



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá

YURI PEREIRA CHUVES

**Efeito da fração do self-healing no comportamento mecânico em compósitos
estruturais: abordagem estatística**

Guaratinguetá
2023

Yuri Pereira Chuves

**Efeito da fração do self-healing no comportamento mecânico em compósitos
estruturais: abordagem estatística**

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

Orientador: Dr. Francisco Maciel Monticeli
Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Odila
Hilário Cioffi

Guaratinguetá
2023

C564e	Chuves, Yuri Pereira Efeito da fração do self-healing no comportamento mecânico em compósitos estruturais: abordagem estatística / Yuri Pereira Chuves – Guaratinguetá, 2023. 50 f : il. Bibliografia: f. 41-50 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2023. Orientador: Dr. Francisco Maciel Monticeli Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi 1. Materiais compostos. 2. Cisalhamento. 3. Indústria aeronáutica. I. Título. CDU 620.1
-------	---

YURI PEREIRA CHUVES

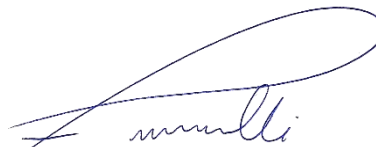
ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE
DO REQUISITO PARA OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
“GRADUADO(A) EM ENGENHARIA DE MATERIAIS”

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM NOME DO CURSO



Prof. Dr. José Vitor Candido de Souza
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Dr. Francisco Maciel Monticeli
Orientador/ITA



Prof. Dr. Marcos Valério Riberio
UNESP-FEG



Prof. Dr. Marcos Yutaka Shiino
ICT/UNESP

À Deus, a minha mãe Eunice de Cássia
Santos Pereira, minha família e a minha
namorada Vitória Roberta das Neves

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, por todas as realizações durante minha jornada acadêmica.

Ao meu orientador *Dr. Francisco Maciel Monticeli*, por todo companheirismo, prontidão, auxílio e confiança. Por meio de sua orientação, pude me tornar um profissional melhor.

À minha coorientadora *Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi*, por todo auxílio e incentivo na continuação da minha jornada.

Ao *Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald*, pela confiança e apoio.

À minha mãe *Eunice de Cassia Santos Pereira*, por todo exemplo e ensinamento. Seus ensinamentos me fazem ser uma pessoa melhor a cada dia.

À minha família, por toda confiança.

Ao grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos, pelo conhecimento científico.

A todos meus professores da graduação, por todo conhecimento compartilhado.

Aos funcionários da Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, pelo auxílio e prontidão.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) - número do processo 2020/09422-9.

“Consagre ao Senhor tudo o que você faz, e
os seus planos serão bem-sucedidos.”;
Provérbios 16:3

RESUMO

A exigência sobre o controle de danos dos materiais aplicados na indústria aeronáutica é requisito para aplicação estrutural, considerando ser imprescindível para prevenção de acidentes aéreos. A aplicação do *self-healing* em compósitos estruturais visa recuperar as propriedades do material, controlar a propagação de danos e aumentar a vida útil dos componentes. Desta forma, este estudo se propõe a caracterização e predição do comportamento de cisalhamento interlaminar de compósitos poliméricos (fibra de carbono 5HS/epóxi) processados via RTM, com diferentes frações de agente de autorreparo - EMAA (poli(etileno-co-ácido metacrílico)). Além disso, este trabalho visa medir a influência da fração do agente de reparo na resposta do comportamento mecânico. Análises térmicas demonstraram competência de processamento via injeção, contudo a dispersão das partículas pode ser um fator limitante quanto ao volume de agente utilizado. A análise de variância (ANOVA) evidenciou que a fração do autorreparo apresenta maior influência nas propriedades mecânicas do que a dispersão interna para o mesmo laminado antes do ciclo de autorreparo. A distribuição de Weibull evidenciou uma diminuição linear nas tensões de cisalhamento para maiores teores de EMAA, em relação à diminuição da rigidez em resposta ao comportamento dúctil do termoplástico. Efeitos reparadores ineficazes foram observados para o dano translaminar e intralaminar, uma vez que a maioria das partículas se concentraram em cortes interlaminares (entre camadas de tecidos). No entanto, a eficiência de reparo atingiu uma média de 62% para tensão de cisalhamento e 106% para o comportamento do módulo de tenacidade, proporcionado pela redução da espessura das trincas de cisalhamento em até 57% em relação ao tamanho inicial. A abordagem preditiva antes e depois da ação de reparo no comportamento mecânico fornece o nível de recuperação adequado para atender aos requisitos específicos do projeto, economizando tempo e custo de análises experimentais.

PALAVRAS-CHAVE: Autorreparo; trincas; *ILSS*; superfície de resposta.

ABSTRACT

The requirement for damage control in the aeronautical industry is essential for structural application, considering preventing aircraft accidents. The self-healing application in structural composites aims to recover component properties, control damage propagation, and increase component life. In this way, this study proposes to characterize and predict the interlaminar shear behavior of polymer composites (5HS carbon fiber/epoxy) with different fractions of self-healing agent - EMAA (poly(ethylene-co-methacrylic acid)) processed by RTM. In addition, this work aims to measure the influence of self-healing content on the mechanical response. Thermal analysis showed the ability to manufacture the laminate by injection; however, the particle dispersion may be a limiting factor regarding the volume of the agent used. The analysis of variance (ANOVA) evidenced that the healing agent fraction influences mechanical properties response more than the internal dispersion for the same laminate (before the healing cycle). Weibull distribution evidenced a linear decrease in shear stresses for higher EMAA content, regarding stiffness decrease as a response to ductile thermoplastic behavior. Ineffective healing effects were observed for the intralaminar damage once most particles were concentrated in interlaminar sections (between fabric layers). However, the healing efficiency reached an average of 62% for shear stress and 106% for modulus of toughness behavior, provided by the thickness reduction of cracks up to 57% concerning the initial size. The predictive approach before and after healing action in the mechanical behavior provides the appropriate self-healing level to meet the specific project requirements, thus saving time and cost of experimental analysis.

KEYWORDS: Repair; cracks; *ILSS*; response surface.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Modos de falha.....	19
Figura 2 - Mecanismo de autorreparo por microcápsulas	21
Figura 3 - Mecanismo de autorreparo por adição de partículas termoplásticas.....	21
Figura 4 - Esquematização RTM.....	23
Figura 5 - DSC Dinâmico.....	24
Figura 6 - DSC Isotérmico.....	24
Figura 7 - Viscosidade Resina Epóxi.....	25
Figura 8 - Tratamento de imagem microscópica para medição da fração de agente	26
Figura 9 - Partícula de <i>self-healing</i>	27
Figura 10 - Esquematização Cisalhamento Interlaminar	29
Figura 11 - Tensão de Cisalhamento Interlaminar pré e pós-reparo.	30
Figura 12 - Esquematização mecanismo <i>self-healing</i>	31
Figura 13 - Análise Fractográfica: a) e c) pré, b e d) após ação de reparo.	34
Figura 14 - Sensibilidade da curva de tensão de cisalhamento máxima pré e pós-reparo.	38
Figura 15 - Comportamento de cisalhamento interlaminar da curva RSM ajustada	39

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Medição das frações de <i>self-healing</i>	26
Tabela 2 – Comportamento Mecânico pré e pós-reparo	32
Tabela 3 – Forma estruturada da ANOVA	35
Tabela 4 – ANOVA pré ação de reparo	37
Tabela 5 – ANOVA pós ação de reparo.	37

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i> (Análise de Variância)
CFRP	<i>Carbon Fiber Reinforced Polymer</i> (Polímero Reforçado com Fibra de Carbono)
EMAA	Poli(etileno co-ácido metacrílico)
ILSS	<i>Interlaminar Shear Strength</i> (Resistência ao Cisalhamento Interlaminar)
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
RSM	<i>Response Surface Methodology</i> (Metodologia de Superfície de Resposta)
T_{onset}	Temperatura de início extrapolada
T_{peak}	Temperatura do pico
H_0	Hipótese 0 (nula)
H_1	Hipótese 1
F	Fator da ANOVA
$F_{crítico}$	Fator crítico da ANOVA
α	Confiabilidade da ANOVA
$p\text{-valor}$	Probabilidade de se observar uma diferença maior do que na hipótese nula
β	Correção da curva
x_i	Função da variação do eixo principal
x_j	Função da variação do eixo secundário
σ_N	Comportamento mecânico antes do reparo
σ_R	Comportamento mecânico após o reparo
D	Deslocamento
SH	Fração de <i>self-healing</i>
Y	Função resposta da análise

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	13
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS	13
1.2 JUSTIFICATIVA	14
1.3 OBJETIVOS	15
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1 COMPÓSITOS	16
2.2 REFORÇO FIBRA DE CARBONO	16
2.3 MATRIZ POLIMÉRICA	17
2.4 PROCESSAMENTO POR RTM	18
2.5 ENSAIOS MECÂNICOS E FALHAS	19
2.6 AGENTE <i>SELF-HEALING</i>	20
CAPÍTULO 3 – PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO.....	22
3.1 MATERIAIS	22
3.2 PROCESSAMENTO VIA RTM	22
3.2.1 Determinação dos parâmetros de processo	21
3.2.2 Caracterização microscópica.....	25
CAPÍTULO 4 – ENSAIO DE CISALHAMENTO INTERLAMINAR.....	29
4.1 METODOLOGIA ILSS	29
4.2 ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE CISALHAMENTO INTERLAMINAR.....	29
4.3 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA.....	33
CAPÍTULO 5 – ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	35
5.1 METODOLOGIA ESTATÍSTICA	35
5.1.1 Análise de variância.....	36
5.1.2 Distribuição de weibull e análise de predição	38
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÃO	40
6.1 TRABALHO PUBLICADO EM PERIÓDICO	40
REFERÊNCIAS.....	41

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O compósito de polímero reforçado com fibra de carbono (*carbon fiber reinforced polymer* - CFRP) com reforço contínuo é amplamente utilizado em aplicações aeronáuticas (BATISTA *et al.*, 2018; MATHES, 2018). Na década de 80, a aeronave AV-8B apresentava 27% de CFRP em seus componentes e, a partir dos anos 2000, o Boeing 787 passou a utilizar 50% de compósito na fuselagem da aeronave (GEORGIADIS *et al.*, 2008; LU, 2010). Recentemente, o desenvolvimento da mobilidade aérea urbana (UAM) visa o uso de reforço 100% fibroso na estrutura (CLARKE *et al.*, 2019; DONATEO; FICARELLA, 2020).

Compósitos poliméricos apresentam alta resistência específica, mas também apresentam um comportamento frágil que desafia o controle da propagação do dano (KOSTOPOULOS *et al.*, 2019). A iniciação e rápida propagação de trincas reduzem a rigidez do compósito, podendo levar à falha prematura, o que torna o material inviável para diversas aplicações estruturais (PINGKARAWAT *et al.*, 2012a). O efeito da energia de deformação associada à resistência interfacial é uma questão de interesse, pois a região interlaminar é governada por forças adesivas e coesivas (MA *et al.*, 2022; MA *et al.*, 2021; ZHA *et al.*, 2020). Considerando os altos requisitos para certificação de componentes estruturais e limites de segurança, estudos da mecânica da fratura tornaram-se requisitos para entender e controlar o comportamento de propagação de danos. Uma aplicação recente para prevenção/controle de danos são os agentes de autorreparo, em relação ao alto custo de substituição ou manutenção de componentes com falha. A aplicação de agentes autorreparo (*self-healing*) pode permitir uma expansão de uso seguro do componente estrutural (NASCIMENTO *et al.*, 2020; BEKAS *et al.*, 2016; KOSTOPOULOS *et al.*, 2019).

A aplicação de agente de autorreparo pode ser comparada com a capacidade de reparação do sistema biológico humano, como a capacidade de uma pele cortada se autorreparar, cicatrizar e normalizar suas funções. Da mesma forma, a aplicação de *self-healing* em compósitos estruturais visa recuperar as propriedades dos componentes, controlar falhas catastróficas e aumentar a vida útil do material (HAGER *et al.*, 2010; KESSLER; WHITE, 2001; LADANI; WANG; MOURITZ, 2019).

Estudos demonstraram o uso de partículas auto reparadoras proeminentes de promotores termoplásticos, que são adicionados a matrizes termorrígidas contendo

compatibilidade química adequada com reforço e matriz (NASCIMENTO *et al.*, 2020; LADANI; WANG; MOURITZ, 2019; PINGKARAWAT *et al.*, 2012; WOOL, 2008). A adição de partículas termoplásticas pode levar à recuperação completa da resistência ao cisalhamento interlaminar após o autorreparo em compósitos de carbono/epóxi (NASCIMENTO *et al.*, 2020). No entanto, a adição de partículas termoplásticas pode alterar a rigidez do material (DE SOUZA; TARPANI, 2021; OUYANG; WANG; LIU, 2022). Assim, estudar a influência dessas partículas no comportamento mecânico do compósito tornou-se necessário para verificar as diferenças nas propriedades após o ciclo de reparo. Considerando os trabalhos apresentados na literatura, nenhum estudo foi apresentado sobre a predição do comportamento mecânico ao cisalhamento usando diferentes frações de agentes de autorreparo em compósitos CFRP associados à uma análise estatística robusta.

As ferramentas estatísticas têm a capacidade de gerar modelos de predição com alto nível de confiabilidade, garantindo reprodutibilidade (SELMY; AZAB; EL-BAKY, 2013; SELMY; AZAB; EL-BAKY, 2014; SELMY; EL-BAKY; AZAB, 2013). El-Baky *et al.* (2018) demonstraram a aplicação da função de distribuição de Weibull para obtenção das probabilidades de falha, que pode ser um método fundamental para os projetistas escolherem o material apropriado para a configuração requerida (ATTIA; EL-BAKY; ALSHORBAGY, 2017). Da mesma forma, a modelagem de superfície de resposta tem sido utilizada em aplicações de engenharia para prever o comportamento em diferentes configurações não aplicadas experimentalmente, economizando recursos operacionais (AZIZIAN; ALMEIDA, 2022; ITUARTE *et al.*, 2022). Com isso, deduz-se a confiabilidade dessas ferramentas estatísticas em prever o comportamento de autorreparo de componentes compósitos utilizando partículas termoplásticas

1.2 JUSTIFICATIVA

A contínua necessidade do controle de danos nos materiais aplicados na indústria aeronáutica é imprescindível para prevenção de acidentes aéreos. Ainda assim, a ocorrência de danos é inevitável por conta dos carregamentos mecânicos que as aeronaves são submetidas e, dessa forma, um reparo rápido e eficiente torna-se essencial.

Os compósitos estruturais estão sendo cada vez mais aplicados nas aeronaves em virtude da sua alta resistência e baixo peso, principalmente. Contudo, a baixa resistência interlaminar, quando em regiões mais internas, torna difícil a detecção e o reparo. Com isso, a aplicação do self-healing, sendo tanto pelo método extrínseco quanto intrínseco, uniu a

necessidade de uma alta exigência no controle de danos requerida pelas indústrias com a crescente aplicação dos compósitos estruturais. Adicionalmente, torna-se ainda mais vantajosa a aplicação do laminado por conta do agente *self-healing* possibilitar o reparo das micro trincas geradas e prolongar sua vida útil.

A presença do self-healing na resina polimérica constitui uma nova fase na matriz, podendo alterar de forma significativa o comportamento elástico do compósito, sendo assim, surge a seguinte pergunta: qual a influência da fração desse agente no comportamento mecânico do material? Logo, pela complexidade dessa análise e ausência de resposta do questionamento na literatura, identifica-se a necessidade de buscar respostas quantificando novas propriedades pós reparo, analisando a uniformidade desse agente nas regiões do material, bem como utilizando ferramentas estatísticas a fim de validar os resultados e predizendo o comportamento do material com o objetivo de reduzir tempo e custo de projetos.

1.3 OBJETIVOS

Este estudo propõe a caracterização e predição do comportamento interlaminar ao cisalhamento de compósitos poliméricos reforçados (carbono 5HS/epóxi) com diferentes frações de agentes de autorreparo. Os ensaios mecânicos foram realizados pré e pós-reparo para analisar e quantificar as novas propriedades obtidas. Para tanto, este trabalho visa i) medir a fração de agente auto-reparador no compósito, morfologia e distribuição de partículas via análise microscópica; ii) realizar ensaios de cisalhamento interlaminar, verificando a influência do teor de agente no comportamento ao cisalhamento e capacidade de reparo; iii) analisar a variância para confirmar a influência da fração de partículas na resposta; e iv) fornecer um modelo preditivo de eficiência de reparo de otimização com base na metodologia de superfície de resposta.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 COMPÓSITOS

Os compósitos poliméricos, principalmente os que utilizam matriz epóxi e fibra de carbono, ganharam bastante interesse nos campos da aeronáutica, no setor automotivo, na construção civil e no setor esportivo em virtude das suas propriedades promissoras (HIPÓLITO, 2005; VENTURA, 2009). Este material, tem por definição, a união de duas ou mais fases distintas, sendo elas a matriz e o reforço, com o intuito de obter uma propriedade intermediária, porém, superior quando comparada a seus constituintes separadamente. Sendo assim, o desempenho desse material está ligado diretamente com a adesão físico-química entre as fases e com o tipo de reforço utilizado (contínuo, descontínuo ou particulado) (DE *et al.*, 2020; HIPÓLITO, 2005; MATHES, 2018; VENTURA, 2009).

Suas propriedades, como a alta resistência e baixo peso (elevada rigidez específica), resistência à corrosão e ao desgaste, juntamente com o avanço de técnicas de fabricação, explicam os inúmeros campos de aplicação desse material e sua importância para o desenvolvimento tecnológico (RAJAK *et al.*, 2019; VENTURA, 2009). Contudo, além desses materiais apresentarem algumas limitações quanto ao seu uso em decorrência da sua baixa resistência térmica quando comparada aos materiais cerâmicos e metálicos, apresentam ligação interfacial primária com reforço, que resulta em uma característica de fratura frágil. Dessa forma, os compósitos exigem um cuidado mais complexo e minucioso em relação ao estudo de falhas (LARSEN *et al.*, 2008; CÂNDIDO *et al.*, 2012).

2.2 REFORÇO FIBRA DE CARBONO

Um dos primeiros materiais utilizados para melhorar as propriedades dos compósitos avançados foi a fibra de carbono e hoje esse reforço é um dos mais utilizados para aplicação em compósitos poliméricos. Um dos métodos de sua produção ocorre por meio da pirólise da poliacrilonitrila (PAN) e dependendo do tipo de processamento recebido, sua resistência pode chegar a ser superior à do aço (FIORELLI, 2002; LEBRAO, 2008; SANTOS, 2015).

Como o reforço de fibras contínuas pode gerar propriedades superiores quando comparado a reforços descontínuos ou particulados, devido a distribuição da carga máxima ao longo do comprimento das fibras, sua utilização é abrangente no mercado. Porém, o compósito reforçado por esse tipo de fibra desenvolve características anisotrópicas, ou seja,

a propriedade mecânica é distinta com relação as diferentes direções de fibras aplicadas. Portanto, é necessário o conhecimento das direções onde o material sofrerá determinados esforços para aplicar esse tipo de reforço (MATHES, 2018).

O reforço tem a função estrutural do compósito, logo detém grande importância no desempenho mecânico do material final. Além disso, eles são utilizados predominantemente na forma de tecidos, que quando secos, são moldados por métodos de infusão de resina ou outro meio de dispersão no meio de uma matriz (CIOFFI, 2011; RAJAK *et al.*, 2019). Aliado a isso, a fibra de carbono é muito utilizada em compósitos avançados por possuir um conjunto de propriedades atraentes, como por exemplo: alta resistência a tração, elevado módulo de elasticidade, rigidez e baixo peso (LEBRAO, 2008).

Os compósitos aplicados com camadas de tecidos podem sofrer limitação quanto à resistência interlaminar, considerando que não há reforço (fibras) na direção da espessura. Isso faz com que a resistência interlaminar seja regida pela interação matriz/reforço (LEITE, 2015; REZENDE; BOTELHO, 2000).

2.3 MATRIZ POLIMÉRICA

Um dos materiais usados como matriz para os compósitos fibrosos são as resinas poliméricas. Estas se dividem em termoplásticas e termorrígidas e o que as diferenciam é a influência da temperatura em suas reações químicas, e os tipos de ligações que cada uma gera. No caso do termoplástico, mesmo com uma elevação significativa na temperatura, ao serem resfriadas podem ser remodeladas e obter outras formas. Já as termorrígidas sofrem o processo de cura, tornando-as sólidas em elevadas temperaturas, formando ligações cruzadas irreversíveis (DOGAN; ARIKAN, 2017; MONTICELI, 2017).

Uma das matrizes termorrígidas mais utilizadas para a fabricação de compósitos estruturais é a resina epóxi e essa tem a função de envolver as fibras, distribuir a carga aplicada para o reforço e determinar os parâmetros de processamento. Tendo em vista que a redistribuição de tensões aplicadas é essencial para o desempenho do material final, é de extrema importância que a matriz tenha uma alta capacidade de absorção de energia, sendo a tenacidade uma das principais características da matriz epóxi (CIOFFI, 2011; MONTICELI, 2017). Características como: resistência a corrosão, estabilidade química, resistência adesiva com as fibras de carbono e o isolamento elétrico também fazem com que tal material seja adequado para aplicações aeronáuticas quando tem como objetivo a fabricação de compósitos fibrosos (CUNHA; COSTA; REZENDE, 2006; MA *et al.*, 2020).

Entretanto, para que o compósito seja de qualidade, deve-se garantir impregnação suficiente durante a manufatura dos laminados, visando evitar defeitos de falta de resina e falhas que atuam como concentradores de tensão.

2.4 PROCESSAMENTO POR RTM

Com o objetivo de ganhar vantagens competitivas no mercado, o processo por moldagem de transferência de resina (*resin transfer molding* - RTM) passou a ser mais estudado e utilizado pelas indústrias médicas, de transporte e esportivas em virtude da sua capacidade de oferecer compósitos estruturais de forma mais versátil e com alta qualidade em diferentes formatos e com possibilidade de automatização em larga escala (ISOLDI *et al.*, 2012; REZENDE; BOTELHO, 2000).

O processamento via RTM consiste na injeção da matriz polimérica em forma líquida dentro de um molde rígido fechado, onde o reforço se encontra no formato do produto final. O molde é mantido fechado e sob vácuo para retirar o ar e os voláteis presentes e assim auxiliar na qualidade de impregnação. Cabe ressaltar que as características da resina e do tecido são essenciais para determinar os parâmetros de processamento (BROCKS, 2011).

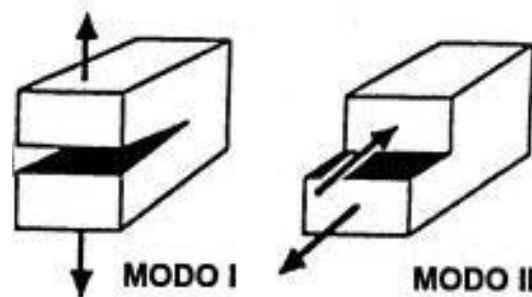
Esse método de processamento possui diversas vantagens, como por exemplo: menor custo de processamento quando comparado aos métodos convencionais (ex.: autoclave); possibilita a utilização de altas frações de volumes de fibra, associada a baixa fração de vazios no material; diminui a contaminação do ambiente com a redução na emissão de monômeros; produção de componente acabado com boa qualidade superficial. Além de produzir peças complexas com tecidos secos e de alta qualidade, oferece reprodutibilidade significativa devido a demanda do mercado (BROUWER; VAN HERPT; LABORDUS, 2003; CIOFFI, 2011).

Por outro lado, uma das grandes desvantagens do processamento RTM em camadas de tecidos empilhadas é a baixa resistência interlaminar que, conforme anteriormente mencionado, limita aplicações estruturais (LI *et al.*, 2005). Surge então a contínua necessidade de caracterização mecânica e controle de dano para garantir aplicação de forma adequada.

2.5 ENSAIOS MECÂNICOS E FALHAS

A fim de evitar acidentes aéreos e compreender o desempenho dos materiais a partir de suas respostas mecânicas, os compósitos aplicados na indústria aeronáutica passam por diversos procedimentos de análise de falhas para certificação à nível de corpo de prova. Um importante método utilizado para o controle de qualidade é o ensaio de cisalhamento interlaminar. Os modos de falhas mais comum em compósitos envolve os modos de falha I e II (Fig. 1) (BOTELHO; REZENDE, 2002; DE PAIVA *et al.*, 2017; FRANCO *et al.*, 2009).

Figura 1 – Modos de falha



Fonte: Magagnin (1996).

O modo de falha I está ligado a carregamentos de abertura de trinca, na qual promove uma abertura entre as camadas do compósito, já o modo de falha II está ligado com carregamentos de cisalhamento, que acabam gerando um deslizamento entre as camadas do material (BOTELHO; REZENDE, 2002; TITA, 2003). Tais falhas, além de gerarem trincas no compósito, podem promover a ocorrência de diversos danos, tais como: fraturas intra e interlaminares, falha na interface fibra/matriz e até rompimento de algumas fibras. A resistência do material para os modos de falha é regida principalmente pela interação interfacial (BOTELHO; REZENDE, 2002; GUIMARÃES, 2018; TITA, 2003).

Os compósitos reforçados com fibras de carbono utilizados na indústria aeronáutica obtidos pelo empilhamento das camadas de reforço são envolvidos pela matriz. Contudo, as interfaces entre as camadas não possuem forças suficientes a fim de evitar um dano interlaminar. Assim, caracterizar as propriedades mecânicas por meio de ensaios de cisalhamento é fundamental para avaliar o possível desempenho do material (DE FREITAS, 2016; DE PAIVA; DOS SANTOS; REZENDE, 2009).

A delaminação interlaminar se caracteriza pela separação das lâminas presentes no compósito quando a carga aplicada supera a resistência interlaminar. Tal fenômeno pode ocorrer em virtude tanto da resina escolhida, na qual sua adesão fibra/matriz não é suficiente, como pelo tipo de reforço, por conta de possuir concentrações de tensões, como em regiões próximas as suas costuras. Ainda assim, esses fatores podem ser gerados enquanto a peça está sendo processada ou quando está em serviço (AONO *et al.*, 2008; CÂNDIDO *et al.*, 2012; TITA, 2003).

A influência da resina e o tipo de reforço utilizado na fabricação do compósito pode ser verificada na literatura de acordo com De Paiva *et al.* (2009), em que os autores realizaram 4 tipos de ensaios de cisalhamento, alternando entre 2 tipos de resina epóxi (F584 e 8552) e 2 tipos de reforços de fibra de carbono (*plain weave* e *satin*). Assim, pôde-se constatar que, independente da resina empregada, o tecido *plain weave* é o que possui maior resistência ao cisalhamento em virtude da sua relação trama/urdume. Porém, o acúmulo de tensão nas regiões da trama pode gerar uma propagação instável da trinca, dificultando o controle de propagação.

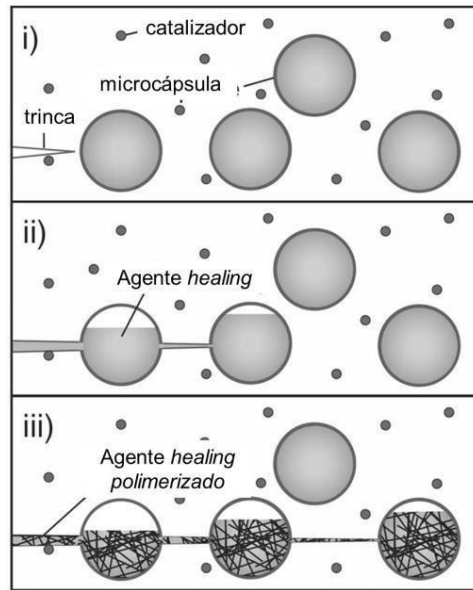
2.6 AGENTE *SELF-HEALING*

A importância do compósito reforçado com fibra de carbono é confirmada quando observado os inúmeros campos de aplicação desse material. Devido a rápida propagação da trinca, torna-se difícil a detecção e controle de danos por conta da sua complexidade (JONY; ROY; MULANI, 2020). Por isso, pesquisas recentes mostram as possibilidades de reutilização do material laminado a fim de aumentar sua vida útil (JONY; ROY; MULANI, 2020; KESSLER; WHITE, 2001).

Um método em estudo é a aplicação de um agente de autorreparo (*self-healing*), o qual tem como objetivo restaurar todas ou grande parte de suas propriedades mecânicas, inibindo a propagação das trincas e consequentemente a fratura prematura. Esse método é dividido em dois tipos de mecanismo para aplicação do *self-healing* e são denominados como extrínseco e intrínseco (JONY; ROY; MULANI, 2020).

No método extrínseco, o agente de autorreparo é colocado dentro de um “reservatório”, sendo os mais comuns a fibra oca ou microcápsulas e então são incorporados em uma matriz polimérica que contenha um catalisador. Assim, quando a trinca se encontra com as microcápsulas, por exemplo, ela é rompida, liberando seu agente e ao entrar em contato com o catalisador, ocorre o reparo do material, como mostrado na Figura 2 (HAGER *et al.*, 2010).

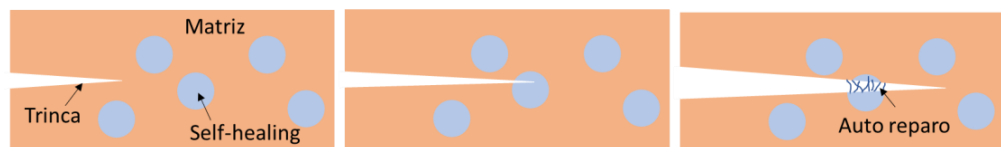
Figura 2. Mecanismo de autorreparo por microcápsulas.



Fonte: Silva (2018).

Já o método intrínseco é diferente, pois precisa de um estímulo externo, como o calor, para agir. Assim, um termoplástico sólido é incorporado na matriz como agente de reparo e ao elevar a temperatura, ocorre a difusão das cadeias poliméricas, novas ligações químicas agente/matriz são realizadas, e então, com a solidificação do agente, a trinca é fechada reparando o material, como pode ser visto na Figura 3 (HAGER *et al.*, 2010).

Figura 3. Mecanismo de autorreparo por adição de termoplástico.



Fonte: Silva (2018).

O trabalho realizado por Wang *et al.* (2012) mostra a eficiência da adição de um agente termoplástico no autorreparo de um compósito carbono/epóxi. Os autores avaliam a tenacidade à fratura na resistência ao cisalhamento interlaminar comparando amostras antes e depois do reparo com amostras sem a adição do termoplástico. Assim, os mesmos concluíram que a tenacidade à fratura interlaminar aumentou, porém a resistência ao cisalhamento diminuiu em virtude do termoplástico utilizado possuir baixa resistência ao cisalhamento.

CAPÍTULO 3 – PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO

3.1 MATERIAIS

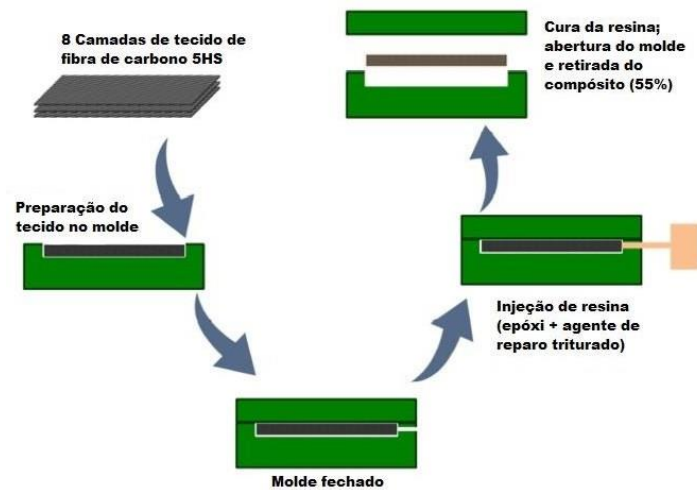
Neste trabalho, a resina epóxi RTM-6 foi utilizada como matriz. O tecido utilizado como reforço foi o tecido de fibra de carbono 5HS (Harness Satin) fabricado pela *Hexcel Composites*, apresentando fibra 12K HTA e peso de 391 g.m⁻².

O agente autorreparo utilizado foi o termoplástico poli(etileno-co-ácido metacrílico), EMAA, fornecido pela Sigma-Aldrich®, um copolímero randômico com 14,5 – 15,5% de ácido metacrílico. Este polímero apresenta a vantagem de possuir baixa temperatura de fusão (90°C) (NASCIMENTO *et al.*, 2020). Foram utilizadas diferentes frações do agente, medidas experimentalmente através dos métodos ópticos e de varredura, que serão explicadas na próxima subseção.

3.2 PROCESSAMENTO VIA RTM

O processamento foi realizado via moldagem por transferência de resina (RTM), utilizando o equipamento Radius 2100cc RTM Injector localizado no Departamento de Materiais e Tecnologia, na faculdade de Engenharia e Ciências – Câmpus de Guaratinguetá na Universidade Estadual Paulista (DMT/FEG/UNESP). O termoplástico sólido (agente de autorreparo) foi triturado criogenicamente em moinho de alta energia, passado por uma peneira de malha 100 mesh, em seguida, na forma particulada, misturado à resina antes da injeção. A matriz com agente termoplástico foi infundida no reforço em molde fechado com temperatura e pressão controladas. Os parâmetros de processamento foram pressão de injeção de 0,2 MPa, vácuo de 0,05 MPa. A pré-forma do tecido possui oito camadas empilhadas simetricamente, totalizando 55% em fração volumétrica de fibras. A esquematização do processamento por RTM é visualizada na Figura 4.

Figura 4. Esquematização RTM.



Fonte: Monticelli (2017).

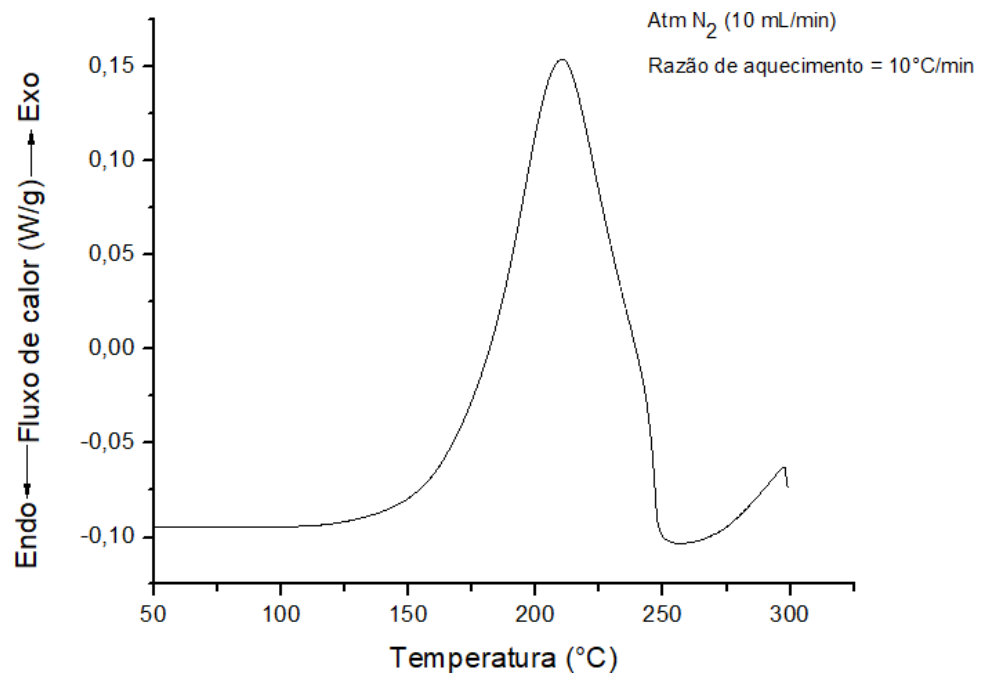
Os compósitos foram cortados em cortadeira metalográfica (Allied High Tech Products – disponível no DMT/FEG/UNESP) com disco de corte diamantado com as dimensões dos corpos de prova estabelecidos pela norma ASTM D2344. Por fim, os espécimes para análise via imagens microscópicas foram embutidos em baquelite e curados a 170°C por 7,5 min. Em seguida, foram realizados os procedimentos de polimento com suspensão de diamante (9-1 μm) seguida de suspensão de alumina (0,05 μm). Microscopias ópticas e eletrônica de varredura - MEV (microscópio Tescan Vega 3) foram utilizadas para capturar as imagens através da espessura. Os equipamentos estão localizados no DMT/FEG/UNESP e no Laboratório de Estruturas, divisão de Engenharia – ITA. Maiores detalhes dos procedimentos de análise microscópica estão disponíveis em Monticeli (2019) .

3.2.1 Determinação dos parâmetros de processo

A fim de determinar a temperatura e tempo de cura ideal da resina epóxi, foram realizadas análises por calorimetria diferencial exploratória (*differential scanning calorimetry* – DSC) dinâmico e isotérmico. A partir da Figura 5 foi possível determinar o intervalo de cura ideal do material, onde tal fenômeno inicia em 150°C (T_{onset}) e atinge seu pico de cura em 210,13°C (T_{peak}). Posteriormente análises por DSC isotérmico foram realizadas para as temperaturas de 150°C, 180°C e 210°C (temperatura intermediárias ao início e pico de cura). Por meio da Figura 6 determinou-se que uma temperatura de 180°C por 120 min é a ideal para curar o material, considerando que esse tempo não é rápido, o

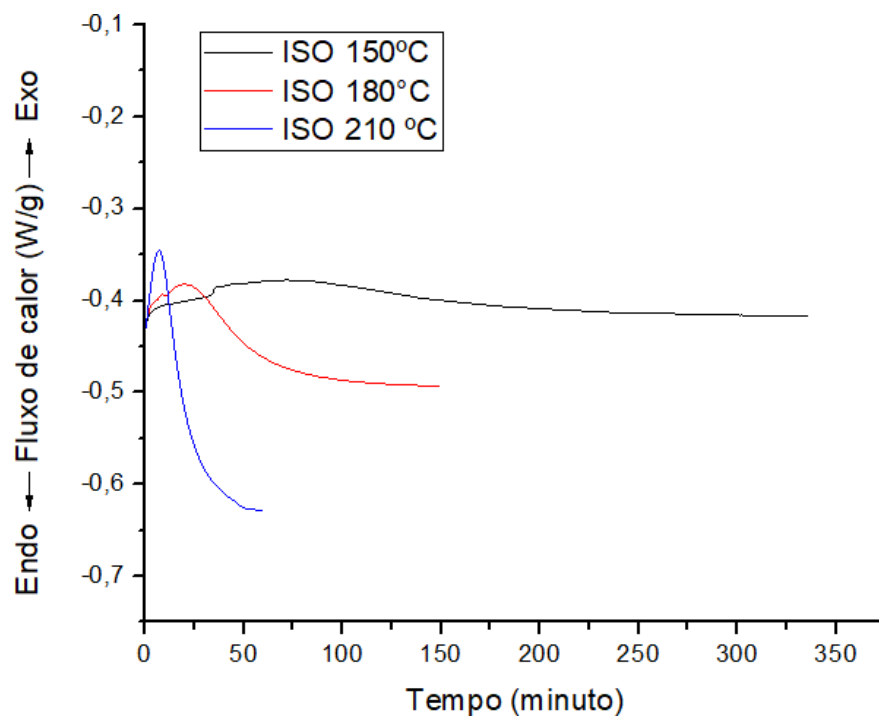
qual pode resultar em uma cura ineficiente (gerando concentradores de tensão) e também não é lento, logo promove uma maior processabilidade e economia de energia.

Figura 5. DSC Dinâmico.



Fonte: Monticelli (2017).

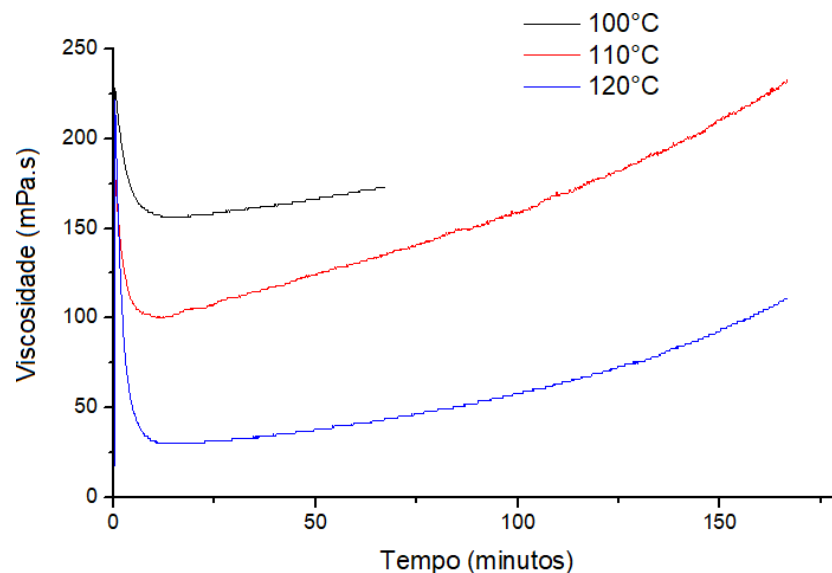
Figura 6. DSC Isotérmico.



Fonte: Monticelli (2017).

A temperatura de injeção e viscosidade foram determinados por meio do viscosímetro de Brookfield, modelo DV-II + PRO – RV, com spidle tipo SC4-27, localizado no DMT/FEG/UNESP. As viscosidades foram analisadas para as temperaturas de 100, 110 e 120°C. A partir da Figura 7, pôde-se constatar que a temperatura e viscosidade ideal é a 120°C, pois nessa temperatura a viscosidade da resina é baixa o suficiente para permitir um fluxo eficiente em todo o compósito no momento da injeção. Vale ressaltar que o tempo de injeção foi de 60 minutos e parâmetros de processamento semelhantes foram utilizados nos estudos do Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos da UNESP/FEG (BROCKS *et al.*, 2013).

Figura 7. Viscosidade Resina Epóxi.



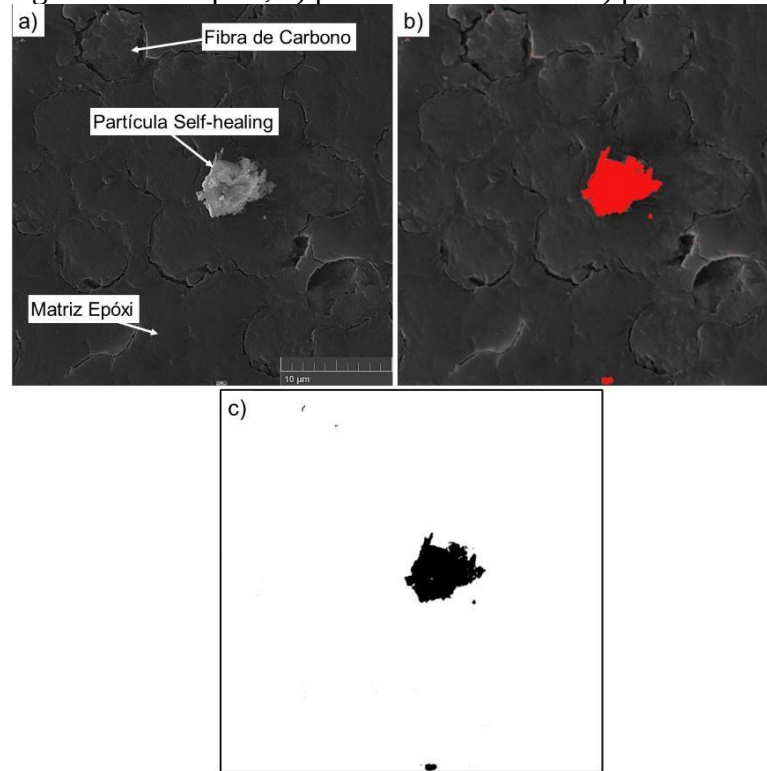
Fonte: Monticelli (2017).

3.2.2 Caracterização microscópica

Esta primeira seção apresentará a medição do teor de partículas plásticas dispersas nos compósitos, caracterizadas por meio de técnicas microscópicas. É ilustrada na Figura 8a a imagem obtida através do microscópio eletrônico, na qual é possível visualizar os contornos da fibra de carbono, a região da matriz epóxi e a presença da partícula de termoplástico. Apresenta-se na o método quantitativo de tratamento de imagem para obtenção das características físicas de autorreparo no laminado, utilizando o software *ImageJ*. Posteriormente, as imagens foram tratadas com o software para medir a fração do agente de reparo. As etapas do tratamento de imagem foram a imagem da seção (Fig. 8a), o *threshold* aplicado para destacar a partícula de autorreparo (Fig. 8b) e, em seguida, o reforço e a matriz

foram removidos (Fig. 8c) para medir o conteúdo de partícula em cada espécime. Trinta medições foram realizadas para cada laminado.

Figura 8. Tratamento de imagem microscópica para medição da fração do agente de autorreparo: a) imagem microscópica, b) partícula destacada e c) partícula discriminada.



Fonte: próprio autor.

Os dados de medição de média e desvio padrão da fração do agente de reparo no compósito laminado são mostrados na Tabela 1. O compósito de referência é chamado de C-A sem adicionar um agente de autorreparo (ou seja, 0%). O laminado C-B representa o compósito com 2,41% de *self-healing*, enquanto o C-C representa um laminado com 9,79% de fração média de agente reparador.

Tabela 1. Medição fração de *self-healing*.

Fração de <i>self-healing</i>	C-A (%)	C-B (%)	C-C (%)
Média	0,00	2,41	9,79
Desvio Padrão	-	1,60	1,30

Fonte: produção do próprio autor.

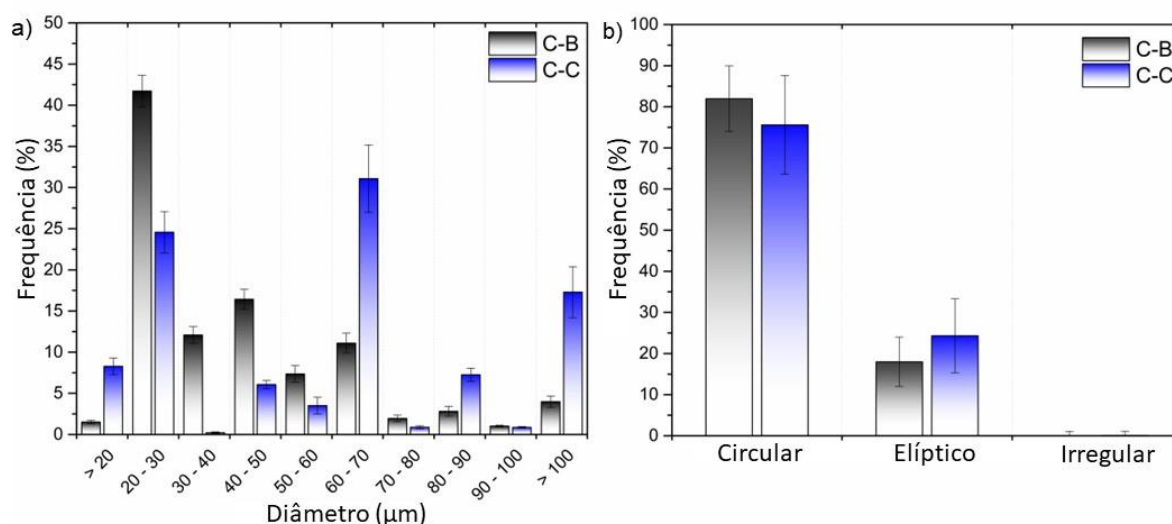
Através do tratamento de imagem, foi possível medir a distribuição de tamanho de diâmetro de partículas de autorreparo ao longo dos compósitos C-B e C-C, conforme mostrado no histograma da Fig. 9a. Ambas as famílias de compósitos tiveram os mesmos

procedimentos de processamento, modificando apenas a fração de partículas EMAA. Para a amostra C-B, a maior concentração de diâmetro é encontrada na faixa de 20-30 μm (ou seja, 41,73%), com uma fração baixa para partículas $>100 \mu\text{m}$ (3,98%).

Por outro lado, o aumento da fração de agente termoplástico gera um deslocamento na distribuição de diâmetro, em que a maior frequência para o C-C muda para a faixa de 60-70 μm (31,08%), aumentando também a concentração de diâmetros $>100 \mu\text{m}$ (17,29%). Um desvio padrão maior é mais provável em amostras C-C devido à aglomeração de partículas, que modifica o tamanho inicial do termoplástico inserido, resultando em maior diversidade na distribuição de diâmetro em diferentes amostras.

O aumento da fração de agente reparador no compósito gerou aglutinação das partículas durante a fabricação, aumentando seu tamanho de partícula. A coalescência de partículas gera menor homogeneidade na dispersão (ou seja, maior desvio padrão) do *self-healing*, criando regiões com ausência de agente reparador e regiões com maiores concentrações. Essa característica também pode afetar a eficiência da autorreparo, pois uma distribuição homogênea pode garantir uma maior probabilidade para as partículas encontrarem as trincas geradas e, por sua vez, levar ao fechamento da trinca por meio de novas conexões durante a conformação do agente termoplástico (KIM; SOTTOS; WHITE, 2019; MCCOMBE *et al.*, 2012; WILLIAMS; TRASK; BOND, 2007).

Figura 9. Partícula de self-healing: a) distribuição do diâmetro e b) morfologia.



Fonte: próprio autor.

É demonstrada na Figura 9b a distribuição da morfologia da partícula EMAA. Como pode ser visto, a maioria das partículas é circular para ambos os laminados, representando mais de 80%. Outro formato encontrado foi o elíptico ($\approx 20\%$), resultado do método utilizado

por moagem de alta energia, formando partículas com formato de microfibras. As formas irregulares podem ser negligenciadas, pois os valores foram significativamente baixos em comparação com os outros formatos, ou seja, 0,05% para o laminado C-B e 0,09% para o laminado C-C. No entanto, o mesmo comportamento ocorre entre a morfologia e distribuição de tamanho de diâmetro, em que o compósito C-C apresenta maior desvio, visto que a coalescência das partículas gerou maior variação na forma do agente plástico.

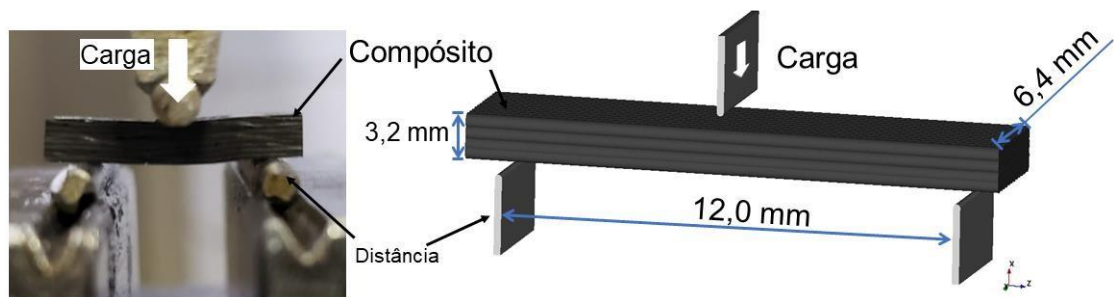
As frequências de morfologia circular e elíptica foram mantidas para os dois laminados, mesmo com a coalescência das partículas para o laminado com maior teor de agente plástico. Isso indica que as partículas EMAA do laminado C-C sofreram um aumento no tamanho do diâmetro, mas não afetaram sua morfologia. O aumento no diâmetro da partícula para o laminado C-C pode aumentar a eficiência localizada da reparo. No entanto, diminui a capacidade de macro reparo, pois o agente está localizado em regiões específicas, diminuindo a possibilidade de encontrar uma diversidade de trincas para realizar a ação reparadora, conforme ilustrado por Vintila *et al.* (2021).

CAPÍTULO 4 – ENSAIO DE CISALHAMENTO INTERLAMINAR

4.1 METODOLOGIA ILSS

De acordo com os capítulos de procedimentos da norma ASTM D2344 (2016), as seguintes dimensões para amostras de cisalhamento interlaminar foram comprimento (L) = espessura (h) $\times$ 6 e largura (b) = espessura (h) $\times$ 2. O teste foi realizado em umidade relativa e temperatura ambiente. O ensaio baseou-se na flexão em 3 pontos (Figura 10) com dimensionamento para garantir a concentração de tensões entre as camadas para conduzir a tensão de cisalhamento composta. O teste foi realizado em uma máquina de ensaios universal Shimadzu AG-X com célula de carga de 5 kN e velocidade de $1,0 \text{ mm.min}^{-1}$. Equipamento localizado no DMT/FEG/UNESP.

Figura 10. Esquematização Cisalhamento Interlaminar.



Fonte: próprio autor.

Inicialmente, a carga foi aplicada nos espécimes compósitos com agente auto reparador até que a carga inicial decaísse 30% em resposta ao início e crescimento da trinca inicial. Em seguida, a carga foi retirada, ou seja, após a ocorrência da fratura. Os espécimes foram aquecidos a $150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ por 30 minutos para ativar o agente de reparo. E então, o teste ILSS foi repetido para analisar o novo comportamento mecânico e efeito de autorreparo. Este foi o critério de falha para avaliação do efeito do reparo por *self-healing*, considerando os aspectos normativos de falha para o ensaio estabelecido.

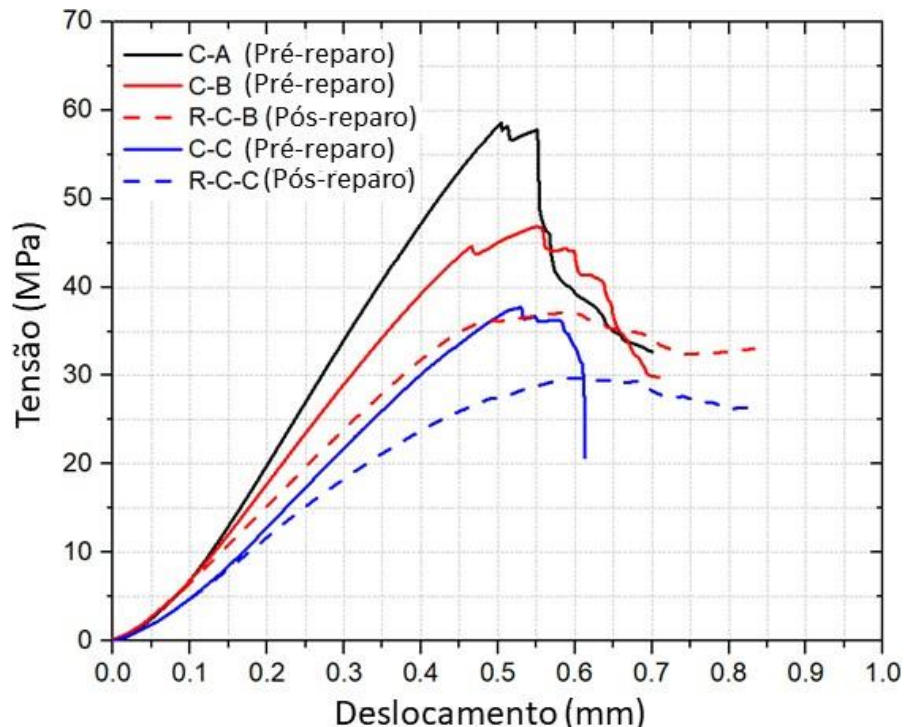
4.2 ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE CISALHAMENTO INTERLAMINAR

Depois de investigar a fração de agente reparador em cada laminado, as mesmas concentrações de partículas foram usadas para caracterização mecânica e análise do efeito de

reparo na fratura por cisalhamento. Ilustra-se na Figura 11 as curvas do comportamento de cisalhamento interlaminar (ILSS) para o laminado de referência (C-A), o laminado com 2,41% de ciclo de pré-reparo (C-B) e pós-reparo (R-C-B), e para o laminado com 9,79% de agente antes do ciclo de autorreparo (C-C) e após o ciclo de autorreparo (R-C-C).

A curva tensão versus deslocamento (Figura 11) permite perceber a queda da rigidez e da tensão de cisalhamento máxima dos corpos de prova C-A em relação aos demais, em função do aumento da concentração do agente termoplástico EMAA em cada compósito. Após a realização dos ensaios mecânicos nas três famílias de laminados, todas as amostras contendo agente auto reparador foram aquecidas a 150 °C por 30 min para ativar a ação do *self-healing*. É apresentada na a curva média do comportamento mecânico do compósito após o autorreparo, resultando em uma curva mais suave com menor capacidade de carga (tensão). Este comportamento está associado ao agente utilizado, que apresenta um comportamento mais dúctil que a matriz utilizada devido à alta densidade de ligações cruzadas no sistema de resina epóxi (ASHRAFI *et al.*, 2011; LADANI; WANG; MOURITZ, 2019).

Figura 11. Tensão de Cisalhamento Interlaminar pré e pós-reparo.

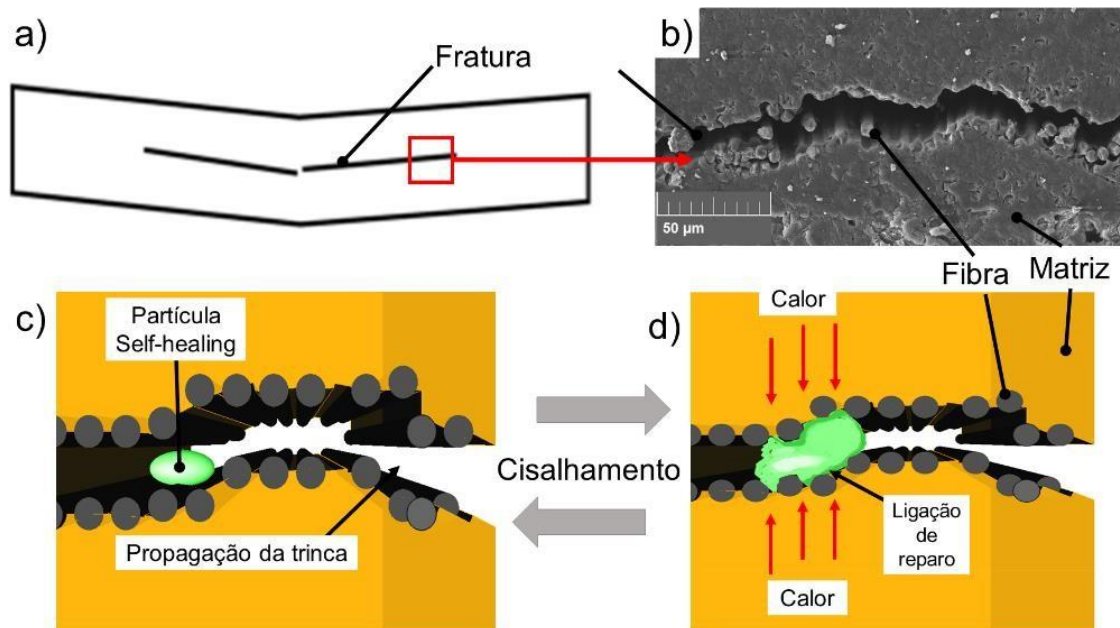


Fonte: próprio autor.

Quando o agente plástico foi encontrado pelo comprimento da trinca, o corpo de prova foi aquecido, adicionando energia externa para fundir a molécula termoplástica em ambas as

superfícies fraturadas (método extrínseco) (KAHAR *et al.*, 2021). A reparação do dano começa por meio de interações químicas entre as superfícies fraturadas e o agente EMAA durante a cristalização do polímero por meio de pontes de hidrogênio e forças de Van Der Waals (VARLEY; PARN, 2012). Quanto à interação física, o polímero se dissolve na superfície fraturada, gerando o ancoramento mecânico de ambas as faces após a solidificação, conforme ilustrado na Figura 12. O efeito de reparo pode aumentar a tenacidade dos materiais, considerando o comportamento dúctil do agente termoplástico (JONY; ROY; MULANI, 2020; PINGKARAWAT *et al.*, 2013).

Figura 12. Esquematisação mecanismo *self-healing*: a) cisalhamento interlaminar (conforme a norma), b) microscopia da amostra fraturada, c) agente *self-healing* dentro do trinca de cisalhamento e d) esquema do efeito de reparo.



Fonte: próprio autor.

É apresentado na Tabela 2 os resultados da tensão de cisalhamento final (ILSS) e módulo de tenacidade – associados à área sob o gráfico (N.m = J). Conforme visto na Figura 10, o laminado sem partículas EMAA apresenta maiores valores de tensão e módulo de tenacidade. A adição de agente reduz em média 11% nas propriedades mecânicas para C-B e 24% na redução para corpos de prova C-C. A eficiência de reparo foi calculada usando a razão entre as propriedades mecânicas medidas após auto reparo e as propriedades medidas pelo primeiro teste, conforme método apresentado em WU (2008). Após a ativação térmica, os laminados apresentaram eficiência de autorreparo de tensão de 61% e 63% para os

laminados C-B e C-C, respectivamente. Semelhantemente, apresentaram 132% e 81% na eficiência do módulo de tenacidade, respectivamente. Esse resultado demonstra alta capacidade de reparo e possibilidades de uso contínuo do laminado através do controle do crescimento de danos.

Os resultados de eficiência de reparo foram semelhantes aos polímeros usados na literatura, como acetato de etileno vinil (EVA) (PINGKARAWAT *et al.*, 2013), poliuretano (PU), redes de polidissulfeto, misturas de polímeros, polidimetilsiloxano terminado em metacriloxipropil (MAT-PDMS) (MICHAEL; DÖHLER; BINDER, 2015) e co -poliéster (CHAMPAGNE; PANG; LI, 2016), com eficiência de reparo na faixa de 70-103%, assim como o próprio EMAA (61-156%) (NASCIMENTO *et al.*, 2020; PINGKARAWAT *et al.*, 2012b, 2013). Por outro lado, a eficiência de reparo apresentada neste estudo foi maior que acrilonitrila butadieno estireno (ABS), poli(etileno-co-glicidil) metacrilato (PEGMA) (PINGKARAWAT *et al.*, 2013), dicitlopentadieno (DCPD) (PATEL *et al.*, 2010), mercaptano (TAN *et al.*, 2019), e fenilacetato de etila (EPA) (KIM; SOTTOS; WHITE, 2019) com faixa de eficiência de 0 a 50%. A maior capacidade de autorreparo do módulo de tenacidade (do que pela tensão) é uma resposta à redução da rigidez e aumento da ductilidade associada à inserção do termoplástico EMAA, gerando um laminado com maior capacidade de deformação.

Tabela 2. Comportamento Mecânico pré e pós reparo.

Pré reparo	C-A (0%)	C-B (2,41%)	C-C (9,79%)
<i>Módulo de Tenacidade (J)</i>	0,53 ± 0,07	0,46 ± 0,04	0,38 ± 0,01
<i>ILSS (MPa)</i>	58,00 ± 3,57	52,38 ± 4,85	46,24 ± 5,95
Pós reparo	C-A (0%)	C-B (2,41%)	C-C (9,79%)
<i>Módulo de Tenacidade (J)</i>	-	0,61 ± 0,11	0,31 ± 0,08
<i>ILSS (MPa)</i>	-	32,06 ± 3,98	29,49 ± 4,82
Eficiência	C-A (0%)	C-B (2,41%)	C-C (9,79%)
<i>Módulo de Tenacidade (%)</i>	-	132,61	81,58
<i>ILSS (%)</i>	-	61,21	63,78

Fonte: produção do próprio autor.

A diminuição da resistência interlaminar com a adição do agente reparador era esperada, considerando a natureza e a densidade das ligações presentes no termoplástico e termorrígido aplicado neste estudo (MONTICELI *et al.*, 2021). Wang *et al.* (2012) confirmaram que a adição de termoplástico pode reduzir a resistência do compósito reforçado

com matriz termorrígida. No entanto, o aumento da concentração do agente não aumentou a capacidade de reparo esperada. Este comportamento está associado a coalescência do agente no laminado C-C, que diminui a dispersão termoplástica e aumenta os concentradores de tensões internas no material. Os resultados indicam uma fração limitada do agente reparador para os métodos convencionais de fabricação por injeção. Além disso, os primeiros testes podem ter produzido danos graves que eram difíceis de serem reparados por partículas. O EMAA foi previamente mostrado como um agente de autorreparo eficiente para reparar danos iniciais e microfissuras (NASCIMENTO *et al.*, 2020), sugerindo que o processo de reparo pode ser mais eficaz quando ativado nos estágios iniciais do dano.

4.3 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

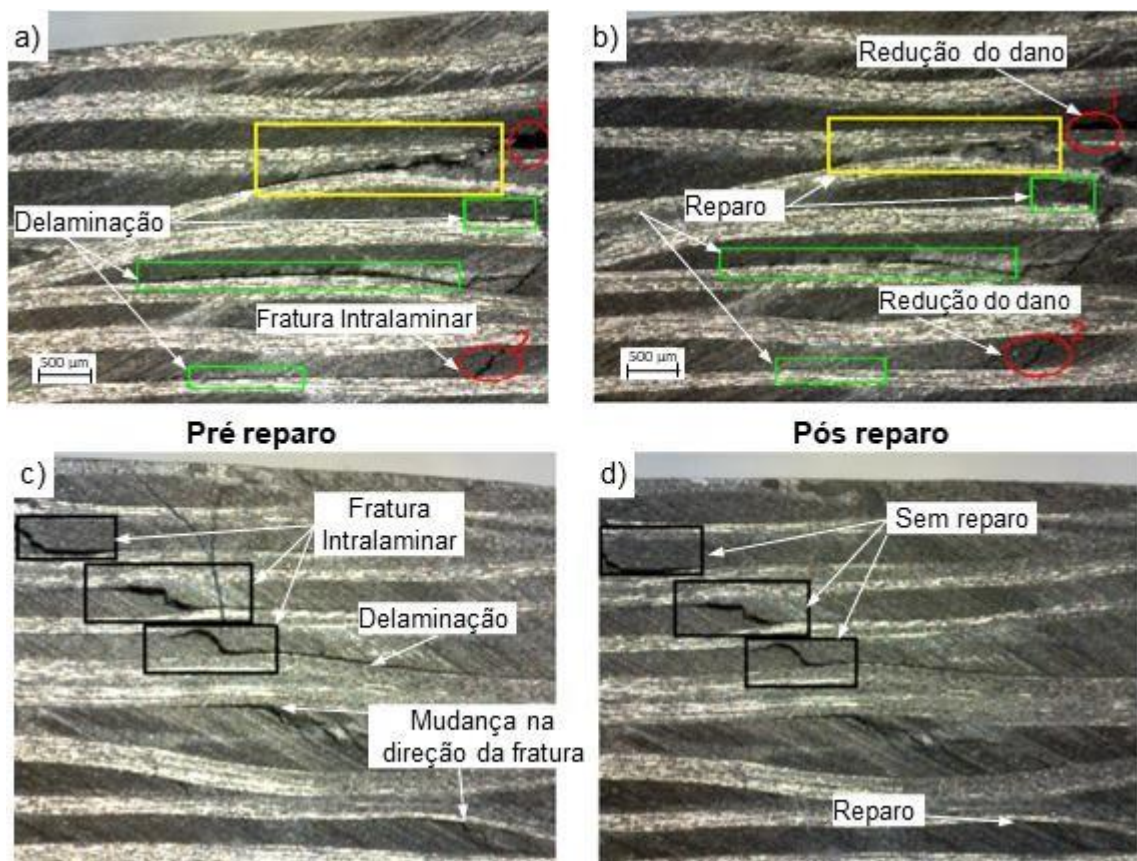
É mostrado na Figura 13 o efeito de autorreparo na fractografia no fechamento da trinca junto com o laminado, conforme destacado em cada região antes (pré-reparo) e após o reparo (pós-reparo). Houve incidência de microfissuras em vários planos e danos intralaminares devido a mudança na direção da trinca. Isso ocorre devido à relação trama/urdume do tecido 5HS, que gera protuberâncias na interação (CHUVES *et al.*, 2022), forçando a trinca a mudar de direção continuamente e resultando em fraturas entre as camadas (intralaminar) (BAI *et al.*, 2021). Os maiores efeitos de reparo foram observados para o dano interlaminar, justificado pelo acúmulo de partículas concentrado nesta região. Além disso, o termoplástico EMAA não fechou todas as trincas, considerando que o autorreparo só tem efeito significativo quando a trinca encontra a região onde o agente está disperso, resultando na formação de reparo parcial.

O efeito reparador só ocorre quando a trinca encontra o agente reparador; caso contrário, não haverá fechamento da trinca pelos métodos de adesão química e ancoragem mecânica, conforme mostrado na Figura 12. Nas Figuras 13a e 13b, as espessuras da trinca nas regiões 1 e 2 (círculos vermelhos) obtiveram valores antes do reparo de 0,700 mm e 0,175mm, respectivamente. Após a ativação do agente, essas espessuras atingiram valores de 0,367 mm e 0,058 mm. Ou seja, as trincas foram reduzidas para 47,5% para a região 1 e 67% para a região 2. Com relação às trincas nas demais regiões destacadas, é possível observar tal eficiência na redução do tamanho das trincas. Por outro lado, as Figuras 13c e 13d não mostram evidências de autorreparo nas regiões destacadas, considerando a ausência de agente termoplástico nas superfícies das trincas. Pode-se inferir que a eficiência do reparo é

mais efetiva quando há maior dispersão do agente, aumentando a probabilidade de uma trinca encontrar o agente auto reparador.

A capacidade de reparo também é reduzida quando há fratura translaminar (fratura de fibra), considerando que o agente termoplástico só é eficiente na ligação de fratura adesiva (matriz/reforço) e fratura coesiva (matriz/matriz). No entanto, ambas as fraturas (adesiva e coesiva) correspondem a 90% da fratura inicial do laminado (KHAN; ALDERLIESTEN; BENEDICTUS, 2014; MONTICELI; CIOFFI; VOORWALD, 2022), em que o controle e o fechamento podem aumentar significativamente a vida útil do compósito.

Figura 13. Análise fractográfica: a) e c) pré, b e d) após ação de reparo.



Fonte: próprio autor.

CAPÍTULO 5 – ANÁLISE ESTATÍSTICA

5.1 METODOLOGIA ESTATÍSTICA

Uma análise de variância (ANOVA) foi realizada para quantificar a contribuição da fração do agente de autorreparo na dispersão das propriedades mecânicas e para determinar a validação da hipótese nula. A hipótese H_0 considerou que não houve diferença significativa entre as frações de *self-healing* (a média apresenta o mesmo resultado), e a hipótese H_1 determina que a fração do agente influenciou na variação do desempenho mecânico. O procedimento ANOVA foi realizado no Minitab18 com $\alpha = 0,05$ e 95% de confiabilidade para os resultados entre a fração do agente *self-healing* (intergrupo) e a variação de comparação baseada na repetibilidade de ensaio dos cinco testes para a mesma fração do agente autorreparo (intragrupo). É exibido na Tabela 1 as equações utilizadas no método ANOVA para calcular o fator F . O parâmetro n é a quantidade de dados experimentais, C o número do grupo, $\bar{x}_i$ é a média de cada grupo, $\bar{x}$ é a média total, x_{ji} é cada número global e o fator F determina se a variação da fração de autorreparo apresenta maior variância do que o desvio padrão da resposta mecânica. O p -valor é um valor tabulado, de acordo com o grau de liberdade e o valor de F encontrados.

Tabela 3. Forma estruturada da ANOVA

Variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Média Quadrática	Fator F
Intergrupo	$S_a = \sum_{i=1}^C n(\bar{x}_i - \bar{x})^2$	$V_a = C - 1$	$SM_a = \frac{S_a}{V_a}$	$F = \frac{SM_a}{SM_b}$
Intragrupo	$S_b = \sum_{i=1}^C \sum_{j=1}^n (x_{ji} - \bar{x}_i)^2$	$V_b = n - C$	$SM_b = \frac{S_b}{V_b}$	

n = nº dados experimentais; C = nº do grupo; $\bar{x}_i$ = média de cada grupo; $\bar{x}$ = média total; x_{ji} = cada número global; F = valor da razão entre as médias quadráticas

Fonte: produção do próprio autor.

A distribuição de probabilidade $P(x)$ para a variação da tensão de cisalhamento final seguiu a distribuição de Weibull de dois parâmetros – Equação (1) (AO; OY, 1999; BEREMIN *et al.*, 1983). A distribuição de Weibull fornece um modelo de previsão para tensão de cisalhamento interlaminar em diferentes níveis de confiabilidade. Uma distribuição linear foi realizada de acordo com a Equação (2) – derivada da Equação (1) ln (Logaritmo

neperiano). A distribuição linear da Equação (2) pode ser $y = Ax + B$, na qual $Y = \ln[\ln(1/1 - P(x))]$, $Ax = m \ln(X_c)$ e $B = m \ln(X_u)$.

$$P(x) = \exp \left[- \left(\frac{X}{X_u} \right)^m \right] \quad (1)$$

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - P(x)} \right) \right] = m \cdot \ln(X_c) - m \cdot \ln(X_u) \quad (2)$$

Onde $P(x)$ é a distribuição de probabilidade confiável, X_c é o valor atual analisado, ou seja, tensão de cisalhamento final para cada teste, X_u é o parâmetro de escala Weibull e m é o parâmetro de forma Weibull, que define a forma da função de probabilidade.

A metodologia de superfície de resposta (RSM) prevê o comportamento em função de diferentes níveis para o agente de autocorreção que não é acessado experimentalmente. É descrito na Eq. (3) as interações entre os níveis dos parâmetros de processamento e as propriedades mecânicas.

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum_{j=i}^k \beta_{ji} x_i x_j \quad (3)$$

Onde, Y representa a resposta prevista, ou seja, o comportamento mecânico antes do autorreparo (σ_N) e após o autorreparo (σ_R) – MPa. x_i e x_j são os níveis de parâmetros associados ao deslocamento D – mm e fração do agente *self-healing* SH – %. Os parâmetros betas (β) são o coeficiente constante, os coeficientes lineares e o coeficiente de interação.

5.1.1 Análise de variância

Considerando a variação nos resultados mecânicos experimentais, é difícil garantir o agente de fração mais adequado, pois o desvio padrão reduz a confiabilidade da análise. Para tanto, a análise de variância (ANOVA) foi aplicada para comparar as variâncias entre medianas (ou médias) de diferentes frações de agentes. É resumido na Tabela 4 as influências da fração do agente autorreparo com uma confiabilidade de 95%. A análise de comparação foi baseada em cinco amostras para a mesma fração de agente (intragrupo) e a variação de todos os resultados de acordo com a variação de *self-healing* (intergrupo). A ANOVA foi realizada para os dados do ensaio mecânico antes do ciclo de reparo (Tabela 4) e após o ciclo de reparo (Tabela 5).

A partir dos resultados da Tabela 4, é possível confirmar que a variação intergrupos apresenta $F > F_{crítico}$ e $p\text{-valor} < 0,05$, o que indica que a configuração composta intergrupos (variação da fração do agente) tem uma maior influência comparado à dispersão interna para o mesmo laminado. O menor valor de F confirma esse comportamento para o intragrupo. Os valores de F são calculados com base na Tabela 1 e $F_{crítico}$ é representado por um valor limite tabulado (seguindo graus de liberdade) usado para comparação e verificação da hipótese nula. Quando $F > F_{crítico}$ significa que a variação dos parâmetros analisados é significativa para determinar a resposta. A porcentagem de contribuição (PC) confirma a análise anterior, em que a variação do agente *self-healing* apresenta 87,6% de influência no comportamento mecânico em relação à dispersão interna (ou seja, 12,4%).

Tabela 4. ANOVA pré ação de reparo.

Variação	SQ	GL	QM	F	Valor-p	F_{crítico}	PC
Intra-grupo	65.213	5	13.04	0.72	0.620	3.32	12.40
Inter-grupo	460.67	2	230.34	12.79	0.001	4.10	87.60
Total	525.89	10					-

* SQ – Soma dos Quadrados; GL – Grau de Liberdade; QM – Média dos Quadrados; F – variação entre a média das amostras/variação dentro das amostras; PC – Porcentagem de Contribuição

Fonte: produção do próprio autor.

Após a ação de reparo (Tabela 5), observou-se comportamento contrário. A variação interna dos resultados intragrupo apresenta um PC maior do que a influência da variação do teor de partículas de autorreparo. Além disso, ambos os grupos (Intra e Inter) apresentam $F < F_{crítico}$ e $p\text{-valor} > 0,05$, indicando maior variação do que a resposta antes da ação reparadora. Este resultado era esperado, tendo em vista que o material apresentou fraturas e trincas em diferentes regiões, somando-se a variação na região onde efetivamente ocorreu o fechamento da trinca. Assim, aumentando a dispersão dos resultados mecânicos pós-reparo.

Tabela 5. ANOVA após ação de reparo.

Variação	SQ	GL	QM	F	Valor-p	F_{crítico}	PC
Intragrupo	45.56	5	9.11	0.45	0.79	5.05	76.56
Intergrupo	13.94	1	13.94	0.69	0.44	6.60	23.43
Total	59.50	6					

* SQ – Soma dos Quadrados; GL – Grau de Liberdade; QM – Média dos Quadrados; F – variação entre a média das amostras/variação dentro das amostras; PC – Porcentagem de Contribuição

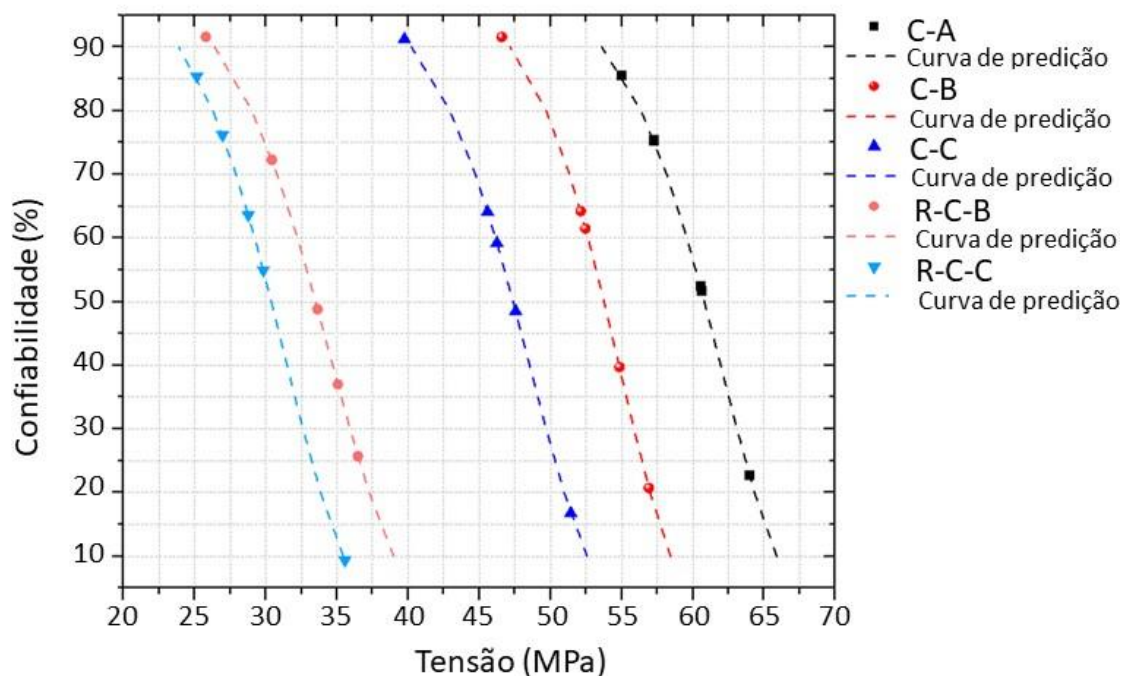
Fonte: produção do próprio autor.

5.1.2 Distribuição de weibull e análise de previsão

Visando realizar uma análise comparativa, o modelo de dispersão de Weibull foi aplicado aos dados experimentais. É apresentado na Figura 14 os dados experimentais antes e depois do reparo (pontos) e as curvas de Weibull geradas para cada conjunto de dados, nas quais é possível determinar o nível de confiabilidade de acordo com a tensão de cisalhamento máxima encontrada. As curvas de Weibull geraram uma alta aproximação dos dados experimentais, com $R^2 > 0,99$.

Mesmo com a dispersão intrínseca dos dados experimentais, há sempre uma tendência de reduzir a tensão máxima aumentando a fração do agente de autorreparo para um determinado nível de confiabilidade. Os níveis de reparo (R-C-B e R-C-C) apresentaram curvas muito próximas, indicando uma menor influência de altas frações na eficiência de reparo, considerando as concentrações e coalescência de partículas para maiores porcentagens do agente reparador durante o processo de injeção e a menor eficiência em consolidação de fraturas intralaminar.

Figura 14. Sensibilidade da curva de tensão cisalhamento máxima pré e pós-reparo.



Fonte: próprio autor.

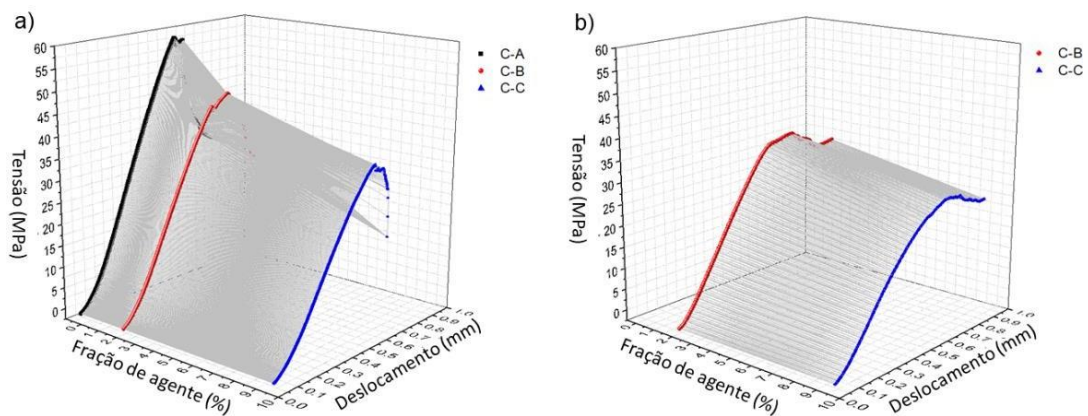
Os resultados demonstram que o aumento do teor de partículas reduziu as propriedades mecânicas (rigidez) e não apresentou melhora significativa no desempenho de reparo.

Considerando as diferentes frações do agente autorreparo aplicadas aos compósitos laminados, a metodologia de modelagem de superfície de resposta foi aplicada para produzir uma curva de modelo preditivo, permitindo o acesso a outros níveis de fração não aplicados experimentalmente.

É apresentada na Figura 15 a curva tridimensional gerada através das curvas tensão x deformação para cada percentual de agente reparador (C-A, C-B e C-C). É mostrado na Figura 15a os resultados da diminuição das propriedades mecânicas com a adição do agente antes do ciclo de reparo, enquanto a Figura 15b é apresentado o comportamento da curva após o ciclo de reparo. O erro máximo entre as duas curvas geradas e os dados experimentais foi de 3,9 % e o coeficiente de determinação foi $R^2 > 0,93$. As equações (4) e (5) descrevem a curva 3D geradas pelas Figuras 15a e 15b, respectivamente, onde (σ_N) representa o comportamento mecânico antes do autorreparo e (σ_R) após o autorreparo, D é o parâmetro associado ao deslocamento e SH representa a fração do agente *self-healing*.

A curva gerada pode determinar o nível satisfatório de agente de autorreparo que atende aos requisitos do projeto, economizando análises, testes experimentais, tempo e custo. Além disso, a curva gerada pela Figura 15b apresenta o comportamento médio pós-reparo, onde também é possível gerar a eficiência de autorreparo mais adequada ao projeto da aplicação em análises não aplicadas experimentalmente.

Figura 15. Comportamento de cisalhamento interlaminar da curva de RSM ajustada:
a) pré-reparo e b) pós-reparo.



Fonte: próprio autor.

$$\sigma_N = -7.33 - 1.11SH + 195.46D + 0.067SH^2 - 179.25D^2 - 1.62SH \cdot D \quad (4)$$

$$\sigma_R = -3.11 - 0.028SH + 126.23D - 0.037SH^2 - 99.90D^2 - 0.63SH \cdot D \quad (5)$$

CAPÍTULO 6 - CONCLUSÃO

Este estudo demonstrou o efeito da fração do agente termoplástico no comportamento de cisalhamento do CFRP. Uma análise mecânica e estatística completa foi realizada, caracterizando a distribuição de partículas de *self-healing*, morfologia e efeito da fração no comportamento de reparo. Do estudo experimental, pode-se tirar as seguintes conclusões:

- A rigidez diminuiu com a adição de agente *self-healing* considerando o comportamento e a densidade de ligações presentes no termoplástico adicionado ao compósito reforçado com matriz termorrígida;
- O aumento da fração de agente de *self-healing* diminui a capacidade de reparo devido à fratura intralaminar e à coalescência termoplástica (aumento do tamanho do diâmetro), indicando uma fração limitada de agente de reparo para processamento de injeção;
- O método ANOVA demonstrou que a variação da fração de *self-healing* tem maior influência comparada à dispersão interna para uma mesma família de laminados antes da ação de reparo;
- A eficiência de autorreparo atingiu uma média de 62% para tensão de cisalhamento, 106% para comportamento do módulo de tenacidade e redução do tamanho da trinca de 57%;
- A curva de predição antes e depois da ação de autorreparo no comportamento de cisalhamento interlaminar fornece o nível apropriado da fração de *self-healing* que pode atender aos requisitos do projeto, economizando assim tempo e custos.

6.1. TRABALHO PUBLICADO EM PERIÓDICO

Chuves, Y.P., Monticeli, F.M., do Nascimento, A.A. *et al.* The Effect of Self-Healing Agent Fraction on CFRP Mechanical Behavior: Statistical Analysis Approach. *Fibers Polym* (2023). <https://doi.org/10.1007/s12221-023-00103-0>

REFERÊNCIAS

- AFONSO BATISTA, G. *et al.* Materiais compostos na aeronautica uma analise da tendencia na fuselagem das aeronaves. **Pesquisa e Ação**, Rio de Janeiro, v. 4, n. 1, p. 7, 2018. Disponível em: <https://revistas.brazcubas.br/index.php/pesquisa/article/view/407/499>. Acesso em: 15 jul. 2019.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D2344 D2344M-16**: Standard Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates. Pênsilvania: ASTM, 2016.
- AO, X. G.; OY, J. A. J. A Weibull stress model to predict cleavage fracture in plates containing surface cracks. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures (FFEMS)**, Oxford, v. 22, n. 6, p. 481–493, 1999. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1046/j.1460-2695.1999.00202.x>. Acesso em 8 out. 2022.
- AONO, Y. *et al.* Fatigue damage of GFRP laminates consisting of stitched unit layers. **International Journal of Fatigue**, Guildford, v. 30, n. 10–11, p. 1720–1728, 2008. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112308000583>. Acesso em: 8 out. 2022.
- ASHRAFI, B. *et al.* Enhancement of mechanical performance of epoxy/carbon fiber laminate composites using single-walled carbon nanotubes. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 71, n. 13, p. 1569–1578, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353811002211>. Acesso em: 5 out. 2022.
- ATTIA, M. A.; EL-BAKY, M. A.; ALSHORBAGY, A. E. Mechanical performance of intraply and inter-intraply hybrid composites based on e-glass and polypropylene unidirectional fibers. **Journal of Composite Materials**, Lancaster, v. 51, n. 3, p. 381–394, 2017. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0021998316644972>. Acesso em: 5 out. 2022.
- NASCIMENTO, A. *et al.* Addition of poly (ethylene-co-methacrylic acid) (EMAA) as self-healing agent to carbon-epoxy composites. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 137, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X20302554>. Acesso em: 27 out. 2020.
- AZIZIAN, M.; ALMEIDA, J. H. S. Stochastic, probabilistic and reliability analyses of internally-pressurised filament wound composite tubes using artificial neural network metamodels. **Materials Today Communications**, Bristol, v. 31, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352492822004913>. Acesso em: 12 set. 2022

BAI, C. *et al.* Theoretical prediction model of mean crushing force of CFRP-Al hybrid circular tubes under axial compression. **Polymer Composites**, Hoboken, v. 42, n. 10, p. 5035–5050, 2021. Disponível em: <https://4spepublications.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pc.26202>. Acesso em: 20 jan. 2022.

BEKAS, D. G. *et al.* Self-healing materials: A review of advances in materials, evaluation, characterization and monitoring techniques. **Composites Part B: engineering**, Knoxville, v. 87, p. 92-119, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836815006204>. Acesso em: 3 dez. 2021.

BEREMIN, F. M. *et al.* A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel. **METALLURGICAL TRANSACTIONS A**, New York, v. 14, p. 2277–2287, 1983. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF02663302>. Acesso em: 12 fev. 2021.

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C. Caracterização mecânica de compósitos de poliamida/fibra de carbono via ensaios de cisalhamento interlaminar e de mecânica da fratura. **Polímeros**, São Carlos, v. 12, n. 3, p. 153–163, 2002. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/pGDnFTNYqdPJkWKpvT8nFVc/?lang=pt>. Acesso em: 20 set. 2019.

BROCKS, T. **Compósito estrutural carbono/epóxi via RTM para aplicação aeronáutica**: processamento e caracterização. 2011. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011. Disponível em: https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/94458/brocks_t_me_guara.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 5 set. 2019.

BROCKS, T. *et al.* Experimental rtm manufacturing analysis of carbon/epoxy composites for aerospace application: non-crimp and woven fabric differences. **Materials Research**, New York, v. 16, n. 5, p. 1175–1182, 2013. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/mr/a/rBXR6863CDM6X5ZYKxgbXjJ/?lang=en>. Acesso em: 14 ago. 2019.

BROUWER, W. D.; VAN HERPT, E. C. F. C.; LABORDUS, M. Vacuum injection moulding for large structural applications. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 34, n. 6, p. 551-558, 2003. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X03000605>. Acesso em: 14 ago. 2019.

CHAMPAGNE, J.; PANG, S. S.; LI, G. Effect of confinement level and local heating on healing efficiency of self-healing particulate composites. **Composites Part B: engineering**, Knoxville, v. 97, p. 344–352, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836816305728>. Acesso em: 12 abr. 2022.

CIOFFI, M. O. H. **Composites processed by RTM using Self healing agents dispersed into the matrix**: viscoelastic behavior and interlaminar fracture in mode II. Projeto

Sabático FAPESP, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2019.

CIOFFI, M. O. H. **Resina epóxi reforçada com tecido de carbono não dobrável por processo RTM**. 2011. Tese (Livre docência em processamento de polímero), Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011. Disponível em: https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/106718/cioffi_moh_ld_guara.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 15 ago. 2019.

CHUVES, Y. P. *et al.* The influence of several carbon fiber architecture on the drapability effect. **Textiles**, Basel, v. 2, n. 3, p. 486–498, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2673-7248/2/3/27>. Acesso em: 10 set. 2022.

CLARKE, M. *et al.* Strategies for posing a well-defined problem for urban air mobility vehicles. **ARC**, Reston, 2019. Disponível em: <https://arc.aiaa.org/doi/10.2514/6.2019-0818>. Acesso em: 2 fev. 2022.

CUNHA, J. A. P.; COSTA, M. L.; REZENDE, M. C. Influência de diferentes condições higrotérmicas na resistência à tração de compósitos de fibra de carbono/epóxi modificada. **Polímeros**, São Carlos, v. 16, n. 3, p. 193–201, 2006. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/cnZhydrqpLd9g96rtx7Zqyg/?lang=pt>. Acesso em: 20 nov. 2019.

DE FREITAS, V. J. G. **Resposta ao impacto longitudinal e transversal de laminados de vidro/epóxi**. 2016. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica), Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade de Coimbra, Coimbra, 2016. Disponível em: <https://estudogeral.uc.pt/bitstream/10316/36918/1/Disserta%c3%a7%c3%a3o%20de%20Mestrado%20-%20Victor%20Freitas%20%28Vers%c3%a3o%20Final%29.pdf>. Acesso em: 18 out. 2019.

DE PAIVA, J. M. F.; DOS SANTOS, A.; REZENDE, M. C. Comparação da resistência ao cisalhamento interlaminar de compósitos epóxi/carbono de aplicação aeronáutica. In: 9º Congresso Brasileiro de Polímero, 2007, Campina Grande. **Anais [...]**. Paraíba: Abpol, 2007. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbpol/2007/PDF/600.pdf>. Acesso em: 9 out. 2019.

DE PAIVA, J. M. F.; DOS SANTOS, A.; REZENDE, M. C. Mechanical and morphological characterizations of carbon fiber fabric reinforced epoxy composites used in aeronautical field. **Materials Research**, New York, v. 12, n. 3, p. 367–374, 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/mr/a/sQ9hPzRLvHnRsBkCPfLRprk/?lang=en>. Acesso em: 7 dez. 2019.

DE, S. *et al.* Interface modification of carbon fiber reinforced epoxy composite by hydroxyl/carboxyl functionalized carbon nanotube. **Materials Today**: proceedings, Georgia, v. 27, part 2, p. 1473-1478, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785320317600>. Acesso em: 17 nov. 2021.

DE SOUZA, G.; TARPANI, J. R. Interleaving CFRP and GFRP with a thermoplastic ionomer: the effect on bending properties. **Applied Composite Materials**, Aberdeen, v. 28, n. 2, p. 559–572, 2021. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10443-021-09874-2>. Acesso em 9 jul. 2021

DOGAN, A.; ARIKAN, V. Low-velocity impact response of E-glass reinforced thermoset and thermoplastic based sandwich composites. **Composites Part B: engineering**, Knoxville, v. 127, p. 63–69, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836817304912>. Acesso em: 9 jul. 2021.

DONATEO, T.; FICARELLA, A. A modeling approach for the effect of battery aging on the performance of a hybrid electric rotorcraft for urban air-mobility. **Aerospace**, Basel, v. 7, n. 5, 2020. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2226-4310/7/5/56>. Acesso em: 17 maio. 2022.

FIORELLI, J. **Utilização de fibras de carbono e de fibras de vidro para reforço de vigas de madeira**. 2002. Tese (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/88/88131/tde-12052003-144536/publico/disjuliano.pdf>. Acesso em: 8 ago. 2019.

ITUARTE, I. *et al.* Optimisation-driven design to explore and exploit the process–structure–property–performance linkages in digital manufacturing. **Journal of Intelligent Manufacturing**, Iowa, 2022. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10845-022-02010-2>. Acesso em: 1 out. 2022.

FRANCO, L. A. L. *et al.* Análise fractográfica do modo de falha de compósitos carbono/epóxi. **Matéria (Rio de Janeiro)**, Rio de Janeiro, v. 14, n. 1, p. 694–704, 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/WNBpNJY4JW395ThX8HgkgLs/?lang=pt>. Acesso em: 22 ago. 2020.

GEORGIADIS, S. *et al.* Bird-strike simulation for certification of the Boeing 787 composite moveable trailing edge. **Composite Structures**, Oxford, v. 86, n. 1–3, p. 258–268, 2008. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822308000883>. Acesso em 18 set. 2021.

HAGER, M. D. *et al.* Self-Healing Materials. **Advanced Materials**, Weinheim, v. 22, n. 47, p. 5424–5430, 2010. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adma.201003036>. Acesso em: 18 set. 2021.

GUIMARÃES, F. A. **Avaliação das propriedades mecânicas de um compósito híbrido de matriz termoplástica PPS reforçado com fibras de carbono contínuas e descontínuas**. 2018. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica na área de Materiais), Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2018. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/153434>. Acesso em: 8 ago. 2020.

HIPÓLITO, F. G. V. **Efeito da radiação gama no comportamento na fratura de materiais compósitos de matriz epoxídica reforçada por fibra de vidro**. 2005. Tese (Mestrado em Ciência dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2005. Disponível em: http://www.ime.eb.mil.br/arquivos/teses/se4/cm/flavio_dissertmest.pdf. Acesso em: 30 out. 2019

ISOLDI, L. A. *et al.* Three-Dimensional Numerical Modeling of RTM and LRTM Processes. **J. of the Braz. Soc. of Mech. Sci. & Eng.**, Rio de Janeiro, v. 34, n. 2, 2012. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/jbsmse/a/dmv6NqGsZDQZgLM4htSntxG/?lang=en>. Acesso em: 17 out. 2019.

JONY, B.; ROY, S.; MULANI, S. B. Fracture resistance of in-situ healed CFRP composite using thermoplastic healants. **Materials Today Communications**, Bristol, v. 24, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352492820309879>. Acesso em: 16 set. 2021.

KAHAR, N. N. F. N. M. N. *et al.* The versatility of polymeric materials as self-healing agents for various types of applications: a review. **Polymers**, Texas, v. 13, n. 8, 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2073-4360/13/8/1194>. Acesso em: 16 set. 2021.

KESSLER, M. R.; WHITE, S. R. Self-activated healing of delamination damage in woven composites. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 32, n. 5, p. 686–699, 2001. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X00001494>. Acesso em: 16 set. 2021

KHAN, R.; ALDERLIESTEN, R.; BENEDICTUS, R. Two-parameter model for delamination growth under mode I fatigue loading (part a: experimental study). **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 65, p. 192–200, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X14001729>. Acesso em: 6 mar. 2022

KIM, S. Y.; SOTTOS, N. R.; WHITE, S. R. Self-healing of fatigue damage in cross-ply glass/epoxy laminates. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 175, p. 122–127, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353818330847>. Acesso em: 5 nov. 2021

KOSTOPOULOS, V. *et al.* Fatigue behaviour of open-hole carbon fibre/epoxy composites containing bis-maleimide based polymer blend interleaves as self-healing agent. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 171, p. 86–93, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353818319055>. Acesso em 5 nov. 2021

LADANI, R. B.; WANG, C. H.; MOURITZ, A. P. Delamination fatigue resistant three-dimensional textile self-healing composites. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 127, 2019. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X19303756>. Acesso em: 5 nov. 2021.

LARSEN, T. *et al.* The effect of particle addition and fibrous reinforcement on epoxy-matrix composites for severe sliding conditions. **Wear**, Lausanne, v. 264, n. 9–10, p. 857–868, 2008. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043164807005558>. Acesso em: 21 ago. 2019.

LEBRAO, G. W. Fibra de carbono. **Plástico Sul**, Porto Alegre, v. 1, p. 8, 2008. Disponível em: <https://maua.br/files/artigos/artigo-fibra-de-carbono-prof.-guilherme.pdf>. Acesso em: 12 jun. 2019.

LI, J. *et al.* Statistical characterization and robust design of RTM processes. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 36, n. 5, p. 564–580, 2005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X04002349>. Acesso em: 14 mar. 2022.

MA, Q. HUA. *et al.* Crashworthiness design of gradient bionic Al/CFRP hybrid tubes under multiple loading conditions. **Mechanics of Advanced Materials and Structures**, London, v. 1, n. 1, p. 18, 2022. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/15376494.2022.2066233?journalCode=umcm20>. Acesso em 16 fev. 2022.

MA, Q. HUA. *et al.* Effects of different interface conditions on energy absorption characteristics of Al/carbon fiber reinforced polymer hybrid structures for multiple loading conditions. **Polymer Composites**, Hoboken, v. 42, n. 6, p. 2838–2863, 2021. Disponível em: <https://4spublications.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pc.26019>. Acesso em: 16 fev. 2022.

MA, X. *et al.* Synthesis of degradable hyperbranched epoxy resins with high tensile, elongation, modulus and low-temperature resistance. **Composites Part B: engineering**, Knoxville, v. 192, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836820313688>. Acesso em: 6 set. 2021.

MAGAGNIN, F. **Placas laminadas em materiais compostos de fibras longas: propriedades termoelásticas dos materiais constituintes; propriedades equivalentes das lâminas; critérios de ruptura e análise pelo método dos elementos finitos.** 1996. Tese (Mestrado em Engenharia de Estruturas), Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996. Disponível em: https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18134/tde-02042018-115346/publico/Dissert_MagagninFilho_Nilson.pdf. Acesso em: 12 out. 2019.

MATHES, V. The composites industry: plenty of opportunities in heterogeneous market. **Reinforced Plastics**, Oxford, v. 62, n. 1, p. 44–51, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0034361717302308>. Acesso em: 15 fev. 2022.

CÂNDIDO, G. *et al.* Fractografia de compósito estrutural aeronáutico submetido à caracterização de tenacidade à fratura interlaminar em modo I. **Polímeros**, São Carlos, v. 22, n. 1, p. 41–53, 2012. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/6yMrWsCzxYyRT7vyx6GCZsK/?lang=pt>. Acesso em: 8 maio. 2019.

MCCOMBE, G. P. *et al.* X-ray damage characterisation in self-healing fibre reinforced polymers. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 43, n. 4, p. 613–620, 2012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X11004258>. Acesso em: 2 dez. 2021

MICHAEL, P.; DÖHLER, D.; BINDER, W. H. Improving autonomous self healing via combined chemical/physical principles. **Polymer**, Texas, v. 69, p. 216–227, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386115000890>. Acesso em: 2 dez. 2021.

MONTICELI, F. M. *et al.* A systematic review on high-performance fiber-reinforced 3D printed thermoset composites. **Polymer Composites**, Hoboken, v. 42, n. 8, p. 3702–3715, 2021. Disponível em: <https://4spepublications.onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/pc.26133>. Acesso em: 6 abr. 2022.

MONTICELI, F. M.; CIOFFI, M. O. H.; VOORWALD, H. J. C. Mode II delamination of carbon-glass fiber/epoxy hybrid composite under fatigue loading. **International Journal of Fatigue**, Guildford, v. 154, p. 106574, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112321004242>. Acesso em: 19 fev. 2022.

MONTICELI, F.M. **Otimização da determinação de vazios em compósitos híbridos processados por RTM**. 2017. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica na área de Materiais), Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2017. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/151336>. Acesso em: 9 ago. 2019.

OUYANG, Q.; WANG, X.; LIU, L. High crack self-healing efficiency and enhanced free-edge delamination resistance of carbon fibrous composites with hierarchical interleaves. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 217, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353821004711>. Acesso em: 12 mar. 2022.

PATEL, A. J. *et al.* Autonomic healing of low-velocity impact damage in fiber-reinforced composites. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 41, n. 3, p. 360–368, 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X09003716>. Acesso em: 23 jan. 2022.

PINGKARAWAT, K. *et al.* Self-healing of delamination fatigue cracks in carbon fibre-epoxy laminate using mendable thermoplastic. **Journal of Materials Science**, London, v.

47, n. 10, p. 4449-4456, 2012. Disponível em:
<https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-012-6303-8>. Acesso em: 14 mar. 2022

PINGKARAWAT, K. *et al.* Self-healing of delamination cracks in mendable epoxy matrix laminates using poly[ethylene-co-(methacrylic acid)] thermoplastic. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 43, n. 8, p. 1301–1307, 2012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X12001030>. Acesso em 14 mar. 2022.

PINGKARAWAT, K. *et al.* Healing of carbon fibre-epoxy composites using thermoplastic additives. **Polymer Chemistry**, Easton, v. 4, n. 18, p. 5007–5015, 2013. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2013/PY/c3py00459g>. Acesso em: 14 mar. 2022.

RAJAK, D. K. *et al.* Recent progress of reinforcement materials: a comprehensive overview of composite materials. **Journal of Materials Research and Technology**, Rio de Janeiro, v. 8, n. 6, p. 6354–6374, 2019. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785419312086>. Acesso em: 18 out. 2021.

LEITE, V. ESTADO DA ARTE DOS MATERIAIS COMPOSITOS NA INDUSTRIA AERONAUTICA. **Revista Ciências Exatas**, Taubaté, v. 20, n. 2, 2015. Disponível em:
<http://periodicos.unitau.br/ojs/index.php/exatas/article/view/2014/1418>. Acesso em: 7 jun. 2020.

REZENDE, M. C.; BOTELHO, E. C. O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros**, São Carlos, v. 10, n. 2, p. 4–10, 2000. Disponível em:
<https://www.scielo.br/j/po/a/Sp5xW8K4WctGhyppz5Fhbmb/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 5 jun. 2020.

SANTOS, A. L. **Estudo da modificação superficial de fibras de carbono por meio de tratamentos a plasma para o aumento da adesão na interface de compósitos fibra de carbono/PPS**. 2015. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica na área de Materiais), Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015. Disponível em:
<https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/123292/000825155.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 12 mar. 2021.

SELMY, A. I.; AZAB, N. A.; EL-BAKY, M. A. Flexural fatigue characteristics of two different types of glass fiber/epoxy polymeric composite laminates with statistical analysis. **Composites Part B: engineering**, Knoxville, v. 45, n. 1, p. 518–527, 2013. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836812005252>. Acesso em: 7 abr. 2022.

SELMY, A. I.; AZAB, N. A.; EL-BAKY, M. A. Statistical analysis of monotonic mechanical properties for unidirectional glass fiber (U)/random glass fiber (R)/epoxy hybrid and non-hybrid polymeric composites. **Journal of Composite Materials**, Lancaster, v. 48, n. 4, p. 455–469, 2014. Disponível em:
<https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0021998312474046>. Acesso em: 7 abr. 2022.

SELMY, A. I.; EL-BAKY, M. A.; AZAB, N. A. Experimental study on flexural fatigue behavior of glass fibers/epoxy hybrid composites with statistical analysis. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, Westport, v. 32, n. 23, p. 1821–1834, 2013. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0731684413496879>. Acesso em: 7 abr. 2022.

SILVIA, L. M. M. **Estudo da adição do termoplástico poli (etileno-co-metil acrilato-co-glicidil metacrilato) (E-MA-GMA) como agente de reparo em compósitos fibra de vidro-epóxi**. 2018. Tese (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Ciências Exatas e da Terra, Rio Grande do Norte, 2018. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/26543/1/Estudoadi%c3%a7%c3%a3o%20termopl%c3%a1stico_Silva_2018.pdf. Acesso em: 20 jan. 2022.

TAN, P. S. *et al.* Healing efficiency characterization of self-repairing polymer composites based on damage continuum mechanics. **Composite Structures**, Oxford, v. 208, p. 367–376, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822318305518>. Acesso em: 9 maio. 2022.

TITA, V. **Contribuição ao estudo de danos e falhas progressivas em estruturas de material compósito polimérico**. 2003. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003. Disponível em: https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18135/tde-10092015-114215/publico/Tese_Volnei_Tita.pdf. Acesso em: 12 fev. 2021.

VARLEY, R. J.; PARN, G. P. Thermally activated healing in a mendable resin using a non woven EMAA fabric. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 72, n. 3, p. 453–460, 2012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353811004337>. Acesso em: 22 dez. 2021.

VENTURA, A. M. Os Compósitos e a sua aplicação na Reabilitação de estruturas metálicas. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**, Coimbra, v. 21, 2009. Disponível em: <https://pdfcoffee.com/compositos-2-pdf-free.html>. Acesso em: 2 jun. 2020.

WILLIAMS, G.; TRASK, R.; BOND, I. A self-healing carbon fibre reinforced polymer for aerospace applications. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 38, n. 6, p. 1525–1532, 2007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X07000152>. Acesso em: 15 ago. 2020.

WOOL, R. P. Self-healing materials: a review. **Soft Matter**, Massachusetts, v. 4, n. 3, p. 400–418, 2008. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2008/sm/b711716g>. Acesso em: 15 ago. 2020

ZHA, Y. *et al.* Deformation and energy absorption characters of Al-CFRP hybrid tubes under quasi-static radial compression. **Polymer Composites**, Hoboken, v. 41, n. 11, p. 4602–4618, 2020. Disponível em:

<https://4spepublications.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pc.25737>. Acesso em: 3 fev. 2022