

UNESP
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá

EST. DA INTERF. FIBRA/RESINA EM
MAT. COMP. SOB A AÇÃO DE
CARGAS ESTÁT.

Guaratinguetá
1996



***"Estudo da Interface
Fibra/Resina em Materiais
Compositos Sob a Ação de
Cargas Estáticas"***

KÁTIA CELINA DA SILVA RICHETTO



"ESTUDO DA INTERFACE FIBRA/RESINA EM MATERIAIS COMPOSITOS SOB A
AÇÃO DE CARGAS ESTÁTICAS"

KÁTIA CELINA DA SILVA RICHETTO

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

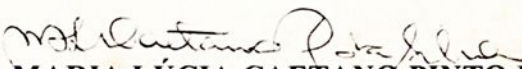
ESPECIALIDADE: MECÂNICA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROJETOS E MATERIAIS

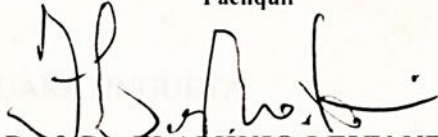
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. Araildo Lima da Silva
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. HERMAN-JACOBUS CORNELIS VOORWALD
Orientador / Unesp-Feg


Prof.ª. Dr.ª. MARIA LÚCIA CAETANO PINTO DA SILVA
Faenquil


Prof. Dr. FLAMÍNIO LEVY NETO
CTA/ITA



310
000310

Julho de 1996

KÁTIA CELINA DA SILVA RICHETTO

**ESTUDO DA INTERFACE FIBRA/RESINA EM MATERIAIS
COMPÓSITOS SOB A AÇÃO DE CARGAS ESTÁTICAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Universidade Estadual Paulista - Campus de Guaratinguetá, para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica (Área de Concentração: Materiais).

Orientador: Prof. Dr. *Herman Jacobus Cornelis Voorwald*

GUARATINGUETÁ

JULHO DE 1996



DADOS CURRICULARES**KÁTIA CELINA DA SILVA RICHETTO****NASCIMENTO** 23.7.1969 - SANTO ANDRÉ/SP**FILIAÇÃO** Felício Richetto

Terezinha Pinto da Silva

1988/1992 Curso de Graduação

Faculdade de Engenharia Química de Lorena

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald pela participação e orientação deste trabalho.

A mestrande Maria Odila Hilário Cioffi e ao amigo Miguel Justino Barbosa pelo apoio durante o desenvolvimento do trabalho.

A Prof.^a Dr.^a Maria Lucia Cascano Pinto da Silva pela empenho demonstrado na elucidação de técnicas experimentais.

A COPISA/UFPA nas pessoas de Gerson Marimacci, Rosário Nolas, Rudes, Marcos Augusto e Edvaldo, onde foram realizados os estudos de triagem, compreendendo os trabalhos de microscopia eletrônica e análise de fraturas voluntárias.

**À minha mãe e amiga Terezinha Pinto da Silva
pela paciência e apoio.**

Ao Prof. Dr. Flaminio Levy Neto pela colaboração na análise das fraturas.

Aos meus irmãos Tânia, Nádia e Marco, meu tio

Aos colegas Jefferson Firmino dos Chagas e Rogério Oliveira Henri pela constante colaboração.

**À Alexandre Campos da Silva que esteve
sempre ao meu lado.**

A todos as colegas da FBC pelo ambiente de trabalho, em especial para o funcionário Luciana Monteiro Fereira pela confecção das micrografias.

Ao mestrando e amigo Edson pela presença

A CNPQ pela concessão da bolsa de mestrado.

constante nos momentos difíceis.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald pela participação e orientação deste trabalho.

À mestranda Maria Odila Hilário Cioffi e ao amigo Miguel Justino Barboza pelo apoio durante o desenvolvimento do trabalho.

À Prof^a. Dr^a. Maria Lúcia Caetano Pinto da Silva pelo empenho demonstrado na elucidação de técnicas experimentais.

À COPESP/USP nas pessoas de Gerson Marinucci, Rogério Nalin, Enéias, Marcus Augusto e Edvaldo, onde foram realizados os ensaios de tração, compressão, os trabalhos de microscopia eletrônica e análise de frações volumétricas.

Ao Prof. Dr. Flaminio Levy Neto pela colaboração na análise das fraturas.

Aos colegas Jefferson Firmino das Chagas e Rogério Oliveira Hein pela constante colaboração.

A todos os colegas da FEG pelo ambiente de trabalho, em especial para o funcionário Luciano Monteiro Teixeira pela confecção das micrografias.

À CNPQ pela concessão da bolsa de mestrado.



SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. Considerações gerais	1
1.2. Objetivos e justificativa	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1. Aspectos gerais	5
2.2. Classificação dos compósitos	8
2.2.1. Compósitos fibrosos	8
2.2.2. Compósitos particulados	9
2.2.3. Compósitos laminados	10
2.3. Constituição do compósito	11
2.3.1. Reforço	11
2.3.1.1. Fibras de carbono	12
2.3.2. Matrizes	16
2.3.2.1. Resina epoxi	18
2.4. Modo de fratura nos compósitos	21
2.5. Interface	28

3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	56
3.1. Material	56
3.2. Corpos de prova	57
3.3. Ensaios de tração	58
3.4. Ensaios de compressão	60
3.5. Análise termogravimétrica	63
3.6. Análise por microscopia eletrônica de varredura	64
4.1.1. Tração	64
4.1.2. Compressão	65
4. RESULTADOS E ANÁLISE	65
4.1. Resultados obtidos de fração volumétrica e densidade	65
4.1.1. Cálculos de densidade	67
4.1.1.1. Cálculo do peso médio do arame obtido em duas pesagens	67
4.1.1.2. Cálculo da densidade	67
4.1.1.3. Cálculo da densidade corrigida	68
4.1.1.4. Cálculo da porcentagem média da resina	68
4.1.1.5. Cálculo da porcentagem corrigida da fibra	68
4.1.1.6. Cálculo da porcentagem corrigida da resina	68
4.1.1.7. Cálculo do volume de vazios	69
4.1.1.8. Cálculo do volume de resina	69
4.1.1.9. Cálculo do volume de fibras	69
4.2. Ensaios de tração	71



4.2.1. Cálculos do limite de resistência	74
4.1.3. Cálculo da média aritmética	75
4.1.4. Cálculo do desvio padrão	75
4.1.5. Cálculo do coeficiente de Poisson	75
4.1.6. Cálculo do módulo de elasticidade	76
4.3. Ensaio de compressão	77
4.4. Microscopia eletrônica	79
4.4.1. Tração	79
4.4.2. Compressão	90
5. CONCLUSÕES	102
6. SUGESTÕES	105
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	106
APÊNDICES	117

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Mudança da poliacrilonitrila flexível para uma molécula LADDER rígida.	14
Figura 2 -	Fratura de fibras dentro da matriz: região D (descolamento); região F (saca-fora).	22
Figura 3 -	Falha de interface fraca em frente da ponta da trinca devido a tensão transversal de tração. f e m indicam fibra e matriz respectivamente.	25
Figura 4 -	Curva carregamento x extensão obtida para filamentos de fósforo/bronze de 550 μm de diâmetro, com fratura <i>pull out</i> numa matriz epoxi (a); com flexibilizante na resina (b).	26
Figura 5 -	Diferença entre interface e interfase.	29
Figura 6 -	Perturbação do estado de tensão da matriz pela presença da fibra.	30
Figura 7 -	Possíveis grupos funcionais presentes na superfície das fibras de carbono.	34
Figura 8 -	Interação sólido-líquido-vapor e suas tensões superficiais.	36
Figura 9 -	Representação da técnica de molhamento aplicada à fibra de carbono.	38
Figura 10 -	Técnica da fragmentação.	43

Figura 11 -	Teste de fragmentação - Fibras de carbono submetidas a tensão para sistemas a baixas e altas temperaturas de cura.	46
Figura 12 -	Representação da medição da resistência interfacial. a) Dois sólidos elásticos sem defeito na interface, b) dois corpos elásticos com defeito interfacial.	49
Figura 13 -	Corpo de prova para ensaio de tração, dimensões em mm.	57
Figura 14 -	Corpo de prova para ensaio de compressão, dimensões em mm.	58
Figura 15 -	Equipamento de tração.	59
Figura 16 -	Dispositivos para equipamento de compressão.	60
Figura 17 -	Corpos de prova anterior aos ensaios (tração)	61
Figura 18 -	Corpos de prova anterior aos ensaios (compressão)	61
Figura 19 -	Corpo de prova submetido à teste de tração unidirecional	62
Figura 20 -	Corpo de prova submetido à teste de compressão unidirecional	63
Figura 21 -	Fração volumétrica - meio Nitrogênio	67
Figura 22 -	Fração volumétrica - ar sintético	68
Figura 23 -	Fração volumétrica das fibras, resina e vazios	70
Figura 24 -	Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 1 (700X).	80
Figura 25 -	Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 1 (1000X).	80

Figura 26 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 1 (1500X).	81
Figura 27 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 2 (450X).	82
Figura 28 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 2 (4000X).	82
Figura 29 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 2 (1000X).	83
Figura 30 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 3 (1000X).	84
Figura 31 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 4 (200X).	85
Figura 32 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 4 (1000X).	85
Figura 33 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 4 (3000X).	86
Figura 34 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 5 (750X).	87
Figura 35 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 6 (300X).	87
Figura 36 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 6 (4000X).	88



Figura 37 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 6 (2700X).	88
Figura 38 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 7 (1500X).	89
Figura 39 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 7 (700X).	90
Figura 40 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 1 (450X).	91
Figura 41 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 1 (1700X).	91
Figura 42 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 1 (600X).	92
Figura 43 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 2 (600X).	93
Figura 44 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 2 (1600X).	93
Figura 45 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 2 (1000X).	94
Figura 46 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 3 (500X).	95
Figura 47 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 3 (700X).	95



Figura 48 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 3 (1500X).	96
Figura 49 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 4 (1000X).	97
Figura 50 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 5 (1000X).	98
Figura 51 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 5 (600X).	98
Figura 52 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 5 (450X).	99
Figura 53 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 6 (1000X).	100
Figura 54 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 6 (650X).	100
Figura 54 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.CDP 6 (200X).	101

Tabela 10 - Carga e deformação na tração (CDP 3). 101

Tabela 11 - Carga e deformação na tração (CDP 4). 102

Tabela 12 - Carga e deformação na tração (CDP 5). 103

Tabela 13 - Carga e deformação na tração (CDP 6). 103

Tabela 14 - Carga e deformação na tração (CDP 7). 103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Formação inicial da fibra de carbono (precursor PAN).	13
Tabela 2 -	Propriedades das fibras de carbono Tipo I e II.	15
Tabela 3 -	Propriedades da Resina Epoxi.	20
Tabela 4 -	Resistência ao cisalhamento interfacial com variação do grau de oxidação e impregnação pela resina.	33
Tabela 5 -	Energia de superfície das fibras de carbono obtida pelo método da molhabilidade (mJ.m^{-2}).	39
Tabela 6 -	Resistência ao cisalhamento interfacial (τ) para fibra-única .	41
Tabela 7 -	Espessura, largura e área dos corpos de prova para ensaio de tração.	71
Tabela 8 -	Carga e deformação na tração (CDP 1).	71
Tabela 9 -	Carga e deformação na tração (CDP 2).	72
Tabela 10 -	Carga e deformação na tração (CDP 3).	72
Tabela 11 -	Carga e deformação na tração (CDP 4).	72
Tabela 12 -	Carga e deformação na tração (CDP 5).	73
Tabela 13 -	Carga e deformação na tração (CDP 6).	73
Tabela 14 -	Carga e deformação na tração (CDP 7).	73



Tabela 15 - Espessura, largura e área dos corpos de prova para ensaio de compressão.	77
Tabela 16 - Valores de carga e extensão na compressão.	77
Tabela 17 - Limites de resistência na compressão	78

g = grama

N = Newton

W = poeada

A = área

J = joule

psi = libra por polegada quadrada

T_g = temperatura de transição vítrea

R_{10} = resistência à primeira trinca

R_{100} = resistência à fratura sem suporte

R_{1000} = contribuição das fibras na resistência à trinca

c = tamanho do defeito crítico

W_a = trabalho de adesão

γ_{SL} = tensão superficial entre sólido e líquido

γ_{LV} = tensão superficial entre líquido e vapor

γ_{SV} = tensão superficial entre sólido e vapor

θ = ângulo de molhamento

γ_s = energia superficial

γ_s^d = componente dispersivo da energia superficial

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$ = graus Celsius

Pa = Pascal

g = grama

N = Newton

W = potência

Å = ângstron

J = joule

psi = libra por polegada quadrada

T_g = temperatura de transição vítrea

σ_{fc} = resistência à primeira trinca

K_c = resistência a fratura sem suporte

K_{suporte} = contribuição das fibras na resistência a trinca

c = tamanho do defeito inerente

W_a = trabalho de adesão

γ_{SL} = tensão superficial entre sólido e líquido

γ_{SV} = tensão superficial entre sólido e vapor

γ_{LV} = tensão superficial entre líquido e vapor

θ = ângulo de molhamento

γ_s = energia superficial

γ_s^d = componente dispersivo de energia superficial



γ_s^p = componente polar de energia superficial

V_N = retenção de volume na rede

j = fator de correção de acordo com a compressibilidade do gás

t_R = tempo de retenção da sonda dada

t_0 = tempo zero de retenção de referência

D = razão de fluxo corrigida

τ = resistência ao cisalhamento interfacial

σ_f = resistência à tração num comprimento crítico da fibra

d = diâmetro da fibra

l_f = comprimento da fibra no estado de saturação

l_c = média do comprimento do fragmento no estado de saturação

P = probabilidade de falha

σ_0 = parâmetro de escala

m = parâmetro de forma

ε = deformação

ε_x = deformação transversal

ε_y = deformação axial

γ_S = soma de tensões superficiais

γ_A = tensão superficial do sólido A

γ_B = tensão superficial do sólido B

γ_{AB} = tensão superficial da interface AB

ΔA = mudança da área de interface do sólido recoberto



σ_c = tensão crítica

E = módulo de Young

α = parâmetro geométrico de forma da trinca

F = força de descolamento

l = comprimento da fibra embebida pela resina

ρ_f = densidade da fibra

ρ_r = densidade da resina

ρ = densidade do composto

ρ_m = densidade média do composto

ρ_c = densidade média corrigida do composto

r_m = porcentagem média de resina

r_c = porcentagem corrigida da resina

f_c = porcentagem corrigida da fibra

v_v = volume de vazios

v_f = volume de fibras

v_r = volume de resina

P_s = peso da amostra seca

P_{ai} = peso inicial do arame imerso

P_{af} = peso final do arame imerso

P_i = peso da amostra imersa

P_{am} = peso médio do arame imerso obtido em duas pesagens

ν = coeficiente de Poisson



S_x = desvio padrão

$\bar{x}$ = média aritmética

P = carga máxima

σ_t = limite de resistência

A = área

L = gage do extensômetro

CNT = fibras sem tratamento de oxidação e sem impregnação

CO = fibras com tratamento e impregnação pela resina

CI = fibras impregnadas

ILSS = resistência ao cisalhamento interlaminar



CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

Trabalho intelectual é uma expressão errada.
Não é “trabalho” - é prazer, dissipação, nossa
maior recompensa.

Mark Twain
(1835-1910)

1.1 - Considerações gerais

No momento, compósitos são considerados o último estado da arte, e encontram múltiplas aplicações convencionais. Em aeronaves o peso total da estrutura é de elevada importância para o custo total da operação, isto porque a redução de peso pode diminuir o consumo de combustível ou resultar no aumento da carga útil.¹

O desenvolvimento de materiais modernos como os compósitos tem sido intenso devido à necessidade de estruturas que possuam uma relação resistência-peso mais alta em comparação com os metais.

Em materiais convencionais, a resistência é obtida em função da interação de discordâncias entre si e com os elementos de liga. Entretanto, as ligações interfaciais desses materiais tornam-se fracas, pois as tensões às quais o material é submetido não podem ser transferidas da matriz para partículas duras como são as dos elementos de liga; dessa forma, as partículas perdem sua efetividade e o material não pode suportar o carregamento.¹

A resistência de um material pode ser aumentada se o mesmo for constituído de uma fase descontínua como fibras longas e finas (reforço) combinadas com um material de matriz. As fibras suportam parte do carregamento e também impedem o movimento de discordâncias enquanto que para a matriz ficam as funções de distribuir a carga de forma mais homogênea possível e de manter a fase reforço no lugar, ² além do que, na formação desse compósito, existe um aumento da área de adesão interfacial, o que torna o carregamento mais efetivo.

Portanto, a melhoria da resistência dos compósitos é estudada principalmente em termos da interface entre seus dois constituintes.

A adesão interfacial pode ser atribuída a cinco mecanismos principais que são: adsorção e molhamento, interdifusão entre as fases, atração eletrostática, adesão química e ancoramento mecânico, ³ que podem ocorrer separados ou simultaneamente. Os estudos mais frequentes recaem sobre as técnicas de molhamento e ligações químicas na interface.

É de extrema importância ressaltar que a procura por uma interface intermediária é fator recomendável, sabendo-se que uma interface forte causa a fragilidade do material, pois o composto todo tende a falhar quando a fibra mais fraca se romper e uma interface muito fraca gera a separação das fases ⁴. A resistência adesiva deve ser proporcionada a cada ponto ao longo da interface de modo que a tensão máxima possa ser transferida da matriz para o reforço.



Deste modo, observa-se que o estudo interfacial no compósito é fundamental para garantir o nível das propriedades mecânicas desejadas para o mesmo.

1.2 - Objetivos e Justificativa

Considerando que o comportamento interfacial entre as fibras e uma matriz polimérica tem sido reconhecido como um fator chave que influencie totalmente as propriedades dos compósitos, o presente trabalho tem como objetivo principal o estudo da interface nestes materiais (fibra de carbono/ resina epoxi), com o intuito de auxiliar projetos futuros que, por seu crescente campo de aplicabilidade requerem que todos os parâmetros do material sejam amplamente dominados.

O comportamento da interface determina não só a resistência como também o modo de fratura nos compósitos. Foram realizados ensaios de tração e compressão em amostras segundo as normas ASTM D 3039 e ASTM D 3410, análise termogravimétrica para determinação do volume de fibra, de resina e de vazios e posterior análise da interface através da microscopia eletrônica de varredura.

No capítulo 1 procurou-se realçar a importância do compósito como material de tecnologia avançada, assim como os efeitos da interface em sua performance final.



No capítulo 2 é feita uma revisão bibliográfica onde história, aplicabilidade, propriedades diversas, modo de fratura e análise da interface em compósitos são discutidos.

No capítulo 3 são detalhados os procedimentos experimentais realizados, como ensaios de tração, compressão, análise termogravimétrica e microscopia eletrônica, sempre visando a compreensão da interface.

No capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos, através dos ensaios apresentados no capítulo 3.

No capítulo 5 são apresentadas as conclusões finais e no capítulo 6 são colocadas algumas sugestões para trabalho futuros.



CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Não é necessário renunciar ao passado quando se entra no futuro. Ao mudar as coisas, não é necessário perdê-las.

John Cage
(1912)

2.1 - Aspectos Gerais

Alguns estudos indicam que os materiais, quando combinados, podem resultar em produtos para fins estruturais, com fácil manipulação de peso, resistência e rigidez.⁵

O conceito de compósito pode estar relacionado com a combinação de dois ou mais materiais para proporcionar uma performance em serviço que é superior as propriedades dos materiais de forma individual.¹

Na natureza pode-se encontrar materiais compostos, como por exemplo uma combinação de osso e pele ou então rocha e minerais; por isso a definição de compósito deve estar restrita a materiais deliberadamente combinados (exceto fases simples e materiais homogêneos), facilmente identificáveis, com o intuito de obter uma estrutura final desejada.

A utilização de compósitos não é recente, visto que as primeiras aeronaves eram feitas de madeira (composto natural), cujo uso é limitado devido à degradação do produto quando exposto a umidade.¹

Esses materiais podem ser constituídos de uma combinação de partículas ou fibras embebidas numa matriz ou então de dois ou mais materiais em camadas que juntas formam o compósito, sem contudo possuírem fase ligante (painéis sanduíche e laminados). Esses materiais, quando utilizam-se matriz e reforço são usados para fins estruturais devido ao fato de que o reforço suporta mais os carregamentos de tração ou fornece propriedades predominantes enquanto que, para a matriz, ficam as funções de distribuir a carga da forma mais homogênea possível e de manter a fase reforço no lugar.²

A maioria das fibras são desenvolvidas com diâmetros na faixa de 7 a 15 μm e sua participação no compósito é em termos de alta resistência à tração e alto módulo elástico, sendo muito frágeis. Para a resina fica a função de conferir resistência química. A combinação dos dois materiais gera um compósito onde essas propriedades se sobrepõem.³

A combinação do material de reforço com o da matriz depende das características que se desejam, porém, cuidados durante a fabricação e uso devem ser avaliados pois os constituintes não podem reagir química ou metalurgicamente, de forma a prejudicar suas propriedades individuais. O projeto inicial deve também levar em consideração que, se o compósito possui como matriz as resinas termofixas, particularmente poliéster e epoxi, seu uso é limitado porque as mesmas não suportam temperaturas superiores a 200°C aproximadamente, portanto, deve ser feito um balanço entre as vantagens e

desvantagens de cada sistema de resina relacionados desde do início até a performance final do compósito.²

A otimização do sistema pede um material que alie alta resistência a baixo peso, o que vai ao encontro das necessidades de projetos aeroespaciais (mísseis, satélites, etc).¹ Mesmo que as vezes, o produto final encareça o projeto, seu uso se justifica devido à confiabilidade das estruturas onde não pode haver falhas por motivo de segurança.

A comparação entre os materiais metálicos convencionais e os compósitos é necessária, tanto na formação da estrutura e sua influência nas propriedades mecânicas, quanto nas aplicações, custo e processos de fabricação. Estudos indicam que os segundos possuem vantagens em termos de resistência à corrosão, de serem não condutores, não magnéticos e sua excelente relação resistência-peso. Sua principal desvantagem é a temperatura de aplicação que é inferior a 200°C para matrizes orgânicas e 550°C para matrizes metálicas, enquanto que alguns materiais metálicos podem suportar temperaturas superiores.

É importante salientar a diferença existente entre compósitos e metálicos na microestrutura, sendo que para o primeiro caso existe a possibilidade de uma manipulação efetiva da geometria, direção e orientação do reforço de forma a conseguir uma estrutura molecular mais perfeita, com diminuição de vazios e outros defeitos internos. Isto se explica através da espessura das fibras, pois quanto mais finas, mais se aproximam do arranjo molecular perfeito e consequentemente das propriedades do mesmo.



Em materiais metálicos, geralmente utiliza-se a precipitação ou a dispersão de uma fase dura para aumentar a tensão de escoamento e a taxa de encruamento, devido ao conhecido mecanismo de discordâncias gerado nessa precipitação ou dispersão, entretanto, para o compósito a linha de raciocínio deve ser diferente pois o conceito de reforçamento por fibras não supõe usá-las como barreiras ou obstáculos para a matriz e sim o de usar a matriz como forma de segurar as fibras e também o de distribuir a carga da forma mais homogênea possível. A função de suportar a carga é da própria fibra de carbono.⁶

A isotropia do sistema pode ser controlada através da escolha da orientação do reforço a ser utilizado, obtendo um compósito ortotrópico, quase isotrópico ou anisotrópico, o que é uma grande vantagem frente aos outros materiais de engenharia.²

2.2 - Classificação dos compósitos

Uma classificação bastante aceita para esses materiais é baseada na orientação do reforço, já que a resistência é influenciada por esse fator.¹

2.2.1 - Compósitos fibrosos

Formados pela combinação de fibra e matriz. O termo, segundo a ASTM, designa qualquer material de forma alongada, relação de comprimento



para dimensão transversal de 10:1, área máxima de seção de $5.1 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2$ e
dimensão máxima transversal de 0,0254 cm. É comprovado que fibras nas suas
várias formas são muito mais resistentes que o mesmo material em forma de
massa, devido a estrutura mais perfeita da fibra. Algumas fibras e filamentos
metálicos bastante utilizadas são alumínio, titânio, vidro, boro e carbono. Existe
também um tipo de fibra chamada *whiskers*, que é muito menor que as fibras e de
estruturas mais simples, apresentando menos defeitos internos. No presente
trabalho, emprega-se a fibra de carbono, que será detalhada oportunamente.

2.2.2 - Compósitos particulados

Formados a partir da combinação de partículas de um ou mais
materiais envolvidos ou suspensos numa matriz, sendo que os elementos
formadores podem ser metálicos ou não. Alguns exemplos desse tipo de divisão
são citados abaixo em relação ao reforço e matriz, respectivamente:

- não metálico/não metálico: pedra/cimento; formando o concreto,
- metálico/não metálico: alumínio/poliuretano; utilizado na formação de
propelentes sólidos e foguetes,
- metálico/metálico: partículas de chumbo, cobre/ aço; a carga é misturada ao aço,
garantindo-lhe uma melhor usinabilidade.

A utilização destes materiais promove um aumento na rigidez do
compósito.



2.2.3 - Compósitos laminados

Formados a partir da combinação de camadas ou lâminas ligadas por uma matriz. Os laminados possuem características como resistência à corrosão, baixo peso, resistência à tração, isolamento térmico e acústico entre outras. Essa classe é representada pelos seguintes exemplos:

- Bimetais: consiste de dois metais com diferença significativa do coeficiente de expansão térmica. A manipulação da temperatura confere a aderência entre os dois.
- Metais CLAD: o cladeamento de um metal em outro é aplicado para obter melhores propriedades de ambos. Ex: cabos de alumínio e cobre.
- Laminados com base plástica: alguns materiais são saturados com plástico e posteriormente tratados. Ex: Fórmica
- Compósitos fibrosos laminados: formados a partir de compósitos híbridos fibrosos, combinados com técnicas de laminação. Também são chamados compósitos laminados reforçados por fibras. As camadas possuem fibras orientadas em diferentes direções o que confere ao material diferentes resistência e rigidez dirigidas.⁷

Os compósitos são heterogêneos, pois seus constituintes possuem módulos de elasticidade e propriedades mecânicas diferentes, assim como outras

características. Para fins estruturais, três fatores devem ser levados em consideração: as propriedades individuais dos componentes (temperatura limite de aplicação, contração no caso da matriz, resistências diversas, etc), arranjo geométrico do reforço no compósito e a influência da interface reforço/matriz na performance final.⁶

2.3 - Constituição do compósito

2.3.1 - Reforço

Esse material geralmente é o que suporta a carga ou fornece propriedades predominantes (resistência básica do composto), além de contribuir também para a resistência à corrosão e, em certos casos, condutividade elétrica. O desempenho de um compósito de fibra depende do comprimento, forma e orientação das fibras , como também da integridade da ligação fibra/ matriz.² A disposição dos filamentos individuais é de suma importância pois dela advém as propriedades desejadas. Estudos mostram de que forma a orientação das fibras afeta a resistência e outras propriedades do material. A princípio, estas fibras devem ser orientadas longitudinalmente (unidirecionais) o que gera máximos módulo e resistência quando o carregamento é aplicado na direção das mesmas. Em contraste, quando carregamentos são aplicados mesmo a ângulos muito pequenos na direção da fibras, a resistência das mesmas é drasticamente reduzida.⁸



Os tipos de fibras utilizadas como reforço podem ser de origem orgânica ou inorgânica. Em aplicações onde se necessita baixo peso aliado a resistência, flexibilidade e maior elasticidade, as fibras orgânicas como polipropileno, nylon e aramida (atende também requisitos de rigidez) são indicadas. Por outro lado, quando alta resistência ao calor, alta resistência à fadiga ou uma estrutura mais rígida são solicitadas, as fibras de carbono e as fibras inorgânicas como aço, superligas, vidro, tungstênio e cerâmica são utilizadas.⁸

2.3.1.1 - Fibras de carbono

Utilizadas pelas indústrias aeronáutica (defletores, estabilizadores, pás do rotor de helicópteros), espacial (tubeira de gases, tanque de combustível), naval (casco, mastros de veleiros de competição, casco de lanchas), e automobilística (painéis internos, de molas, cabines), devido a sua baixa densidade e a seu alto módulo de elasticidade teórico que alcança 1200 GPa.⁹

Fibras de alto módulo e alta resistência têm diâmetros da ordem de 7 a 8 μm e consistem de pequenos cristalitos de grafite num arranjo hexagonal e sequência de empacotamento ABABA.

Os átomos dos planos basais são unidos por ligações covalentes fortes enquanto que, entre as camadas, fracas ligações de Van der Waals são encontradas. Para obter o alto módulo e resistência desejadas, os planos ou camadas de grafite devem ser alinhados paralelos ao eixo axial da fibra,

diminuindo assim falhas e defeitos internos.³ Essa orientação pode ser conseguida através de deformação plástica.⁹

Três materiais precursores da fibra de carbono podem ser citados: rayon, poliacrilonitrila (PAN) e piche de petróleo.⁹ A poliacrilonitrila será mais detalhada por ser a matéria prima do trabalho em questão. O mecanismo da formação da fibra de carbono através da PAN é mostrado na tabela 1.

TABELA 1 - Formação inicial da fibra de carbono (precursor PAN)⁹

Temperatura	Processo de pirólise
Oxidação a 220 ⁰ C	-formação do <i>LADDER</i> polímero contendo grupos OH, CO e COOH
220 - 300 ⁰ C	-quebra do <i>NON-LADDER</i> polímero
300 - 400 ⁰ C	-quebra do <i>NON-LADDER</i> polímero -início das ligações cruzadas
400 - 700 ⁰ C	-evolução de CH ₄ , H ₂ , e HCN
700 - 1000 ⁰ C	-evolução de HCN e N ₂ do polímero <i>LADDER</i> dos planos basais

O PAN (massa) é convertido em fibras através dos processos de fiação e estiramento e em seguida é aquecido para ativar os grupos nitrila ($-C \equiv N$) e produzir um polímero *LADDER* (escada de mão) como mostra a figura 1.

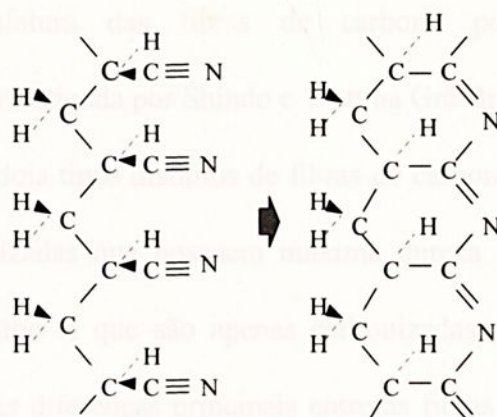


Figura 1 - Mudança da poliacrilonitrila flexível para uma molécula *LADDER* rígida.³

Enquanto a fibra está tensionada faz-se um aquecimento em meio oxigênio, onde ocorrem as reações químicas e a formação de ligações cruzadas entre as moléculas *LADDER*. Após oxidação, faz-se a carbonização, e em seguida a grafitização que é o deslizamento das camadas de grafite umas sobre as outras.³

O processo de manufatura das fibras interfere nas propriedades finais do compósito principalmente na microestrutura e tensões internas.³

O perfil de fabricação do material em estudo inicia-se com o processo chamado *filament winding*, onde fios ou filamentos contínuos são alimentados num cilindro e enrolados enquanto recebem o banho da resina, utilizando um mandril de velocidade controlada e ângulos pré-determinados. A resina é parcial ou completamente curada durante o processo.³

A manufatura das fibras de carbono pela carbonização da poliacrilonitrila foi investigada por Shindo e Watt na Grã Bretanha em 1964.⁹

Existem dois tipos distintos de fibras de carbono; as do tipo I de alto módulo (HM) grafitizadas que possuem máxima dureza e relativamente baixa resistência e as do tipo II que são apenas carbonizadas para alcançar máxima resistência (HS).^{3,9} As diferenças principais entre as fibras do tipo I e do tipo II estão, na temperatura máxima final e no tempo de exposição no estágio de oxidação, pois enquanto a fibra do tipo I permanece 48 horas neste estágio a fibra do tipo II permanece apenas 18 horas.¹⁰ Essas fibras diferem também no valor do módulo de elasticidade como vê-se na tabela 2 a seguir:

Tabela 2 - Propriedades das fibras de carbono Tipo I e II.^{3,9}

Tipo	Ponto de Fusão °C	Densidade g/cm ³	Limite de resistência GPa	Módulo de Young GPa	Resistência Específica	Módulo Específico
I	3000	1,90	1,4 - 2,5	345 - 450	1,1	204
II	3000	1,90	2,4 - 3,2	200 - 280	1,4	126

Serão descritas a seguir algumas das propriedades das fibras de carbono em complementação aos dados representados na tabela anterior. As fibras de carbono¹:

- apresentam comportamento elástico perfeito para falhas;
- não exibem escoamento ou região plástica;

- possuem boas propriedades de amortecimento;
- apresentam baixa resistência ao impacto;
- em comparação aos materiais convencionais, as fibras de carbono são de 7-11 vezes mais resistentes que o alumínio, titânio ou aço e três vezes mais que a fibra de vidro;
- são de excelente capacidade de modelagem e de fácil usinagem.

2.3.2 -Matrizes

Qualquer sólido que pode ser processado para embutir e agarrar aderentemente a uma fase reforçante, é um material potencial a ser empregado como matriz.⁶ Os reforços geralmente possuem uma alta resistência, porém, individualmente, eles são de pouco ou nenhum uso na engenharia. As matrizes mantêm o posicionamento relativo do reforço e atuam como elemento de conformação básica da peça, tendo ainda a função de atuar como meio para distribuição das tensões entre os filamentos. Algumas vezes a matriz é relevante estruturalmente (Ex. matrizes metálicas, onde os reforços são geralmente os filamentos de boro e tungstênio).

Alguns materiais de matriz que podem ser citados são: polímeros, metais, materiais inorgânicos (vidro, plástico, cimento Portland, carbono, silício). Os dois primeiros têm obtido bastante sucesso.



Polímeros são utilizados como matrizes devido a sua fácil processabilidade, baixa densidade e boas propriedades mecânicas e dielétricas.⁵

As matrizes poliméricas mais utilizadas são as termofixas e as termoplásticas. As termoplásticas possuem uma ou duas dimensões na estrutura molecular, assim, quando expostas à altas temperaturas amolecem e mostram um discreto ponto de fusão, sendo que o processo de amolecimento e retorno da estrutura sob resfriamento é reversível, tornando esse material próprio para a fabricação de componentes de moldagem. São classificados como sendo termoplásticos, o polietileno, o poliestireno, as poliamidas e o nylon.

O estudo será dirigido às termofixas que possuem estrutura molecular tridimensional revelando uma flexibilidade inerente o que a torna excelente como material de matriz. As propriedades mecânicas dependem da formação da rede e do comprimento e densidade das ligações cruzadas.³ Entre as resinas termofixas estão as resinas poliéster (80 por cento dessa resina fabricada nos EUA são aplicadas como matriz e reforço) e epoxi. Um dos usos mais típicos das matrizes termofixas são os estruturais. As resinas epoxi são bastante satisfatórias para o uso em componentes moldáveis e pré-impregnados, pois exibem boa estabilidade química, excelente aderência, resistência à água e lenta contração durante a cura (aprox. 3%). Porém, a resina epoxi possui limitação para aplicações aeroespaciais, pois seu uso é limitado a temperaturas abaixo de 150°C. Outra desvantagem é a alta viscosidade, o que gera alto custo.

As matrizes termofixas possuem adesão fibra/matriz mais efetiva em comparação com as matrizes termoplásticas.¹¹

2.3.2.1 - Resina epoxi

A palavra epoxi vem do grego ep (sobre ou entre) e do inglês oxy (oxigênio), o que significa oxigênio entre produtos.⁷ Como visto anteriormente, elas estão classificadas entre as termofixas e estão sempre na forma de líquidos viscosos ou sólidos quebradiços. A reação de obtenção se faz através da condensação da epicloridrina e do bisfenol, usando um catalisador alcalino como hidróxido de sódio. Algumas substâncias são incorporados à resina para melhorar suas propriedades, dentre elas:

- Diluentes: com função de reduzir a viscosidade e permitir uma maior absorção de carga. Exemplos: epicloridrina, fenilglicidiléter, estireno e dialilftalato;
- Flexibilizantes: tornam a resina mais flexível. Exemplos: poliamidas, polissulfetos, diaminas graxas e poliésteres;
- Cargas ou enchimento: função de diminuir o custo, diluir a exotermia durante a cura e baixar o coeficiente de dilatação. Exemplos: mica, sílica ou quartzo, pó de mármore, óxido de ferro entre outros;
- Agentes de separação: usados quando aplicações envolvendo laminação são necessárias. Exemplos: filmes de polietileno , celofane e vários tipos de cera.¹²



- Gel Coat: utilizado para aumentar dureza superficial, proteger da umidade e colorir a peça.

- Antiplastificantes: podem aumentar acima de 40% o módulo da resina curada, assim como sua resistência ao cisalhamento e à tração, modificar o comportamento a fratura e diminuir a absorção de água. Esses agentes contribuem também para uma interface mais dútil e flexível, pela construção de gradientes de módulo na mesma.¹³

A cura da resina envolve aquecimento a uma ou mais temperaturas em tempos pré-determinados para atingir ótimas ligações cruzadas e consequentemente ótimas propriedades. Uma alta temperatura na pós cura é necessária para evitar cura incompleta, o que acarretaria mudanças das propriedades em serviço.³

A resina termofixa é geralmente isotrópica. Sua característica mais marcante é a resposta à temperatura, pois, ao contrário dos termoplásticos, não liquefaz quando aquecida, mas perde suas propriedades de dureza.

A resistência da ligação interfacial também é maior entre fibra e matriz para sistemas epoxi.³

As principais propriedades da resina epoxi são apresentadas na tabela 3.



Tabela 3 - Propriedades da Resina Epoxi.³

PROPRIEDADES	
Densidade	1.1 - 1.4 mg m ⁻³
Módulo de Young	3 - 6 GN m ⁻²
Coeficiente de Poisson	0.38 - 0.4
Resistência a tração	35 - 100 MN m ⁻²
Resistência a compressão	100 - 200 MN m ⁻²
Elongação na quebra	1 - 6 %
Condutividade térmica	0.1 W m ⁻¹ °C
Coeficiente de expansão térmica	60 10 ⁻⁶ °C ⁻¹
Encolhimento na cura	1 - 2 %
Absorção de água 24h a 20°C	0.1 - 0.4 %

Uma sequência elucidativa das propriedades da resina epoxi é apresentada a seguir, tendo em vista que a mesma apresenta¹:

- baixa contração durante a cura, devido à ausência de matérias voláteis;
- excelente resistência térmica e química;
- fraca resistência ao impacto, sendo necessária sua modificação com flexibilizantes;
- excelentes propriedades elétricas;
- alta adesividade devido à sua natureza polar.
- baixo coeficiente de expansão térmica.

As propriedades da resina podem variar dependendo da sua formulação e a das fibras podem variar de acordo com a pureza do precursor PAN, das condições do processo e dos tratamentos de superfície.¹⁴

Tensões resultantes do encolhimento durante a cura e tensões térmicas devido as diferenças de coeficientes de expansão térmica da matriz e da fibra podem ocasionar um maior efeito nas microtrincas dentro do compósito, principalmente se às mesmas adicionarem-se tensões produzidas por cargas externas.

As tensões devido à cura podem surgir de uma combinação do encolhimento da resina durante o processo de cura e da contração diferencial térmica após a pós-cura em temperaturas elevadas. A maioria do encolhimento da resina ocorre quando a mesma ainda é líquida, onde as tensões não se desenvolvem. Este encolhimento pode levar a marcas fundas e outros efeitos indesejáveis na superfície dos produtos plásticos.

Por essa razão, consideráveis esforços tem sido aplicados para o desenvolvimento de sistemas de resinas que possuem baixas características de encolhimento, porque encolhimentos da resina em estágios após a cura, conduzem a microtrincas que não podem ser aliviadas.¹

2.4 - Modo de fratura nos compósitos

Dois modos de fratura são geralmente encontrados nos compósitos⁶:

- A fratura ocorre no plano das fibras quando a matriz não é capaz de suportar a carga. É o modo mais comum em compósitos que possuem frações volumétricas altas de fibras frágeis e fortes;

- A fratura ocorre quando a ligação fibra/matriz não é suficientemente forte para suportar a carga. Diz-se que as fibras são sacadas fora (*fiber pull out*), o que é característico de pobre adesão entre fibra e matriz.¹⁴

Considerando propagação de trinca normal às fibras, o desenho da figura 2 mostra os dois tipos de fratura. Na região D ocorrem pequenos deslocamentos irreversíveis entre fibra e matriz, chamado descolamento ou *debonding*, enquanto que na região F ocorre o segundo tipo de fratura onde as fibras são sacadas fora, como citado anteriormente.

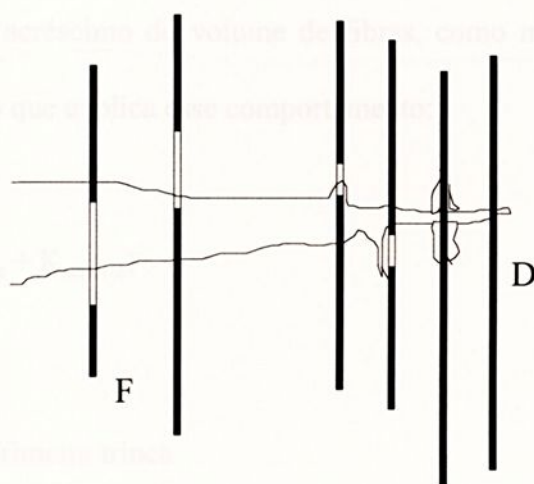


Figura 2 - Fratura de fibras dentro da matriz: região D (descolamento); região F (saca-fora).¹⁵

É muito frequente encontrar esses dois modos de fratura ocorrendo simultaneamente.⁶

A fratura nos compósitos ocorre através do crescimento repetitivo de falhas internas ou vazios e subsequente coalescimento gerando frente de trinca.

As falhas internas podem ser observadas através do rompimento das fibras, microtrincas no sistema da resina, desligamento ou adesão pobre e delaminação.^{3,16} As fibras de carbono fraturam de maneira frágil sem qualquer redução de área na seção transversal e sem escoamento.¹

Materiais frágeis geralmente falham pela propagação instável de um defeito interno. Quando as fibras são aderidas à matriz, a primeira trinca, ou seja, a tensão aplicada onde a primeira propagação instável da trinca ocorre, pode ser controlada por um acréscimo do volume de fibras, como material de suporte.¹⁷

Existe uma equação que explica esse comportamento:

$$\sigma_{fc} = 0,5 (\pi/c)^{1/2} (K_c + K_{\text{suporte}}) \quad (1)$$

σ_{fc} ... resistência a primeira trinca

K_c ... resistência a fratura sem suporte

K_{suporte} ... contribuição das fibras na resistência à trinca

c ... tamanho do defeito inerente.

Os tratamentos de superfície também interferem no modo de fratura dos compósitos. Se o material sofrer tratamento anódico com ácido nítrico, as fibras deslizarão na resina durante a fratura. Por outro lado, se o tratamento é alcalino, as fibras quebram na interface sem deslizamento dentro da matriz.⁹

Como um grande número de modos de deformação pode levar um compósito a falhar, é importante considerar as condições de carregamento e o sistema específico do material em estudo. Quando o componente que tem a menor deformação à ruptura se rompe e se o outro componente é capaz de suportar a carga transferida a ele, o compósito mostrará fratura múltipla do componente frágil até ser totalmente rompido.⁶

Uma das características que torna os compósitos materiais atrativos é a de obter uma melhor tenacidade à fratura, ou seja, resistência à propagação da trinca, em um conjugado contendo trinca transversal; o que pode ser aumentada pela presença de interfaces fracas, onde a mesma atuaria como obstrutor da trinca, como mostra a figura 3.

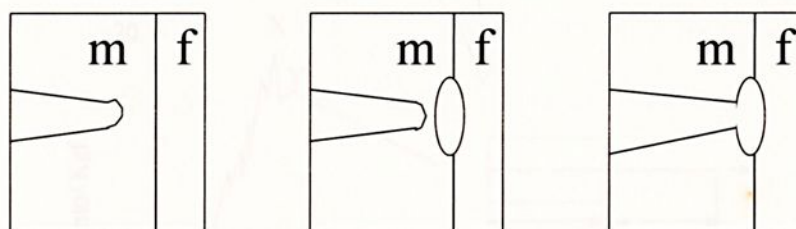


Figura 3 - Falha de interface fraca em frente da ponta da trinca devido a tensão transversal de tração. f e m indicam fibra e matriz respectivamente.⁶

A análise de fratura fibra/matriz é complicada pelo fato que envolve crescimento de trinca na interface de dois materiais diferentes quanto suas propriedades elásticas, podendo isso resultar em fratura mista do compósito.¹⁶

Existe um comportamento característico para materiais envolvidos ou embebidos por uma matriz frágil como a resina epoxi, sejam esses materiais vidro, aço, fio bronze-fósforo, fibra de carbono, entre outros. A curva carregamento x extensão de cabos fósforo/bronze da figura 4 mostra esse comportamento que, como citado anteriormente, é similar para o compósito em estudo.

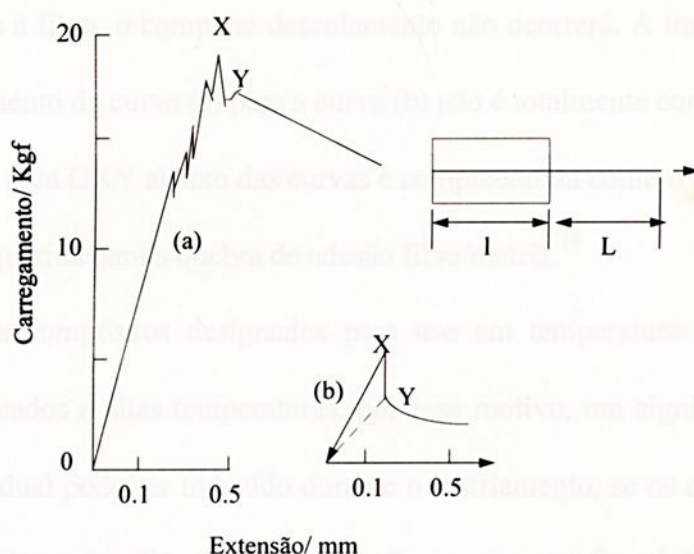


Figura 4 - Curva carregamento x extensão obtida para filamentos de fósforo/bronze de 550 μm de diâmetro, com fratura saca-fora numa matriz epoxi (a); com flexibilizante na resina (b).¹⁵

No trecho de O a X, a curva (a) da figura 4 possui comportamento não linear e algumas vezes em forma de degraus, onde fibra e matriz descolam-se, fenômeno esse visível se a resina for transparente. Em X, a carga necessária para estender a fibra cai a um novo valor e a fibra é sacada de uma maneira mais ou menos abrupta, o que depende da taxa de carregamento.

Se a adição de flexibilizantes é efetuada na resina, a curva (b) da figura 4 é obtida. O experimento consiste em puxar uma fibra longa de comprimento l , de um pequeno pedaço de matriz. Se o comprimento l é pequeno, a curva carga x extensão é linear até o ponto X, à partir do qual a adesão cessa e a fibra é arrancada da matriz; se l for maior, se houver uma maior quantidade de

resina aderida à fibra, o completo descolamento não ocorrerá. A transição do tipo de comportamento da curva (a) para a curva (b) não é totalmente compreendido.

A área OXY abaixo das curvas é compreendida como o limite superior de energia requerida para a quebra de adesão fibra/matriz.¹⁵

Os compósitos designados para uso em temperaturas elevadas são também fabricados a altas temperaturas, por esse motivo, um significativo estado de tensão residual pode ser induzido durante o resfriamento, se os coeficientes de expansão térmica entre fibra e matriz não são os mesmos. Se a interface é fraca, essas tensões residuais causam descolamento.¹⁸

O estado de tensão na interface é fortemente influenciado pelas condições de carregamento externo, geometria local, natureza da interface e diferença de propriedades entre fibra e matriz, assim, o efeito da interface pode ser completamente diferente dependendo das condições de carregamento e sistema de materiais diferentes. Outros fatores como danos na fibras, uniformidade de distribuição das fibras e alinhamento devem ser considerados.¹⁹

Tensões de tração residuais decorrentes dos processos de polimerização ou resfriamento de compósitos unidirecionais e com alta fração volumétrica de fibras, agem sobre a interface quando a mesma ainda é fraca, e essas tensões podem levar o compósito ao descolamento antes que o carregamento externo seja aplicado, devido a diferença química entre fibra e matriz e contração térmica da última.¹¹



O entendimento das falhas macroscópicas pode ser obtido por informações microscópicas através de microscópio eletrônico de varredura (SEM), mas esta técnica tem limitações como a dificuldade de detectar uma camada muito fina de polímero na superfície das fibras de carbono. Uma alternativa mais viável para o estudo interfacial é o microscópio eletrônico de varredura Auger (SAM), que dá informações sobre a distribuição espacial dos constituintes de um composto, através de mapas químicos, contudo não pode ser utilizado para caracterização de materiais não condutores, como os polímeros. No caso de compósito de fibras de carbono e resina epoxi, ele pode ser utilizado somente se a camada de polímero é suficiente fina, pois as fibras de carbono provém o meio condutor.²⁰

2.5 - Interface

A área de contato contínuo entre a matriz e o material de reforço é chamada interface, que pode ser considerada análoga aos contornos de grão em materiais monolíticos. Em certos casos, entretanto, a região contínua é uma fase distinta adicionada, chamada interfase. Logo, quando uma interfase está presente, existem duas interfaces, uma entre cada superfície da interfase e seu constituinte adjacente, como mostra a figura 5.⁴

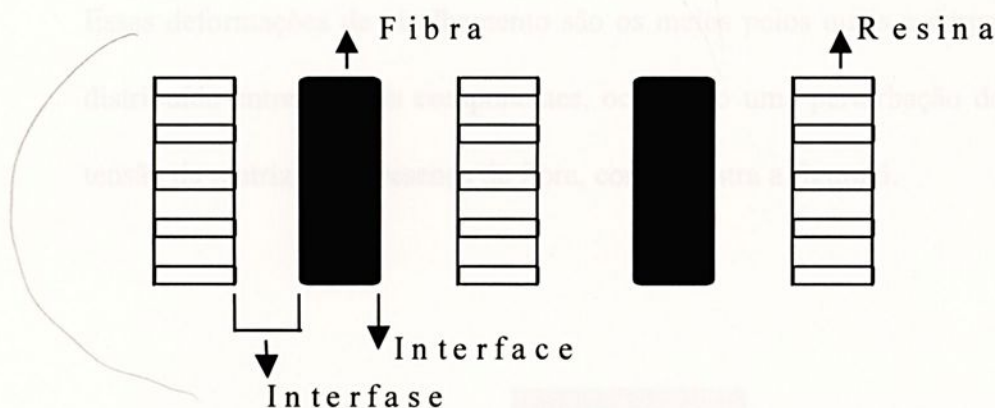


Figura 5 - Diferença entre interface e interfase.⁴

O fenômeno interfacial controla a transferência de tensão entre as fibras e a matriz e também governa os mecanismos de acumulação de danos e propagação de trincas.²¹

Como mencionado anteriormente, a matriz é o elemento de transporte de carga às fibras. Isso ocorre através da interface ou fronteira entre os dois componentes do compósito. O mecanismo citado a seguir explica essa transferência de carga.⁶

Quando o compósito é tracionado, conforme mostra a figura 6, os deslocamentos axiais na fibra e na matriz são localmente diferentes em virtude dos diferentes módulos de elasticidade dos componentes, mas, macroscopicamente o compósito é deformado homogeneamente. A diferença entre os deslocamentos axiais da fibra e da matriz implica que as deformações de cisalhamento são produzidas nos planos paralelos aos eixos das fibras e na direção destes eixos.

Essas deformações de cisalhamento são os meios pelos quais a carga aplicada é distribuída entre os dois componentes, ocorrendo uma perturbação do estado de tensão da matriz pela presença da fibra, como mostra a figura 6.

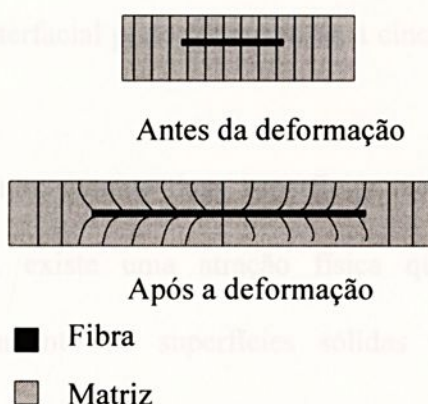


Figura 6 - Perturbação do estado de tensão da matriz pela presença da fibra.^{6,22}

Kim et al²³ realizaram uma análise interfacial com enfoque na influência da fração volumétrica das fibras (v_f) na transferência de tensão da matriz para as mesmas, em testes saca-fora, com auxílio da análise de elementos finitos. Verificaram que a diferença na distribuição de tensões entre compósitos contendo fibras únicas e múltiplas aumenta para um volume maior de fibras.

A carga pode ser transferida efetivamente entre os constituintes em um compósito submetido a tração uniaxial, se o cisalhamento local tomar lugar na interface para acomodar ou aliviar o desenvolvimento de altas tensões de cisalhamento ou, se o compósito é forte o suficiente para opor-se a essas tensões.

O comprimento de fibra requerido para a completa transferência é função do grau de acomodação de tensões na interface.²⁴

É importante salientar que a mecânica da adesão vem sendo estudada à luz de teorias, não existindo ainda um modelo conclusivo que explique o fenômeno.⁴

A adesão interfacial pode ser atribuída a cinco mecanismos principais³:

- Adsorção e molhamento: quando duas superfícies eletricamente neutras estão suficientemente juntas, existe uma atração física que é melhor entendida considerando o molhamento de superfícies sólidas por líquidos, que será detalhado oportunamente.
- Interdifusão: é possível formar uma junção entre duas superfícies pela difusão das moléculas de polímeros sobre uma superfície. A resistência adesiva dependerá da quantidade de embaraço molecular e o número de moléculas envolvidas.
- Atração eletrostática : forças de atração ocorrem entre duas superfícies quando uma delas possui um campo de cargas positivas e a outra um campo de cargas negativas, como no caso das interações ácido/base e a ligação iônica. A resistência da interface dependerá da densidade de carga.
- Adesão química : é formada entre um grupo químico na superfície da fibra com um grupo químico compatível na matriz. A resistência da adesão depende somente da natureza e tipos de ligações na interface.

- Ancoragem mecânica: algumas ligações podem ocorrer puramente pelo travamento mecânico de duas superfícies. A resina que molha completamente a superfície da fibra segue todos os detalhes daquela superfície. A resistência ao cisalhamento pode ser muito significativa e depende do grau de rugosidade.³ As superfícies das fibras de carbono apresentam um diâmetro médio de poro de 8Å, o que é considerado um valor muito pequeno para a entrada das moléculas da resina; existe então uma probabilidade muito pequena de que a adesão fibra de carbono/resina epoxi aconteça por travamento mecânico.²⁵

Quando resinas termofixas polares (por exemplo a resina epoxi) são utilizadas em compostos reforçados por fibras, os processos de redistribuição dos componentes da resina nas vizinhanças da superfície das fibras podem afetar o estado interfacial e assim influenciar a performance do compósito.²¹

Para compreender o comportamento interfacial do material, faz-se necessário o estudo do tratamento superficial das fibras, pois quando existe uma maior rugosidade superficial, a adesão é melhorada por ancoragem mecânica, se a fibra é perfeitamente impregnada pelo constituinte orgânico.^{12,26}

Fibras não tratadas são inertes; o tratamento de superfície oxidativo não só promove a ativação da superfície como também aumenta a rugosidade da mesma através da produção de *pits* (buracos) ou depressão, o que contribui para o mecanismo de ancoragem, mas esta contribuição, como visto anteriormente, é muito pequena.²⁷

É de extrema importância comentar que boas propriedades intrínsecas de fibra e resina não são suficientes para garantir a performance final do compósito, por isso, é necessário compreender os fenômenos de adesão química e física que ocorrem na interface.²⁸

Bogoeva-Gaceva²¹ estudaram os tratamentos oxidativos superficiais das fibras de carbono embebidas ou não pela resina epoxi, onde foram determinados os valores de resistência ao cisalhamento interfacial, que é a propriedade física mais utilizada para caracterização da interface²⁹; relacionados com a energia livre da superfície; em fibras CNT (sem tratamento de oxidação e sem impregnação), fibras CO (com tratamento de oxidação e sem impregnação) e em fibras CI (com tratamento e impregnação pela resina em estudo). Os resultados são mostrados na tabela 4.

Tabela 4 - Resistência ao cisalhamento interfacial com variação do grau de oxidação e impregnação pela resina.²¹

Fibras de Carbono	CNT	CO	CI
Resistência ao cisalhamento interfacial (MPa)	32,7	51,9	46,4

Os valores apresentados mostram que fibras CNT não apresentaram nenhum tipo de adesão adicional, enquanto que fibras CO apresentam uma resistência mais alta devido aos grupos polares criados na superfície, e a

resistência das fibras CI diminui devido a interação dos grupos polares com a resina epoxi. É aceita a possível reação dos grupos ácido carboxílico, criados na superfície das fibras oxidadas, com o endurecedor e os grupos finais da resina epoxi como razão do acréscimo da adesão e resistência interfacial.^{21,30}

A área de superfície ativa é um parâmetro dependente do número total de grupos funcionais superficiais. O oxigênio superficial introduzido nas fibras de carbono existe na forma de grupos hidroxila (a), carbonila (b) ou carboxila (c), antes do casamento fibra/matriz.²⁷ Estes grupos estão representados na figura 7.

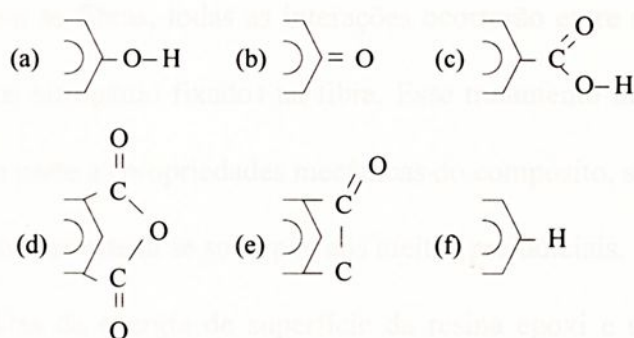


Figura 7 - Possíveis grupos funcionais presentes na superfície das fibras de carbono.²⁷

Entretanto, outros grupos funcionais contendo átomos de hidrogênio podem estar combinados com os citados anteriormente, mas possuem muito menos átomos de oxigênio por sítio ativo. Anidridos carboxílicos, lactonas e aldeídos são exemplos disso e estão representados na figura 7 (d), (e) e (f), respectivamente.

Guigon e Klinklin³¹ mostraram que a resistência ao cisalhamento interlaminar tem sido usada para caracterizar a superfície das fibras de carbono baseadas em poliacrilonitrila, onde fibras não tratadas são constituídas principalmente de planos basais e, quando sujeitas ao tratamento oxidativo a interface torna-se filamentar com muitas extremidades, o que resulta numa melhor reatividade entre fibra e matriz, consequentemente melhorando a adesão.

Também estudaram uma técnica alternativa tratando as fibras com amina, onde ocorre a deposição de uma quantidade de nitrogênio de aproximadamente 23% na superfície das mesmas. Como a matriz nunca está em contato direto com as fibras, todas as interações ocorrerão entre as moléculas da resina e os grupos nitrogênio fixados na fibra. Esse tratamento melhora a adesão mas prejudica em parte as propriedades mecânicas do compósito, sendo necessário ressaltar que a melhora citada se sobrepõe aos efeitos prejudiciais.

Medidas da energia de superfície da resina epoxi e um endurecedor amina indicam que a amina é preferencialmente adsorvida na superfície da fibra. O endurecedor pode ser denominado interfase.³⁰

Schultz et. al³² estudaram as características superficiais das fibras de carbono e da matriz epoxi utilizando o método de molhamento, método tensiométrico e a técnica de cromatografia gasosa inversa em fibras não tratadas, fibras oxidadas e fibras revestidas. Os mesmos métodos podem ser utilizados quando os constituintes do compósito são fibras de carbono e resinas termoplásticas.³³



O molhamento entre duas superfícies que estão em contato íntimo, promove forças atrativas interfaciais, onde a adesão surge quando essas forças ultrapassam um determinado valor e produzem com isso uma resistência à separação dos substratos.³⁴ A correlação entre as forças interfaciais pode ser representada como mostra a figura 8.

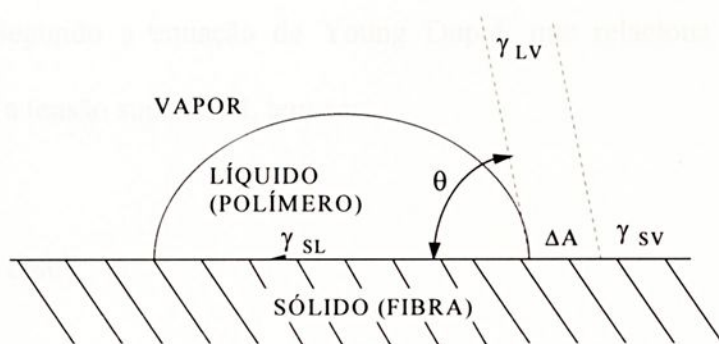


Figura 8 - Interação sólido-líquido-vapor e suas tensões superficiais.³⁴

γ_{SL} = tensão superficial entre sólido e líquido

γ_{SV} = tensão superficial entre sólido e vapor

γ_{LV} = tensão superficial entre líquido e vapor

Com o molhamento resina/fibra, o líquido (resina) espalha-se sobre a superfície da sólido (fibra), ou também pode permanecer na forma de gota, o que possui um ângulo de contato θ definido entre as fases. A mudança na energia livre superficial é acompanhada de um pequeno deslocamento do líquido tal que a

mudança da área da interface do sólido coberta seja ΔA , desprezando a adsorção superficial.

O trabalho de adesão é então dado por:

$$W = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (2)$$

Segundo a equação de Young Dupré, que relaciona o ângulo de contato com a tensão superficial, tem-se:

$$W_a = \gamma_{LV}(1 + \cos\theta) \quad (3)$$

O molhamento ocorre quando as forças de atração sólido-líquido se igualam ou superam as forças de atração líquido-líquido.³⁴

Para determinar a energia de superfície das fibras de carbono através do método de molhamento, é necessário conhecer os ângulos de contato de uma série de líquidos de energia superficial conhecida, na superfície do sólido. Primeiramente uma fibra simples é impregnada por um hidrocarboneto (líquido não polar) e em seguida impregnada por hidrocarboneto e um outro líquido polar não miscível (formamida), determinando assim o ângulo de contato da formamida na fibra em presença do hidrocarboneto, como mostra a figura 9.²⁹

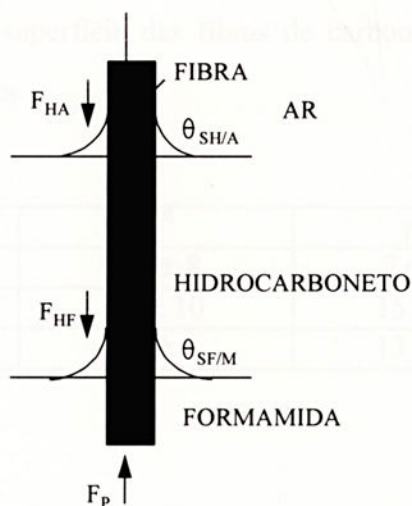


Figura 9 - Representação da técnica de molhamento aplicada à fibra de carbono.²⁹

A energia superficial pode ser descrita como a soma de dois termos, o componente dispersivo γ_s^d e um componente polar γ_s^p , assim:

$$\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^p \quad (4)$$

Como citado anteriormente, a polaridade de uma superfície é um dos fatores que descreve o grau de adesão interfacial, e pelos valores da tabela 5 pode-se confirmar que as fibras oxidadas são mais polares em relação às não tratadas e revestidas.

Tabela 5 - Energia de superfície das fibras de carbono obtida pelo método da molhabilidade (mJ.m⁻²).²⁹

Fibras de carbono	γ_s^d	γ_s^p	γ_s
Não tratadas	50 ± 8	7 ± 3	57
Oxidadas	48 ± 10	15 ± 4	63
Revestidas	34 ± 6	13 ± 3	47

Através de cromatografia gasosa, o estudo é dirigido para o componente de energia superficial dispersivo γ_s^d .

Na cromatografia gasosa³⁵, as partículas de fibra ou resina são trituradas em nitrogênio líquido e colocadas numa coluna de aço inoxidável de 0,6m de comprimento e 4,4 mm de diâmetro interno. O gás de carregamento é o hélio (sonda). A quantidade de sonda injetada corresponde a 10⁻⁴-10⁻³ ppm, garantindo praticamente a diluição infinita.

Essas ótimas condições de trabalho produzem picos simétricos que seguem as leis de linearidade requeridas para a interpretação. A quantidade fundamental de cromatografia gasosa inversa e V_N que é a retenção de volume na rede, é determinado usando:

$$V_N = jD (t_R - t_0)$$

(5)

t_R = tempo de retenção da sonda dada

t_0 = tempo zero de retenção de referência

D = razão de fluxo corrigida

j = fator de correção de acordo com a compressibilidade do gás

Através desse método é possível o estudo das características superficiais da fibra de carbono.

Drzal et. al³⁶, no estudo feito com tratamentos superficiais de fibras de carbono e resina epoxi, verificaram que o maior incremento na resistência ao cisalhamento interfacial, deu-se para fibras com tratamento de superfície oxidativo, o que não ocorreu para fibras não tratadas, ancorando-se no princípio de que tratamentos superficiais removem alguns defeitos presentes nas camadas das fibras.

É importante ressaltar que a adesão e o modo de falha estão correlacionados. O estudo foi realizado através de testes em monofilamentos, onde uma única fibra de carbono é embebida pela matriz epoxi e submetida à tração. Três tipos de fibras de carbono foram testadas; a primeira sem nenhum tipo de tratamento superficial (AU-4); a segunda com tratamento oxidativo (AS-4) e a última com o mesmo tratamento anterior e adição de uma fina camada (100-200nm) de pura resina epoxi sem nenhum agente de cura (AS-4C). Os resultados são apresentados na tabela 6.

Tabela 6 - Resistência ao cisalhamento interfacial (τ) para fibra-única.³⁶

Fibra	Módulo de Elasticidade (Msi)	Resistência a tração (ksi)	τ (psi)	Modo de Falha
AU-4	34	520	5400	Interfacial (fraca)
AS-4	34	520	8900	Interfacial (forte)
AS-4C	34	520	11800	Matriz

O acréscimo na resistência ao cisalhamento interfacial (τ) em fibras AS-4 é devido ao efeito morfológico causado por cauterização na superfície da fibra; a adição de grupos químicos contribui somente parcialmente no acréscimo de τ . Para fibras AS-4C existe mudança de falha interfacial para falha na matriz, perpendicular às fibras.

Donnet e Ehrburger⁹ realizaram um estudo com fibra de carbono e resina epoxi, mostrando que a resistência ao cisalhamento interlaminar era insatisfatoriamente baixa e isso implicou numa fraca ligação fibra/resina. Realizaram então tratamentos de superfície como deposição de vapor químico e tratamentos de oxidação em gás e líquido.

O processo de deposição de vapor químico é difícil e de alto custo, mas os resultados excelentes. Através de deposição *WHISKER* carbetto de silício ou carbono pirolítico, acontece um acréscimo da resistência ao cisalhamento interfacial de um fator de 2 ou 3. Essa melhora deve-se a um aumento da área interfacial que o processo garante.

O tratamento oxidativo em fase gasosa é feito em ar ou oxigênio a 400 e 500°C e confere ao material um aumento na resistência ao cisalhamento interlaminar na ordem de 2 a 3, mas o processo é de difícil controle devido à degradação das fibras pelo calor.⁹

Na fase líquida agentes de oxidação como ácido nítrico, hipoclorito de sódio e permanganato de potássio e soluções de peróxidos são usados.³⁷ Tratamentos de fibras anódicas em vários eletrólitos é o processo mais utilizado pela indústria.

Agentes de oxidação produzem um aumento da área superficial, mas é interessante ressaltar que a quantidade de oxigênio permanece praticamente constante antes e depois do tratamento de superfície, o que só pode ser observado por espectroscopia eletrônica de raio-X. Isso mostra que o oxigênio inativo presente em fibras não tratadas é substituído por oxigênio ativo, o que promove a adesão.³¹

A adesão interfacial pode ser estudada através da técnica de fragmentação, onde uma fibra de carbono elementar embebida em matrix epoxi é submetida a uma tensão uniaxial longitudinal (na direção da fibra).



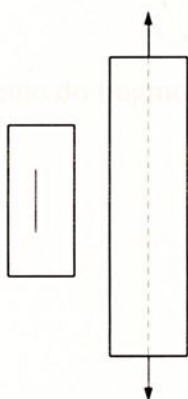


Figura 10 - Técnica de fragmentação.²⁹

Pela aplicação da força de tração a fibra é quebrada em diversos fragmentos até que a resistência ao cisalhamento da interface (τ) é alcançada e calculada através da média do comprimento dos filamentos e pela resistência a tração da fibra nesse comprimento médio.

O método da fragmentação é utilizado para fibras de carbono devido a sua simplicidade e aplicabilidade boa para as mesmas. O comprimento dos fragmentos pode ser determinado por microscopia ótica ou emissão acústica. Um valor médio da resistência ao cisalhamento então pode ser determinada através da expressão abaixo²⁸:

$$\tau = \frac{\sigma_f d}{2l_c} \quad (6)$$

onde: τ resistência ao cisalhamento interfacial

σ_f ... resistência a tração num comprimento crítico da fibra

d ... diâmetro da fibra

l_c ... Média do comprimento do fragmento no estado de saturação l_f

$$l_c \approx \frac{4l_f}{3} \quad (7)$$

O conhecimento de l_c determina a resistência ao cisalhamento interfacial (τ) que é a capacidade da interface em transferir a tensão da matriz para a fibra. A máxima resistência ao cisalhamento $\tau_{\text{máx}}$ nas extremidades dos fragmentos e a média da resistência ao cisalhamento podem determinar o comprimento l_c dos fragmentos e a resistência à tração das fibras de carbono nesse comprimento. O comprimento dos fragmentos é determinado utilizando um microscópio ótico enquanto que o comprimento crítico e a resistência à tração são obtidos através da estatística de Weibull.^{35,38,39}

A estatística de Weibull é frequentemente descrita como o modelo do elo mais fraco, utilizada para analisar falha de materiais frágeis e descreve a probabilidade do mais fraco elemento em uma corrente de elementos falhar, causando a falha da espécie. Este pesquisador desenvolveu uma equação empírica, que relaciona a probabilidade de falha com a tensão aplicada.



$$P = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (8)$$

σ_0 ... parâmetro de escala

m... parâmetro de forma

Estes parâmetros são obtidos através de um tratamento estatístico, de um certo número de dados de resistência, geralmente medidos por testes de tração.^{40,41}

Huang e Young⁴² verificaram o comportamento de um compósito fibra de carbono/epoxi com a resina curada a 80°C e à temperaturas mais baixas de cura, utilizando o teste de fragmentação convencional e a espectroscopia Raman, e concluíram que a resistência ao cisalhamento interfacial aumenta no primeiro caso devido a existência de uma pressão radial na interface, o que gera um desequilíbrio do coeficiente de expansão térmica na interface durante o resfriamento.

Na figura 11, uma fibra de carbono P55 (precursor piche) de comprimento 10 mm impregnada, curada a baixa e alta temperatura foi submetida a tração:

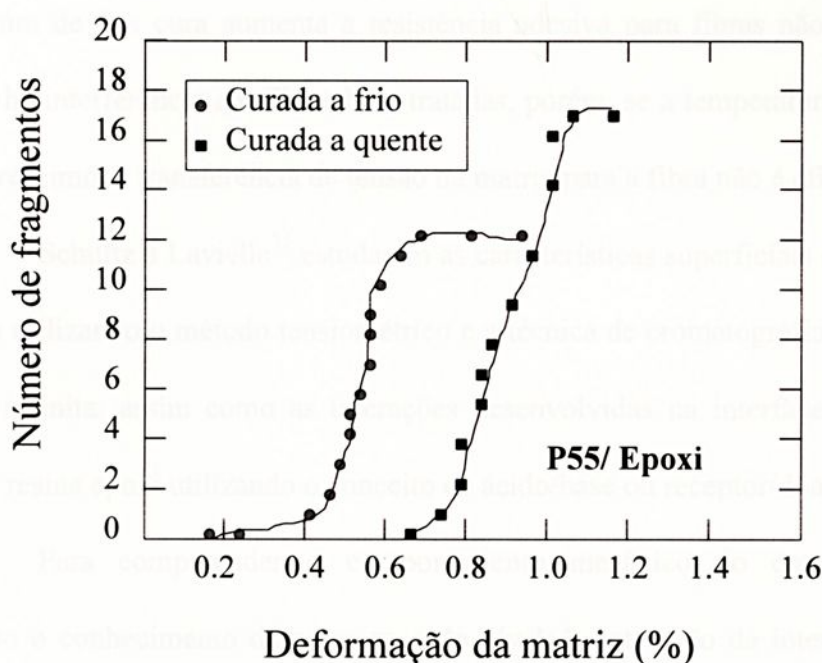


Figura 11 - Teste de fragmentação - fibras de carbono submetidas a tensão para sistemas a baixas e altas temperaturas de cura.⁴²

O número de fragmentos para altas temperaturas é aproximadamente 0,33% maior do que para temperaturas mais baixas a uma mesma tensão aplicada à matriz, e a diferença na tensão que cada curva suporta explica a existência de tensões compressivas residuais em fibras curadas à altas temperaturas, devido ao resfriamento posterior que sofrem.⁴²

Buxton e Baillie²⁶ advertiram que em muitos testes em compósitos não são consideradas as reais condições de temperatura e umidade em que os componentes são submetidos em serviço. As pequenas mudanças no tratamentos das fibras e na temperatura de cura podem alterar as propriedades interfaciais. Verificaram por comparação entre dois tipos de compósitos que o acréscimo da

temperatura de pós cura aumenta a resistência adesiva para fibras não tratadas, mas não há interferência em fibras bem tratadas, porém, se a temperatura de teste sofrer acréscimo, a transferência de tensão da matriz para a fibra não é eficiente.²⁶

Schultz e Lavielle³⁵ estudaram as características superficiais da fibra e da resina utilizando o método tensiométrico e a técnica de cromatografia gasosa à diluição infinita, assim como as interações desenvolvidas na interface fibra de carbono/ resina epoxi utilizando o conceito de ácido/base ou receptor/doador.

Para compreender o comportamento mecânico do compósito é necessário o conhecimento da natureza e do nível de interação da interface. No caso de ligações físicas a energia de interação pode ser diretamente calculada pela energia livre de superfície dos sólidos em contato.³⁵

De acordo com os estudos desenvolvidos, fortes interações são desenvolvidas somente entre um ácido e uma base, sendo que materiais de mesma característica possuem interação específica zero. Para o estudo considera-se um líquido ou um sólido como ácido e base.

Drzal et. al³⁶ verificaram nos testes interfaciais aplicados às fibras de carbono/resina epoxi, onde as forças de tração são transferidas da matriz para as fibras através das forças de cisalhamento na interface e porque a máxima deformação da fibra é muito menor que a máxima deformação da matriz, a fibra fratura em pequenos pedaços dentro da matriz. Quando carregamentos maiores são aplicados, o processo da fratura continua até o ponto onde as tensões

interfaciais não mais induzem fratura nas fibras. Esse ponto é chamado comprimento crítico de transferência (l_c).

Guigon e Klinklin³¹ sugeriram quatro mecanismos para o acréscimo da adesão fibra/matriz:

- a) remover os contaminantes da superfície que podem bloquear alguns sítios ativos, visto que, exposições de superfícies ativadas pelo ar resultam em uma forte camada fisissorvida de água, que por sua vez, inibirá a reação desejada com a resina epoxi;
- b) A remoção das camadas de carbono originalmente juntas proporciona uma superfície mecanicamente segura para que as moléculas da resina possam aderir;
- c) A produção de microreforços onde as moléculas da resina possam penetrar, promovendo um efeito micromecânico chave;
- d) A criação de novos sítios ativos devido ao ataque de áreas faltosas nos planos basais e enxerto de funções reativas são devidas ao eletrólito usado para o tratamento de superfície.

Uma das formas utilizadas por Hull³ para a medição da resistência interfacial é realizada considerando-se primeiramente uma interface perfeita, onde dois sólidos elásticos A e B, sendo fibra e resina respectivamente, estão ligados e são testados numa tensão uniaxial, sendo que a resistência interfacial é menor que a resistência de ambos, A e B, coerentemente, a separação ocorre na interface à uma tensão crítica (σ_c) como mostra a figura 12 (a).

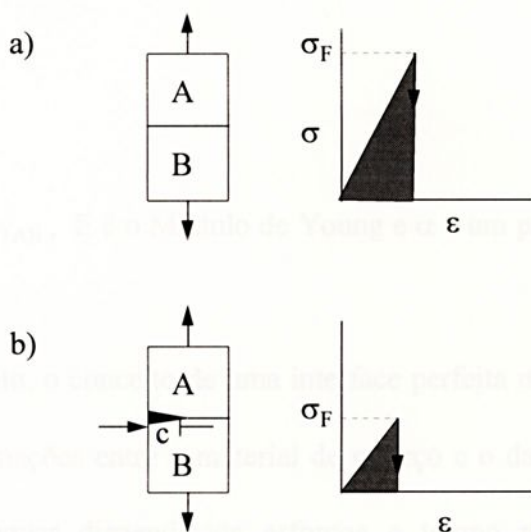


Figura 12 - Representação da medição da resistência interfacial. a) dois sólidos elásticos sem defeito na interface, b) dois corpos elásticos com defeito interfacial.³

O trabalho por unidade de área W_a ; hachurado na figura é dado por:

$$W_a = \frac{1}{2} \sigma_F \epsilon = \gamma_A + \gamma_B - \gamma_C \quad (9)$$

onde γ_A , γ_B e γ_{AB} são respectivamente as tensões superficiais do sólido A, do sólido B e da interface.

Na figura 12(b), devido a uma pequena trinca interfacial, o comprimento de fratura do sólido ou tensão crítica será dado por:

$$\sigma_F = \left(\frac{\alpha E \gamma_s}{c} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (10)$$

onde $\gamma_s = \gamma_A + \gamma_B + \gamma_{AB}$, E é o Módulo de Young e α é um parâmetro geométrico de forma da trinca.³

Entretanto, o conceito de uma interface perfeita não é válido devido à variedade de combinações entre o material de reforço e o da matriz, assim, cada novo compósito requer dispendiosos esforços e tempo para criar aceitáveis condições interfaciais.³⁶

Um método chamado *microbond* tem sido aplicado com frequência para a medida direta das propriedades interfaciais fibra/resina, e consiste em carregar em tração fibras individuais molhadas com duas ou três gotículas de material orgânico, medindo a força requerida para separar o filamento. O descolamento é conduzido pelo movimento de um equipamento de tração, numa velocidade de ensaio de 1mm/min; em sequência, o carregamento é transferido para o corpo de prova até que um valor crítico é alcançado e o saca-fora do filamento ocorre. Os dois tipos de falha são registrados em equipamento auxiliar.⁴³

A medida da força (pico) onde ocorre descolamento, é calculada pela expressão 11:

$$\tau = \frac{F}{\pi dl} \quad (11)$$

τ ... tensão de cisalhamento

F ... força de descolamento (pico)

d ... diâmetro da fibra

l ... comprimento da fibra embebida pela resina.

A força normal medida é convertida em resistência ao cisalhamento através da análise da adesão usando modelos micromecânicos; seis a doze fibras simples são testadas para obter estatísticas aceitáveis.⁴⁴

Caldwell¹¹ coloca que a questão de otimização da interface é complexa e sem muitas respostas. A melhor interface para um compósito não é necessariamente aquela de maior resistência; o estado de tensão do compósito em serviço deve ser considerado, assim como as propriedades do material da matriz.

A adição de camadas de fibras de carbono na forma de SiC dão integridade estrutural em compostos reforçados por fibras de vidro, pois reduzem a adesão interfacial; o que é recomendável pois, do contrário, o compósito exibe baixa deformação na falha e fratura frágil.⁴⁵

É frequentemente desejável promover a falha interfacial ao invés da falha da matriz, especialmente em compostos contendo matrizes frágeis;

entretanto é possível desenvolver ligações interfaciais que são tão fortes que permitem uma melhor performance do compósito como um todo, à partir de modelos de micromecanismos de elementos finitos que tratam a interface como uma fase separada.^{16,23,29,45}

Pardini e Martins⁴ supõem que quando a adesão fibra/matriz é grande pode-se esperar uma fragilidade, pois se a interface é forte, o compósito todo falha quando a fibra mais fraca romper, ou seja, a resistência à tração será baixa e a falha catastrófica.

Se a interface é fraca, uma fissura tende a se propagar ao longo da mesma e o compósito se comporta como um feixe de fibras, mas se a interface é resistente, o mesmo tenderá a falhar na direção normal à fibra, comportando-se como um material homogêneo com propagação de trinca desordenada. Logo, a resistência adesiva deve ser proporcionada a cada ponto ao longo da interface de modo que a tensão máxima possa ser transferida da matriz para o reforço.

Brian et. al⁴⁷ verificaram que os tratamentos superficiais das fibras de carbono via plasma (Ar, O₂, CF₄/ O₂, N₂/H₂) têm sido utilizados para melhorar a adesão fibra/matriz. O tratamento foi realizado através da técnica de fibra única , enquanto que os aspectos químicos e morfológicos são caracterizados através de espectroscopia fotoeletrônica de raio-X e microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Os tratamentos citados anteriormente são realizados separadamente, assim, o plasma Ar geralmente introduz sítios ativos na superfície, que são

capazes de reagir com uma atmosfera de oxigênio; plasma O_2 introduz oxigênio através da reação direta; plasma CF_4/O_2 70:30 contém flúor e oxigênio e seu efeito é essencialmente de cauterização e oxidação e o plasma N_2/H_2 2:1 introduz grupos amina que são conhecidos como agentes de cura para a resina epoxi.

A melhora adesiva, verificada somente para plasma O_2 e plasma N_2/H_2 têm diferentes interpretações, mas a mais provável é a formação de ligações químicas fortes entre a fibra e a matriz polimérica.⁴⁷

O conceito de uma interface bidimensional entre fibra e matriz abre caminho para a evolução de uma região tridimensional denominada interfase, que é formada por resíduos de matriz não polimerizados, impurezas, componentes poliméricos sem reagir, vazios, etc. Nessa região, reações químicas, mudanças volumétricas e tensões residuais podem ser geradas. Existem então limitações intrínsecas no máximo nível de resistência ao cisalhamento para as diversas combinações fibra/matriz, que depende da resistência ao cisalhamento da interfase formada.³⁹

Um fator preocupante é que a interfase entre as fibras e o polímero termofixo falha de forma frágil, antes do escoamento.²²

Superfícies oxidadas e embebidas pela matriz mostram camadas de interfase pronunciadas de aproximadamente 3000nm, assim, como a formação da interfase é dependente da superfície das fibras, a mesma é desprezível com a adição de camadas protetoras fenólicas.⁴⁸

Uma alta resistência adesiva não leva necessariamente a um compósito com propriedades otimizadas³⁵, porque uma interface fraca desvia a propagação e torna-se caminho preferencial para trincas, intensificando dessa forma a resistência dos compostos.²⁸

Existe uma resistência à tração ótima para um certo nível de interface e tensão da matriz elástica. Um valor de tensão elástica maior ou menor que a desejada causa a perda da resistência do compósito como resultado de um aumento da concentração de tensão local e do aumento da região de influência de distúrbios locais. Uma ligação ótima entre fibra e matriz é responsável pelas propriedades dinâmicas, estáticas e resistência ao meio ideais. Assim acredita-se que uma interface muito forte, aumenta a resistência estática em geral, porém produz fragilidade, enquanto que uma interface mais fraca resulta na resistência adequada a fratura do compósito.¹⁹

A análise de vazios em um composto é primordial para a compreensão de sua influência em termos de interface, pois a resistência ao cisalhamento interlaminar (ILSS) decresce cerca de 7% para cada 1% de vazios, após 4%, a taxa de decréscimo diminui¹. No caso específico para o material em estudo, dados teóricos revelam um decréscimo da ILSS de $6 \pm 4\%$.⁴⁹

A dependência interface/vazios é tão forte que, no caso de compósitos reforçados com fibras de vidro, a presença de somente 1% de vazios pode ocasionar a entrada de moléculas de água na superfície das fibras. A absorção de água leva a uma redução geral das propriedades do compósito, e isso é atribuído a

degradação da ligação interfacial. Quando a resina epoxi é curada de forma errônea, a cinética de adsorção de água é efetiva.⁵⁰

Os vazios surgem no material quando ocorre molhamento incompleto das fibras pela resina, proporcionando um aprisionamento de ar, ou quando produtos voláteis estão presentes durante o ciclo de cura da resina. O volume de vazios presentes pode ser determinado através da técnica de contagem de pontos ou por análise termogravimétrica. Esta última foi utilizada no presente trabalho.³

A aplicação do *vacuum bag* e pressão em autoclave são utilizados em produção industrial durante o processo de cura de matrizes termofixas para minimizar a porcentagem de vazios nos compósitos. A redução dos mesmos inicia-se somente acima da aplicação de pressão isostática de 400 KPa, em aproximadamente 5000 KPa a redução é significativa e é otimizada acima de 7000 KPa onde o nível de vazios é inferior a 3%.⁵¹ Um baixo conteúdo de vazios maximiza a resistência dos compósitos.⁵²

Existe um outro processo onde a cura da resina termofixa é realizada em microondas industrial, mas a literatura reserva sua aplicação para compostos onde o reforço é a fibra de vidro e onde a temperatura de transição T_g da mesma deve ser considerada.⁵²

A análise termogravimétrica pode também determinar o volume de fibras existente no material, assim como o método de digestão ácida, utilizando ácido sulfúrico, peróxido de hidrogênio ou ácido nítrico como agentes de remoção de resina, sendo ambos destrutivos.⁵³



CAPÍTULO 3 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

O discernimento consiste em saber até onde se pode ir.

Jean Cocteau
(1889-1963)

No presente trabalho foi estudado o aspecto interfacial de um compósito constituído por fibra de carbono como material de reforço e resina epoxi como matriz.

O procedimento experimental constou de testes de tração e compressão, visando determinar as propriedades mecânicas do compósito; análise termogravimétrica para determinação da fração volumétrica dos dois constituintes, suas respectivas densidades e análise de vazios; análise por microscopia eletrônica de varredura para visualização do(s) modo(s) de fratura e determinação do comportamento interfacial.

3.1 - Material

O material para confecção dos corpos de prova de tração e compressão foram obtidos de uma placa preparada com o reforço colocado somente em uma direção, denominado assim unidirecional, possibilitando a retirada dos mesmos a 0° (direção da fibra) de uma placa originalmente produzida na forma de L. As



amostras foram obtidas por corte em serra circular com disco diamantado e confeccionadas pela EMBRAER - São José dos Campos.

3.2 - Corpos de Prova

Para os ensaios de tração foram confeccionados 7 (sete) corpos de prova segundo a norma ASTM D 3039⁵⁴ como mostra a figura 13. Para os ensaios de compressão foram confeccionados 6 (seis) corpos de prova segundo a norma ASTM D 3410⁵⁵, indicados na figura 14.

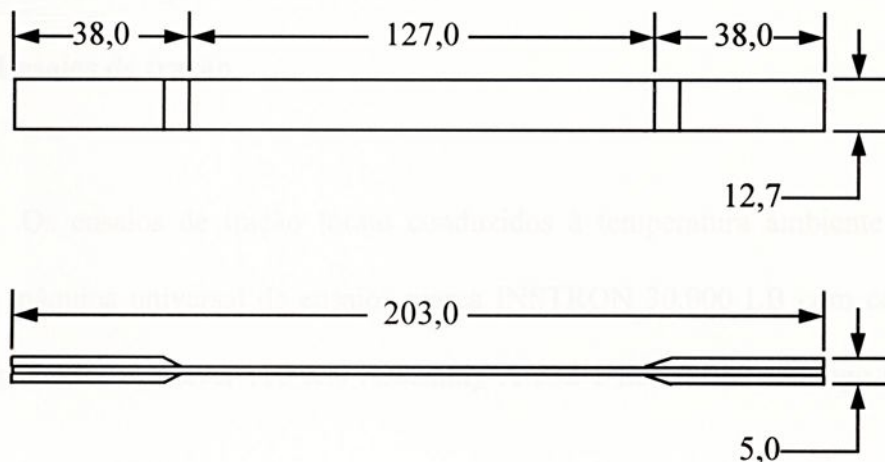


Figura 13 - Corpo de prova para ensaio de tração, dimensões em mm (ASTM D 3039).

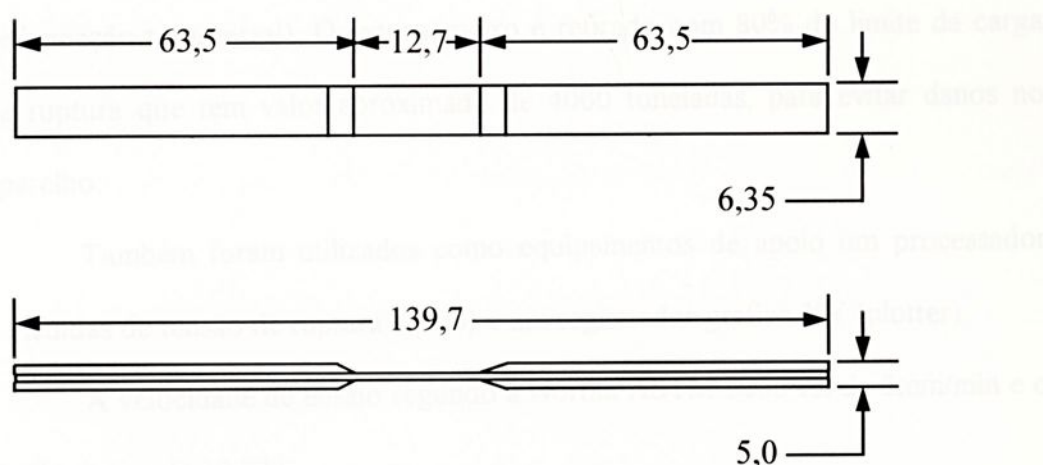


Figura 14 - Corpo de prova para ensaio de compressão, dimensões em mm (ASTM D 3420).

3.3 - Ensaios de tração

Os ensaios de tração foram conduzidos à temperatura ambiente (25°C) numa máquina universal de ensaios marca INSTRON 30,000 LB com célula de carregamento reversível 150 KN Assembly A 532-1 Serial 087 catálogo n 2512-304.

O procedimento para a realização dos ensaios teve início com o alinhamento do CDP no equipamento e a colocação de um extensômetro biaxial de 25mm no corpo de prova e tempo de estabilização do mesmo de 15 minutos (obter deformação 0 (zero) nos dois strains - strain 1: deformação axial e strain 2:

deformação transversal). O extensômetro é retirado com 80% do limite da carga de ruptura que tem valor aproximado de 4000 toneladas, para evitar danos no aparelho.

Também foram utilizados como equipamentos de apoio um processador (medidas de tensão de ruptura e pico) e um registrador gráfico XY (plotter).

A velocidade de ensaio segundo a Norma ASTM 3039 foi de 2mm/min e o fundo de escala 30 KN.

Na figura 15 está representado o equipamento utilizado.

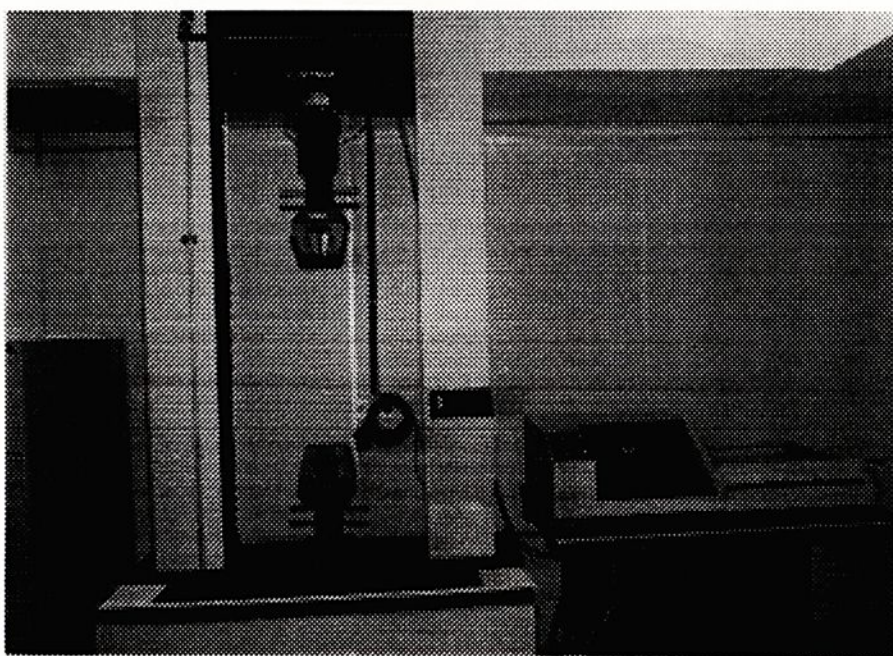


Figura 15 - Equipamento de tração

3.4 - Ensaio de compressão

Os ensaios de compressão foram conduzidos à temperatura ambiente (25°C) no mesmo equipamento mencionado anteriormente, diferenciando-se apenas pelos dispositivos utilizados para o posicionamento do corpo de prova no equipamento de ensaio conforme a Norma ASTM D 3410 e pela velocidade de ensaio que foi de 1,27 mm/min. Os dispositivos citados estão apresentados na figura 16.

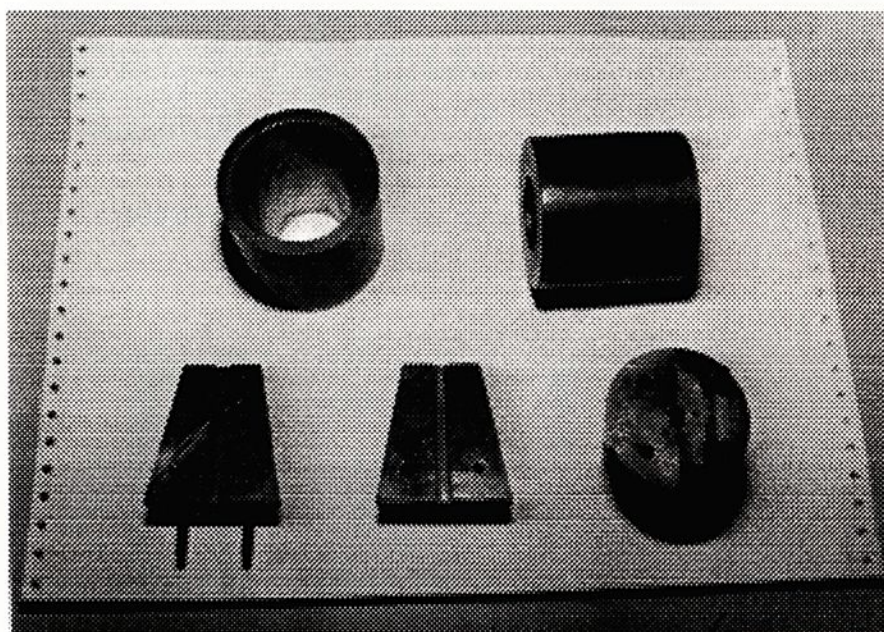


Figura 16 - Dispositivos para equipamento de compressão

Nas figuras 17 e 18 estão representados os corpos de prova de tração e compressão anteriores aos ensaios, respectivamente.

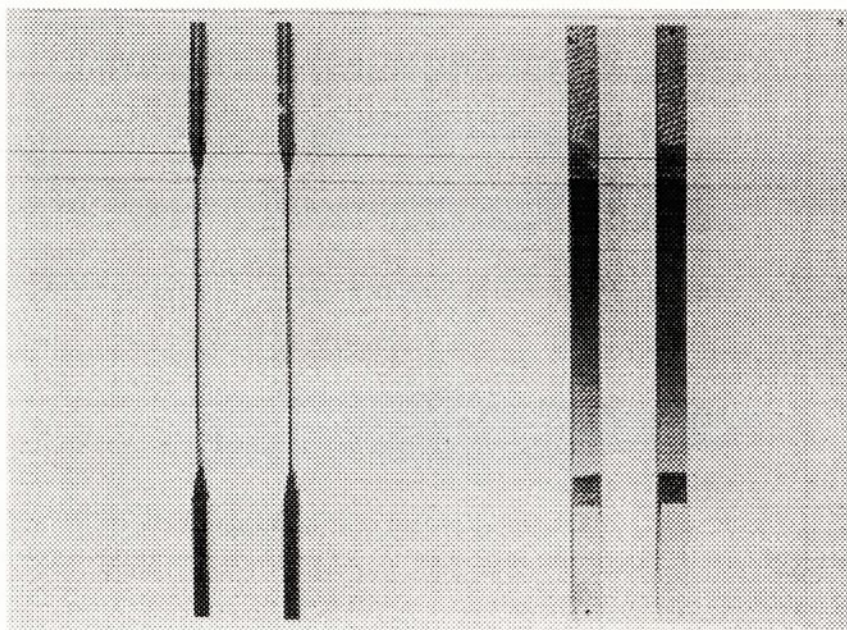


Figura 17 - Corpos de prova anterior aos ensaios (tração)

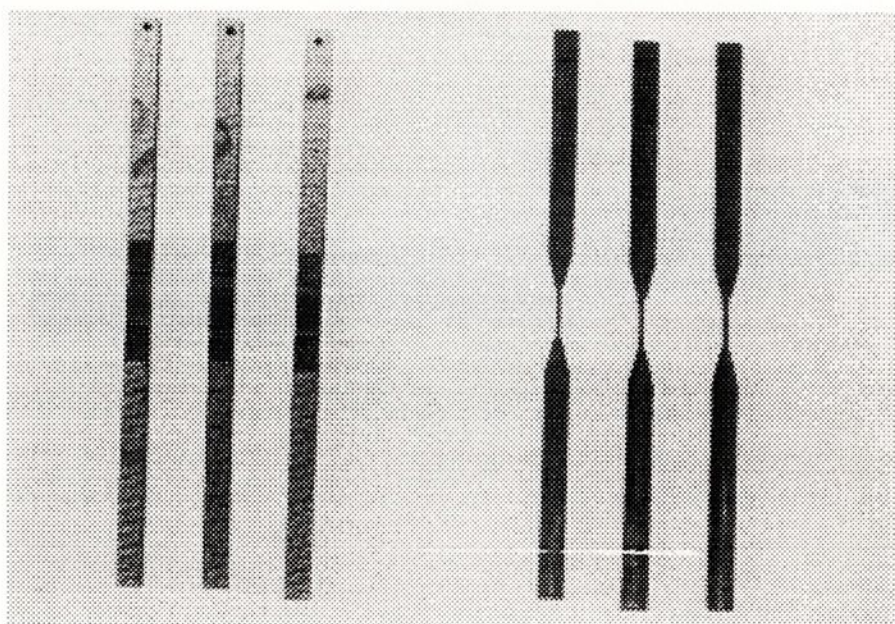


Figura 18 - Corpos de prova anterior aos ensaios (compressão)

Nas figuras 19 e 20 estão representados os corpos de prova de tração e compressão ensaiados, respectivamente.

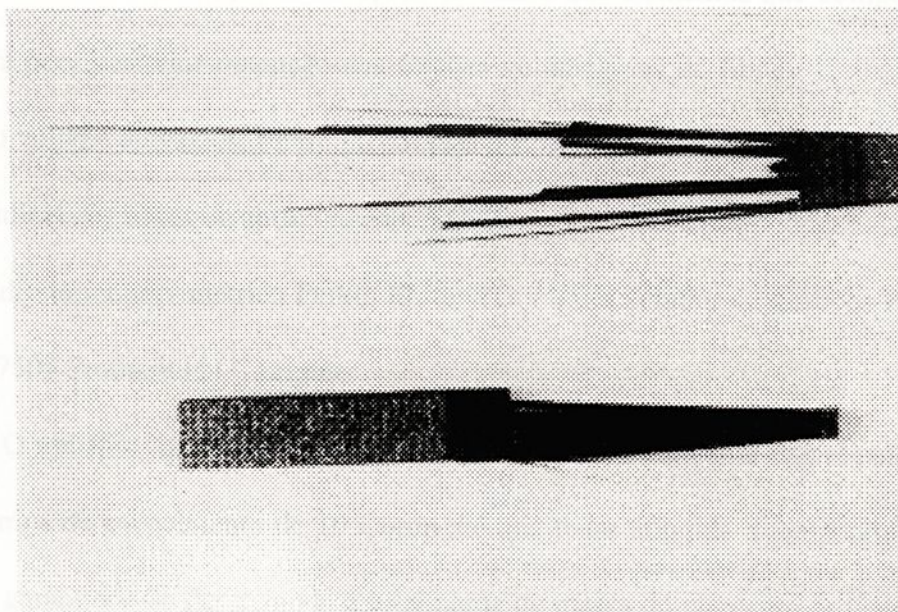


Figura 19 - Corpo de prova submetido à teste de tração unidirecional

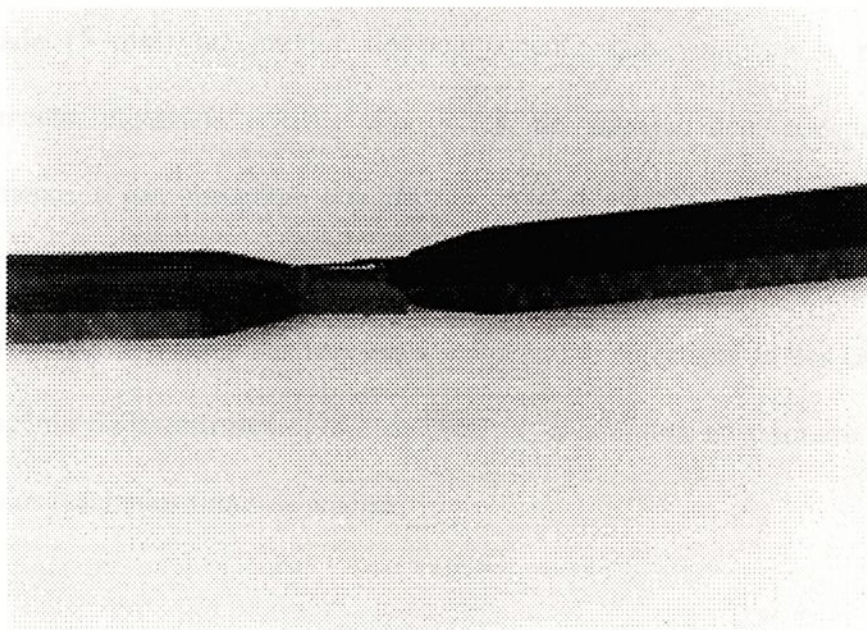


Figura 20 - Corpo de prova submetido à teste de compressão unidirecional

3.7 - Análise termogravimétrica

3.7.1 Análise por microscópio eletrônico de varredura

Para a determinação das frações de massa dos elementos que compõem a amostra para posterior obtenção das frações volumétricas de fibra e resina, bem como o volume de vazios, foram preparadas 3 (três) amostras extraídas no sentido longitudinal das fibras de aproximadamente 10 mg e toda a análise conduzida num analisador termogravimétrico Perkin Elmer TG 7 e um gerador de gráficos Perkin Elmer 7500 Professional Computer.

O trabalho foi executado a partir da temperatura ambiente empregando-se uma rampa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até que fosse atingida a temperatura de 650°C , garantindo-se desse modo a total perda de massa do elemento orgânico da amostra.

A queima é realizada através de uma resistência contida numa câmara pressurizada (5 atm) no interior do equipamento que volatiliza a resina, posteriormente eliminada através dos gases de arraste, que podem ser, separadamente, o gás nitrogênio e o gás oxigênio. A escolha comumente recai sobre o primeiro gás, pois os ensaios indicam que o oxigênio interage com as fibras provocando a queima das mesmas à temperaturas inferiores às dos ensaios com nitrogênio onde essa interação é desprezível, o que gera no primeiro caso, alteração dos resultados finais da análise.



3.6 - Análise por microscopia eletrônica de varredura

De cada corpo de prova foi retirada uma amostra contendo a superfície de fratura. As amostras para análise de fratura foram recobertas por ouro e analisadas num microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca JXA 6400 Eletron Probe Microanalyser e posteriormente fotografadas. As regiões analisadas possuem aumentos variando de 200 a 4.000.

CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E ANÁLISE

O pesquisador que não souber o que está procurando não compreenderá o que encontrar.

Claude Bernard
(1813-1878)

4 - Resultados e análise

4.1 - Resultados obtidos de fração volumétrica e densidade

Neste estudo, dois gases de queima foram utilizados e seus resultados discutidos e analisados graficamente, conforme figuras 21 e 22, indicadas a seguir.

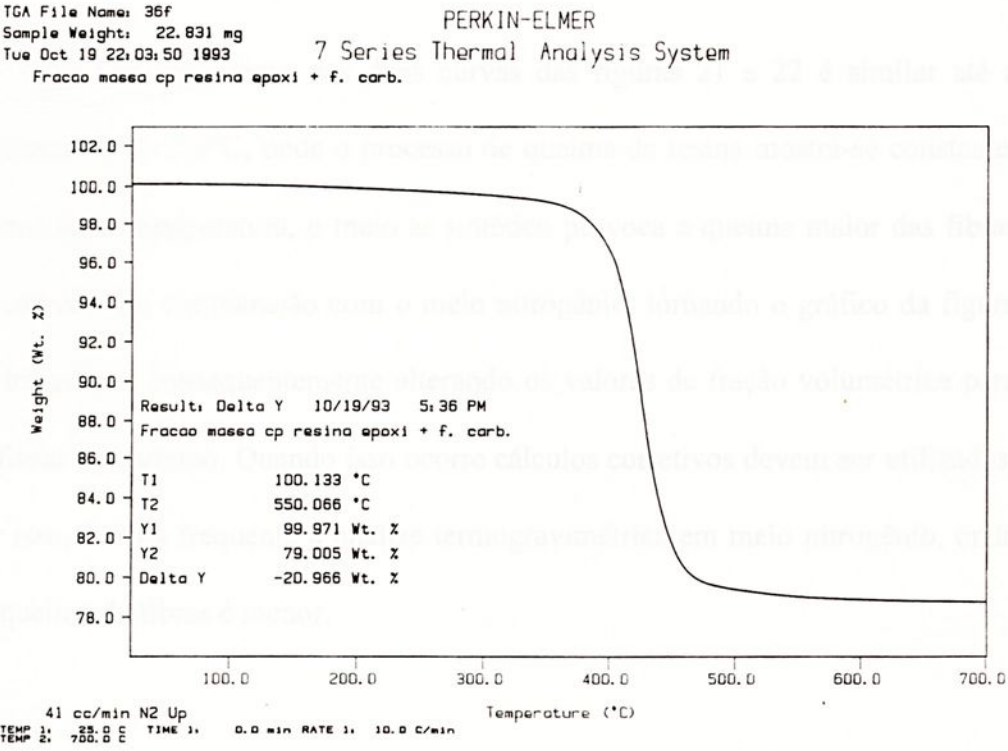


Figura 21 - Fração volumétrica - meio nitrogênio

TGA File Name: 37f
 Sample Weight: 16.888 mg
 Tue Oct 19 19:38:34 1993
 PERKIN-ELMER
 7 Series Thermal Analysis System
 Fração massa cp resina epoxi + f. carb.

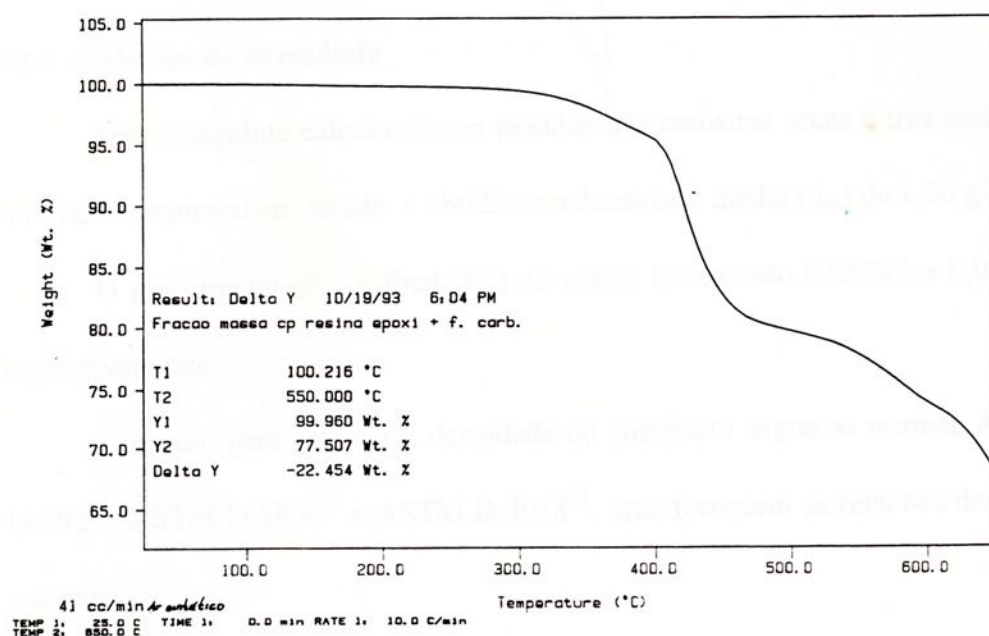


Figura 22 - Fração volumétrica - ar sintético

O comportamento das duas curvas das figuras 21 e 22 é similar até a temperatura de 400°C, onde o processo de queima da resina mostra-se constante. Acima dessa temperatura, o meio ar sintético provoca a queima maior das fibras de carbono em comparação com o meio nitrogênio, tornando o gráfico da figura 22 irregular e conseqüentemente alterando os valores de fração volumétrica para as fibras de carbono. Quando isso ocorre cálculos corretivos devem ser utilizados, por isso, é mais frequente a análise termogravimétrica em meio nitrogênio, onde tal queima de fibras é menor.

4.1.1 - Cálculos de densidade

Para o seguinte cálculo, foram pesadas três amostras secas e três amostras imersas do material em estudo e obtida uma densidade média (d_m) de 1,56 g/l.

O peso inicial (P_{ai}) e final (P_{af}) do arame imerso são 0,05240 e 0,05247, respectivamente.

O ensaio para calcular a densidade do composto segue as normas ASTM D-792⁵⁶, ASTM D 3800⁵⁷ e ASTM D 4018⁵⁸, que fornecem as relações descritas a seguir:

4.1.1.1 - Cálculo do peso médio do arame obtido em duas pesagens (P_{am})

$$P_{am} = \frac{P_{ai} + P_{af}}{2} = 0,05244g \quad (12)$$

4.1.1.2 - Cálculo da densidade (d)

$$d = \frac{P_s}{P_s + P_{am} - P_i} \quad (13)$$

O fluido utilizado no ensaio é a água desmineralizada e a temperatura ambiente durante o mesmo foi de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

Como a densidade da água varia com a temperatura, faz-se necessário o cálculo da densidade corrigida.



4.1.1.3 - Cálculo da densidade corrigida (d_c)

$$d_c = 0,9975 d_m = 1,56 \text{ g / ml} \quad (14)$$

Para o cálculo de volume de fibras e volume de resina no material é mostrada uma sequência de etapas que devem ser seguidas:

4.1.1.4 - Cálculo da porcentagem média de resina (r_m)

A porcentagem média de resina é obtida a partir da média entre dois valores (20,966 e 21,925%) de porcentagem de resina conforme análise do TGA com gás nitrogênio:

$$r_m = 21,45\%$$

4.1.1.5 - Cálculo da porcentagem corrigida da fibra (f_c)

$$f_c = (100 - r_m) + 2,072 = 80,62\% \quad (15)$$

O valor catalogado 2,072 refere-se ao fator de correção da fibra queimada.

4.1.1.6 - Cálculo da porcentagem corrigida da resina (r_c)

$$r_c = 100 - f_c = 19,38\% \quad (16)$$



4.1.1.7 - Cálculo do volume de vazios (v_v)

Este cálculo está em conformidade com a Norma ASTM D2734⁵⁹ que estabelece a seguinte relação

$$v_v = 100 - d_c \left(\frac{r_c + f_c}{d_r d_f} \right) = 3,73\% \quad (17)$$

A densidade da resina (d_r) e das fibras (d_f) são 1,2083 e 1,765 respectivamente e foram retiradas do catálogo do fabricante.

4.1.1.8 - Cálculo do volume de resina (v_r)

$$v_r = r_c \frac{d_c}{d_r} = 25,01\% \quad (18)$$

4.1.1.9 - Cálculo do volume de fibras (v_f), segundo a Norma ASTM D3171⁶⁰

$$v_f = f_c \frac{d_c}{d_f} = 71,26\% \quad (19)$$

O diagrama da figura 23 mostra os valores obtidos de fração volumétrica

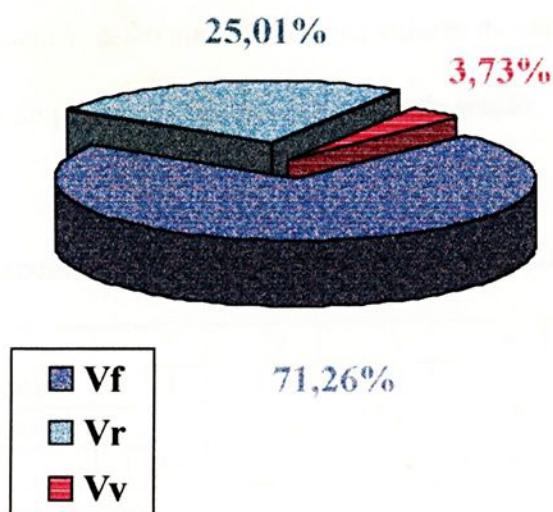


Figura 23 - Fração volumétrica das fibras, resina e vazios.

A porcentagem de vazios esperada em compósitos para fins estruturais e de qualidade aeronáutica é da ordem de 1% e para aplicações gerais uma porcentagem de vazios em torno de 5% é considerada boa. O compósito em estudo apresentou uma porcentagem da ordem de 3%. Um número de vazios 3 vezes maior que o esperado deve ser um alerta para que uma reavaliação dos processos de fabricação utilizados seja feita.

4.2 - Ensaio de tração

Na tabela 7, estão apresentados os valores de espessura, largura e área dos 7 (sete) corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

Tabela 7 - Espessura, largura e área dos corpos de prova para ensaio de tração

TRAÇÃO	1	2	3	4	5	6	7
espessura(mm)	1,3	1,2	1,3	1,2	1,2	1,2	1,2
largura(mm)	12,3	12,6	12,6	12,5	12,6	12,6	12,4
área(mm ²)	15,99	15,12	16,38	15,00	15,12	15,12	14,88

As tabelas 8 a 14 indicam os valores de carga e deformação para os corpos de prova ensaiados:

Tabela 8 - Carga e deformação na tração (CDP 1)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0072	0,0454
8	-0,0140	0,0892
12	-0,0206	0,1318
16	-0,0439	0,2144
20	-0,0593	0,2502

Carga máxima: 33400 N

Ruptura: 31590N (área menor)



Tabela 9 - Carga e deformação na tração (CDP 2)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0079	0,0512
8	-0,0140	0,0908
12	-0,0205	0,1342
16	-0,0268	0,1766
20	-0,0757	0,2390

Carga máxima: 33180 N
Ruptura: 31870N

Tabela 10 - Carga e deformação na tração (CDP 3)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0072	0,0464
8	-0,0141	0,0905
12	-0,0206	0,1335
16	-0,0476	0,2070
20	-0,0537	0,2478

Carga máxima: 33020 N
Ruptura: 32400N

Tabela 11 - Carga e deformação na tração (CDP 4)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0069	0,0466
8	-0,0134	0,0906
12	-0,0198	0,1337
16	-0,0673	0,2127
20	-0,0737	0,2541

Carga máxima: 30200 N
Ruptura: 29520N

Tabela 12 - Carga e deformação na tração (CDP5)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0069	0,0464
8	-0,0133	0,0899
12	-0,0194	0,1323
16	-0,0484	0,1785
20	-0,0662	0,2299

Carga máxima: 33120 N
Ruptura: 32400N

Tabela 13 - Carga e deformação na tração (CDP6)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0070	0,0468
8	-0,0135	0,0911
12	-0,0257	0,1674
16	-0,0362	0,2049
20	-0,0422	0,2461

Carga máxima: 31170 N
Ruptura: 30260N

Tabela 14 - Carga e deformação na tração (CDP7)

P(KN)	E _y	E _x
4	-0,0066	0,0464
8	-0,0127	0,0903
12	-0,0185	0,1330
16	-0,0394	0,1828
20	-0,0511	0,2246

Carga máxima: 32030 N
Ruptura: 28110N

4.2.1 - Cálculo do limite de resistência (σ_t)

$$\sigma_t = \frac{P}{bd} \quad (20)$$

sendo: σ_t limite de resistência

P (máx)..... carga máxima

b..... largura

d..... espessura

$$\text{CDP 1} \quad \sigma_{t1} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{33400 \text{ N}}{15,99 \text{ mm}^2} = 2089 \text{ MPa}$$

$$\text{CDP 2} \quad \sigma_{t2} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{33180 \text{ N}}{15,12 \text{ mm}^2} = 2194 \text{ MPa}$$

$$\text{CDP 3} \quad \sigma_{t3} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{33020 \text{ N}}{16,38 \text{ mm}^2} = 2016 \text{ MPa}$$

$$\text{CDP 4} \quad \sigma_{t4} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{30200 \text{ N}}{15,00 \text{ mm}^2} = 2013 \text{ MPa}$$

$$\text{CDP 5} \quad \sigma_{t5} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{33120 \text{ N}}{15,12 \text{ mm}^2} = 2190 \text{ MPa}$$

$$\text{CDP 6} \quad \sigma_{t6} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{31170 \text{ N}}{15,12 \text{ mm}^2} = 2062 \text{ MPa}$$

$$\text{CDP 7} \quad \sigma_{t7} = \frac{P(\text{máx})}{\text{Área}} = \frac{32030 \text{ N}}{14,88 \text{ mm}^2} = 2153 \text{ MPa}$$



4.1.3 - Cálculo da média aritmética

$$\bar{x} = \sum \frac{x_i}{n} \quad (21)$$

$$\bar{x} = 2102,4 \text{ MPa}$$

4.1.4 - Cálculo do desvio padrão

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}} \quad (22)$$

$$S_x = 77,3 \text{ MPa}$$

4.1.5 - Cálculo do coeficiente de Poisson

Os cálculos foram efetuados somente para o CDP 1 de tração pois os resultados para os outros corpos de prova são similares, ou seja, próximos a 0,3.

$$\nu = \frac{\epsilon_{yy}}{\epsilon_{xx}} \quad (23)$$

$$\frac{25}{12,7} = 1,968 \text{ fator de correção}$$

$$\text{CDP 1: } \nu_{1.1} = \frac{0,0072}{0,0454} = 0,15859 \times 1,968 = 0,312$$

$$\nu_{1.2} = 0,309$$

$$\nu_{1.3} = 0,308$$

$$\nu_{1.4} = 0,403$$

$$\nu_{1.5} = 0,466$$

4.1.6 - Cálculo do módulo de elasticidade

$$E = \frac{PA}{L\Delta l} \quad (24)$$

P...carga (lida no gráfico - inclinação reta)

$$122 \times 120 = 14640$$

$$\Delta l = 69 \times 0,00263 = 0,1815789$$

L... gage do extensômetro = 25 mm

A... área diferente para cada cdp

$$\text{CDP 1: } E_1 = (12600/0,12361) \times (25/15,99) = 146783 \text{ MPa} = 147 \text{ GPa}$$

$$\text{CDP 2: } E_2 = (10800/0,13421) \times (25/15,12) = 144464 \text{ MPa} = 144 \text{ GPa}$$

$$\text{CDP 3: } E_3 = (9840 /0,11046) \times (25/16,38) = 135962 \text{ MPa} = 136 \text{ GPa}$$

$$\text{CDP 4: } E_4 = (12600/0,13676) \times (25/15,00) = 153554 \text{ MPa} = 154 \text{ GPa}$$

$$\text{CDP 5: } E_5 = (11400/0,12624) \times (25/15,12) = 149312 \text{ MPa} = 149 \text{ GPa}$$

$$\text{CDP 6: } E_6 = (11640/0,1315) \times (25/15,12) = 146358 \text{ MPa} = 146 \text{ GPa}$$

$$\text{CDP 7: } E_7 = (11400/0,12624) \times (25/14,88) = 151721 \text{ MPa} = 152 \text{ GPa}$$

- Média: $\bar{x} = 146,8 \text{ GPa}$

- Desvio Padrão : $S_x = 5,9 \text{ GPa}$



A análise indica uniformidade dos resultados. O valor médio do limite de resistência a tração é 2102 MPa e o desvio padrão 77,3 MPa. Para o módulo de elasticidade, obteve-se $E = 146,8 \text{ GPa}$ e $S_x = 5,9 \text{ GPa}^{61}$.

4.3 - Ensaio de compressão

Na tabela 15, estão apresentados os valores de espessura, largura e área dos 6 (seis) corpos de prova utilizados nos ensaios de compressão.

Tabela 15 - Espessura, largura e área dos corpos de prova para ensaio de compressão

CDP	1	2	3	4	5	6
espessura(mm)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
largura(mm)	6,2	6,2	6,2	6,2	5,8	6,3
área(mm ²)	7,44	7,44	7,44	7,44	6,96	7,56

As tabela 16 indica os valores de carga e extensão para os corpos de prova ensaiados:

Tabela 16 - Valores de carga e extensão na compressão

CDP	1	2	3	4	5	6
carga máxima (N)	7252	7619	7615	7321	6680	7538
extensão	0,76	1,12	1,24	0,82	1,09	0,77

Os valores de limite de resistência foram calculados através da expressão 25 e estão apresentados na tabela 17.

$$\sigma_t = \frac{P}{A} \quad (25)$$

Tabela 17 - Limites de resistência na compressão

CDP	1	2	3	4	5	6
σ_t (N/mm ²)	975	1024	1024	984	960	997

- Média: $\bar{x} = 994$ MPa

- Desvio Padrão $S_x = 26,2$ MPa

Os valores do limite de resistência à compressão, com média igual a 994 MPa e desvio padrão 26,1 MPa . Os valores obtidos para os limites de resistência em tração e compressão e para o módulo de elasticidade estão de acordo com o especificado para as aplicações do compósito.

As curvas originais dos ensaios de tração e compressão para todos os CDPs testados, encontram-se no apêndice.

4.4 - Microscopia eletrônica

As superfícies de fratura dos corpos de prova rompidos através dos ensaios de tração e compressão, foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura e serão mostradas nas figuras a seguir. As características das fibras, da resina e da interface serão comentadas a cada fotografia resumidamente e detalhadas ao final da exposição.

4.4.1 - Tração

As fotografias apresentadas nas figuras 24 a 39 representam as superfícies de fratura resultantes dos ensaios de tração.

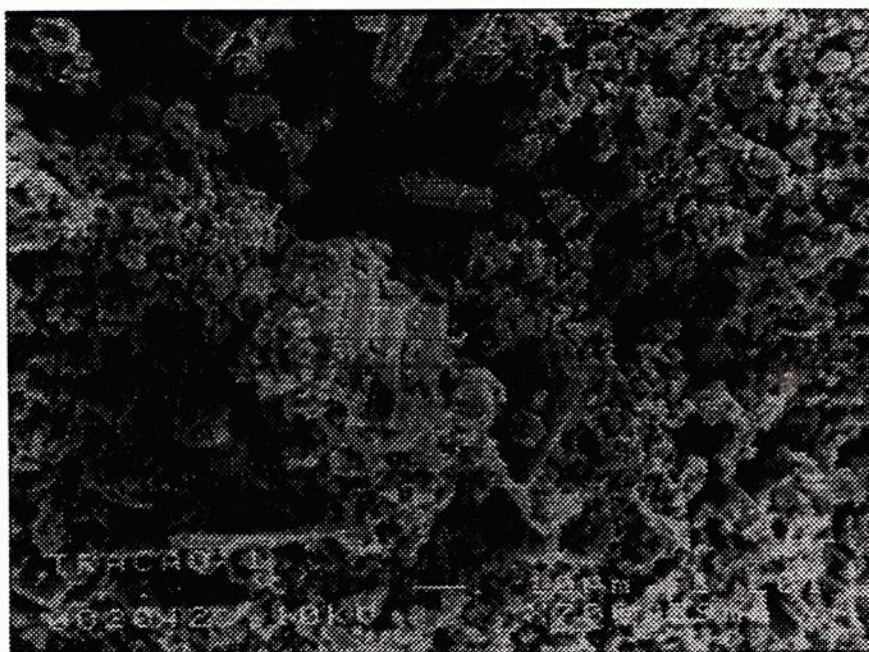


Figura 24 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.

CDP 1 (700X).



Figura 25 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.

CDP 1 (1000X).

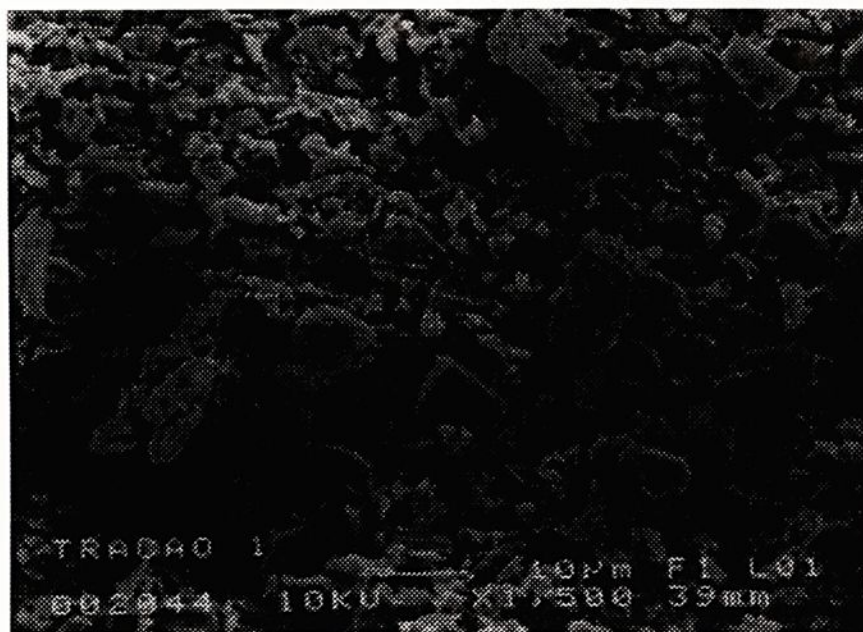


Figura 26 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 1 (1500X).

As figuras 24, 25 e 26 apresentam as superfícies de fratura da amostra 1. Na figura 24 pode ser observado o aspecto frágil da resina. Na figura 25, uma região da borda da amostra e na fotografia 26, os pedaços soltos das fibras podem significar quebra na usinagem na preparação para o MEV. As características de fratura do CDP 2 estão indicadas nas figuras 27, 28 e 29.

Figura 27 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi CDP 2 (1500X)

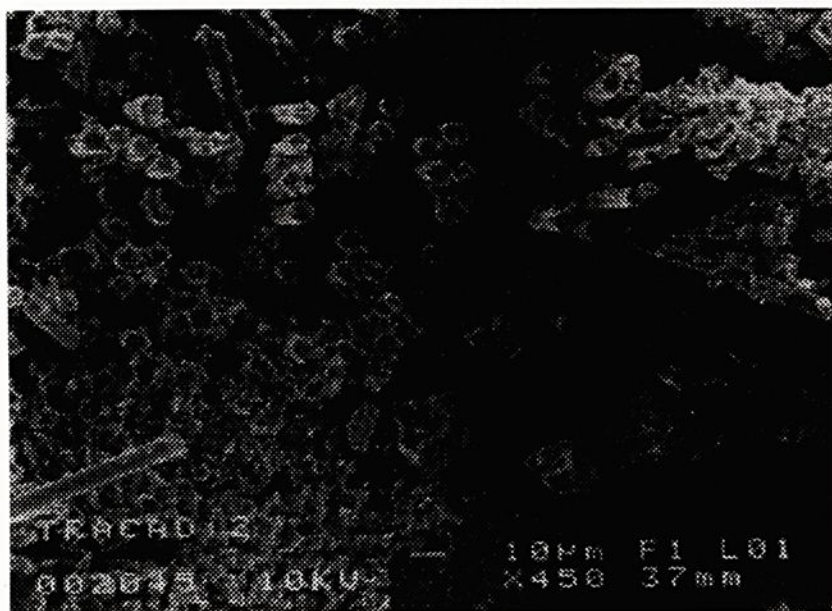


Figura 27 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 2 (450X).



Figura 28 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 2 (4000X).

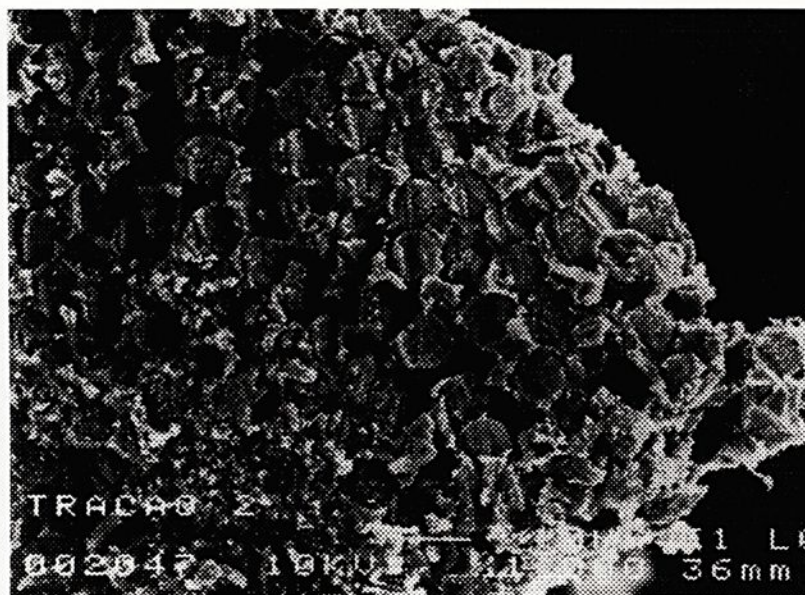


Figura 29 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 2 (1000X).

Na fotografia representada na figura 27, pode ser observado que a resina está cobrindo muito bem a fibra, mas não está acoplando-se a ela mesma. Na figura 28 observa-se o aspecto frágil de fratura sendo que a parte rugosa indica região possível de propagação da trinca.

A figura 29 indica a mesma região da 28; região da borda com tendência à perturbação da microestrutura.

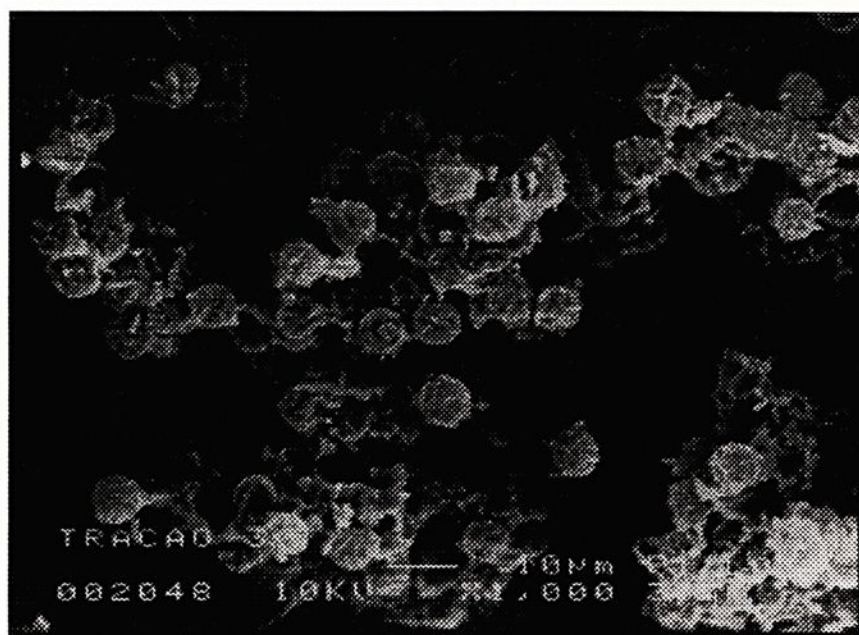


Figura 30 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 3 (1000X).

O aspecto frágil de fratura na amostra 3 pode ser observado na figura 30.

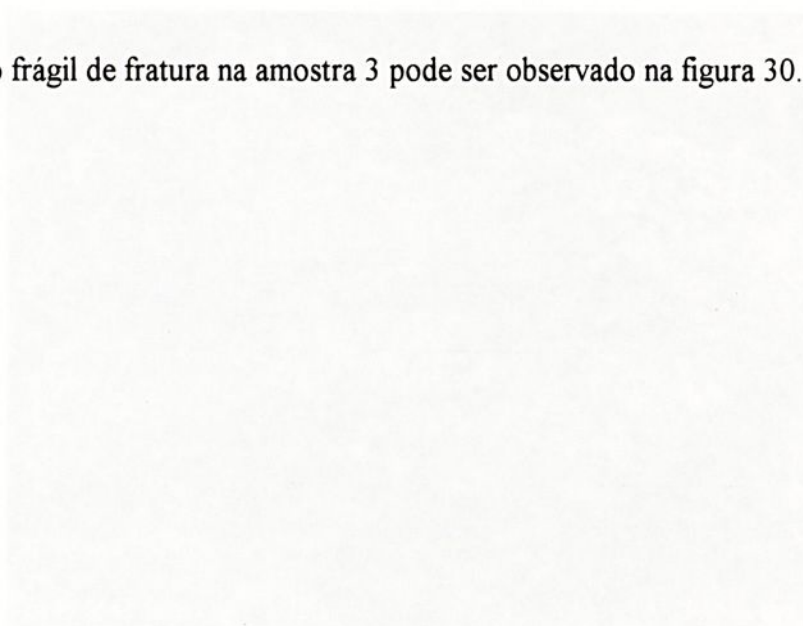


Figura 32 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 4 (1000X).



Figura 31 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 4 (200X).

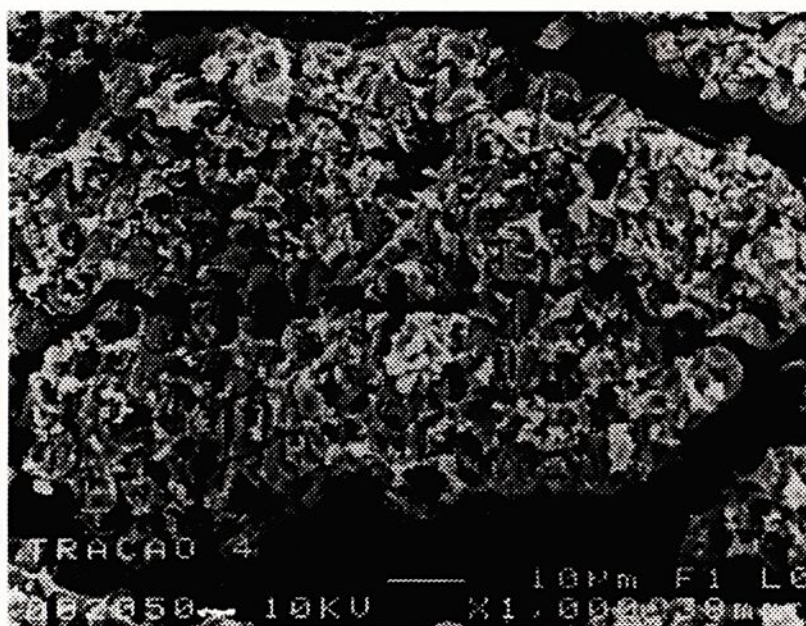


Figura 32 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 4 (1000X).



Figura 33 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 4 (3000X).

As figuras 31, 32 e 33 indicam o comportamento do CDP 4. Na figura 31, pode ser observada a separação de planos pelo fato da relação resina-resina estar fraca. A foto 32 indica a mesma região da figura 31, apresentando trincas na resina e a 33 indica uma fratura homogênea, característica de compósito ensaiado em tração.

A figura 34 apresenta o CDP 5, indicando fratura homogênea com acúmulo de material de matriz.

Figura 34 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 5 (100X).

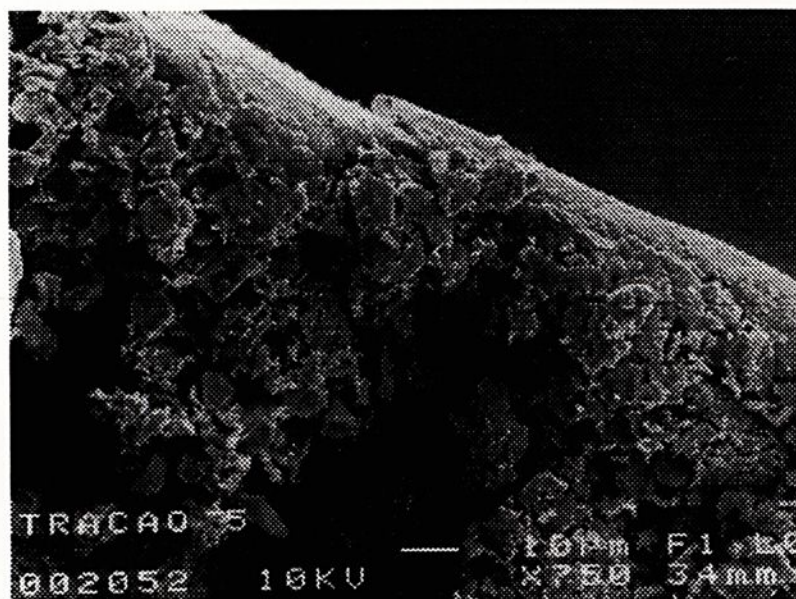


Figura 34 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 5 (750X).

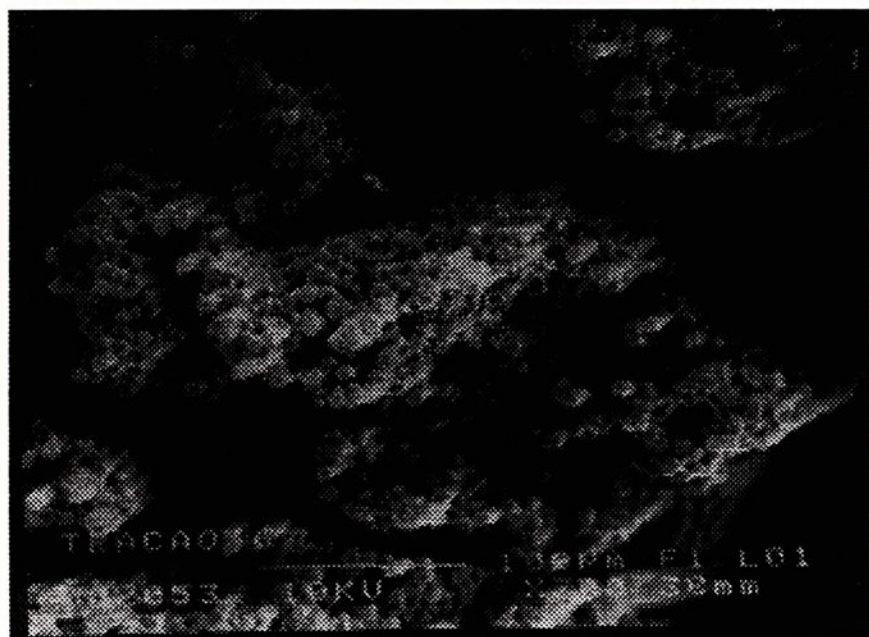


Figura 35 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 6 (300X).

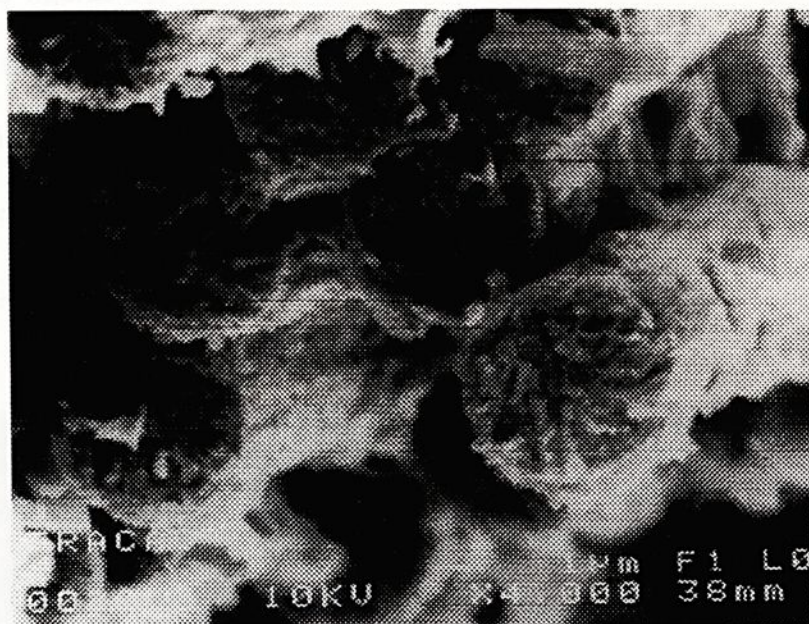


Figura 36 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 6 (4000X).



Figura 37 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 6 (2.700 X).

As figuras 35, 36 e 37, relativas a amostra 6 indicam, respectivamente, interface forte entre fibra e resina, resina e fibra com boa adesão e interface forte, do contrário, a fibra sairia lisa de dentro da matriz.

As características de fratura do CDP 7, estão apresentadas nas figuras 38 e 39.

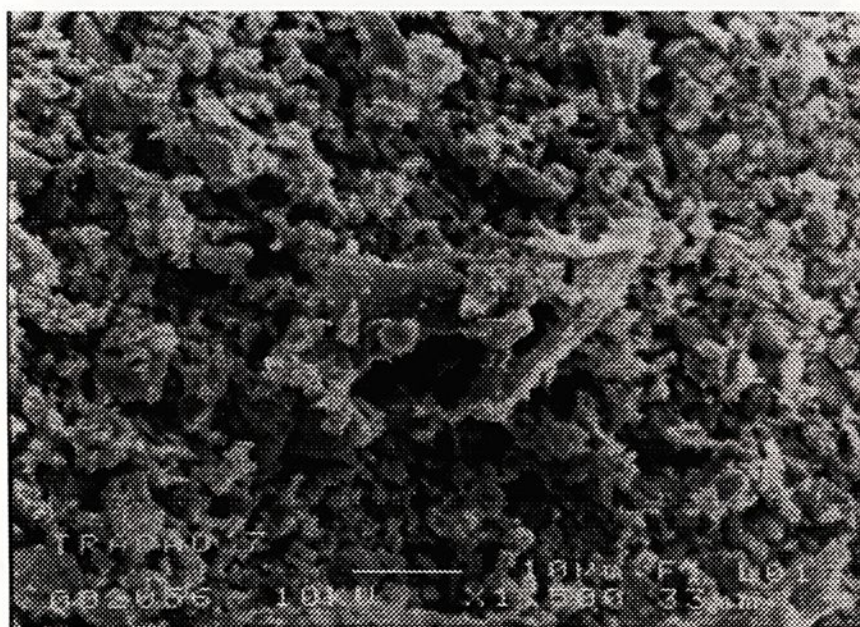


Figura 38 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 7 (1500X).



Figura 39 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 7 (700X).

A figura 38 indica ausência de flexibilizantes; consequentemente, resina frágil. Na fotografia 39, o aspecto frágil da fratura está bem caracterizado.

4.4.2 - Compressão

As fotografias apresentadas nas figuras 40 a 54 representam as superfícies de fratura resultantes dos ensaios de compressão

As superfícies de fratura do CDP 1 estão apresentados nas figuras 40, 41 e 42.



Figura 40 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 1 (450X).



Figura 41 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 1 (1700X).



Figura 42 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 1 (600X).

Na figura 40 pode ser observada uma fenda lateral na amostra. A ocorrência de micro flambagem, característica de ensaios de compressão em compósitos, está apresentada na fotografia 41. Na figura 42 é visível a separação resina-resina, devido a possível acúmulo de vazios.



Figura 43 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 2 (600X).

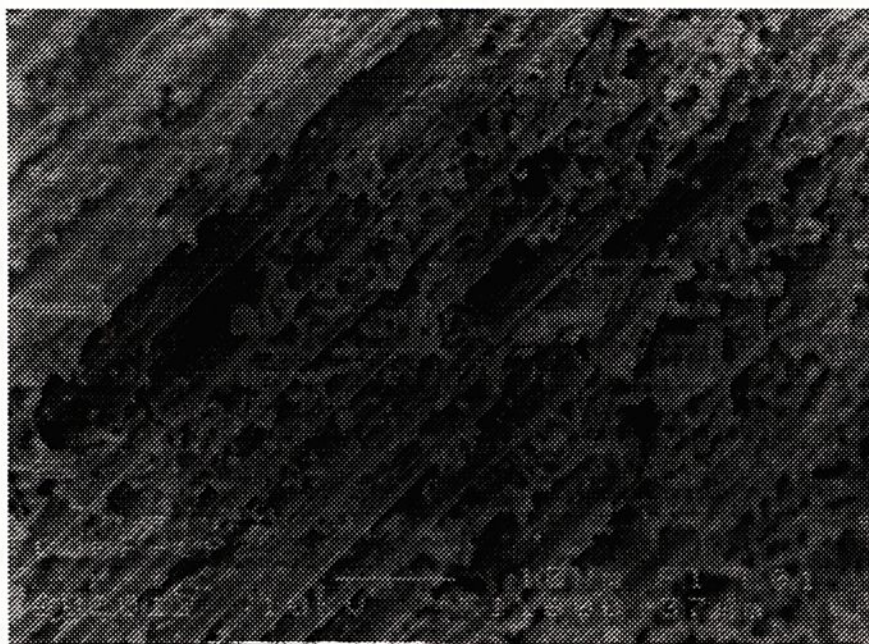


Figura 44 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 2 (1600X).



Figura 46 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 3 (500X).

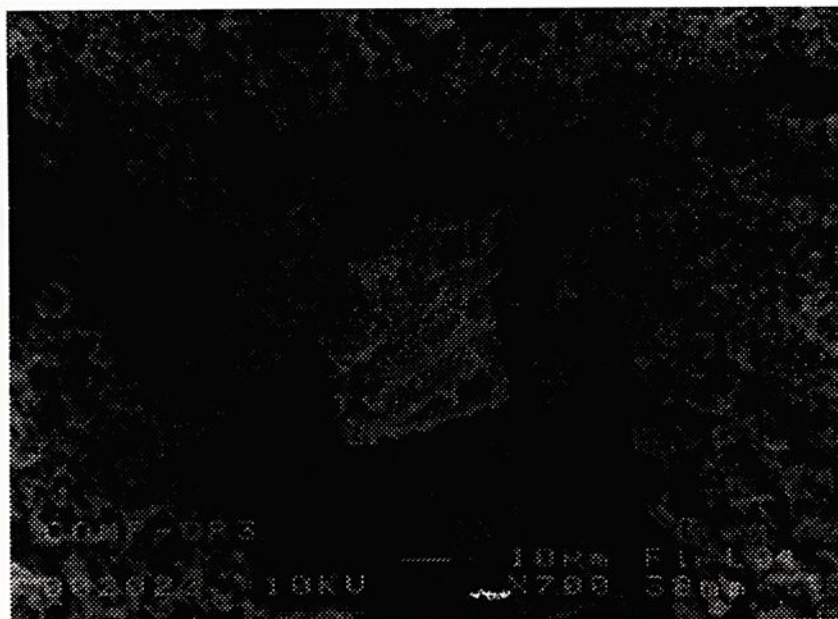


Figura 47 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 3 (700X).

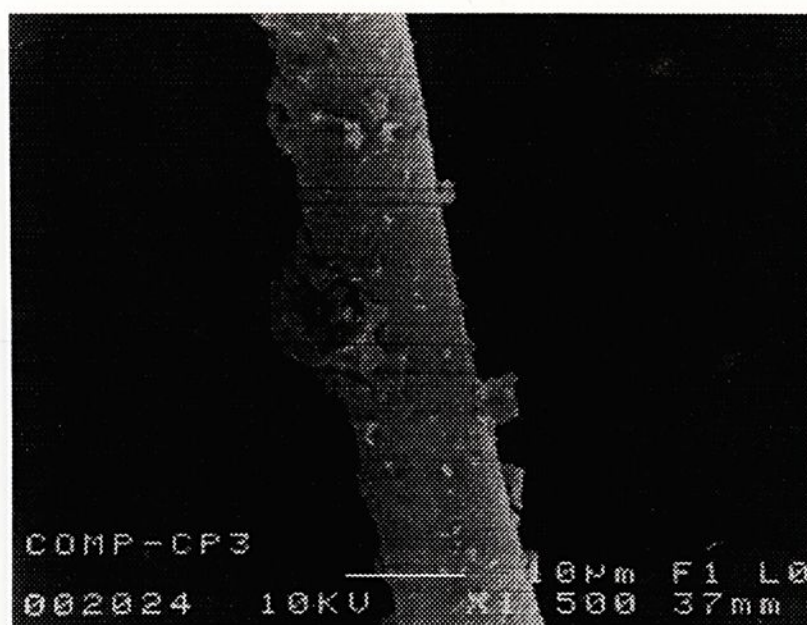


Figura 48 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 3 (1500X).

O aspecto de fratura frágil com micro flambagem das extremidades das fibras da amostra 4 está indicado na figura 49.

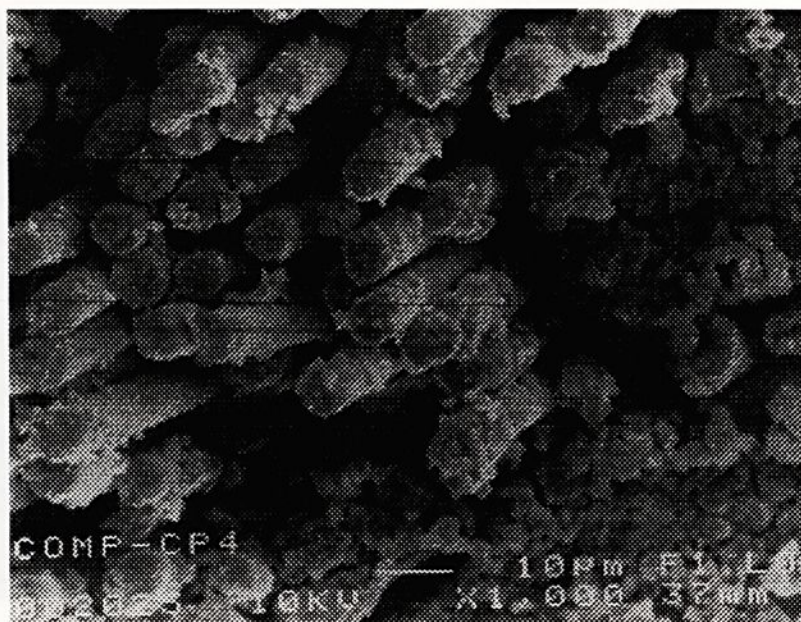


Figura 49 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 4 (1000X).

As figuras 50, 51 e 52 fazem referência a amostra 5.

Figura 50 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 5 (1000X).



Figura 50 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 5 (1000X).



Figura 51 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi.
CDP 5 (600X).

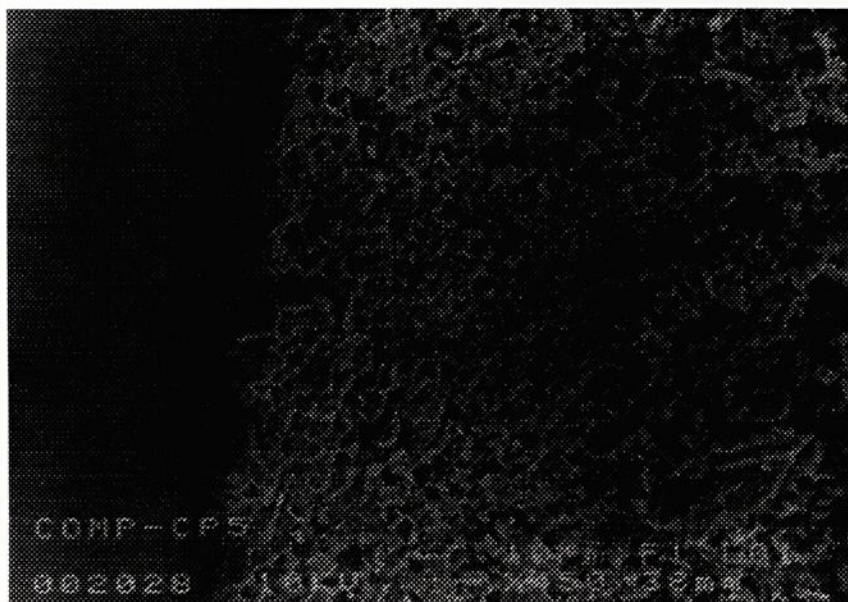


Figura 52 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 5 (450X).

A figura 50 apresenta um acúmulo de resina e fibras devido ao esmagamento. A 51 mostra degraus de fratura e a fotografia 52 indica buracos na superfície devido ao arrancamento de fibras, o que significa boa adesão.

As figuras 53 e 54 indicam, para o CDP 6, boa distribuição das fibras no material e formação de degraus, respectivamente.

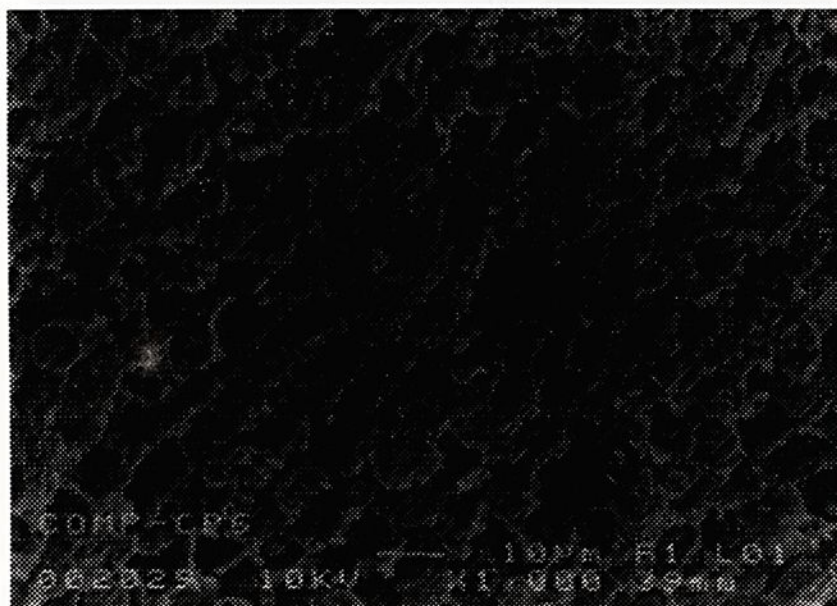


Figura 53 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 6 (1000X).

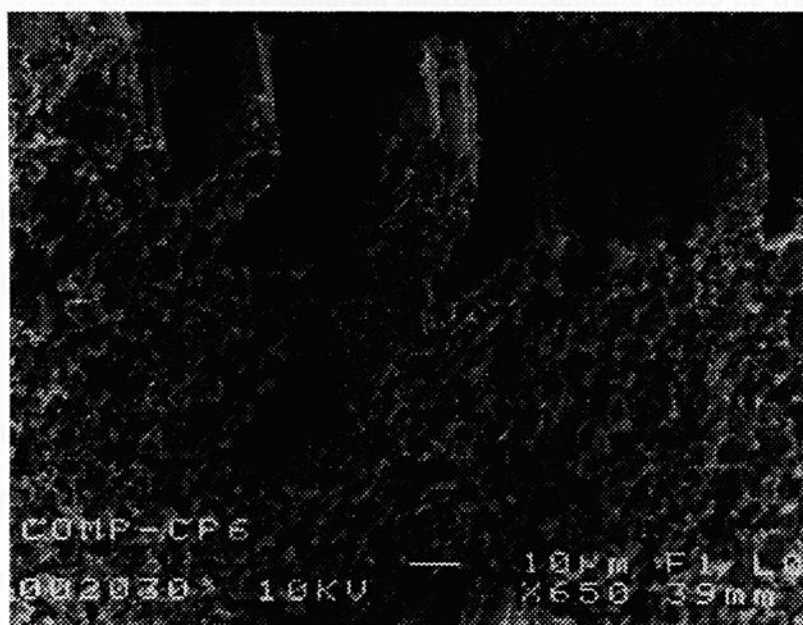


Figura 54 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 6 (650X).

000310

FACULDADE DE ENGENHARIA
DE GUARATINGUETA
BIBLIOTECA



Figura 55 - Superfície de fratura do composto fibra de carbono/resina epoxi. CDP 6 (200X).

Todas as amostras apresentaram microscopicamente modo de fratura frágil. A resistência a tração é muito grande porque as fibras estão quebrando, caso contrário a resina quebraria e as fibras seriam arrancadas.

Verificou-se a presença de interface forte devido à relação fibra/ resina encontradas a cada amostra. Quando não há interface forte, só ocorre a ancoragem mecânica e ficam “furos na matriz”, que não são observados. A análise indica ainda que o limite de resistência à tração do composto é alto pois a fratura ocorre no reforço (fibra).

Em compressão não ocorre rompimento pela fratura e sim por micro flambagem ou delaminação, devido ao esmagamento das fibras e à tensão de compressão longitudinal. A formação de degraus é devida à não homogeneidade do material em estudo.

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES

1. A contribuição desse estudo é no sentido do conhecimento profundo de vários fatores que regem o comportamento interfacial do compósito fibra de carbono/resina epoxi para otimização do sistema.
2. O material utilizado neste trabalho, foi fornecido nas condições de estudo. Não foi feita nenhuma alteração quer seja da resina ou na fibra, pois o mesmo é empregado deste modo, para fins estruturais.
3. Os corpos de prova de tração e compressão foram retirados a 0° em relação à orientação das fibras e confeccionados de acordo com as normas ASTM D 3039 e ASTM D 3410, respectivamente.
4. As propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração e compressão indicam, através da comparação com o banco de dados existente, que os resultados estão de acordo com o esperado para os fins aos quais o material se destina. Para a tração, o valor médio do limite de resistência e o desvio padrão foram 2102 MPa e 77,3 MPa e para compressão, 994 MPa e 26,2 MPa, respectivamente.
5. A porcentagem de vazios esperada em compósitos para fins estruturais é da ordem de 1% e para aplicações gerais 5%. O compósito em estudo apresentou uma porcentagem da ordem de 4%. Como o mesmo é utilizado para fins

estruturais, um número de vazios 4 vezes maior que o esperado deve ser um alerta para que uma reavaliação dos processos de fabricação utilizados seja feita.

6. Deve ser reavaliada a formulação do polímero devido a fragilidade da matriz visível na análise de fratura. Agentes de acoplagem e flexibilizantes são utilizados com sucesso na obtenção de compósitos para fins estruturais.

7. Através de microscopia eletrônica de varredura pode ser observado que a fratura ocorreu nas fibras. Para se ter altos valores de resistência à tração, é necessário que as fibras suportem o carregamento aplicado, caso contrário, a resina quebraria e a fibra seria arrancada da matriz.

8. A fronteira fibra/resina (interface) é forte pois a resina está totalmente aderida à fibra. Isto foi verificado para esforços de tração e compressão, através da análise das superfícies de fratura.

9. Seria interessante, em relação ao material em estudo, uma análise mais profunda dos constituintes separadamente, pois:

a) A procura por uma interface intermediária é fator recomendável, sabendo-se que uma interface forte causa a fragilidade do material, pois o compósito como um todo tende a falhar quando a fibra mais fraca se romper e uma interface muito fraca gera a separação das fases. A resistência adesiva deve ser proporcionada a cada

ponto ao longo da interface de modo que a tensão máxima possa ser transferida da matriz para o reforço.

b) Camadas protetoras devem ser inseridas na superfície das fibras para minimizar a formação de interfase entre fibra e matriz.

c) É necessário verificar as condições de carregamento às quais um compósito será submetido antes de escolher os constituintes que o formarão.



CAPÍTULO 6 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Realização de ensaios com monofilamento de fibra de carbono impregnada com resina epoxi e posterior análise de fratura.
2. Baseado nas observações e conclusões do presente trabalho, acompanhar a obtenção deste material desde as etapas iniciais e assim obter seu comportamento mecânico.
3. Analisar a interface fibra/resina como resultado da fratura em ensaios dinâmicos.
4. Utilizar técnicas instrumentais mais avançadas e assim obter resultados mais confiáveis.
5. Um tratamento superficial da fibra de carbono via plasma pode ser utilizado para conseguir uma superfície mais livre de defeitos.
6. Acompanhar todo o processo de cura da resina e adequá-lo ao processo.
7. Ensaio de flexão em três pontos em corpos de prova short beam.



CAPÍTULO 7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 AL-QURESHI, H. A. *Composite materials - fabrication and analysis*. 2. ed. São José dos Campos: CTA/1984/. pag. irreg.
- 2 MARINUCCI, G. *Desenvolvimento de núcleo alveolar (colméia) não- plano aplicado a estruturas sanduíche*. São Paulo, 1992. 114p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- 3 HULL, D. *An introduction to composite materials*. Cambrigde: Cambrigde Univ. /c1981/. 246p.
- 4 PARDINI, L.C., MARTINS, J.R.S. *Aspectos relativos à interface fibra/matriz em materiais conjugados*. São José dos Campos: IPD - CTA. p. 147-158 (Relatório Técnico).
- 5 ANDREWS, E.H. *Fracture in polymers*. London: Oliver & Boyd /c1968/ 204p.
- 6 MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K. Reforçamento por fibras (Materiais Conjugados). In:___ *Princípios de metalurgia mecânica*. São Paulo: Edgar Blücher /1982/ p.359-379.

- 7 JONES, R. M. *Mechanics of composites materials*. Tokyo: Mc Graw-Hill Kogakusha /c1975/. 355p. ilus. (International Student Edition)
- 8 WEETON, J. W., PETERS, D.M. e THOMAS, K.L. *Engineers guide to composite materials*. Ohio: ASM /c1987/. pag. irreg.
- 9 DONNET , J.B., EHRBURGER , P. Carbon fiber in polymer reinforcement. *Carbon*, v.15, p. 143-152, 1977.
- 10 FITZER, E., GEIGI, K.H., WEISS, R. Chemical interactions between the carbon fibre surface and epoxy resins. *Carbon*, v. 18, p. 389-393, 1980.
- 11 KOMINAR, V., WAGNER, H.D. Some matrix failure peculiarities of unidirectional fibre-reinforced plastics and layers in laminated composites. *Composites*, v. 25, n. 1, p.5-10, 1992.
- 12 VINSON, J. R., CHOU, T. W. *Composite materials and their use in structures*. London: Applied Science Publishers /c1975/ 438 p.
- 13 GARTON, A., HALDANKAR, G., SHOCKEY, E. The production of modulus gradients at interfaces. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. *Interfaces in composites*. Pittsburgh: MRS, 1990. p. 291-6. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).

- 14 LEHMANN, S., MEGERDIGIAN, C., PAPALIA, R. Carbon fiber/resin matrix interphase: effect of carbon fiber surface treatment on composites performance. *SAMPLE Quartelly*, apr., p. 7-13, 1985.
- 15 KELLY, A. Interface effects and the work of fracture of a fibrous composite. *Proc. Roy. Soc. Lond. A*, v. 319, p. 95-116, 1970.
- 16 NAIK, R. A., CREWS JR., H. Fracture mechanics analysis for various fiber/matrix interface loadings. *J. Comp. Tech. Res.*, v. 14, n. 2, p. 80-85, 1992.
- 17 LEUNG, C. K. Y., LI, V. C. A new theory for the debonding of discontinuous fibers in a elastic matrix. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 45-53. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170)
- 18 NIMMER, R.P. Fiber-matrix interface effects in the presence of thermally induced residual stresses. *J. Comp. Tech. Res.*, v. 14, n. 2, p. 65-75, 1990.
- 19 GAO, Z., REIFSNIDER, K.L. Tensile failure of composites: influence of interface and matrix yielding. *J. Comp. Tech. Res.*, v. 14, n. 4, p. 201-210, 1992.
- 20 CAZENEUVE, C., CASTLE, J.E., WATTS, J.F. The structure of the interface in carbon fibre composites by scanning Auger microscopy. *J. Mat. Sci.*, v. 25, p. 1902-8, 1990.

- 21 BOGOEVA-GACEVA, G. et al. Parameters affecting the interface properties in carbon fibre/epoxy systems. *Composites*, v. 26, n. 2, p. 103-7, 1995.
- 22 PIGGOTT, M. R. Tailored interphases in fibre reinforced polymers. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 265-74. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170)
- 23 KIM, J-K. et al. Effects of fibre volume fraction on the stress transfer in fibre pull-out tests. *Composites*, v. 25, n. 7, p. 470-5, 1994.
- 24 EBERT, L.J., GADD, J.D. A mathematical model for mechanical behavior of interfaces in composite materials. In: *Fiber Composite Materials*. /s.n.t/. cap. 5, p. 89-113.
- 25 GOAN, J.C., PROSEN, S.P. Interfacial bonding in graphite fiber-resin composites. In: *Interfaces in Composites*. /s.l./, American Society for Testing and Materials, 1969, p. 3-26 (ASTM STP, 452).
- 26 BUXTON, A., BAILLIE, C., A study of the influence of the environment on the measurement of interfacial properties of carbon fibre/epoxy resin composites, *Composites*, v. 25, n. 7, p. 604-8, 1994 .



- 27 SAWADA, Y., NAKANISHI, Y., FUKUDA, T. Effect of carbon fibre surface on interfacial adhesive strengths in CFRP. *Composites*, v. 24, n.7, p. 573-9, 1993.
- 28 D'ALMEIDA, J.R.M. Fibre - matrix interface and natural fibre composites. *J. Mater. Sci. Letters*, v. 2, p. 578-80, 1991.
- 29 CALDWELL, D.L. Determination of interfacial strength of composites. In: ANNUAL CONFERENCE ON ADVANCED COMPOSITES, 3, 1987. Detroit, Michigan. *Proceedings...* Michigan: ASM, 1987, p. 299-303.
- 30 MARSHALL, P.I., ATTWOOD, D., HEALEY, M.J. Interface chemistry in carbon fibre/epoxy matrix composites. *Composites*, v. 25, n. 7, p. 752-5, 1994.
- 31 GUIGON, M., KLINKLIN, E., The interface and interphase in carbon fibre-reinforced composites. *Composites*, v. 25, n. 7, p. 534-9, 1994.
- 32 SCHULTZ, J. , LAVIELLE, L., MARIN, C. The role of the interface in carbon fibre-epoxy composites. *J. Adhesion*, v. 23, p. 45-60, 1987.

- 33 HODGE, D.J., MIDDLEMISS, B.A., PEACOCK, J.A. Correlation between fibre surface energetics and fibre-matrix adhesion in carbon fibre reinforced peek composites. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990, p. 327-38. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 34 CARVALHO, V.S. *Otimização da interface/interfase de fibra de carbono/termoplástico*. 1988. p. 42-48. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São Carlos.
- 35 SCHULTZ, J., LAVIELLE, L. Interfacial properties of carbon fiber-epoxy matrix composites. /s.l./: American Chemical Society, 1989, cap. 14.
- 36 DRZAL, L.T., RICH, M.J., SUBRAMONEY, S. Fiber-matrix bonding and its effect on composite properties. In: ANNUAL CONFERENCE ON ADVANCED COMPOSITES, 3, 1987, Detroit, Michigan. *Proceedings...*Michigan: ASM, 1987, pp 305-308.
- 37 YIP, P.W., LIN, S.S. Effect of surface oxygen on adhesion of carbon fiber reinforced composites. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 339-44. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).



- 38 FIGUEROA, J. C., SCHADLER, L. S., CAMPBEEL, L. Filament fragmentation phenomena. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 65-70. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 39 DRZAL, L. T. Intrinsic material limitations in using intherphase modification to alter fibre matrix adhesion in composite materials. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 275-83. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 40 TRUSTUM, K., JAYATILAKA, A. DE S. On estimating the Weibull modulus for a brittle material. *Composites*, v. 26, n. 8, p. 1080 - 4, 1995.
- 41 BUNSELL, A.R., SOMER, A. The tensile and fatigue behavior of carbon fibres. *Plastic Rub. Comp. Proces. Apl.*, v. 18, n. 4, p. 263-7, 1992.
- 42 HUANG, Y. and YOUNG, R.J. Interfacial behavior in high temperature cured carbon fibre-epoxy resin model composite. *Composites*, v. 26, n. 8, p. 541-50, 1995.

- 43 HAAKSMA, R. A., CEHELNIK, M. J. A critical evaluation of the use of the microbond method for determination of composite interfacial properties. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 71-6. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 44 HSIAO, B. S., CHEN, E. J.H. Study of transcrystalization in polymer composites. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 117-121. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 45 TREDWAY, W. K., PREWO, K. M. Improved performance in monofilament fiber reinforced glass matrix composites through the use of fiber coatings. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 215-21. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 46 JOHSON, W.S., MALL, S. Influence of interface ply orientation on fatigue damage of adhesively bonded composite joints. *J. Comp. Tech. Res.*, v. 8, n. 1, p. 3-7, 1986.

- 47 BIAN, X.S. et al. The effects of surface treatments of fibers on the interfacial properties in single-fiber composites. Part.I. single carbon fiber/epoxy resin composite system. *J. Adh. Sci. Tech.*, v. 5, n. 5, p. 377-88, 1991.
- 48 WILLIAMS, J.G et al. Elastic modulus of the interphase in organic matrix composites. In: PANTANO, C.G., CHEN, E.J.H. (ed.) *Interfaces in composites*. Pittsburg: MRS, 1990. p. 285-90. (Materials Research Society Symposium Proceedings, 170).
- 49 HANCOX, N.L. *Fibre composite hybrid materials*. London: Applied Science Publishers LTD. /c1981/. 290p.
- 50 THOMASON, J.L. The interface region in glass fibre reinforced epoxy resin composites: 2. Water absorption, voids and interface. *Composites*, v. 26, n. 7, p. 477-85, 1995.
- 51 BOEY, F.Y.C. Void reduction in autoclave processing of thermoset composites; part I: High pressure effects on void reduction. *Composites*, v. 23, n. 4, p. 261-5, 1992.
- 52 BOEY, F.Y.C. Void reduction in autoclave processing of thermoset composites; part II: Void reduction in a microwave curing process. *Composites*, v. 23, n. 4, p. 266-70, 1992.

- 53 GUILD, F.J, SUMMERSCALES, J. Microstructural image analysis applied to fibre composite materials: a review. *Composites*, v. 24, n. 5, p. 383-91, 1993.
- 54 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for tensile properties of fiber-resin composites*. ASTM D 3039. Philadelphia: 1986. 5p.
- 55 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for compressive properties of unidirectional or crossply fiber-resin composites*. ASTM D 3410, 1987. 8p.
- 56 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for specific gravity (relative density) and density of plastics by displacement*. ASTM D 792, Philadelphia: 1986. 4p.
- 57 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for density of high-modulus fibers*. ASTM D 3800. Philadelphia: 1985. 5p.
- 58 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for tensile properties of continuous filament carbon and graphite yarns, strands, rovings and tows*. ASTM D 4018. Philadelphia: 1981. 13p.



- 59 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for void content of reinforced plastics*. ASTM D 2734. Philadelphia: 1985. 3p.
- 60 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. *Standard test method for fiber content of resin-matrix composites by matrix digestion*. ASTM D 3171. Philadelphia: 1982. 3p.
- 61 RICHETTO, K.C.S. et al. Comportamento da interface para compósitos em carregamento de tração e compressão. In: SEMINÁRIO DE MECÂNICA DA FRATURA, 2, São José dos Campos. *Anais...* São Paulo: ABM, 1996. p. 293-9.

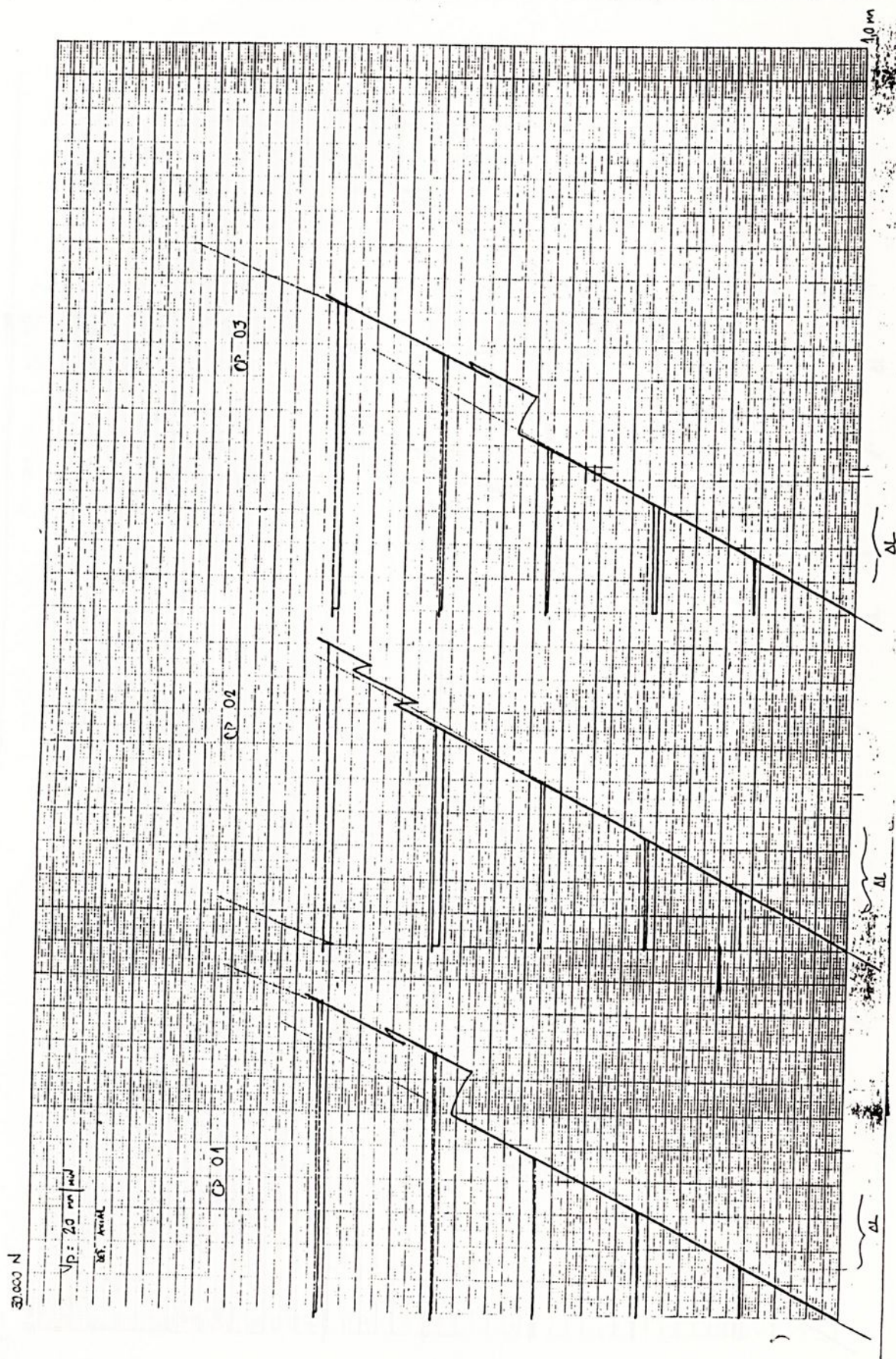
APÊNDICES



APÊNDICE I - Carta anexo A, anexada ao relatório final de
desempenho submetida à análise para os IDe's 1, 2 e 3.

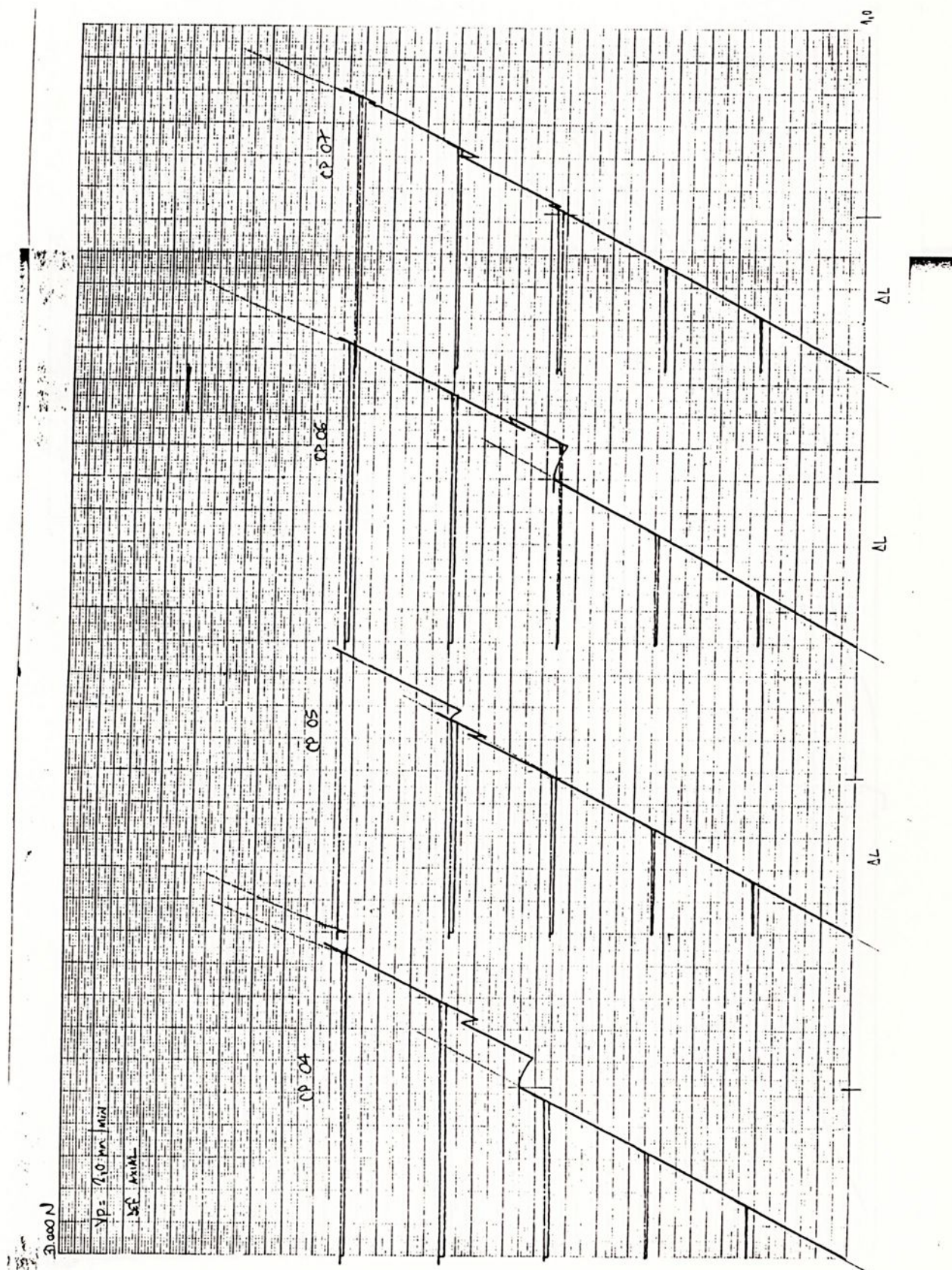
APÊNDICES

APÊNDICE 1 - Curva tensão x deformação do compósito fibra de carbono/resina epoxi submetido à tração para os CDP's 1, 2 e 3.

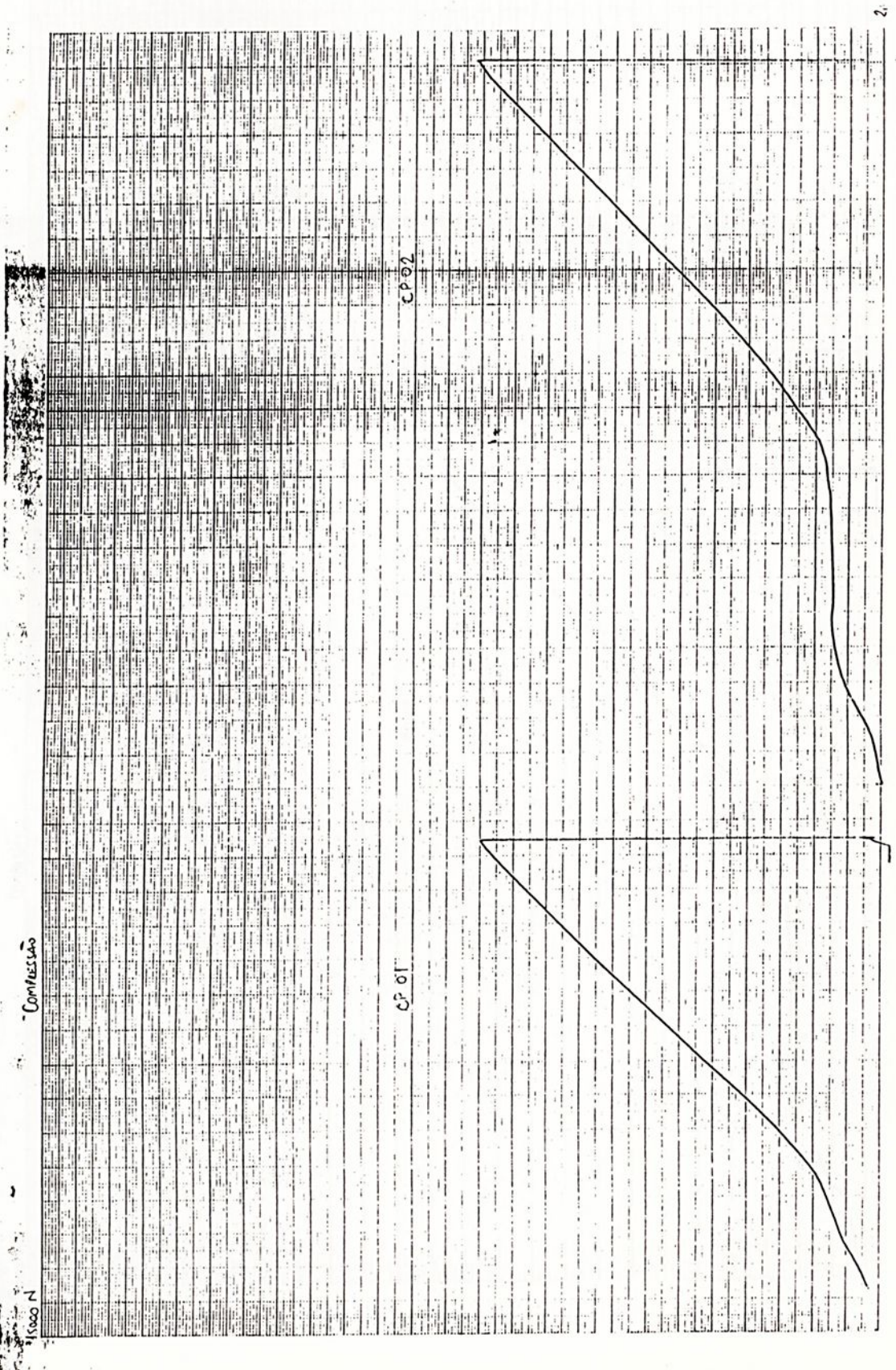


APÊNDICE 2 - Curva tensão x deformação do compósito fibra de carbono/resina epoxi submetido à tração para os CDP's 4, 5, 6 e 7.

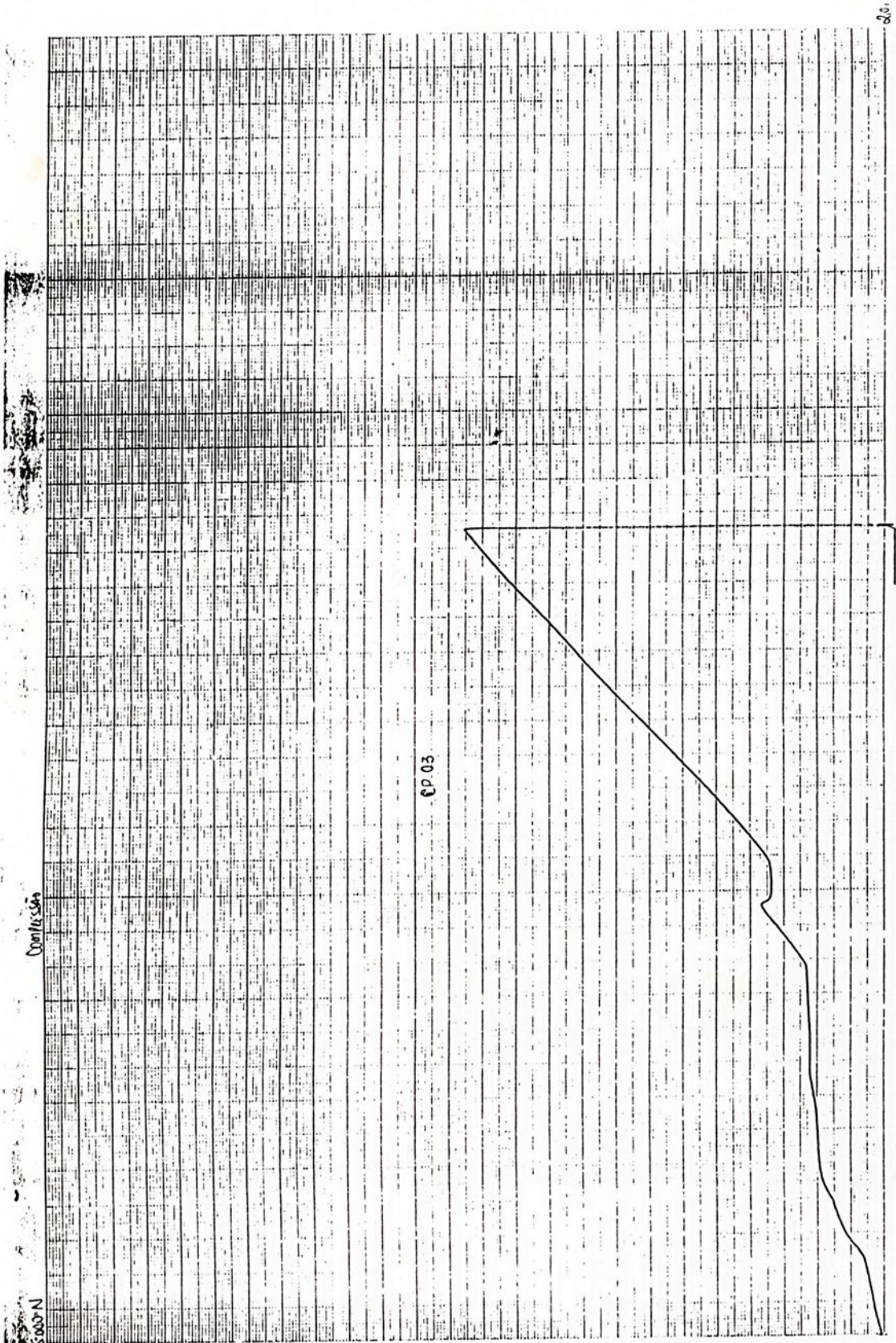
7.



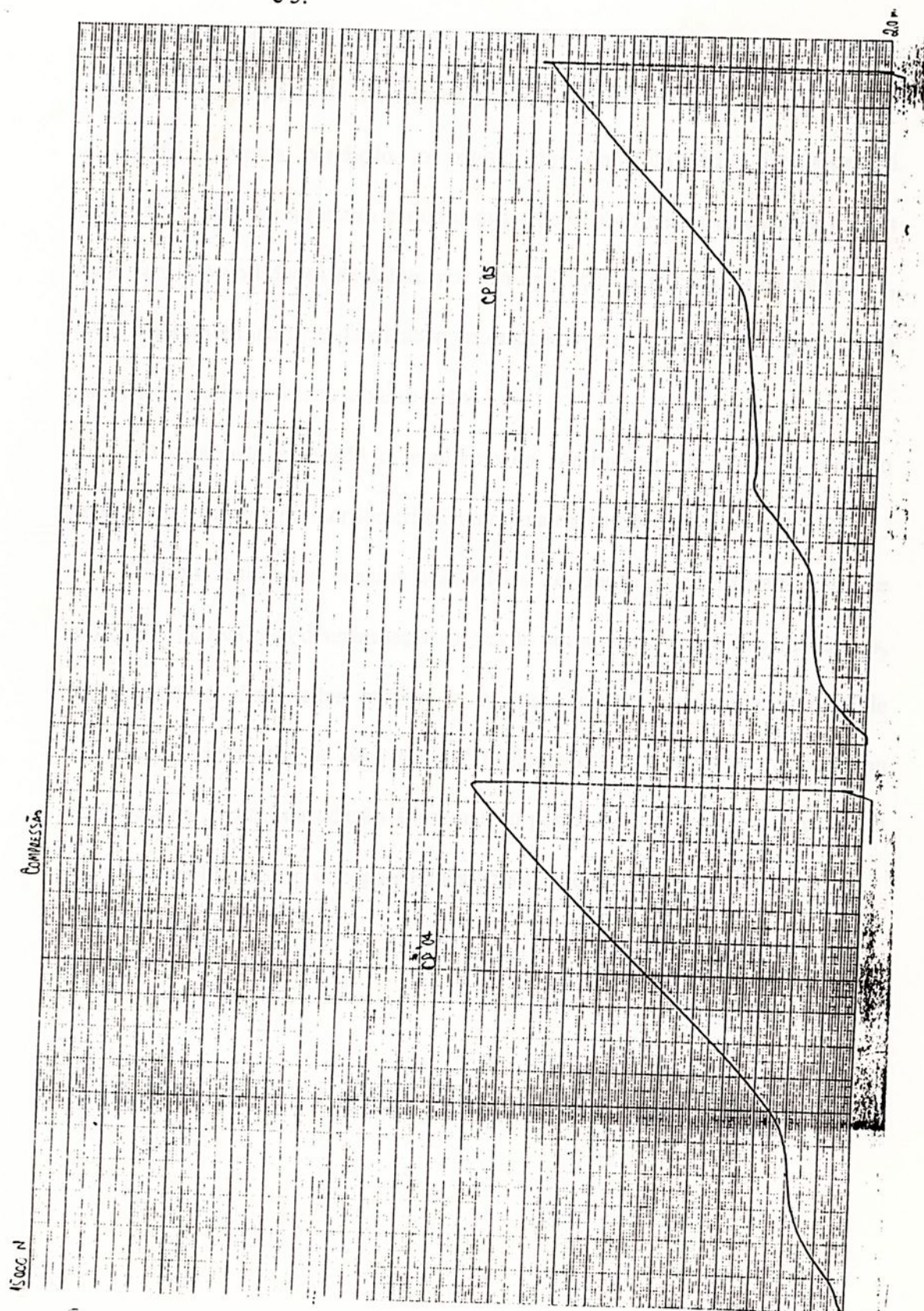
APÊNDICE 3 - Curva tensão x deformação do compósito fibra de carbono/resina epoxi submetido à compressão para os CDP's 1e 2.



APÊNDICE 4 - Curva tensão x deformação do compósito fibra de carbono/resina epoxi submetido à compressão para o CDP 3.



APÊNDICE 5 - Curva tensão x deformação do compósito fibra de carbono/resina epoxi submetido à compressão para os CDP's 4 e 5.



RESUMO

A interface fibra/resina exerce importância no comportamento estrutural dos compostos pelo fato da transferência de carga da matriz para o reforço ocorrer na interface. Nessa condição, o estudo da compatibilidade fibra/resina é fundamental para garantir um produto que atenda a objetivos estruturais muitas vezes sem possibilidades de falha, por sua aplicação nas indústrias aeronáutica, naval e automobilística na fabricação de dispositivos e materiais que exigem alta resistência mecânica aliada a baixo peso.

O composto estudado é resultante da combinação de fibra de carbono (reforço) derivada da poliacrilonitrila e da resina epoxi bisfenólica A (matriz).

Foram realizados ensaios mecânicos de tração e compressão, análise termogravimétrica para determinação da fração volumétrica dos dois constituintes, suas respectivas densidades, análise de vazios e análise das fraturas através de microscopia eletrônica de varredura. Verificou-se que o material apresentou interface forte, com boa adesão fibra/matriz, porém com a relação resina-resina frágil, o que é um fator preocupante considerando-se as aplicações do material.



ABSTRACT

The fiber resin interface plays an importance role in the structural behavior of composites due to the fact that load transfer from matrix to reforce occurs at the interface. In this case, the study of compatibility fiber/resin is essencial to ensure a product that attend structural objectives, many times without failure possibilities, because of their applications in the aircraft, naval and automobilistic industries in the fabrication of dispositives and materials that, demands high mechanical strength combined with a low weight.

The composite studied is a result of carbon fiber (reinforcement) from poliacrilonitrile and bisphenol epoxi resin A (matrix) combination.

Mechanical tests, thermogravimetric analysis to determination of volumetric fraction of both constituents, their respective densities, voids analysis and fracture analysis by Scanning Electronic Microscopy, were performed. It was observed that this material showed a strong interface, good adhesion fiber/matrix, however with a weak relation resin/resin, a important parameter concerning the structural application.



