo de capilaridade, no qual ocorre fluxo de água ao longo da interface/matriz. 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. Esse período de tempo pode ser considerado como o início do processo de relaxação da cadeia polimérica e o preenchimento higrotérmico dos vazios existentes (CUNHA, et. al., 2006; CÂNDIDO, et. al., 2000; MAYER, et. al., 2003).

Outro resultado obtido através da verificação das curvas do gráfico da Figura 19 é que até a quarta semana os cdps apresentam um ganho de massa de aproximadamente 0,6%, porém depois dessas semanas ocorreu o início da estabilização da absorção, nas quais alguns cdps até chegam a perder umidade (de 0,10% à 0,20% de água, respectivamente).

A diferença entre os cdp's em relação à absorção de umidade encontra-se relacionada com as diferentes características apresentadas por alguma heterogeneidade causada pelo processo de fabricação, ou pelos tratamentos superficiais.

4.2.2 Cdp's de Cisalhamento Interlaminar (ILSS)

Assim como para as amostras a serem ensaiadas por tração, cdps de ILSS foram submetidos ao mesmo condicionamento higrotérmico. Os resultados obtidos após o ensaio são apresentados nas Tabelas 8 e 9. Da mesma forma, construiu-se o gráfico de absorção de umidade em função do tempo para os 5 cdp's de ILSS (Figura 20). Para cada cdp foi traçado uma linha de tendência polinomial de ordem 2, para melhor análise dos resultados.

Tabela 8- Ganho de massa dos cdp's de ILSS de PEI/fibra de vidro em função do tempo de exposição à câmara higrotérmica.

Data	17/out	24/out	31/out	07/nov	14/nov	21/nov	28/nov	05/dez
Semana	0	1	2	3	4	5	6	7
Tempo (h)	0	168	336	504	672	840	1008	1176
Raiz Tempo (h)	0	13,0	18,3	22,4	25,9	29,0	31,7	34,3
Cdp	**Massa (g)**							
1	0,3558	0,3477	0,3469	0,3470	0,3474	0,3469	0,3469	0,3467
2	0,3414	0,3432	0,3426	0,3422	0,3428	0,3425	0,3423	0,3423
3	0,3252	0,3264	0,3261	0,3256	0,3265	0,3260	0,3261	0,3259
4	0,3833	0,3840	0,3843	0,3841	0,3850	0,3841	0,3843	0,3840
5	0,3478	0,3485	0,3485	0,3484	0,3490	0,3484	0,3491	0,3485
6	0,3231	0,3237	0,3239	0,3234	0,3237	0,3236	0,3238	0,3233
7	0,3589	0,3595	0,3599	0,3593	0,3595	0,3594	0,3595	0,3595
8	0,3808	0,3819	0,3821	0,3818	0,3820	0,3819	0,3818	0,3817
9	0,3710	0,3712	0,3714	0,3713	0,3711	0,3712	0,3714	0,3711

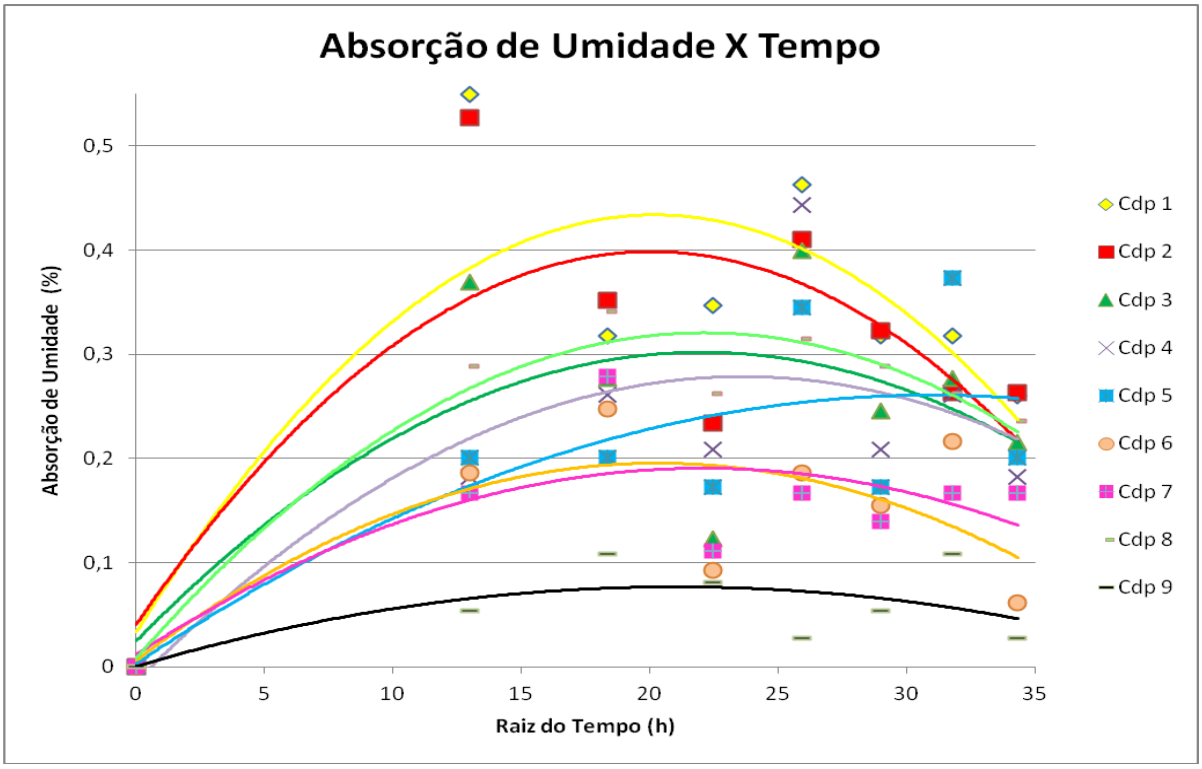
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Tabela 9 – Teor de absorção de umidade dos cdp's de ILSS de PEI/vidro em função do tempo de exposição à câmara higrotérmica.

Data	17/out	24/out	31/out	07/nov	14/nov	21/nov	28/nov	05/dez
Semana	0	1	2	3	4	5	6	7
Tempo (h)	0	168	336	504	672	840	1008	1176
Raiz Tempo (h)	0	13,0	18,3	22,4	25,9	29,0	31,7	34,3
Cdp	**Absorção de Umidade (%)**							
1	0	0,549451	0,318103	0,347021	0,462695	0,318103	0,318103	0,260266
2	0	0,527241	0,351494	0,234329	0,410076	0,322203	0,263620	0,263620
3	0	0,369004	0,276753	0,123001	0,399754	0,246002	0,276753	0,215252
4	0	0,182625	0,260892	0,208714	0,443517	0,208714	0,260892	0,182625
5	0	0,201265	0,201265	0,172513	0,345026	0,172513	0,373778	0,201265
6	0	0,185701	0,247601	0,092851	0,185701	0,154751	0,216651	0,061900
7	0	0,167177	0,278629	0,111452	0,167177	0,139315	0,167177	0,167177
8	0	0,288866	0,341387	0,262605	0,315126	0,288866	0,262605	0,236345
9	0	0,053908	0,107817	0,080863	0,026954	0,053908	0,107817	0,026954

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 20- Gráfico de absorção de umidade em função do tempo de condicionamento higrotérmico para os 9 cdp's de ILSS.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Analisando este gráfico verificou-se que a concentração de umidade nos cdp's de ILSS do compósito PEI/fibra de vidro submetido ao condicionamento higrotérmico aumenta linearmente na primeira semana de exposição. Nesta etapa, as amostras absorvem água rapidamente, absorvendo umidade de maneira intensa até aproximadamente a segunda semana (absorvem de 0,18 à 0,40% de água). Da terceira semana em diante a maior parte dos cdp's começam a absorver uma menor quantidade de água, alcançando o pseudo-equilíbrio, mantendo a quantidade de água praticamente a mesma depois de um determinado período de tempo, sugerindo também um comportamento Fickiano.

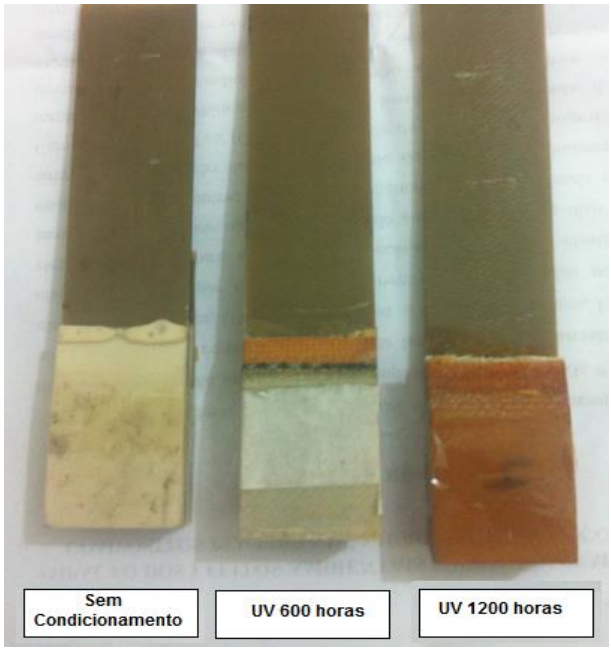
Outro resultado obtido através da verificação das curvas do gráfico da Figura 20 é que até a quarta semana os cdps apresentam um ganho de massa que varia entre 0,2% à 0,4% aproximadamente, porém depois dessa semana todos os cdp's perderam água.

Comparando os cdps de tração com os de ILSS, observa-se que os de tração absorvem, aproximadamente, 0,2% a mais de água na quarta semana, quando comparados com os de ILSS. Isto ocorre devido aos cdps de ILSS serem muito menores do que os cdps de tração, causando assim diferenças nas propriedades de absorção. O cdp de ILSS possui áreas muito pequenas e, dessa forma, um pequeno defeito na amostra já altera significativamente sua propriedade de absorção de umidade, o que também causa uma dispersão dos resultados.

4.3 ANÁLISE POR FT-IR

Após a realização do condicionamento por radiação UV, os cdps foram submetidos a uma inspeção visual (Figura 21), na qual se priorizou as partes centrais do compósito, uma vez que as bordas permaneceram protegidas, devido à disposição do material no interior da câmara de condicionamento. Porém, a partir desta análise não foi possível observar diferenças significativas nos cdps, pois visualmente suas cores não foram afetadas, mesmo após serem condicionadas durante 1200 sob radiação UV.

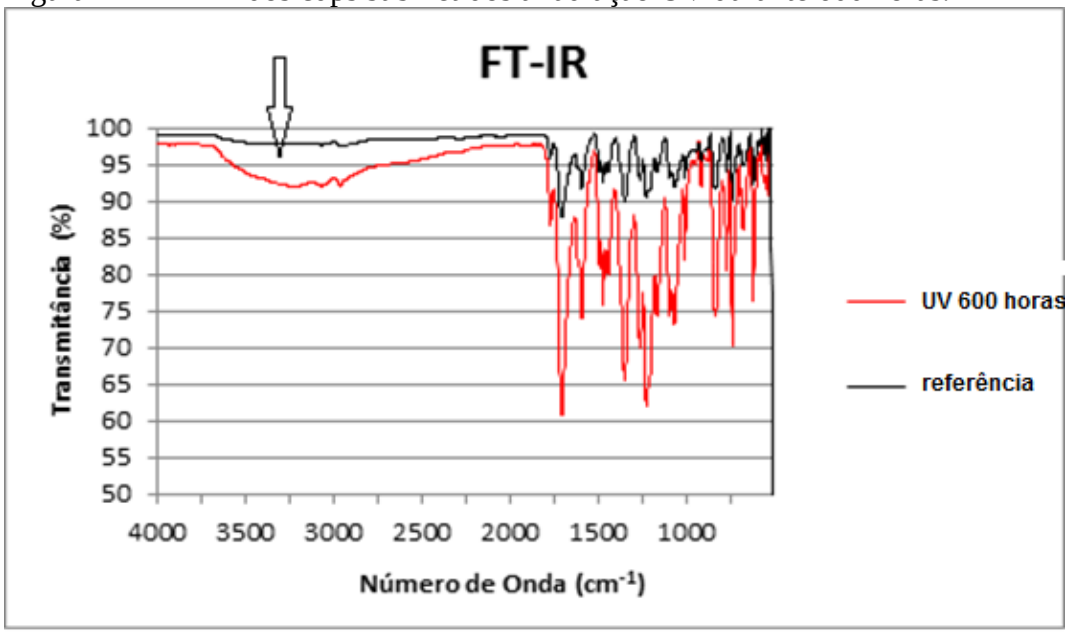
Figura 21- Cdps de tração sem condicionamento, após serem submetidos ao condicionamento por radiação UV durante 600 e 1200 horas.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

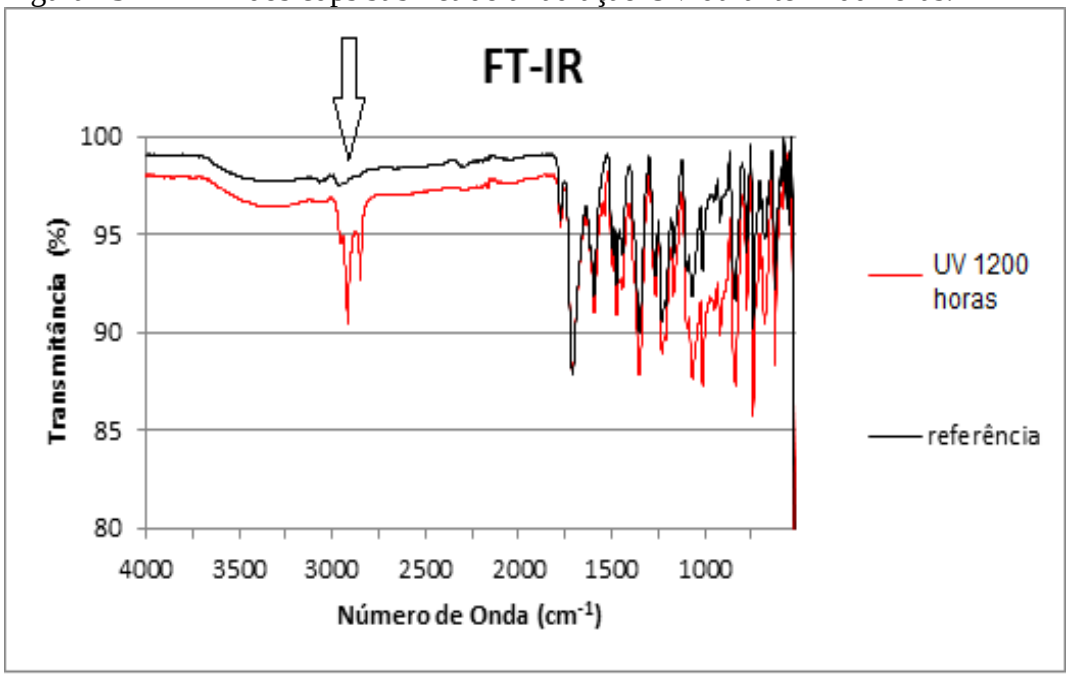
Com o intuito de verificar a degradação do material, análises por FT-IR foram realizadas. Nesta técnica, um feixe de radiação infravermelha incide sobre a amostra, e a quantidade de energia transmitida é registrada. Esta operação foi repetida ao longo da faixa de comprimentos de onda de 4.000 até 510 cm^{-1} e foram construídos gráficos para cada cdp. Por fim, um único gráfico que representava todos os cdp's do condicionamento de UV 600 horas foi escolhido e outro para o de UV 1200 horas (Figura 22 e 23, respectivamente).

Figura 22 – FT-IR dos cdps submetidos a radiação UV durante 600 horas.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 23 – FT-IR dos cdps submetido a radiação UV durante 1200 horas.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

A partir destes resultados e comparando os valores obtidos com os apresentados na literatura (HAACK, 2010), verificou-se que para os cdp's que sofreram radiação UV por 600 horas a principal diferença entre seus picos e os de referência (sem condicionamento) são as regiões de absorção encontradas em 3100 cm^{-1}, correspondendo ao estiramento do grupo hidroxila (OH^-), além da faixa de 3200 a 3650 cm^{-1}, correspondente ao estiramento do grupo

amina (NH). Como a amostra estava exposta a umidade, esta diferença pode estar relacionada a esse fato, não evidenciando, portanto, degradação química.

Para os cdp's que foram condicionados por radiação UV durante 1200 horas, além das diferenças entre picos explicadas anteriormente, verificou-se também uma diferença na banda de 2900 cm^{-1} em relação ao cdp de referência (sem condicionamento), indicando um estiramento de grupos CH alifáticos, estiramento C-H saturado (3000-2800 cm^{-1}) e insaturados (ombro acima de 3000 cm^{-1}) variando aproximadamente 7% de sua transmitância. Como essa variação não é considerada de alta intensidade, pode ser considerada irrelevante quando se trata de degradações estruturais no material.

Desta forma, com ambos os resultados obtidos das radiações por UV durante 600 e 1200 horas, pode-se afirmar que não existiram alterações relevantes na estrutura química dos cdps analisados.

4.4 INFLUÊNCIA DOS CONDICIONAMENTOS AMBIENTAIS

4.4.1 Resistência ao Cisalhamento Interlaminar (ILSS)

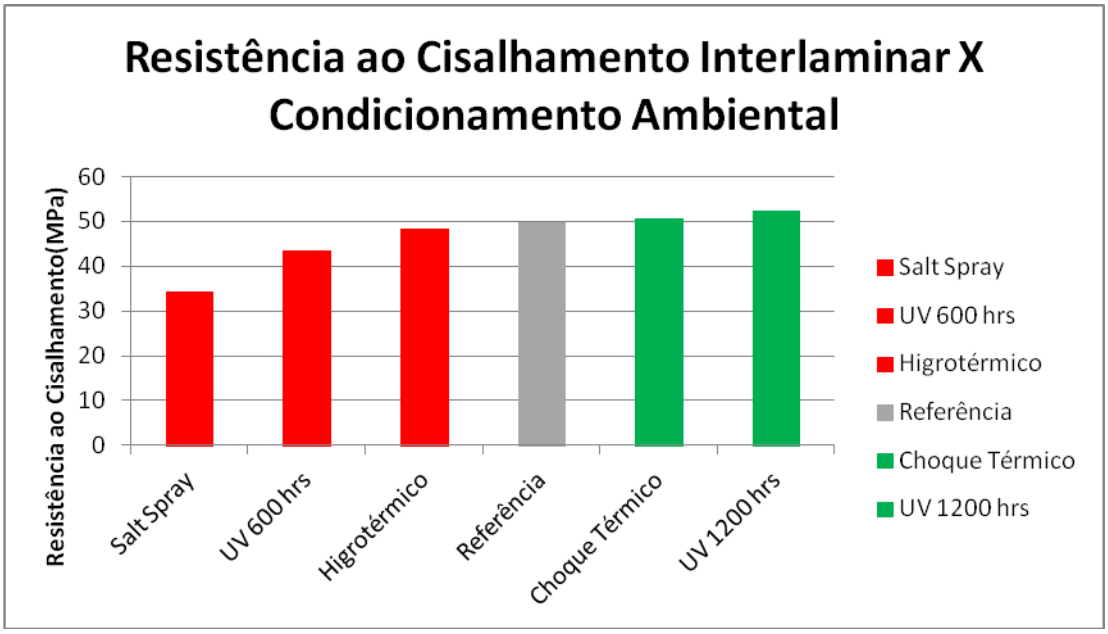
O ensaio mecânico de ILSS teve por finalidade verificar o módulo de resistência ao cisalhamento interlaminar utilizando, como dito anteriormente, a equação (2), a qual considera a espessura e largura no cdp, além da força máxima. Desta forma, a Tabela 10 e o gráfico da Figura 24 foram obtidos.

Tabela 10 - Resultados de Resistência ao Cisalhamento Interlaminar para cada condicionamento ambiental.

Condicionamento	**Força Máxima (N)**	**Resistência ao Cisalhamento (MPa)**	**% Variação**	**Desvio Padrão da Res. ao Cisalhamento**
Salt Spray	516,11	34,35	-31,01	2,81
UV 600 hrs	714,37	43,40	-12,85	3,19
Higrotérmico	748,81	48,29	-3,03	5,87
Referência	760,20	49,80	0,00	4,80
Choque Térmico	770,41	50,56	1,52	3,30
UV 1200 hrs	794,27	52,30	5,03	1,55

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

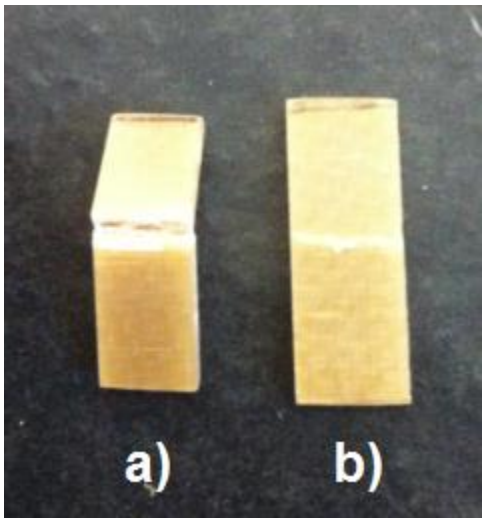
Figura 24- Gráfico de Resistência ao Cisalhamento Interlaminar X Condicionamento Ambiental.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Para alguns cdp's o ensaio foi feito com o cisalhamento simples, ou seja, sem esperar o rompimento do cdp. Porém, para outros, esperou-se que a fratura ocorresse, com o intuito de verificar se existe alguma diferença nos valores da resistência e do módulo de cisalhamento do mesmo. Além disso, foi realizada a análise fractográfica (Figura 25).

Figura 25- Cdp de ILSS: a) cisalhado até a fratura; b) com cisalhamento simples.

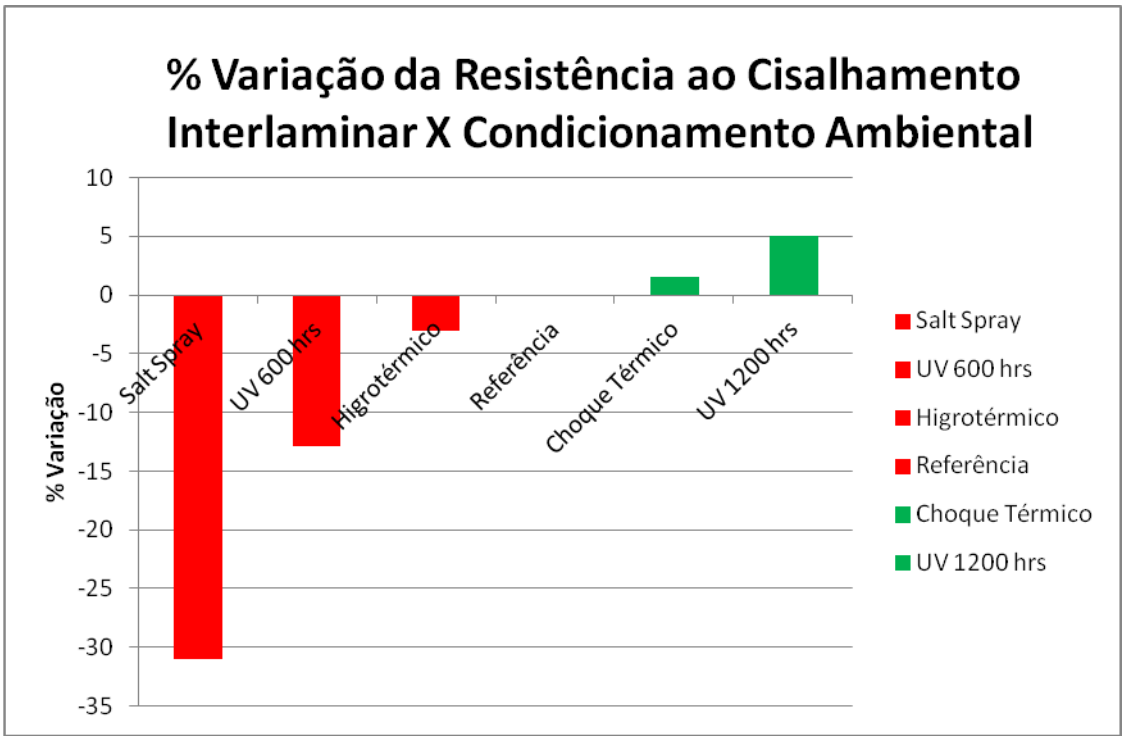


Fonte: Produção do próprio autor (2014)

O gráfico da Figura 24 mostra que os condicionamentos por choque térmico e por UV 1200 horas não diminuiram a resistência ao cisalhamento interlaminar do compósito, resultando em valores de 50MPa aproximadamente, enquanto que nos condicionamentos higrotérmico, UV 600 horas e salt spray (névoa salina) houve diminuição nessa propriedade mecânica, resultando em valores de 48MPa, 43MPa e 34MPa, respectivamente.

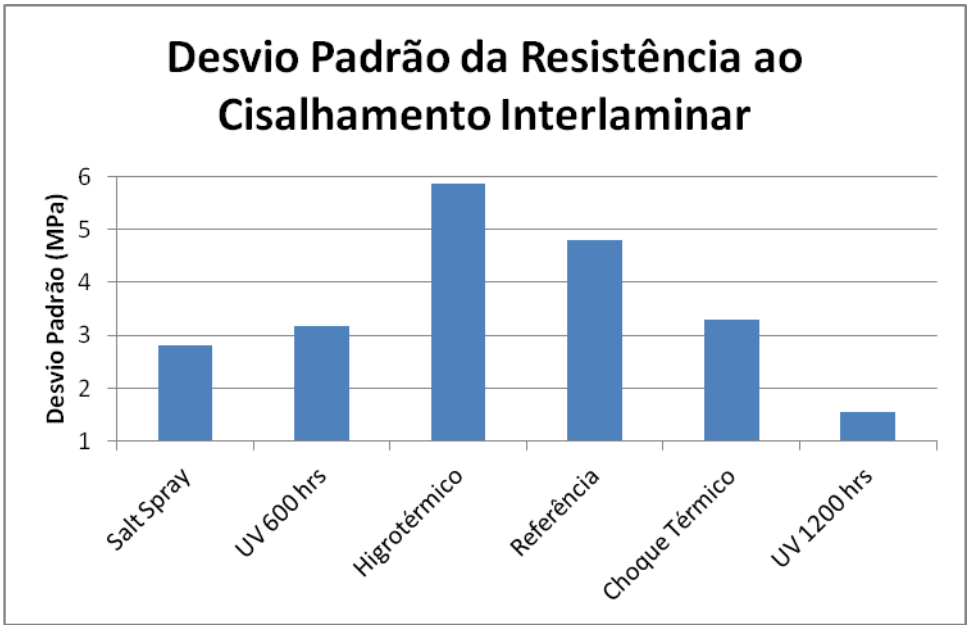
Para ter uma melhor forma de comparação, o gráfico da Figura 26 foi realizado. Ele apresenta com o intuito de facilitar a visualização da porcentagem de variação da resistência ao cisalhamento da amostra condicionada quando comparada a não condicionada. Além disso, o gráfico da Figura 27 foi realizado com o objetivo de verificar se esses dados são confiáveis, ou seja, se todos os cdp's utilizados tiveram resultados próximos, ou se estes variaram muito, pela verificação do desvio padrão.

Figura 26- % Variação da Resistência ao Cisalhamento Interlaminar X Condicionamento Ambiental.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 27- Desvio Padrão da Resistência ao Cisalhamento Interlaminar X Condicionamento Ambiental



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Analisando o gráfico da Figura 26 percebe-se que os condicionamentos que diminuíram suas resistências ao cisalhamento Interlaminar, condicionamento higrotérmico (3%), radiação UV por 600 horas (13%) e o condicionamento por salt spray (névoa salina) (31%) em relação ao valor de referência.

No caso do condicionamento higrotérmico, a água assumiu a função de um agente tenacificante, modificando algumas das propriedades mecânicas do compósito e melhorando a transferência de tensões dentro e fora do plano. No entanto, houve um processo de degradação na interface, diminuindo a resistência ao cisalhamento interlaminar e compensando a tenacificação da matriz. A iniciação da fotodegradação desse compósito é atribuída à absorção de radiação UV por impurezas cromóforas, como hidroperóxidos e resíduos de catalisador gerados durante o processamento. Quando esses cromóforos absorvem a radiação UV, inicia se uma série de reações químicas foto-oxidativas, gerando grupos químicos como hidroperóxidos e carbonila e provocando reações de cisão de cadeia e/ou de reticulação.

Já para a radiação UV 600 horas, a partir dos resultados obtidos, não se pode afirmar que houveram alterações significativas na estrutura química dos cdp's durante os períodos de condicionamento considerado, pois apesar da diminuição da resistência ao cisalhamento interlaminar, a verificação da modificação da estrutura química só pode ser analisada por F-IR.

Com a análise da perda significativa de resistência ao cisalhamento interlaminar pelo condicionamento por salt spray (névoa salina), verificou-se que além da amostra perder

propriedade pela absorção de água (degradando a interface do material), ela também perdeu resistência pelo contato com o ambiente hipertônico que continha NaCl. Como a amostra tem uma espessura muito fina, e a área de contato é muito pequena, qualquer corrosão superficial que tenha ocorrido influencia significativamente na perda de propriedades. Além disso, a alteração da propriedade mecânica também pode ocorrer devido a estrutura da amostra, pois quando esta tem algum vazio, microtrinca ou um pequeno defeito superficial os íons do sal podem se concentrar nesses espaços.

Verificando o gráfico da Figura 27, o qual mostra a confiabilidade dos dados, ou seja, o desvio padrão da resistência ao cisalhamento, observa-se que para os valores de referência esse desvio foi de 4,8 MPa e, para os condicionamentos ambientais, os desvios foram menores (1,5 MPa para UV 1200 horas, 2,8 MPa para Salt Spay, 3,2 MPa para UV 600 horas, 3,3 MPa para choque térmico), ou seja, mostrando resultados confiáveis. O maior desvio foi para o condicionamento higrotérmico, que foi de 5,9 MPa porém, mesmo esse valor sendo o mais alto, ainda é considerado confiável e portanto, podendo considerar os resultados válidos.

4.4.2 Resistência a Tração

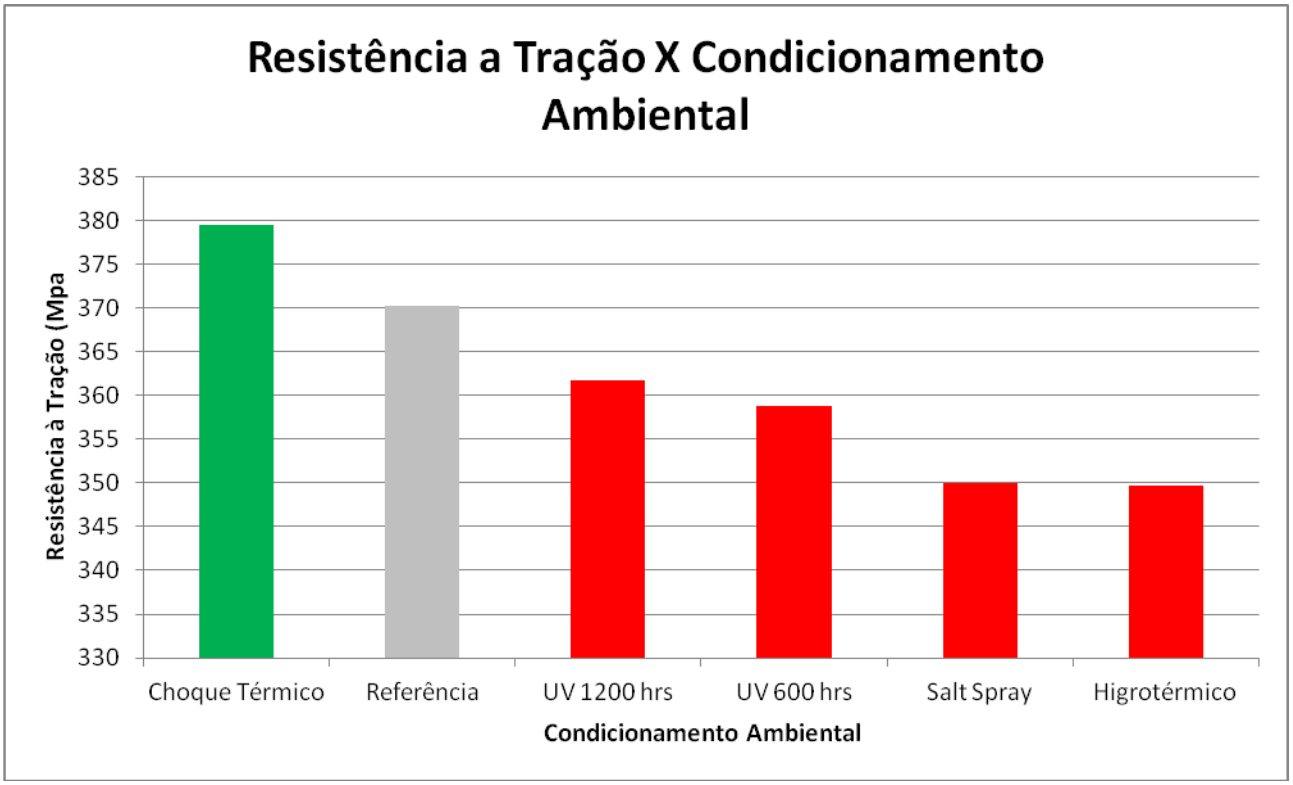
O ensaio mecânico de tração teve por finalidade verificar a resistência à tração do compósito de PEI/ fibra de vidro. Os resultados da presente análise são apresentados na Tabela 11 e no gráfico da Figura 28.

Tabela 11- Resultados de Resistência a Tração para cada condicionamento ambiental.

Condicionamento	Tensão Máxima (MPa)	Força Máxima (KN)	% Variação da Tensão	% Variação da Força	Desvio Padrão da Tensão (MPa)	Desvio Padrão Da Força (KN)
Salt Spray	350,03	15,96	-5,45	-7,99	12,54	0,46
UV 600 hrs	358,75	16,71	-3,09	-3,67	11,04	0,46
Higrotérmico	349,68	16,09	-5,54	-7,25	97,37	4,48
Referência	370,19	17,35	0,00	0,00	23,19	0,95
Choque Térmico	379,48	17,63	2,51	1,63	12,42	0,58
UV 1200 hrs	361,75	16,80	-2,28	-3,13	1,61	1,61

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 28- Gráfico de resistência à tração em função dos diferentes condicionamentos ambientais.

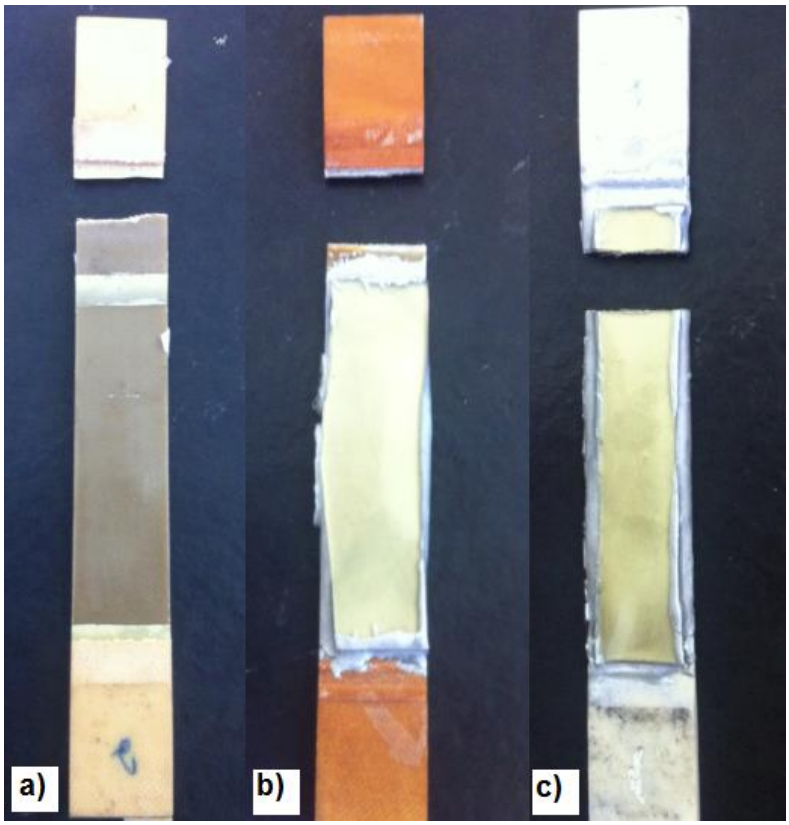


Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Os ensaios de tração foram realizados com os cdps como confeccionados (sem a resina para a análise por polariscopia), porém, em alguns cdps, estas resinas foram coladas e, em seguida, o ensaio de tração foi realizado.

Durante este ensaio, verificou-se que a maior parte dos cdp's romperam em suas extremidades (rente ao tab), tanto para cdp's com resina quanto para os que não foram avaliados por polariscopia (Figura 29). Com essa análise confirmou-se o que tinha sido verificado por polariscopia, que as regiões das extremidades são as que apresentaram maiores tensões, por isso o rompimento ocorreu na maior parte dos casos neste local.

Figura 29 - Cdp de tração: a) sem resina, fraturado em sua extremidade próxima ao tab; b) com resina, fraturado em sua extremidade próxima ao tab; c) com resina, fraturado em sua região central.

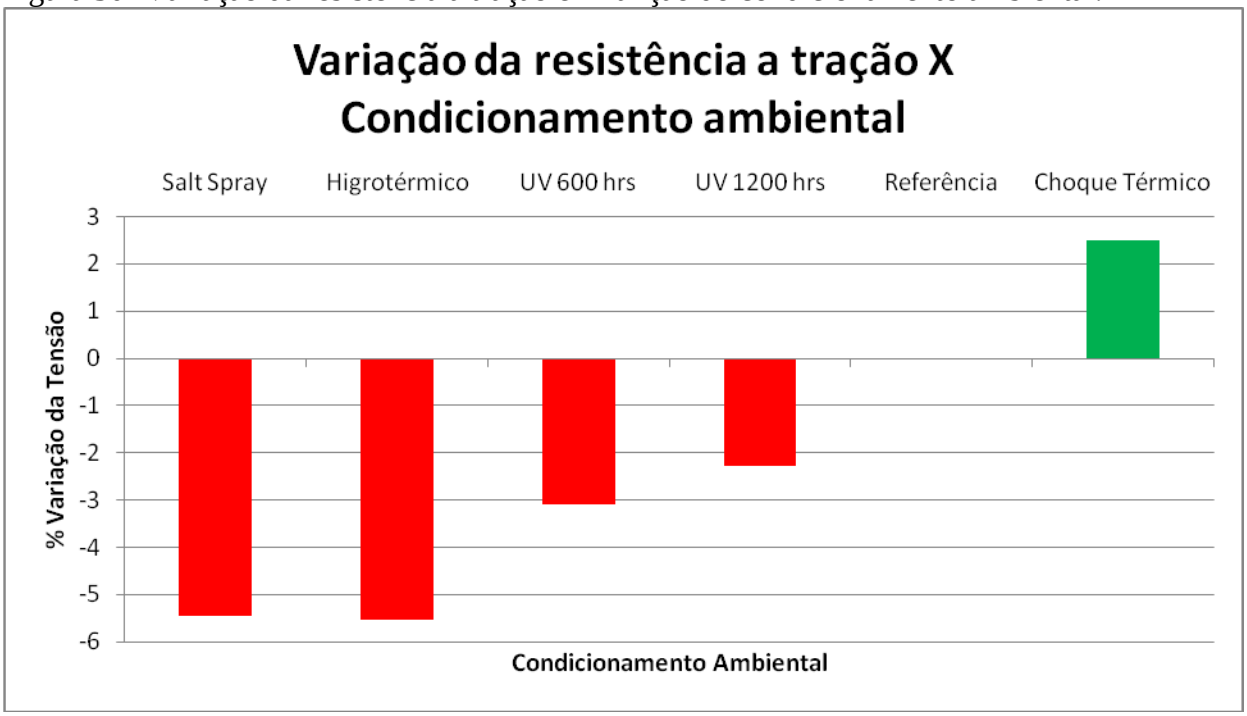


Fonte: Produção do próprio autor (2014)

O gráfico da Figura 28 mostra que a amostra condicionada por choque térmico não diminuiu sua resistência a tração, resultando em valor de resistência à tração de aproximadamente 380 MPa, enquanto que os condicionamentos UV 1200 horas, UV 600 horas, névoa salina e higrotérmico sofreram diminuição dessa propriedade mecânica, resultando em valores de aproximadamente 363 MPa, 359 MPa, 350 MPa e 350 MPa respectivamente.

Como realizado para a análise de ILSS um gráfico comparativo da variação propriedade mecânica em função do condicionamento ambiental foi feito e é apresentado na Figura 30.

Figura 30- Variação da resistência a tração em função do condicionamento ambiental.



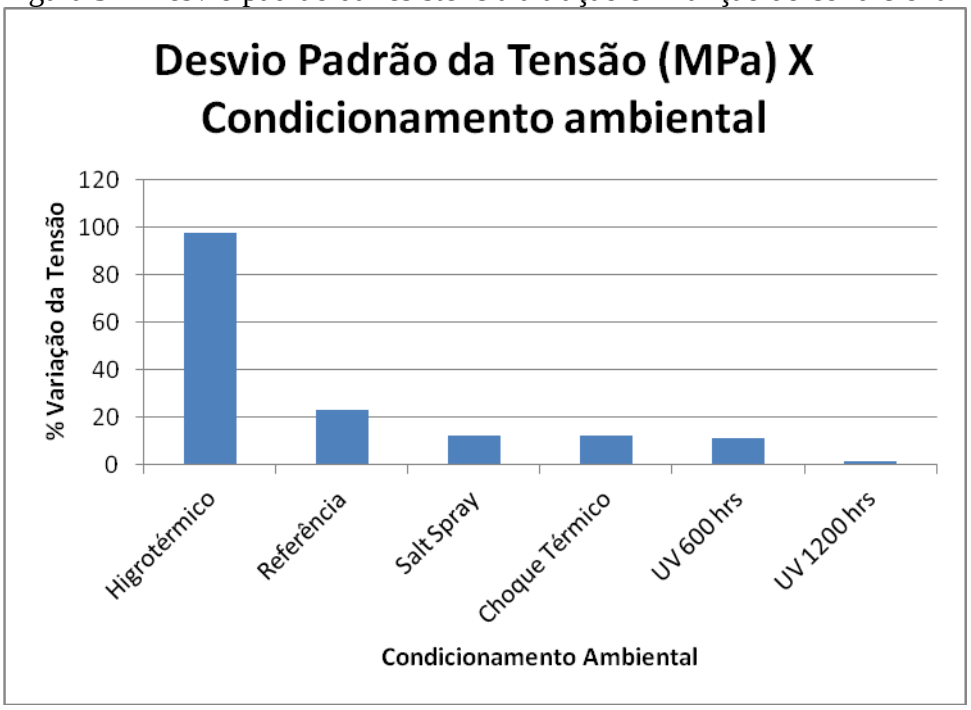
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

A partir do gráfico da Figura 30, observa-se que para os condicionamentos que provocaram a diminuição da resistência a tração, as amostras que sofreram condicionamento UV por 1200 horas variaram 2% apenas em relação aos valores de referência (sem condicionamento) e para os cdp's que sofreram condicionamento UV por 600 horas variaram 3%. Já para as amostras submetidas ao condicionamento por névoa salina e higrotérmico, essas variações foram maior, de aproximadamente 5,5% em relação ao valor de referência. Já para os cdp's submetidos ao condicionamento por choque térmico, não houve perda desta propriedade mecânica.

As amostras condicionadas por névoa salina e higrotérmico apresentaram maior perda de resistência à tração (%), entretanto, esta variação ainda é considerada pequena (levando-se à conclusão de que esta variação foi decorrente da absorção de água, pois esta assume a função de um agente tenacificante, modificando algumas das propriedades mecânicas do compósito e melhorando a transferência de tensões dentro e fora do plano do laminado), podendo esta também, para a névoa salina, ter ocorrido devido ao contato da amostra com o ambiente hipertônico que continha NaCl.

Também foi realizado um gráfico do desvio padrão da resistência a tração em função do condicionamento ambiental foi feito e é apresentado na Figura 31.

Figura 31- Desvio padrão da resistência a tração em função do condicionamento ambiental.

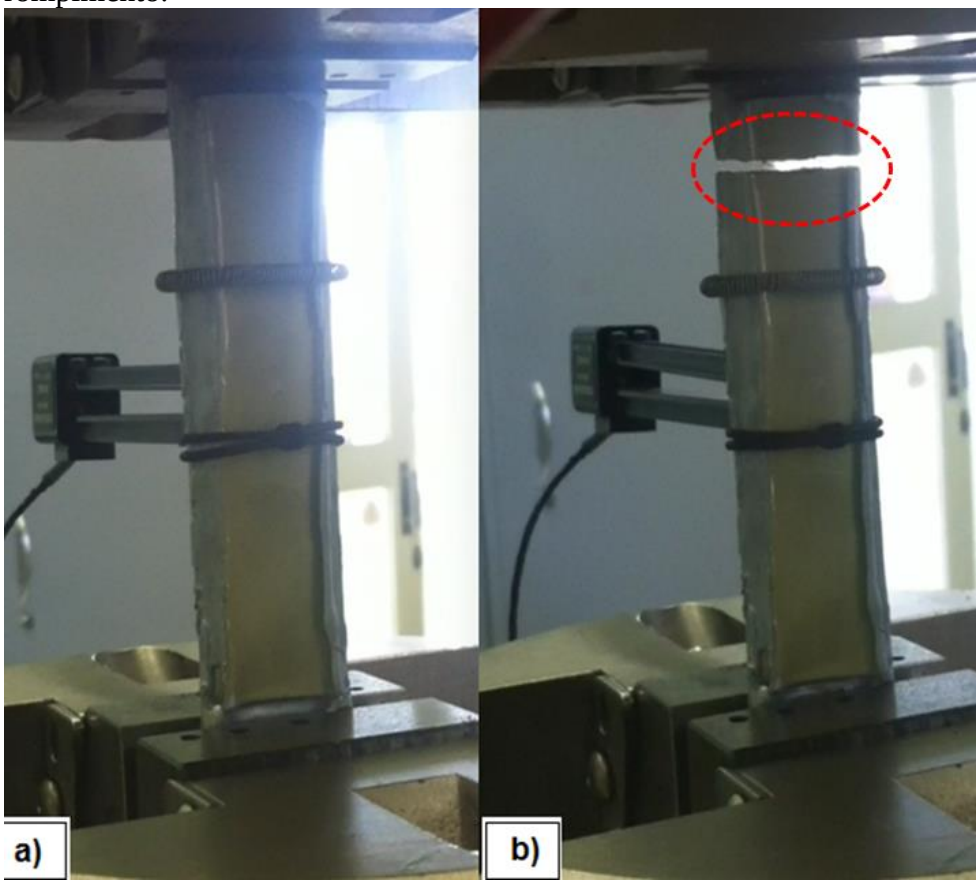


Fonte: Produção do próprio autor (2014)

O gráfico da Figura 31 mostra a confiabilidade dos dados (desvio padrão da tensão) , ou seja, se os resultados variaram significativamente para cada amostra, percebe-se que os valores para os cdps sem condicionamento, ou seja, de referência esse desvio foi de 23 MPa e, para os condicionamentos ambientais, os desvios foram menores (1,6 MPa para UV 1200 horas, 12 MPa para Salt Spay, 11 MPa para UV 600 horas, 12 MPa para choque térmico), ou seja, mostrando resultados confiáveis. O maior desvio foi para o condicionamento higrotérmico, que foi de 97 MPa porém, mesmo esse valor sendo o mais alto, ainda é considerado confiável e portanto, podendo considerar os resultados válidos.

O resultado no qual a resistência a tração foi maior que o valor de referência (condicionamento por choque térmico) pode ser explicado devido a alguns cdp’s terem a resina para a análise de polariscopia colada em um área grande de seu corpo. Essa resina pode ter influenciado na força máxima que o cdp suportou aumentando, consequentemente, a resistência à tração (Figura 32).

Figura 32- Ensaio de tração com um cdp com resina: a) durante o ensaio; b) após o rompimento.



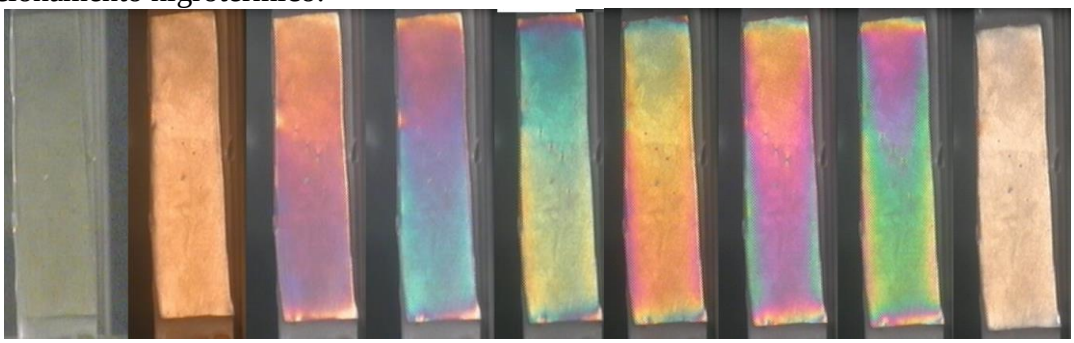
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

4.5 ANÁLISE QUALITATIVA POR POLARISCOPIA

A análise por polariscopia teve como objetivo observar o local de início das ordens de franja no cdp, ponto de maior concentração de tensão e verificar a distribuição das tensões durante a realização dos ensaios de tração.

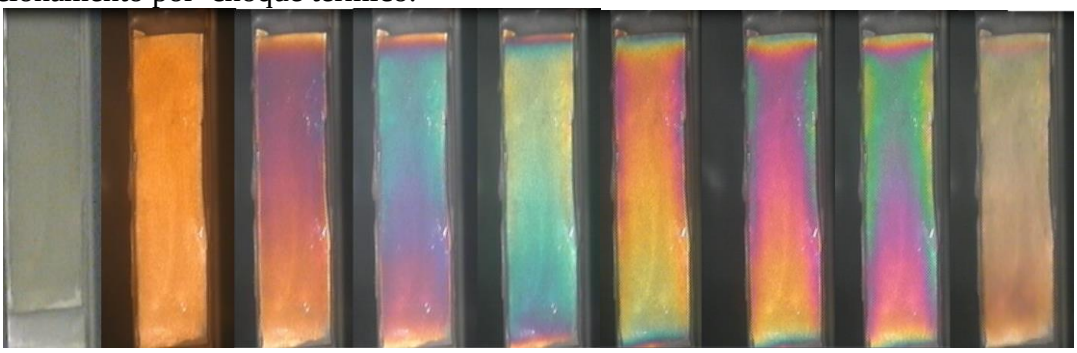
As Figuras 33, 34, 35 e 36 apresentam essas imagens, do mesmo cdp filmado para cada tipo de condicionamento (higrotérmico, choque térmico, sem condicionamento e UV 1200 horas). A polariscopia não foi realizada para o cdp condicionado por névoa salina, pois o ensaio de tração para este condicionamento foi realizado em outro equipamento, o qual não foi possível a aplicação desta análise.

Figura 33 - Imagens obtidas do vídeo de polariscopia dos cdp’s de tração submetidos ao condicionamento higrotérmico.



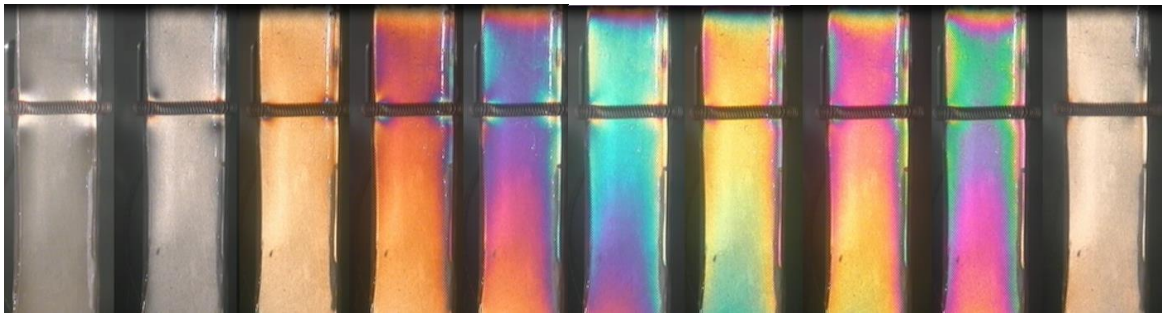
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 34 - Imagens obtidas do vídeo de polariscopia dos cdp’s de tração submetidos ao condicionamento por choque térmico.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 35 - Imagens obtidas do vídeo de polariscopia dos cdp’s de tração não submetidos a condicionamento ambiental.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 36 - Imagens obtidas do vídeo de polariscopia dos cdp’s de tração submetidos ao condicionamento por UV durante 1200 horas.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Como uma primeira análise, visualmente observa-se que as extremidades dos cdp's sempre apresentaram uma coloração acima, na faixa das colorações (franjas) que a coloração do restante do cdp, ou seja, as extremidades foram o local de início das ordens de franja na amostra. Portanto, conclui-se que as extremidades são as que sofrem maiores concentrações de tensões, devido ao fato destas estarem em contato direto com o equipamento que as traciona. Tal afirmação corrobora o fato da maior parte dos cdps terem rompido em suas extremidades durante o ensaio de tração.

Para se obter um melhor comparativo entre as cores de cada cdp, com cada tipo de condicionamento e suas respectivas tensões e tempos, a Tabela 12 foi construída.

Tabela 12- Tempos correspondentes das cores resultantes da polariscopia.

		Figura 33	Figura 34	Figura 35	Figura 36	
		Higrotérmico	**Choque Térmico**	**Não Condicionado**	**UV 1200h**	
	Cor				**Antes de romper**	**Depois de romper**
	Preto acinzentado	00:00	00:00	00:00	00:00	
	Amarelo	00:06	00:24	00:34	00:03	01:24
	Vermelho	00:42	00:33	00:43	00:18	01:17
Transição	Vermelho/Azul	00:49	00:40	00:48	00:23	01:16
	Azul esverdeado	00:55	00:46	00:54	00:30	01:13
	Amarelo	01:07	00:54	01:07	00:38	
	Vermelho	01:21	01:09	01:17	00:49	
Transição	Vermelho/Verde	01:34	01:18	01:31	00:57	
	Verde	01:48	01:27		01:05	
	Amarelo				01:12	
	Vermelho					
Transição	Vermelho/ Verde					
	Verde					
Rompimento	Preto acinzentado	01:50	01:30	01:36		

Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Analisando a Tabela 11 verificou-se que para o condicionamento higrotérmico a transição de vermelho para azul, demorou cerca de 49 segundos, da mesma forma que para o não condicionado, para a amostra condicionada por choque térmico essa transição ocorreu em, cerca de 40 segundos e para a amostra condicionada por UV 1200 ela ocorreu mais rápido ainda, com cerca de metade do tempo (23 segundos). De forma similar, quando os cdp's atingiram a transição de vermelho para verde, as amostras de condicionamento higrotérmico e não condicionada levaram o mesmo tempo (1 minuto e 30 segundos) enquanto que o choque térmico levou 10 segundos a menos, e o UV 1200 horas 30 segundos a menos.

Outra observação foi que tanto o condicionamento higrotérmico quanto o choque térmico chegaram na região da cor verde, enquanto que o não condicionado atingiu apenas a região de transição vermelho para verde. O cdp com UV 1200 horas superou os demais, atingindo a região amarela em um menor tempo. Isso significa que o condicionamento higrotérmico, o choque térmico e o UV 1200 horas atingiram elevados limites de resistência a tração, ou seja, não diminuíram esta propriedade quando comparado a um mesmo material que não sofreu condicionamento.

Para uma melhor visualização do vídeo realizado pelo polarioscópio, todos os ensaio de tração que foram realizados com os cdps com resina foram realizados sem extensômetro, para visualizar o campo de tensões por polariscopia sem interferência de um corpo estranho (extensômetro) preso ao cdp, com exceção de um ensaio que foi feito utilizando o extensômetro preso ao cdp que foi no cdp que não sofreu condicionamento (Figura 35). O resultado da filmagem mostrou que ao redor do extensômetro o cdp sofria maiores tensões, pois apresentou colorações (ordens de franja) que evidenciavam este fato. Isso ocorre pois o extensômetro fica preso na amostra e tensiona levemente o local no qual foi preso. Porém, observa-se que a tensão é leve o suficiente para não influenciar no rompimento do material, pois este se rompe na extremidade a qual o extensômetro não se encontra.

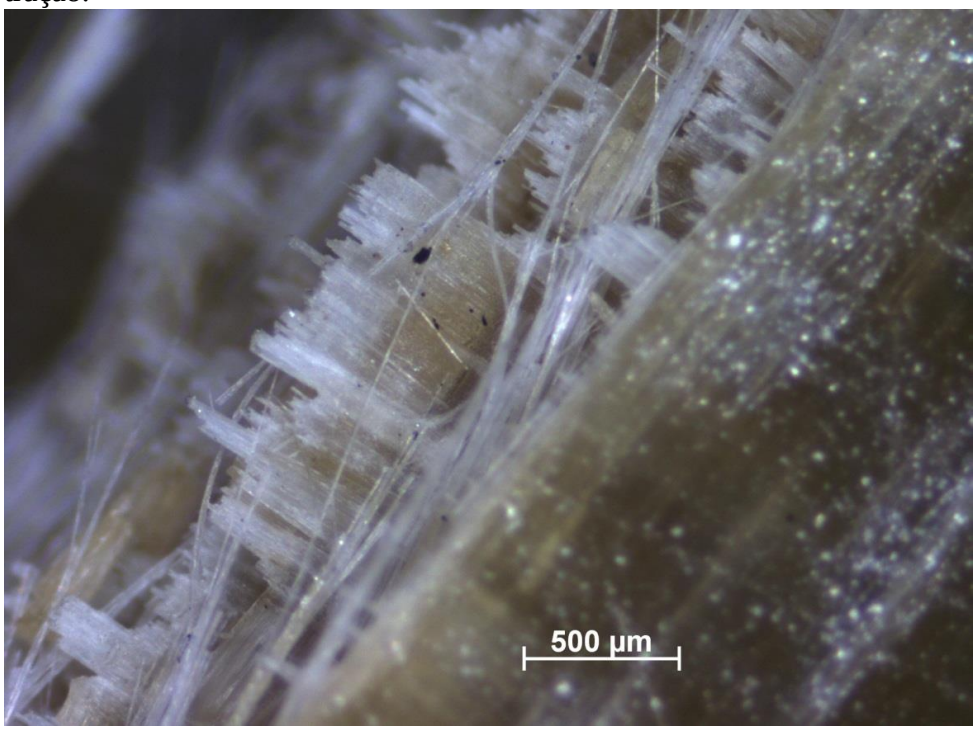
A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que com a verificação das ordens de franja e transições de cores, todos os condicionamentos chegaram à 1ª transição vermelho-verde e não alcançaram a próxima transição (2ª transição vermelho-verde), ou seja, comparando um condicionamento com o outro, todos obtiveram tensões próximas que variaram pouco.

4.6 ANÁLISE POR MICROSCOPIA

4.6.1 Cdp's de Tração

Essa análise foi realizada apenas para avaliar a fratura da matriz PEI e do reforço de fibra de vidro utilizados para formar o compósito em estudo (Figura 37).

Figura 37- Microscopia óptica do cdp de PEI/fibra de vidro após ser rompido por ensaio de tração.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

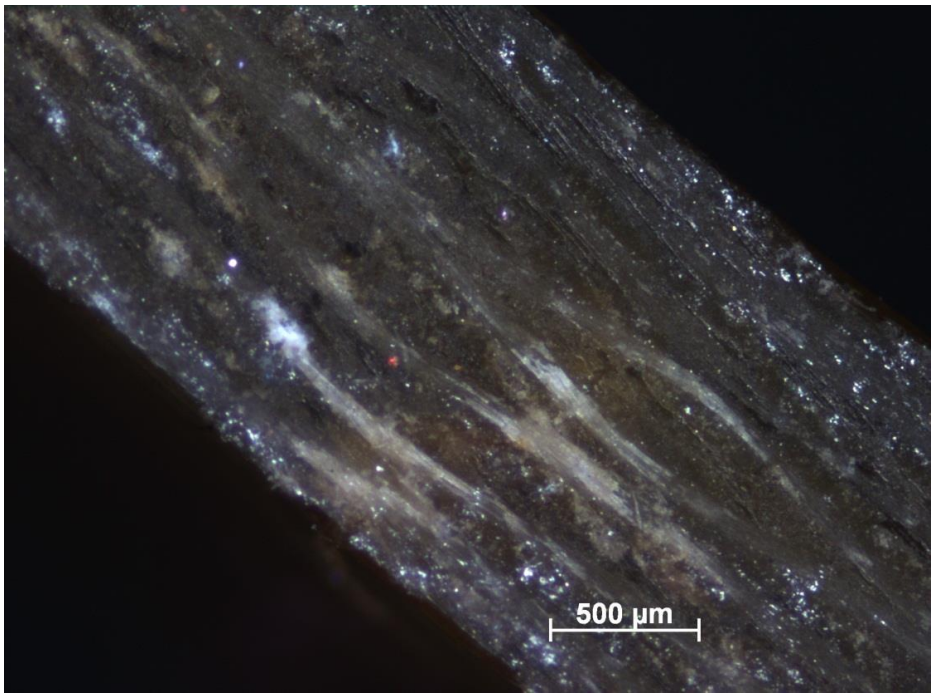
A partir da análise da Figura 37 pode-se verificar a fragilidade das fibras de vidro, que romperam sem se deformarem, indicando pouca ductilidade e comportamento frágil. Por outro lado, ao se analisar a matriz PEI verifica-se que esta sofreu uma grande deformação, sofrendo o chamado *"crazing"* no qual a matriz começa a se descolar, indicando ductilidade e portanto baixa fragilidade, como era esperado para uma matriz polimérica termoplástica.

4.6.2 Cdp's de Cisalhamento Interlaminar (ILSS)

Esta análise foi realizada para todas as amostras, após todos os condicionamentos ambientais realizados neste trabalho, com o intuito de avaliar se o ensaio de cisalhamento

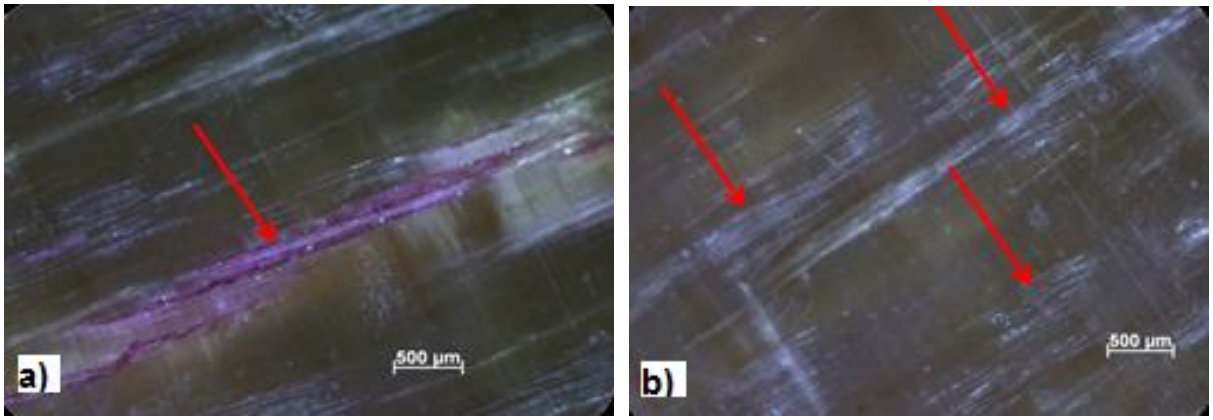
interlaminar foi válido, ou se ocorreram indícios de que o cdp tenha sofrido um esforço de flexão (Figuras 38 e 39).

Figura 38- Cdp sem condicionamento e sem fraturar (vista lateral).



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 39- Cdp sem condicionamento e sem fraturar (vista superficial): a) trinca principal; b) trincas secundárias ao longo do cdp e próximas da principal.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

O cdp que não foi submetido ao condicionamento ambiental e que não foi ensaiado até a ruptura apresentou uma trinca que se propagou da lateral esquerda até aproximadamente o centro do cdp.

Observando a Figura 39 (a), na qual a face superior do cdp foi avaliada, verificou-se a trinca principal (parte branca e avermelhada encontrada) (a cor vermelha ocorreu simplesmente pela cor da caneta utilizada para fazer marcações no cdp, não influenciando em qualquer propriedade do material). Na Figura 39 (b), a qual a imagem registra a parte do cdp próxima a trinca principal, verificou-se que esta possui inúmeros riscos brancos significando trincas menores, ou seja, apesar da tensão maior ter se concentrada na trinca principal, ao redor também existiram muitos pontos com tensões, evidenciando um possível estado de flexão e não cisalhamento puro. Porém, para o ensaio de ILSS foram utilizados 10 cdps e somente a minoria apresentou algum traço de possível flexão, portanto, para a maioria deles, pode se considerar que o esforço sofrido foi cisalhamento interlaminar puro.

Alguns cdp’s que sofreram condicionamento por radiação UV, foram ensaiados por ILSS apenas até a falha por cisalhamento, porém, alguns outros cdp’s foram ensaiados até a ruptura, para observação por microscopia, assim como apresentado na Figura 40.

Figura 40 - Cdps após serem submetidos ao condicionamento UV e fraturados por cisalhamento interlaminar. a) vista lateral da fratura; b) vista frontal da fratura.

(continua)

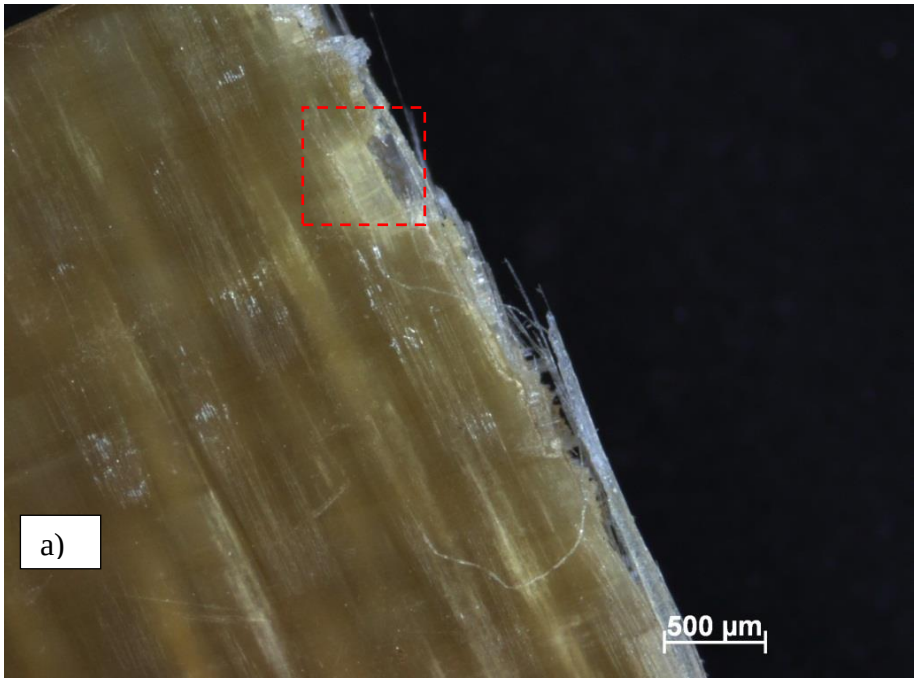
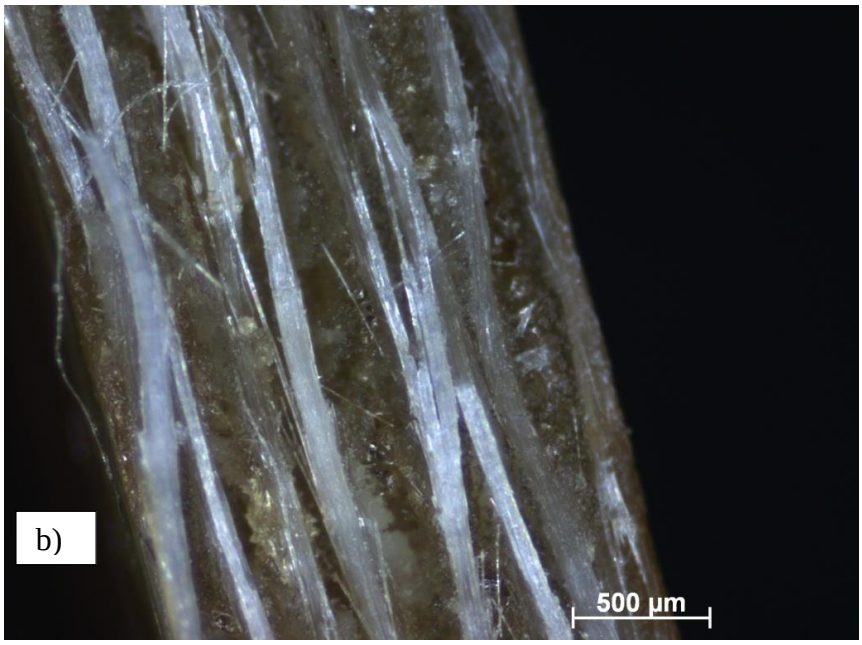


Figura 40 - Cdps após serem submetidos ao condicionamento UV e fraturados por cisalhamento interlaminar. a) vista lateral da fratura; b) vista frontal da fratura.

(conclusão)

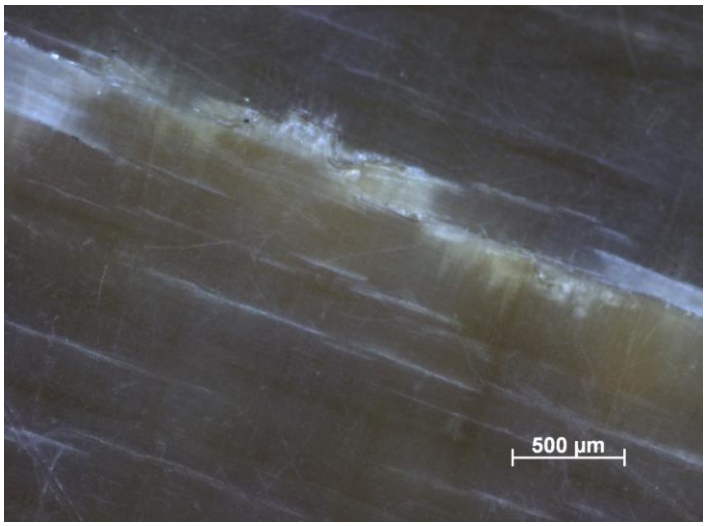


Fonte: Produção do próprio autor (2014)

A partir da análise da Figura 40, verificou-se que ao observar o cdp na lateral em relação à ruptura (Figura 40 a), grande parte da matriz apresentou comportamento de cisalhamento, pois rompeu na mesma posição no plano do laminado. Porém, foram observadas em alguns casos, pequenas variações dessa posição em alguns locais, como destacado na Figura 40 a. Estas variações podem indicar esforços por flexão.

A Figura 41 apresenta o cdp que sofreu condicionamento por choque térmico. As trincas ao redor da trinca principal evidenciam, novamente, que pode ter ocorrido esforço de flexão.

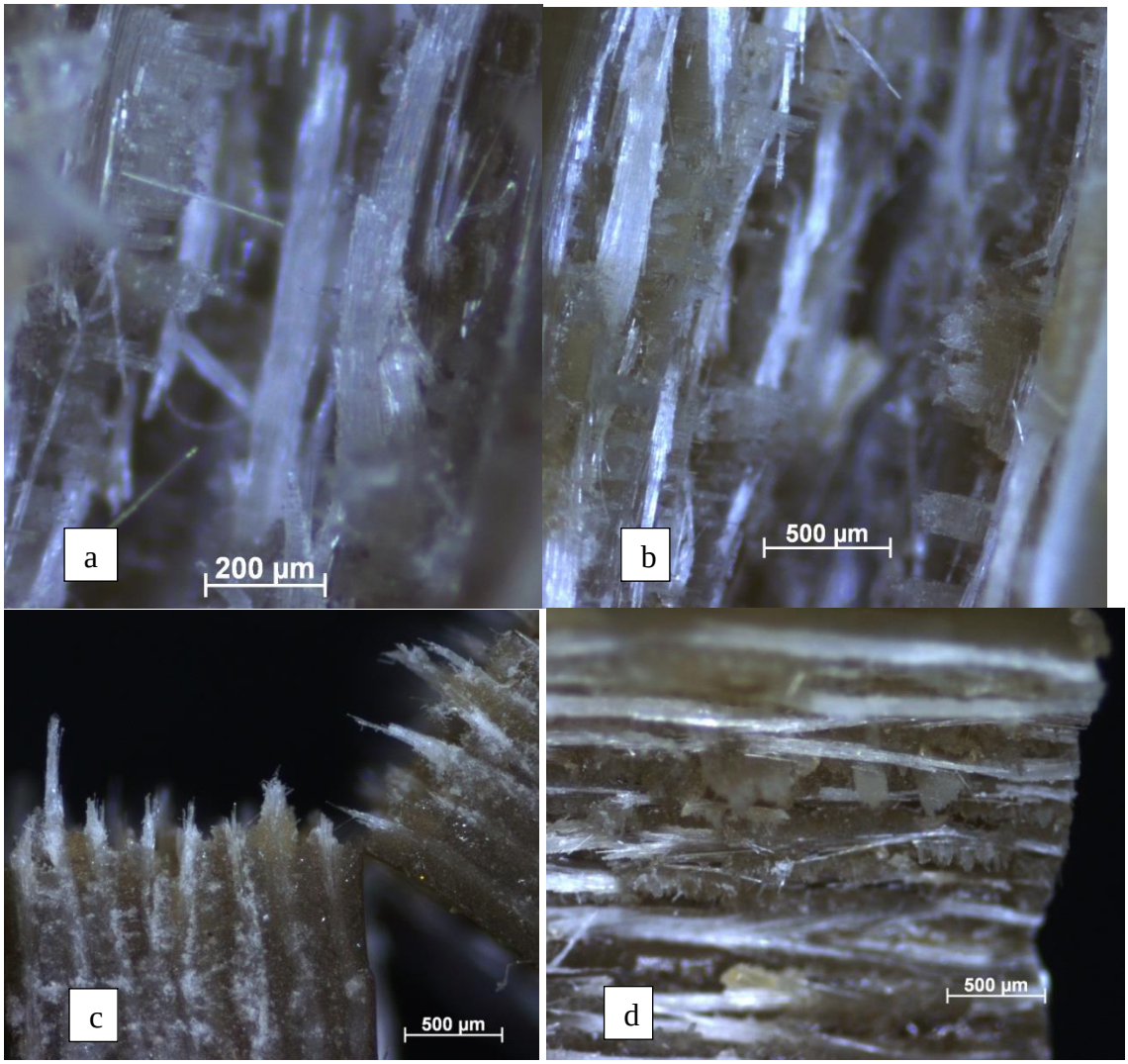
Figura 41- Cdp condicionado por choque térmico após ensaios de ILSS (vista lateral).



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Já a análise dos cdp's fraturados (Figura 42) mostra que algumas fibras de vidro ficaram em forma de flecha, sugerindo o esforço de flexão, porém, a matriz teve uma tendência a se romper em posições similares, contradizendo a ocorrência da flexão e sugerindo o cisalhamento.

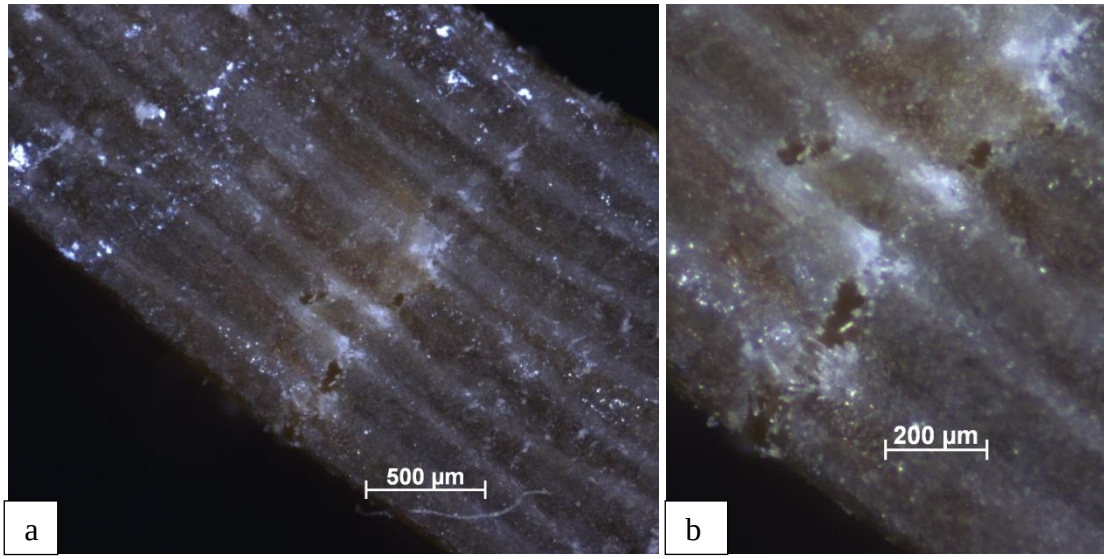
Figura 42 - Cdp após condicionamento choque térmico e fraturado por cisalhamento interlaminar: (a) vista diagonal à fratura com foco em algumas fibras de vidro; (b) vista diagonal à fratura com foco na matriz rompida; (c) vista superficial; (d) vista frontal à fratura com foco na posição das fibras de vidro.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Outros cdp's foram observados para o mesmo condicionamento, entretanto, em alguns casos verificou-se que a trinca para o cdp sem ruptura foi translaminar (Figura 43).

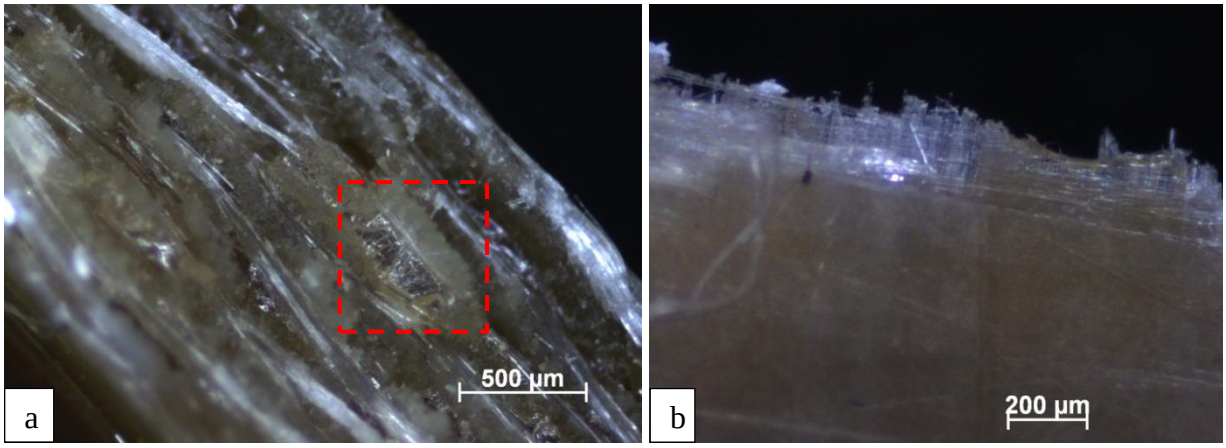
Figura 43 - Cdp condicionado por choque térmico após ensaio de ILSS (vista lateral): (a) menor ampliação; (b) maior ampliação com foco na trinca formada.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Para o cdp com ruptura (Figura 44 a) destacou-se a parte em que a matriz sofre o fenômeno chamado *"crazing",* evidenciando seu comportamento dúctil, sugerindo um esforço por flexão. Outro fator que evidencia o esforço por flexão é a posição desigual da matriz ao observar o cdp lateralmente em relação a sua fratura (Figura 45 b).

Figura 44 – Cdp após condicionamento por choque térmico submetido ao ensaio de ILSS. (a) vista frontal à trinca evidenciando o fenômeno "*crazing"* na matriz; (b) vista lateral.

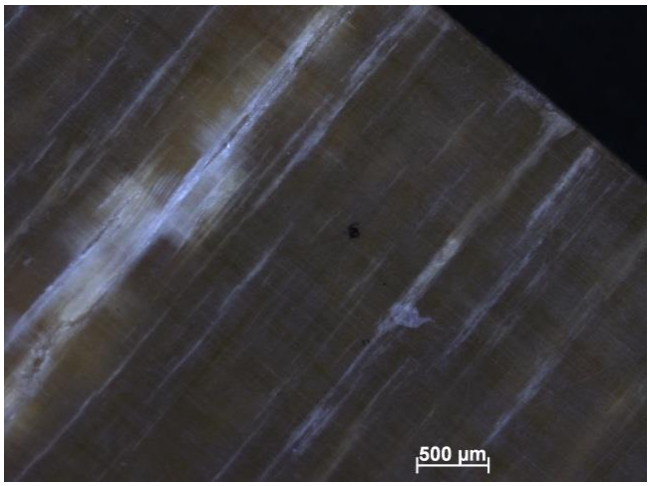


Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Para os condicionamentos higrotérmico e por salt spray (névoa salina) observaram-se as mesmas características que os de choque térmico (trincas secundárias, trinca translaminar e

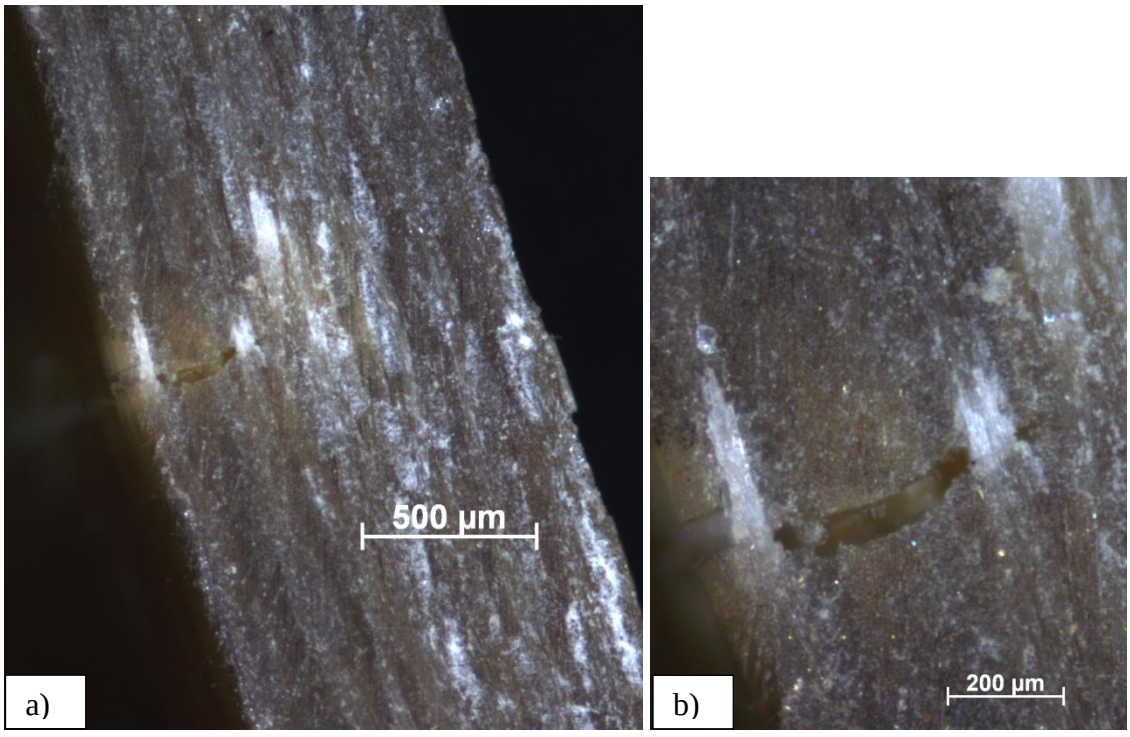
fenômeno de *crazing*) tanto para os cdp's fraturados quanto para os que não romperam (Figuras 45, 46 e 47).

Figura 45 – Cdp 1 após condicionamento higrotérmico submetido ao ensaio de ILSS, sem fraturar (vista lateral).



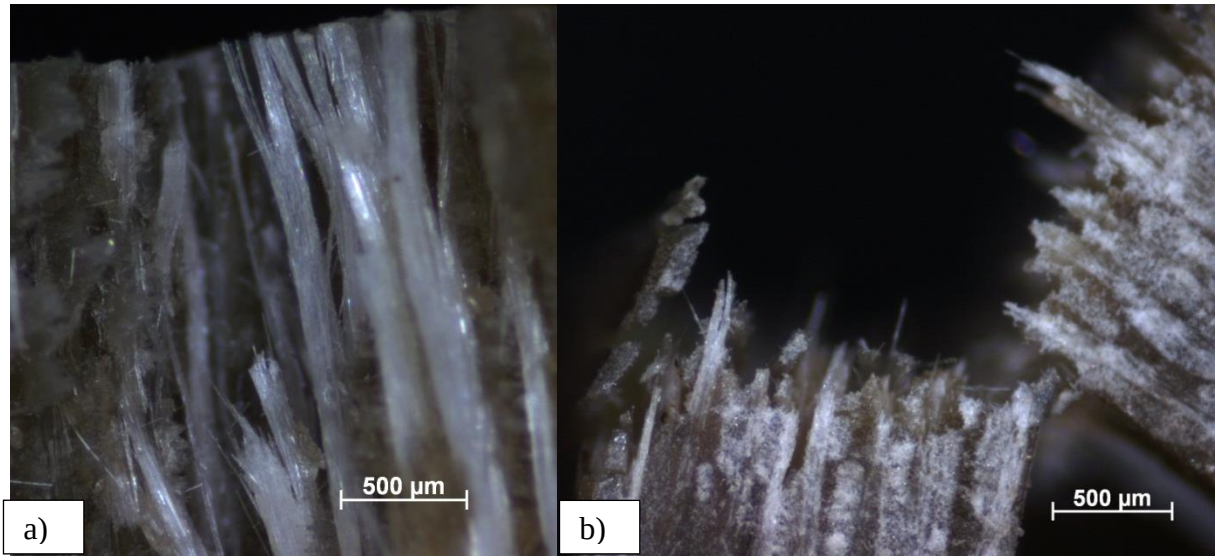
Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 46 – Cdp 2 após condicionamento higrotérmico submetido ao ensaio de ILSS, sem fraturar (vista lateral): (a) menor ampliação; (b) maior ampliação com foco na trinca formada.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

Figura 47 - Cdp após condicionamento higrotérmico ensaiado por ILSS, fraturado (a) vista diagonal à fratura com foco em algumas fibras de vidro; (b) vista superficial.



Fonte: Produção do próprio autor (2014)

De forma geral, após analisar todas as microscopias referentes a cada condicionamento ambiental, conclui-se que em todos os casos a fratura foi translaminar para os cdp's que não romperam e que alguns apresentaram evidências de esforço de flexão, ou em forma de trincas na direção principal e ao longo do cdp. Porém, por outro lado, a maior parte deles apresentou características de cisalhamento como tendência de rompimento da matriz na mesma posição. Dessa forma, pode-se concluir que o ensaio de cisalhamento interlaminar foi válido, e que os dados de resistência ao cisalhamento podem ser considerados.

5 CONCLUSÃO

Com a realização deste trabalho, alguns resultados foram obtidos tendo sido alcançadas conclusões significativas, dentre as quais destacam-se as análises das imagens de ultrassom das placas de PEI/fibra de vidro, fornecidas pela empresa Ten Cate Advanced Composites, mostraram homogeneidade do material, pois mesmo tendo apresentado defeitos, estes foram relativamente pequenos em comparação a magnitude do material e, portanto, podem ser considerados desprezíveis.

Além disso, com a análise desses dados verificou-se que a concentração de umidade nos cdp's de tração e de ILSS do compósito PEI/fibra de vidro submetido ao condicionamento higrotérmico aumentou linearmente com o tempo até a segunda semana de exposição, aproximadamente. Nesta etapa, as amostras absorveram água rapidamente, absorvendo com intensidade até aproximadamente a terceira semana (em tração absorveram aproximadamente 0,5% de água e em ILSS de 0,18 à 0,40%). Dessa terceira semana em diante a maior parte dos cdp's começaram a absorver uma menor quantidade de água alcançando o estado de pseudo-equilíbrio, evidenciando o comportamento Fickiano.

Outro resultado obtido foi que até a quarta e a quinta semana os cdp's apresentaram um ganho de massa de aproximadamente 0,6% para tração e de 0,2% a 0,4% para ILSS, porém depois dessas semanas ocorreu o início da estabilização da absorção, nas quais alguns cdp's perderam água.

A diferença entre os cdp's em relação à absorção de umidade encontra-se relacionada com as diferentes características apresentadas por alguma heterogeneidade da conformação à quente ao longo do material, ou de tratamentos superficiais, ou defeitos pontuais que o material possa ter (armazenamento de água nos vazios e outras formas de microdefeitos).

Com as análises por FT-IR, ambos os resultados obtidos das radiações UV, tanto para 600 horas quanto para 1200 horas, mostraram que não existiram alterações relevantes na estrutura química dos cdp's, concluindo que o compósito de PEI reforçado com fibras de vidro não perde sua integridade estrutural quando submetido a radiações UV ao longo destas horas estudadas.

Analisando os cdp's que sofreram ILSS, os condicionamentos higrotérmico e choque térmico perderam a propriedade mecânica da resistência ao cisalhamento Interlaminar, variando 3% apenas em relação aos valores de referência (sem condicionamento). Já para as amostras submetidas à radiação UV por 600 horas essa variação foi maior, chegando a 13%. Finalmente, o condicionamento que mais perdeu esta propriedade mecânica foi o salt spray

(névoa salina), com uma relevante variação de 31% em relação ao valor de referência. Nesses casos, os valores para o condicionamento higrotérmico e os valores de referência são os que mais variaram em relação ao padrão, portanto são resultados pouco confiáveis, enquanto que os valores para os outros condicionamentos foram confiáveis (baixo desvio padrão) Analisando os cdp's que sofreram ILSS, os condicionamentos higrotérmico e choque térmico perderam a propriedade mecânica da resistência ao cisalhamento Interlaminar, variando 3% apenas em relação aos valores de referência (sem condicionamento). Já para as amostras submetidas à radiação UV por 600 horas essa variação foi maior, chegando a 13%. Finalmente, o condicionamento que mais perdeu esta propriedade mecânica foi o salt spray (névoa salina), com uma relevante variação de 31% em relação ao valor de referência justificada pela absorção de água (degradando a interface do material), e também pelo contato com o ambiente hipertônico que continha NaCl. Como a amostra tem uma espessura muito fina, e a área de contato é muito pequena, qualquer corrosão superficial que tenha ocorrido influencia significativamente na perda de propriedades. Além disso, a alteração da propriedade mecânica também pode ocorrer devido a estrutura da amostra, pois quando esta tem algum vazio, microtrinca ou um pequeno defeito superficial os íons do sal podem se concentrar nesses espaços.

Analisando os cdp's que sofreram tração, a variação da propriedade mecânica da resistência a tração das amostras que sofreram condicionamento UV por 1200 horas e por 600 horas variou de 2 a 3%. Já para as amostras submetidas ao condicionamento por salt spray e higrotérmico essa variação foi maior, com aproximadamente 5,5% em relação ao valor de referência, porém todos os resultados podem ser considerados confiáveis. Já para os cdp's submetidos ao condicionamento por choque térmico não se pode considerar perda desta propriedade mecânica.

Como uma primeira análise, visualmente percebeu-se que as extremidades dos cdp's sempre tiveram uma coloração acima (na faixa das colorações, ou franjas) que a coloração do restante dele, ou seja, as extremidades foram os locais de início das ordens de franja na amostra, portanto são as que sofrem maiores concentrações de tensões, devido ao fato de estarem em contato direto com o equipamento que as traciona. Para validar essa afirmação, o rompimento da maior parte dos cdp's foi em suas extremidades.

Além disso, pode-se concluir que com a verificação das ordens de franja e transições de cores, todos os condicionamentos chegaram à 1ª transição vermelho-verde e não alcançaram a próxima transição (2ª transição vermelho-verde), ou seja, comparando um condicionamento com o outro, todos obtiveram tensões próximas que variaram pouco.

A análise mostrou a fragilidade das fibras de vidro, que romperam sem se deformarem, de forma drástica, indicando pouca ductilidade e comportamento frágil.

Por outro lado, ao se analisar a matriz PEI, verifica-se que esta sofreu uma grande deformação, sofrendo o chamado *"crazing"* no qual a matriz começa a se descolar, indicando ductilidade, assim como era de se esperar por ser uma matriz polimérica termoplástica.

Próximo a trinca principal, verificou-se que o cdp possuiu inúmeras trincas menores, ou seja, apesar da maior tensão ter se concentrado na trinca principal, ao redor também existiram muitos pontos com tensões, evidenciando um possível estado de flexão e não cisalhamento puro.

Ao observar o cdp na lateral em relação à ruptura, verificou-se que grande parte da matriz teve comportamento de cisalhamento, pois rompeu, no geral, na mesma posição. Porém, existiram pequenas variações dessa posição em alguns locais, podendo indicar flexão.

Para os cdp's que sofreram condicionamento por choque térmico, alguns foram ensaiados com cisalhamento até a fratura e outros não. Da mesma forma, existiram trincas ao redor da trinca principal, evidenciando novamente que pode ter sofrido esforço de flexão.

Já a análise dos cdp's fraturados mostra que algumas fibras de vidro ficaram em forma de flecha, sugerindo o esforço de flexão, porém a matriz teve uma tendência de romper em posições similares, contradizendo a ocorrência da flexão e sugerindo o cisalhamento.

Já para (cdp com ruptura) destacou-se a parte em que a matriz sofre o fenômeno chamado *"crazing",* evidenciando seu comportamento dúctil, sugerindo um esforço por flexão. Outro fator que evidencia o esforço por flexão é a posição desigual da matriz ao observar o cdp lateralmente em relação a sua fratura.

Para os condicionamentos higrotérmico e por salt spray (névoa salina) observaram-se as mesmas características que os cdp's dos condicionamentos anteriores, tanto para os cdp's fraturados quanto para os que não romperam.

Em suma, ao analisar todas as microscopias referentes a cada condicionamento ambiental, conclui-se que em todos os casos a fratura foi translaminar para os cdp's que não romperam e que todos apresentaram evidências de esforço de flexão, ou em forma de trincas ao redor da principal e ao longo do cdp, ou como flecha das fibras e posição desigual na ruptura da matriz, porém, por outro lado, todos apresentaram também características de cisalhamento como tendência de posição na ruptura da matriz, algumas partes com fibras que não sofreram flecha, entre outros. Dessa forma, pode-se concluir que o ensaio de cisalhamento interlaminar foi válido e que os dados de resistência ao cisalhamento podem ser considerados.

REFERÊNCIAS

AGMONT, G.; TOULOUSE, D.; ZWERDLING, R. Airbus consagra o compósito. **Aero Magazine**, jun. 2012. Disponível em: <http://www.aeromagazine.com.br>. Acesso em: 04 maio 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standards worldwide**. West Conshohocken, 2011. Disponível em: <http://www.astm.org>. Acesso em: 04 abr. 2011.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C1525-03**: standard test method for determination of thermal shock resistance for advanced ceramics by water quenching. West Conshohocken, 2003.

APPEZZATO, F.; SONSIN, G.; LOBATO, G.; BARTELEGA, G. **Relatório de processamento de compósitos**: ensaio de tração em compósitos: fibra de vidro/ resina epóxi e fibra de carbono/ resina epóxi – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, [entre 2006 a 2010].

BARROS, A. F.; RUVOLO FILHO, A. C. **Preparação, caracterização físico-química e avaliação do comportamento térmico e mecânico de blendas de poli (tereftalato de etileno) (PET) e poli(éterimida) (PEI), PET/PEI**. 2004. Tese (Doutorado em Ciências - Concentração Físico-Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2004.

BEIM, K. F. **Estudo comparativo das tensões cisalhantes na interface entre camadas de um compósito polimérico de fibra de carbono pelos métodos numérico e experimental.** 2008. 83 f. Dissertação (Mestrado em Ciências - Tecnologia Nuclear – Materiais) – Instituto de Pesquisas Enérgicas e Nucleares, Autarquia Associada a Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

BERNARDES, S. R.; ARAÚJO, C.A.; NEVES, F.D. Análise do campo de tensões em implantes dentários do tipo hexágono interno, hexágono externo e cone Morse usando a técnica fotoelástica. In: SIMPÓSIO DO PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA, 13., 2003, Uberlândia. **Anais...** Uberlândia: POSMEC, 2003. p. 01-10.

BIASIBETTI, G. R. dos S. **Estudo frente ao choque térmico de refratários cerâmicos de baixa porosidade.** 2011. 55 f. Trabalho de conclusão (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

BORGES, M. F. **Desenvolvimento de nova geometria de rebite para uso em estruturas híbridas compósito:** metal obtidas através do processo de rebitagem por fricção. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

BOTELHO, E.C. **Compósitos aeronáuticos processados a partir de fibras de carbono impregnadas com poliamida 6/6 via processo de polimerização interfacial.** 2002. Tese (Doutorado em Ciência no Curso de Engenharia Aeronáutica e Mecânica - Física e Química de Materiais Aeroespaciais) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São Jose dos Campos, 2002.

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C. Caracterização mecânica de compósitos de poliamida/fibra de carbono via ensaios de cisalhamento interlaminar e de mecânica da fratura. **Polímeros:** Ciência e Tecnologia, São Paulo, v. 12, n. 3, p. 153-163, 2002.

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C.; PARDINI, L.C. Hygrothermal effects evaluation using the iosipescu shear test for glare laminates. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Science and Engineering,** Rio de Janeiro, v. 30, p. 21-29, 2008.

BURAKOWSKI, L. **Estudo da interface de compósitos termoplásticos estruturais processados a partir de fibras de carbono com superfícies modificadas.** 2001. 189 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 2001.

CALLISTER, W.D. **Ciência e engenharia de materiais:** uma introdução. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007.

CÂNDIDO, G.M.; ALMEIDA, S.F.M.; REZENDE, M.C. Hygrothermal effects on the tensile strength of carbon epoxy laminates with molded edges. **Materials Research**, São Carlos, v. 3, n. 2, p. 11-17, 2000.

COMPOSITESWORLD. **Thermoplastic composites:** primary structue. Disponível em: <http://www.compositesworld.com/articles/thermoplastic-composites-primary-structure>. Acesso em: 05 abr. 2014.

CORREA, C. A.; FONSECA, C. N. P.; NEVES, S.; RAZZINO, C. A.; HAGE JUNIOR, E. Wood-plastic composites/ compósitos termoplásticos com madeira. **Polímeros**, São Carlos, v. 13, n. 3, 2003.

COSTA, G. G.; BOTELHO, E. C. **Avaliação da influência dos ciclos térmicos nas propriedades dos compósitos termoplásticos de PPS e PEI com fibras de carbono e vidro conformados por prensagem a quente**. Tese (Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos , 2006.

COSTA, M. L.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Resistência ao cisalhamento interlaminar de compósitos com resina epóxi com diferentes arranjos das fibras na presença de vazios. **Polímeros:** Ciência e Tecnologia**,** São Paulo, v. 2, n. 4, 2001.

CUNHA, J. A. P.; COSTA, M. L.; REZENDE, M. C. Influence of different hygrothermal conditions on the tensile strength of carbon/epoxy 8552 composites. **Polímeros**, São Carlos, v. 16, n. 3, 2006.

ALERIGI JÚNIOR, A. Embraer inicia construção da unidade de compósitos em Portugal. **Exame**, nov. 2010. Disponível em: < http://www.embraer.com>. Acesso em 05 abr. 2011.

FAKHOURI, S F. **Distribuição de tensões de parafusos do sistema de fixação vertebral submetidos a arrancamento utilizando fotoelasticidade de transmissão plana.** 2008. 157 f. Dissertação (Mestrado em Reabilitação do Aparelho Locomotor- Biomecânica, Medicina e Reabilitação do Aparelho Locomotor) – Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto, Ribeirão Preto, 2008.

FARIA M, C. M. **Avaliação do efeito higrotérmico nas propriedades mecânicas de compósitos de PPS/fibras contínuas.** 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

FRENCH, A. A.; BOWLES C. Q.; PARHAM, P. L.; EICK, J. D.; KILLOY, W. J.; COBB, C. M. Comparison of Peri-implant stress transmitted by four commercially available osseointegrated implants. **The International Journal of Periodontics Restorative Dentistry**, Orlando/ USA, v. 9, p. 221-230, 1989.

GARCIA, A.; SANTOS, C. A.; SPIM, J. A. **Ensaios dos materiais.** Rio de Janeiro: Livros técnicos e Científicos S.A., 2000.

GOUVEIA, J. C. P. **Análise da influência das condições ambientais nos laboratórios de ensino dos cursos do centro de tecnologia da universidade estadual de Maringá.** 2009. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Produção) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2009.

BARROS, A. F.; RUVOLO FILHO, A. C. **Preparação, caracterização físico-química e avaliação do comportamento térmico e mecânico de blendas de poli (tereftalato de etileno) (PET) e poli(éterimida) (PEI), PET/PEI**. 2004. Tese (Doutorado em Ciências - Concentração Físico-Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2004.

HAACK, M S. **Análise de materiais por espectroscopia no infravermelho dentro do sistema de gestão de qualidade conforme ABNT NBR ISSO/IEC 17025**. 2010. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

HANSMANN, H. **Thermoplastic resins:** compendium composites. Alemanha: ASM International Handbook, 2003.

KINGERY, W. D. **Introduction to ceramics.** New York: John Wiley & Sons, 1976.

KONATU, R. T. **Análise da rota de processamento liga Ti-30TA visando aplicação biomédica.** 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Caracterização de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2014.

LEITÃO, E. S. **Caracterização mecânica dos compósitos poliméricos bobinados em diversas orientações do reforço.** 2007. Dissertação (Mestrado em Ciências - Tecnologia Nuclear - Materiais) – Instituto de Pesquisas Enérgicas e Nucleares, Autarquia Associada a Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

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:** Ciência e Tecnologia, São Carlos, v. 20, n. 4, p. 309-314, 2010.

MAYER, S.; CÂNDIDO G. M.; REZENDE M. C. Influência do condicionamento ambiental na resistência à tração de compósitos de carbono/epóxi reparados. **Polímeros**: Ciência e Tecnologia, São Carlos, v. 13, n. 3, p. 147-153, 2003.

MAZUR, R. L. **Obtenção e caracterização de compósitos de fibras de carbono/PEKK com aplicações aeronáuticas**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

MELLO, P. C. **Análise fotoelástica das tensões desenvolvidas nas diferentes estruturas de suporte e protéticas em próteses parciais removíveis de extremidades livres com encaixes**. Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2011.

MIRANDA, L. R. Qual o efeito da maresia sobre os materiais usados na construção de casas próximas à costa? **Revista Ciência Hoje**, Rio de Janeiro, ed 171, 15 maio 2001.

MORA, N. D. Propriedades Térmicas De Materiais. In:___. **Apostila de materiais elétricos**. Centro de Engenharias e Ciências Exatas do Campus de Foz do Iguaçu, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Foz do Iguaçu, 2010.

NOGUEIRA, C. L.; MARLET, J. M. F.; REZENDE, M. C. Processo de obtenção de pré-impregnados poliméricos termoplásticos via moldagem por compressão a quente. **Polímeros**: Ciência e Tecnologia, São Carlos, v. 9, n. 3, p. 18-27, jul. a set. 1999.

OLIVEIRA, G. H.; BOTELHO, E. C. Avaliação da resistência à fadiga do compósito de fibras de carbono/PEI com aplicações na indústria aeroespacial. In: CECEMM (Congresso dos Estudantes de Ciência e Engenharia de Materiais do Mercosul), 9., 2007, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis, 2007.

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, São Carlos, v. 19, n. 4, p. 305-312, 2009.

OLIVEIRA, J. M. B. **Analise fotoelástica de tensões transmitidas a implantes curtos.** Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2011.

PAIVA, J.M.F; SANTOS, A.D.N.; REZENDE, M.C. Mechanical and morphological characterizations of carbon fiber fabric reinforced epoxy composites used in aeronautical field. **Materials Research**, São Carlos, v. 12, n. 3, p. 367-374, 2009.

PARDINI, L. C.; L. NETO, F. **Compósitos estruturais:** ciência e tecnologia. São Paulo: Edgard Blucher, 2006.

PARDINI, L.C.; PERES, R.J.C. Tecnologia de fabricação de pré-impregnados para compósitos estruturais utilizados na indústria aeronáutica. **Polímeros:** Ciência e Tecnologia, São Carlos, p. 32-42, 1996.

RENDTORFF N.; AGLIETTI E. Mechanical and thermal shock behavior of refractory materials for glass feeders. **Materials Science and Engineering A 527,** Argentina, 2010.

REZENDE, M. C.; BOTELHO, E. C. O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros**, São Carlos, v.10, n. 2, abr./jun. 2000.

REZENDE, M. C. Fractografia de compósitos estruturais. **Polímeros,** São Carlos, v.17, n.3, jul./ set. 2007.

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

SALLEH, W. N. W.; ISMAIL A. F.; MATSUURA T.; ABDULLAH M. S. Precursor selection and process conditions in the preparation of carbon membrane for gas separation: a review. **Separation & Purification Reviews**, v. 40, n. 4, p. 261–311, 2011.

SAVAGE, G. **Carbon-carbon composites.** [S.l.]: Chapman & Hall, 1993.

SILVA, F.; BARBOSA, J. S.; GARCIA, G.; FAEZ R.; ALBERS A. P. F. Avaliação dos parâmetros de processamento nas propriedades de compósitos termoplásticos. In: ENCONTRO LATINO AMERICANO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 10.; ENCONTRO LATINO AMERICANO DE PÓS-GRADUAÇÃO, 6., São José dos Campos, 2006. **Anais eletrônicos...** São José dos Campos: Universidade do Vale do Paraíba, 2006. Disponível em: <http://www.inicepg.univap.br/cd/INIC_2006/inic/inic/07/INIC0000135ok.pdf>. Acesso em: 10 jul. 2013.

SILVA, B. L.; FERREIRA J. L. A. Análise de incerteza para calibração fotoelástica. In: CONGRESSO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA, 14., 2007, Uberlândia. **Anais...** Uberlândia: CREEM/FEMEC/UFU, 2007.

SIQUEIRA, E. J.; BOTELHO, E. C.; SILVA, F. A. **Estudo dos critérios de falhas em compósitos PPS/fibras de carbono utilizando elementos finitos**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2009.

SMITH, N. P.; DIAS H. A. Alívio de tensões em placas com furos circulares, submetidas à tração. parte 1: técnica experimental fotoelástica. In: CONGRESSO IBEROAMERICANO DE ENGENHARIA MECÂNICA, 8., 2007, Belo Horizonte. **Anais...** Belo Horizonte: CIBIM8, 2007.

SOUZA, G. A. A.; ARAÚJO, C. A. Automatizated processing for photoelastic parameters. In: INTERNATIONAL CONGRESSO F MECHANICAL ENGENEERING, 18., 2005, Ouro Preto. **Anais...** Ouro Preto, 2005.

STUART, B. **Infrared spectroscopy:** fundamentals and applications. Nova Jersey/ EUA: John Wiley & Sons Ltd., 2004.

THOMAS, C. A. K. **Desenvolvimento de um sistema de medição de deformações em máquinas agrícolas.** 2003. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

TRAVASSOS, A.; SILVA, A. B.; PIGOZZO, J. V. L.; MÔNICA, N. Modelagem biocad de prótese dentária implanto-muco-suportada em mandíbula. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DO CTI, 22., 2010, Campinas. **Anais...** Campinas, 2010.

TREVIZAN, T. F.; SILVA F. L. Ensaio de névoa salina (salt spray): um estudo teórico sobre a corrosão dos materiais metálicos e revestimentos. In: MOSTRA DE PESQUISA, ENSINO E EXTENSÃO, 14., 2013, Porto Alegre. **Anais...** Porto Alegre, 2013.

WIEBECK, H; HARADA, J. **Plásticos de engenharia:** tecnologia e Aplicação**.** São Paulo: Artiliber, 2005.

YAMAKI, S. B.; PEDROSO A. G.; ATVARS, T. D. Z**. O estado vítreo dentro da perspectiva do curso de graduação em química (físicoquímica).** 2011. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.