

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

BEATRIZ DE MELO ROSA

**AVALIAÇÃO DO CONDICIONAMENTO
HIGROTÉRMICO EM COMPÓSITOS FIBRA DE
CARBONO/EPÓXI E TITÂNIO ANODIZADO**

**GUARATINGUETÁ
2017**

BEATRIZ DE MELO ROSA

**AVALIAÇÃO DO CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO EM COMPÓSITOS
FIBRA DE CARBONO/EPÓXI E TITÂNIO ANODIZADO**

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

Orientador: Dr. Alberto Lima Santos

Guaratinguetá

2017

Rosa, Beatriz de Melo
R788a Avaliação do condicionamento higrotérmico em compósitos fibra de carbono/epóxi e titânio anodizado / Beatriz de Melo Rosa – Guaratinguetá, 2017.
70 f. : il.
Bibliografia: f.68 -70

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2017.
Orientador: Prof. Dr. Alberto Lima Santos

1. Materiais compostos. 2. Fibras de carbono. 3. Titânio. I.Título.

CDU 620.1


Luciana Maximo

Bibliotecária/CRB-8 3595

BEATRIZ DE MELO ROSA

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

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


Prof. Dr. Miguel Ángel Ramírez Gil.
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. ALBERTO LIMA SANTOS
Orientador/UNESP-FEG


Prof. Dr. EDSON COCCHIARI BOTELHO
UNESP-FEG


Prof. Dr.. ROBERTO ZENHEI NAKAZATO
UNESP-FEG

Dezembro, 2017

DEDICATÓRIA

Aos meus pais e familiares que me apoiaram em todo e qualquer momento da minha vida e graduação.

Aos meus amigos e a todos que me têm com carinho, aos que faço bem e aos que me fazem bem.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais pelo apoio, incentivo e amor depositados, pois sem eles nada disso seria possível,

ao meu orientador, Dr. Alberto Lima Santos pela atenção e orientação durante todo o desenvolvimento do trabalho,

ao Prof. Dr. Edson Cochieri Botelho pelo suporte e apoio durante os últimos quatro anos de pesquisa científica,

ao Prof. Dr. Roberto Zenhei Nakazato pela contribuição na realização da anodização,

ao Técnico Wilson Roberto Monteiro pela realização dos ensaios mecânicos,

ao mestrando Luis Felipe de Paula Santos pela realização do ensaio de vibração,

à FAPESP e ao CNPq ao apoio financeiro.

ROSA, B. M. **Avaliação do condicionamento higrotérmico em compósitos fibra de carbono/epóxi e titânio anodizado**. 68 f. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Materiais) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2017.

RESUMO

Com o desenvolvimento do compósito híbrido metal-fibra na década de 70, houve uma revolução na indústria de aeronaves. Juntamente com a aplicação destes materiais em vários componentes da estrutura de aeronaves, uma forte vertente de estudos para o aperfeiçoamento de suas propriedades surgiu. Ao se tratar de compósitos, a interface entre seus componentes é uma região de grandes preocupações, pois há uma correlação entre a interação entre os componentes do compósito e as propriedades do material. Este trabalho conclui uma série de estudos teóricos e experimentais acerca da interface no compósito polimérico fibra de carbono/epóxi/titânio, dando enfoque na anodização do metal e ao condicionamento higrotérmico dos compósitos. Assim sendo, este trabalho apresenta a anodização do titânio e um estudo das propriedades superficiais obtidas por meio deste procedimento para a aplicação em compósito híbrido metal-fibra juntamente com epóxi e fibra de carbono. A caracterização superficial do metal foi realizada por meio de medições de ângulo de contato, microscopia de força atômica e microscopia óptica. Em um segundo momento, os compósitos foram condicionados em meio higrotérmico para análise da influência deste condicionamento nas propriedades mecânicas do mesmo. A caracterização mecânica do compósito com e sem condicionamento foi realizada por meio dos ensaios de cisalhamento por compressão, resistência ao cisalhamento interlaminar, flexão com pré-trinca (modo II) e por vibração. Os ensaios mecânicos evidenciaram a redução de 39,3% dos valores de resistência ao cisalhamento, 44,5% dos valores de tenacidade à fratura e 84,1% da resistência ao cisalhamento por compressão nos compósitos após o condicionamento higrotérmico de 32 dias.

Palavras-chave: Compósito híbrido metal-fibra. Interface. Anodização. Caracterização mecânica. Condicionamento higrotérmico.

ROSA, B. M. **Evaluation of hygrothermal conditioning of carbon fiber/epoxy/anodized titanium composites.** 68 f. 2017. Graduation Project (Material's Engeneering) - College of Engeneering, Campus of Guaratinguetá, São Paulo State University, Guaratinguetá, 2017.

ABSTRACT

With the development of metal fiber hybrid composite in the 70's, there was a revolution in the aircraft industry. Along with the application of these materials to various components of aircraft structures, studies for their improvement has emerged. When it comes to composites, the interface between its components is a region of great concern because there is a correlation between the interaction between the composite components and the properties of the material. This work concludes a series of theoretical and experimental studies about the interface of the carbon fiber/epoxy/titanium composite, focusing on the metal anodizing and the hygrothermal conditioning of the composites. Therefore, this work presents the anodizing of titanium and a study of the surface properties obtained through this procedure. The surface characterization of the metal was performed by contact angle measurements, atomic force microscopy and optical microscopy. In a second moment, composites were conditioned in hygrothermal environment to analyze the influence of humidity on their mechanical properties. Composites mechanical characterizations, conditioned and unconditioned, were performed by compression shear test (CST), interlaminar shear strength (ILSS), end-notched flexure (ENF - mode II) and vibration tests. Mechanical tests showed a reduction of 39.3% in shear strength values, 44.5% in fracture toughness values and 84.1% in shear bond strength of the composites after 32 days of hygrothermal conditioning.

Keywords: Metal fiber hybrid composite. Interface. Anodizing. Mechanical characterization. Hygrothermal conditioning.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	- American Society for Testing and Materials
CDP	- Corpo De Prova
CNPq	- Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
CST	- Compression Shear Test
EDTA	- Ácido Etilenodiaminotetracético
ENF	- End-Notched Flexure
FAA	- Federal Aviation Administration
ILSS	- Interlaminar Shear Strength
INPE	- Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
LMF	- Laminado Metal-Fibra
LMF Ti	- Laminado Metal-Fibra com Titânio (como fornecido)
LMF Ti_A	- Laminado Metal-Fibra com Titânio anodizado
Na₂SiO₃	- Silicato de Sódio
NaOH	- Hidróxido de Sódio
TiO₂	- Óxido de titânio
UNESP	- Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"

LISTA DE SÍMBOLOS

$P_{m\acute{a}x}$	- carga mxima;
m	- coeficiente angular da equao de calibrao do ensaio ENF;
C	- relao entre carga e deslocamento para um determinado comprimento de trinca;
A	- coeficiente linear da equao de calibrao do ensaio ENF;
h	- espessura do CDP;
F^{sbs}	- tenso ao cisalhamento interlaminar;
G_{IIc}	- tenacidade  fratura em modo II;
P_m	- carga mxima;
cm	- centmetros;
σ_{app}	- tenso aparente;
GPa	- Gigapascal.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Empilhamento na forma de sanduíche. (Fonte: Próprio autor)	16
Figura 2.1 - Representação do Tecido Plain Weave 1x1. (Fonte: Próprio autor)	20
Figura 2.2 - Representação do grupo epóxi. (Fonte: Próprio autor)	21
Figura 2.3 - Interfaces em LMF. (Fonte: Próprio autor)	22
Figura 2.4 - Representação do ângulo de contato (θ). (Fonte: Próprio autor)	24
Figura 2.5 - Esquematização da célula de anodização. (Fonte: Próprio autor)	26
Figura 2.6 - Representação de superfície com: a) alta rugosidade e b) baixa rugosidade. (Fonte: Próprio autor)	27
Figura 3.1 – Fluxograma referente à anodização do titânio.	30
Figura 3.2 – Fluxograma referente ao processamento, condicionamento higrotérmico e ensaios mecânicos realizados.....	31
Figura 3.3 - Célula eletrolítica. (Fonte: Próprio autor)	34
Figura 3.4 - Célula eletrolítica acoplada à fonte de alimentação. (Fonte: Próprio autor)	34
Figura 3.5 - Rampa de potencial aplicada para alcançar o potencial do ensaio.....	35
Figura 3.6 – Disposição das camadas presentes no LMF confeccionado.....	37
Figura 3.7 - Curva de cura do processamento dos compósitos	38
Figura 3.8 - Representação do dispositivo utilizado no CST. (SCHNEIDER, 2001)..	40
Figura 3.9 - Equipamento de inspeção acústica.....	43
Figura 4.1 - Gotas sobre a superfície do titânio: a) como fornecido; b) decapado; Anodizado por: c) 5 min; d) 7,5 min e e) 10 min.....	45
Figura 4.2 – Imagens de microscopia ótica da liga anodizada por: a) 5 minutos, b) 7,5 minutos e c) 10 minutos com aumento de 200x.	47
Figura 4.3 - Reconstrução da superfície do titânio como fornecido.....	49
Figura 4.4 - Reconstrução da superfície do titânio anodizado por 7,5 min.....	49
Figura 4.5 - Rugosidade do titânio tratado e não tratado.	50
Figura 4.6 - Ultrassom do LMF Ti _A destinado ao ensaio de ENF.	53
Figura 4.7 - Curva de perda de massa referente à secagem das amostras.....	54
Figura 4.8 - Curva de absorção de água para os diferentes corpos de prova.....	55
Figura 4.9 - Curvas obtidas pelo ensaio CST para as amostras não condicionadas.....	57
Figura 4.10 - Curvas obtidas pelo ensaio ILSS para as amostras não condicionadas.	58

Figura 4.11 - Curvas obtidas pelo ensaio ENF.....	59
Figura 4.12 - Curvas ENF das amostras de LMF T_{iA} com condicionamento higratérmico.....	61
Figura 4.13 - Curvas ILSS das amostras de LMF T_{iA} com condicionamento higratérmico.....	62
Figura 4.14 - Curva de CST da única amostra íntegra após o condicionamento higratérmico.....	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Composição dos diferentes graus de Ti cp.	19
Tabela 4.1 - Ângulos de contato médios para os corpos de prova anodizados.	46
Tabela 4.2 - Massa e dimensões dos CDP.	51
Tabela 4.3 - Massa específica de diferentes compósitos.	52
Tabela 4.4 - Tensão aparente obtida através do ensaio CST e comparação com literatura.	58
Tabela 4.5 - Valores de tensão ao cisalhamento interlaminar para compósitos semelhantes.	59
Tabela 4.6 - Tenacidade a fratura em modo II sem condicionamento.	60
Tabela 4.7 - Comparação da tenacidade à fratura com e sem condicionamento.	61
Tabela 4.8 - Tensão ao cisalhamento do compósito com e sem condicionamento.	63
Tabela 4.9 - Tensão aparente do compósito com e sem condicionamento.	64
Tabela 4.10 - Propriedades visco-elásticas obtidas a partir do ensaio de vibração.	65

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	OBJETIVOS	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1	SELEÇÃO DOS MATERIAIS.....	18
2.2	INTERFACE	21
2.2.1	Ângulo de contato.....	23
2.3	TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE DO TITÂNIO	24
2.3.1	Anodização.....	25
2.4	CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO.....	27
3	MATERIAIS E MÉTODOS	30
3.1	ETAPAS DO TRABALHO	30
3.2	ANODIZAÇÃO.....	32
3.3	AVALIAÇÃO DA ANODIZAÇÃO.....	36
3.3.1	Medida do ângulo de contato	36
3.3.2	Microscopia de força atômica	36
3.3.3	Microscopia óptica	36
3.4	PROCESSAMENTO DO COMPÓSITO.....	37
3.5	CONDICIONAMENTO AMBIENTAL.....	38
3.6	ENSAIOS MECÂNICOS	39
3.6.1	Compression Shear Test.....	39
3.6.2	End-Notched Flexure.....	41
3.6.3	Interlaminar Shear Strength.....	42
3.7	ULTRASSOM	43
3.8	ENSAIO DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO.....	44
4	RESULTADOS	45
4.1	RESULTADOS PRELIMINARES.....	45

4.1.1	Ângulo de Contato	45
4.1.2	Microscopia óptica	46
4.1.3	Microscopia de força atômica	48
4.1.4	Massa Específica.....	51
4.1.5	Análise do ultrassom	52
4.2	CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO	53
4.2.1	Secagem das amostras	53
4.2.2	Condicionamento Higrotérmico.....	54
4.2.3	Ensaio mecânicos	56
4.2.4	Compression Shear Test.....	56
4.2.5	Interlaminar Shear Strength.....	58
4.2.6	End-Notched Flexure.....	59
4.2.7	Influência do condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas ..	60
5	CONCLUSÕES	66
6	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	68
	REFERÊNCIAS	68

1 INTRODUÇÃO

Os materiais compósitos estão presentes no cotidiano das pessoas desde a antiguidade, como por exemplo, a madeira. Por outro lado, o desenvolvimento dos compósitos avançados está ligado com a indústria aeroespacial. A relação entre influência em âmbito internacional e o domínio de tecnologias aeroespaciais é um fato, como reflexo disso, há algumas décadas, estudos voltados para a evolução da performance das aeronaves são realizados e há um grande investimento por parte dos países. (HAGENBEEK, 2005)

O primeiro registro de utilização de materiais compósitos não naturais em aeronaves é datado da Segunda Guerra Mundial, os quais desde então vêm sendo utilizado como substitutos das ligas metálicas. O principal ganho com essa alternativa é a melhora das propriedades específicas da estrutura, ou seja, a relação entre as propriedades mecânicas e a massa específica do material. Quando comparados ao alumínio, por exemplo, os compósitos aeronáuticos apresentam menores massas específicas. (HAGENBEEK, 2005; NETO et al. 2006)

A fuselagem da aeronave B-29, na Segunda Guerra Mundial, contava com compósito polimérico reforçado por fibra de vidro, dando um grande passo em direção à realidade que se vivencia hoje. A partir desse momento, os compósitos passaram a ser mencionados quando o assunto é material de engenharia aeroespacial. (VLOT et al., 2001; HULL, 1987)

Em meio aos desenvolvimentos da área, a importância e representatividade dos materiais compósitos passaram a ser cada dia mais fortes no setor. Já na década de 50, compósitos de matriz polimérica reforçados, também, por fibra de vidro eram aplicados em estruturas primárias de planadores de alto desempenho, contudo, a primeira aeronave fabricada a partir de materiais compósitos a ser registrada na categoria normal da FAA ocorreu em 1965. A aeronave que levou tal título foi o planador suíço HBV Diamant. (VLOT et al.,2001; NETO et al., 2006)

A evolução para o primeiro monomotor construído de acordo com a categoria normal ocorreu nos anos subsequentes, o qual permitia uma tripulação de quatro pessoas. Esta aeronave foi, inicialmente, reprovada pela FAA, mas no final do ano de 1969, foi permitido que voos teste fossem realizados e a aeronave foi certificada pela FAA. (VLOT et al.,2001; REZENDE et al., 2011)

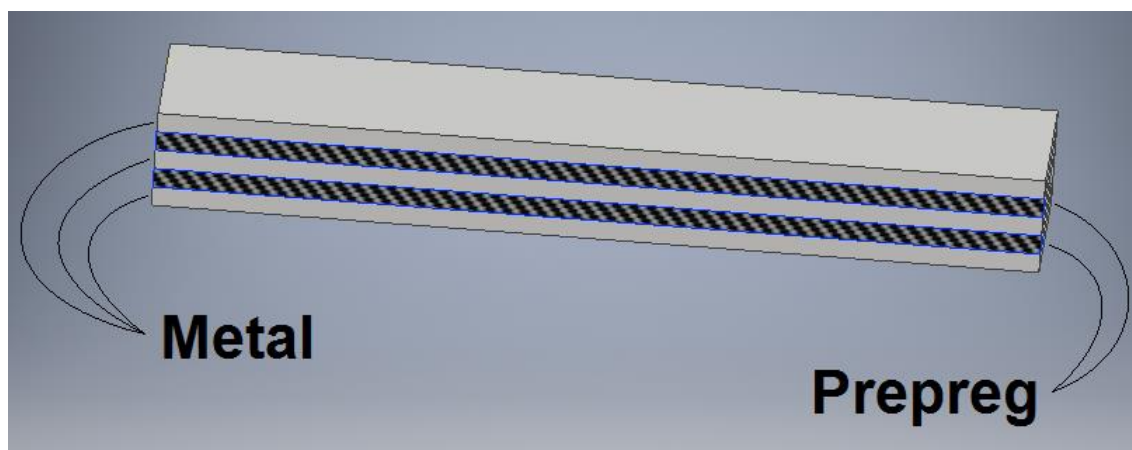
Até então, o tipo de material compósito utilizado envolvia a união entre uma matriz, de origem polimérica, e um reforço na forma de fibras. Posteriormente, em 1978, na Universidade de Delft, na Holanda, um novo tipo de material compósito foi desenvolvido e denominado LMF, também classificado como híbrido, pois este apresenta um terceiro tipo de material, o metal. (SILVA, 2006)

A inspiração dos LMFs vem de uma estrutura no tipo sanduíche, que empilha e intercala camadas de compósito polimérico com finas folhas de metais. O LMF mais difundido, inicialmente, foi o GLARE[®], confeccionado a partir de camadas de compósito polimérico reforçado por fibra de vidro, intercaladas com folhas de liga de alumínio. (HAGENBEEK, 2005; HULL, 1987)

Os compósitos não híbridos, ao serem comparados com as ligas de alumínio, apresentam resistência ao impacto inferior. Por outro lado, quando combinamos o compósito a uma folha de metal, esta característica é minimizada, senão superada. Por este motivo, os compósitos híbridos são amplamente difundidos quando para a aplicação em absorção de impactos balísticos. (HAGENBEEK, 2005; HULL, 1987; SILVA, 2006)

A Figura 1.1 mostra a disposição do laminado com camadas de compósito polimérico e folhas metálicas, as quais devem apresentar até 0,5 mm de espessura, e ocupam as extremidades do material. A indústria aeroespacial é conhecida por seu alto nível de segurança, para isso, é uma exigência que o material aplicado em componentes de uma aeronave apresente alta homogeneidade e baixo índice de defeitos, como bolhas e vazios. Uma solução referente à confecção dos compósitos poliméricos são os pré-impregnados, ou prepregs, uma vez que estes possuem garantia de fabricação de proporção volumétrica e de baixo índice de defeitos. Além do que já foi relatado, os prepregs ainda facilitam o empilhamento das camadas devido à sua facilidade de manuseio e redução de etapas do processo, posto que as fibras já se encontram aglutinadas pela matriz pré-curada. (SILVA, 2006; PARDINI et al., 2015)

Figura 1.1 - Empilhamento na forma de sanduíche. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

Reduzindo a massa da estrutura, permite-se que a aeronave transporte uma maior carga útil e reduz o consumo de combustível. Em comparação ao alumínio, os LMF apresentam excelentes resistências a tração, corrosão e fadiga, ainda mostrando alto potencial à aplicação em proteção balística e boa resistência à fratura. Dessa forma, este tipo de material tem características apropriadas às necessidades do transporte aéreo, garantindo, assim, sua utilização pelo mercado e estudos por parte da comunidade científica até os dias atuais. (SILVA, 2006; REZENDE et al., 2011)

Atualmente, esta classe de materiais vem sendo aplicada na indústria automobilística, aeroespacial e marinha devido às suas propriedades mecânicas, como resistência ao impacto, à fratura, rigidez específica e, até mesmo, ao fogo. Não deixando de evidenciar, é claro, sua baixa massa específica e conseqüentemente, boas propriedades específicas. (HAGENBEEK, 2005; HULL, 1987; REZENDE et al., 2011)

Materiais compósitos são definidos como um material constituído por dois ou mais materiais, unidos através de interfaces bem definidas, assim sendo, a matriz e o(s) reforço(s). Estes elementos devem interagir com sinergia para que o resultado, ou seja, as propriedades finais do compósito sejam produto da associação dos três, ou mais, componentes, sendo os principais: matriz, reforço e interface. (HULL, 1987; NETO et al., 2006)

Cada um de seus componentes contribui individualmente, e em conjunto, para o comportamento final do material. Dessa forma, não basta somente uma boa seleção de materiais, mas também deve-se considerar a interação físico-química entre eles,

isto é, as características da interface. Os LMFs são materiais anisotrópicos, ou seja, ao avaliar uma propriedade, o material apresenta variação de comportamento ao se comparar diferentes direções. Sendo assim, a contribuição individual de cada componente do compósito também varia de acordo com a direção na qual a propriedade é avaliada. (HAGENBEEK, 2005; VLOT et al., 2001)

Conseqüentemente, a interface se mostra como integrante crítico em LMFs quando se analisa os atributos de um compósito. Devido a uma série de fatores, entre eles a descontinuidade intrínseca da interface e as energias superficiais associadas, há uma redução das propriedades mecânicas na interface, comprometendo o desempenho da estrutura quando ela é submetida a um esforço de cisalhamento. (PARDINI et al., 2015)

Ao solicitar um compósito polimérico reforçado por fibras a um esforço longitudinal à direção das fibras, o reforço suportará a carga aplicada. Por outro lado, ao solicita-lo transversalmente, a matriz e a interface são os componentes que suportarão, com maior intensidade, esta carga. (PARDINI et al., 2015)

1.1 OBJETIVOS

O principal objetivo desse trabalho é analisar a influência do condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas e visco-elásticas do compósito titânio anodizado/fibra de carbono/epóxi.

Além disso, destacam-se os objetivos específicos.

- (a) Avaliar qual o tempo ótimo da anodização do titânio para aumentar a adesão do metal em LMFs;
- (b) Obter LMF de Ti/FC/Epoxi por meio de moldagem por compressão a quente;
- (c) Realizar os seguintes ensaios mecânicos com compósitos condicionados e não condicionados: ENF, ILSS, CST e vibração;
- (d) Avaliar o efeito do condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas do compósito.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 SELEÇÃO DOS MATERIAIS

2.1.1 Titânio

O setor aeroespacial é hoje uma das áreas de maior confiabilidade, qualidade e investimento. Devido ao alto investimento, forte apelo comercial e grande número de pesquisas científicas na área, existe uma margem financeira que viabiliza a utilização de materiais de ponta para a confecção das estruturas. (HULL, 1987)

Ao projetar um compósito aeroespacial, um grande número de fatores deve ser tratado como prioridade. Tais como: resistência à fadiga mecânica e térmica, variações de temperatura entre +60°C e -60°C, variações de umidade, boa relação entre peso e propriedades mecânicas, e boa relação de peso da estrutura e carga total suportada. De outra forma, baixa massa específica, resistência à fadiga, resistência a corrosão, baixa absorção de umidade, faixa de trabalho dentro da faixa de temperatura apresentada são imprescindíveis para a seleção dos materiais. (NETO et al., 2006)

Quando comparado ao alumínio, por exemplo, o titânio apresenta maior resistência ao impacto e à fadiga, menor coeficiente de expansão térmica, boa aplicabilidade, manutenção de suas propriedades mecânicas à altas temperaturas, e excelente razão entre propriedades mecânicas e peso. Tais características vêm destacando este metal nos setores aeroespacial e biomédico. (MIRANDA, 2013)

O titânio apresenta valor de alongamento semelhante à fibra de carbono, favorecendo a combinação desses dois materiais. Além da aplicação na biomedicina e no setor aeroespacial, o titânio também é muito difundido hoje na fabricação de bielas, armazenamento de resíduos nucleares, e em diversas pesquisas científicas. (MIRANDA, 2013)

Há uma classificação que determina os níveis de concentração de alguns elementos - como nitrogênio (N), carbono (C), ferro (Fe), entre outras impurezas - nas ligas de titânio. As diferentes classificações são denominadas graus de pureza. O titânio comercialmente puro (Ti cp) é classificado pelos graus de 1 a 4, como mostra

a Tabela 2.1. Neste trabalho, foi utilizado o Ti cp grau 2 com 0,4 mm de espessura, pois este apresenta baixos valores de N, C e Fe quando comparados ao Ti cp grau 4 e boa relação propriedades x custo.

Tabela 2.1 - Composição dos diferentes graus de Ti cp.

Composição Máxima (%) p/p							
Tipo	Limites máximos (%)					Resistência à Tração (MPa)	Alongamento (%)
	N	Fe	O	C	H		
Grau 1	0,03	0,20	0,18	0,10	0,01	240	24
Grau 2	0,03	0,30	0,25	0,10	0,01	340	20
Grau 3	0,05	0,30	0,35	0,10	0,01	450	18
Grau 4	0,05	0,30	0,40	0,10	0,01	550	15

Fonte: autoria própria.

O alumínio é, hoje, muito utilizado na produção de LMF, pois algumas de suas propriedades permitem tal feito. Este metal apresenta baixo custo de obtenção em relação ao titânio, elevadas propriedades mecânicas e baixa massa específica. Entretanto, é susceptível à corrosão galvânica quando associado ao carbono. Se aplicado em um compósito semelhante, ou seja, matriz polimérica reforçada por fibra de carbono, o titânio se apresenta como uma alternativa para substituição, pois este não forma par galvânico com o carbono. (SILVA, 2006; ALI et al., 2016)

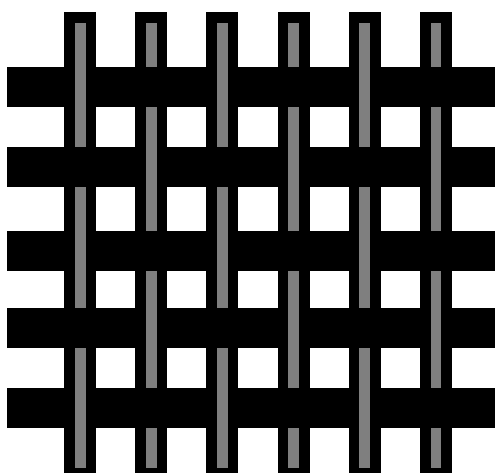
2.1.2 Fibra de carbono

O reforço na forma de tecido proporciona propriedades mecânicas superiores quando comparado a compósitos confeccionados com fibras descontínuas ou com

reforço particulado. Assim sendo, em aplicações estruturais, o uso do LMF está associado ao reforço na forma de tecido. Neste tipo de reforço, o trançado das fibras tem o objetivo de reduzir a anisotropia do compósito, aumentando sua aplicabilidade quanto ao número de direções nas quais o material resiste ao esforço com alta performance. (NETO et al., 2006)

Tendo isso em mente, optou-se pela utilização do tecido de fibra de carbono plain weave 1x1, como apresentado na Figura 2.1. A fibra de carbono apresenta menor massa específica, valores de resistência mecânica superiores, módulo de elasticidade próximo a 200 GPa, quando comparada à fibra de vidro, fatores estes que foram de suma importância em sua seleção. (NETO et al., 2006; SILVA, 2006)

Figura 2.1 - Representação do Tecido Plain Weave 1x1. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

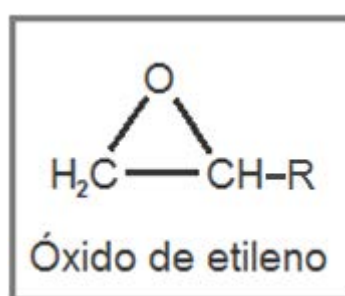
2.1.3 Matriz Epóxi

Apesar da matriz não ser responsável por suportar as cargas no material na direção longitudinal, este componente tem como função aglutinar as fibras, unir os elementos do material e transferir a carga para os reforços. Como já dito, quando solicitado na direção transversal, a interface define as propriedades do material, evidenciando a importância da matriz e sua interação com os reforços, e consequentemente na resistência ao cisalhamento e significativa influência no comportamento quando sob compressão. (NETO et al., 2006; REZENDE et al., 2011)

As resinas epóxi têm sido empregadas de forma abrangente em diversos campos da indústria e da engenharia, elas apresentam alta viscosidade à temperatura ambiente, (> 1000 cp) e podem ser formuladas com diversos compostos químicos, que têm a função de abrir o anel epóxi. (CERON et al., 2010; CASTRO et al., 2000)

O significado da palavra epóxi parte da junção de EP, “junção” em grego, e OXI, que tem origem da palavra “oxigênio”. Sendo assim, a resina epóxi é composta por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono, como mostra a Figura 2.2.

Figura 2.2 - Representação do grupo epóxi. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

Além das propriedades apresentadas, selecionou-se a resina epóxi devido à sua durabilidade, boa resistência à tração, boa resistência química e a solventes, forte adesão com as fibras e baixa retração durante a cura. (NETO et al., 2006; VLOT et al., 2001; REZENDE et al., 2011)

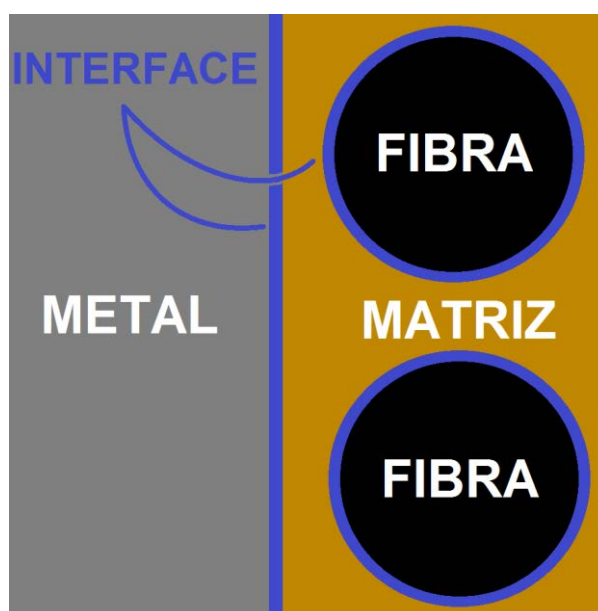
2.2 INTERFACE

No processamento de qualquer material, existe uma infinidade de variáveis a serem controladas desde a obtenção da matéria prima até o armazenamento do produto final. Nos materiais compósitos não é diferente. Os principais fatores que merecem ser citados são a temperatura e tempo de processamento, cuidados com o manuseio dos componentes, pressão de moldagem, tipo de desmoldante e resfriamento, este último, em especial, para o processamento de matrizes termoplásticas. A definição das variáveis do processo que culminam nas melhores condições do compósito, muitas vezes, sobre interferência da interface, isto é, mesmo definindo as variáveis por meio de análises prévias, o produto do processamento pode apresentar propriedades inferiores às desejadas, devido a uma fragilidade proveniente

da interface. Tendo isso em vista, a realização de um estudo aprofundado da interface para minimizar a anisotropia proveniente da diferença entre os materiais, e otimizar o contato entre as camadas do compósito é indispensável. (NETO et al., 2006; GASPARIN, 2011)

Por definição, interface é a área de contato entre duas fases pertencentes a um material, como mostra a Figura 2.3.

Figura 2.3 - Interfaces em LMF. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

A interface é o elemento que garante a transferência de carga da matriz para o reforço quando o material é solicitado. No compósito polimérico, o reforço tem a função de suportar carregamentos mecânicos, enquanto a matriz tem a função de agregar as fibras, proteger sua superfície contra a abrasão e minimizar os efeitos ambientais no momento de atuação do material. Assim, a adesão entre as camadas subsequentes definirá as propriedades do compósito e sua aplicação final. (NETO et al., 2006; GASPARIN, 2011)

A área de contato entre as camadas está diretamente relacionada com sua resistência ao cisalhamento. Em LMFs, a área de contato entre o metal e o compósito tende a ser bem menor que a área de contato entre a fibra e a matriz, devido às dimensões nanométricas e alto número de fibras por cm^2 . Sendo assim, a interface crítica trata-se da interface metal-compósito polimérico. Outro fator que reforça essa

característica são os recobrimentos superficiais de fibras, já muito difundidos, que permitem uma melhor adesão entre a fibra e a matriz. (NETO et al., 2006; CAPELA, 2012)

Posto isso, a maior causa de falhas em compósitos híbridos metal-fibra é decorrente de esforços cisalhantes. Para que a resistência ao cisalhamento seja aumentada, são realizados tratamentos superficiais no metal para que haja uma melhor ancoragem entre as camadas, seja química ou mecânica. São cinco os principais mecanismos de adesão, os quais ocorrem simultaneamente: interdifusão, atração eletrostática, sinterização reativa, ligação química e adesão mecânica. (NETO et al., 2006; REZENDE et al., 2011)

Os LMFs são classificados como compósitos híbridos, apresentando três diferentes materiais em fases distintas. Analogamente à mudança na nomenclatura está a complexidade do material, pois ao aumentar o número de constituintes, aumenta-se o número de interfaces e, conseqüentemente, o número de fatores (e interfaces) a serem analisados. (NETO et al., 2006)

2.2.1 Ângulo de contato

A composição e o relevo da superfície de um substrato definem qual será a interação do mesmo com o ambiente e quaisquer elementos que entrem em contato com ele. No laminado metal-fibra, a interação entre as camadas adjacentes, ou seja, adesão, é determinada pela molhabilidade da superfície, a qual é relacionada com as características da mesma.

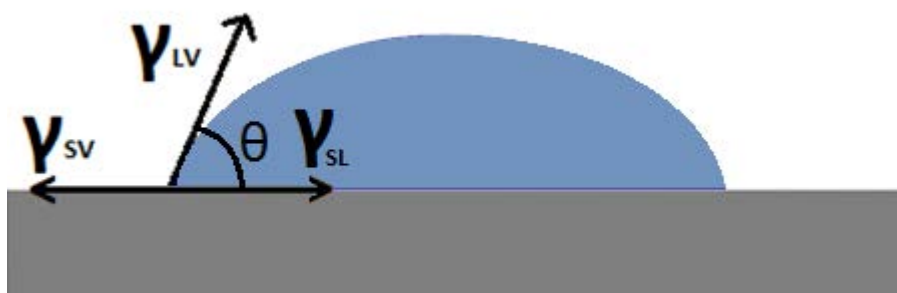
Com a deposição de algum líquido no substrato, a gota irá se acomodar de acordo com as tensões envolvidas, formando um ângulo de contato (θ) com o substrato em questão. Este ângulo descreve a interação entre os dois materiais, indicando o nível de molhabilidade da superfície. Caso o ângulo for próximo a zero, o líquido e o substrato interagem intensamente, e há atração entre o líquido e o substrato. Quando maior for este ângulo, menor a interação e molhabilidade da superfície.

Os tratamentos superficiais têm como objetivo a alteração das propriedades superficiais de um dado material de forma que a interação deste com o meio no qual será aplicado seja a melhor possível. No caso do metal em compósitos híbridos metal-

fibra, o desejo é de um aumento na rugosidade e alteração da composição superficial de forma a modificar a energia superficial e reduzir o ângulo de contato. De forma objetiva, o intuito é modificar a superfície de forma que, quando aplicada ao compósito, a interface entre o metal e o compósito seja mais resistente ao cisalhamento do que um compósito fabricado com metal sem tratamento superficial.

O goniômetro é um equipamento formado por um dispositivo que permite o gotejamento controlado de diferentes fluidos em um substrato posicionado em uma superfície móvel, limpa e horizontal. Tal equipamento é acoplado a uma câmera de alta resolução que envia imagens para um computador equipado com software capaz de medir o ângulo de contato de forma semiautomática. A Figura 2.4 mostra as tensões envolvidas no contato entre o líquido e o metal.

Figura 2.4 - Representação do ângulo de contato (θ). (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

Na Figura 2.4, o ângulo de contato é o ângulo formado entre a tensão superficial líquido/vapor (γ_{LV}) e sólido/líquido (γ_S). A tensão formada entre o sólido e o vapor é representado por γ_{SV} .

2.3 TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE DO TITÂNIO

Alguns tipos de tratamentos superficiais são utilizados em metais para alterar a composição, energia superficial, disposição e morfologia da camada mais externa do material, permitindo otimizar a ancoragem mecânica, física e/ou química de sua superfície no compósito final. Estas alterações visam aumentar a resistência mecânica da interface, ou seja, a adesão entre as camadas do compósito. (MERTENS, T. et al.,

2012) O tratamento superficial apresentado neste trabalho é a anodização, também denominada tratamento eletroquímico.

2.3.1 Anodização

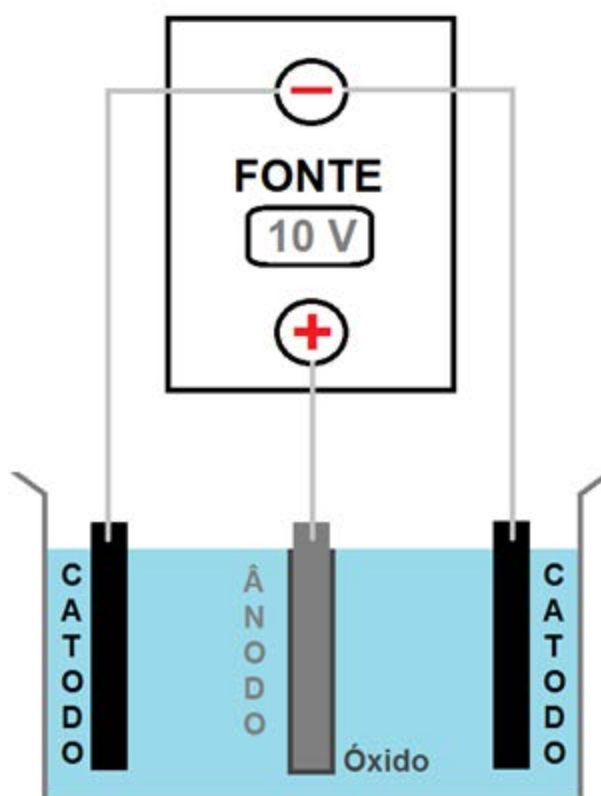
Os processos eletroquímicos possuem parâmetros a serem controlados para garantir a repetibilidade do processo, tais parâmetros podem ser físicos, químicos e elétricos. Inicialmente, a anodização promove a retirada dos óxidos presentes na camada mais externa do metal, na sequência, ocorre a deposição de uma nova camada de óxidos em sua superfície. (MAFFIA, 2005)

Em relação aos métodos utilizados para crescimento de óxidos em metais, são dois os mais utilizados. O método galvanostático ocorre quando a corrente do sistema é fixada, permitindo a variação da tensão de acordo com a velocidade das reações entre o metal e a solução, desde que o potencial limite da fonte não seja superado. Já o método potenciostático consiste em manter o potencial da célula constante, permitindo que a corrente varie ao longo do tempo de tratamento, apresentando um pico de corrente no início do processo que é onde ocorre a retirada dos óxidos da superfície, limitando-se apenas à capacidade da fonte. Num momento posterior, a camada de óxido formada pelo processo impede que as reações na superfície ocorram com a velocidade do início da anodização, aumentando a resistência elétrica e dificultando a passagem de corrente, dessa forma, a corrente do processo tende a diminuir a um dado valor. (FU et al., 2015; SHARMA, 1992)

Dentre as anodizações mais comuns, destacam-se as que envolvem ácidos como o sulfúrico e o crômico. Contudo, o uso do ácido crômico tem sido evitado devido à presença do cromo hexavalente (Cr^{6+}). A anodização com eletrólito de hidróxido de sódio apresenta-se como uma alternativa de menor impacto ambiental. (MERTENS, T. et al., 2012) Nesse tratamento, um complexante é exigido para que a complexação do titânio seja efetiva, tendo isso em mente, utiliza-se tartaratos para essa função. A adição de complexantes como o EDTA à solução aquosa, dificulta a precipitação por nucleação heterogênea de impurezas na superfície do metal. O banho ainda pode ser otimizado com a adição de Silicato de Sódio em pequenas quantidades. (MATZ, 1988)

A anodização pode ser realizada em meio ácido ou básico, sendo a anodização do titânio mais comum em meio ácido. Neste processo, a amostra é posicionada paralelamente a dois eletrodos e é ligada ao pólo positivo de uma fonte. No pólo negativo, devem ser utilizados materiais resistentes ao eletrólito, chamados de contra-eletrodos. (SHARMA, 1992) Na Figura 2.5, é apresentado um esquema de uma célula de anodização.

Figura 2.5 - Esquematização da célula de anodização. (Fonte: Próprio autor)



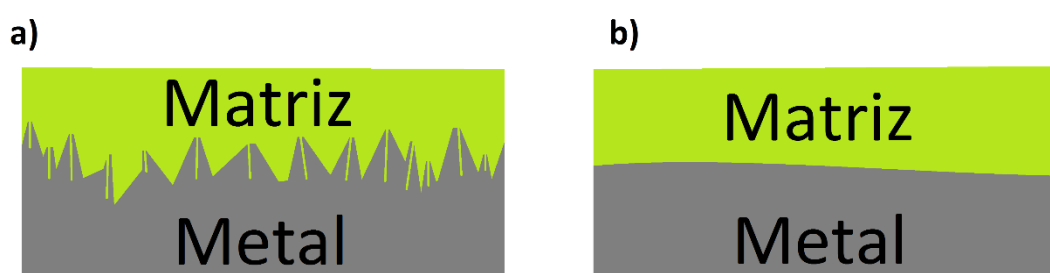
Fonte: autoria própria.

O intuito da anodização é a formação da camada óxida no metal, sendo que sua espessura é função da tensão de anodização. O óxido de titânio, TiO_2 , é branco, mas a variação na espessura desta camada faz com que o titânio anodizado apresente diferentes colorações, decorrentes da refração de luz característica de cada superfície produzida (SOUZA, 2002). Segundo SHARMA, a tensão de anodização não é o único fator que determina a espessura da camada, ainda pode-se citar a

concentração do eletrólito e a densidade de corrente apresentada pelo sistema, proporcionalmente, resultante da condutividade do eletrólito.

Na aplicação desse metal anodizado em um compósito, o corpo e os poros dessas estruturas óxidas promoverão uma maior ancoragem mecânica entre as camadas adjacentes, como mostra a Figura 2.6.

Figura 2.6 - Representação de superfície com: a) alta rugosidade e b) baixa rugosidade. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

2.4 CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO

Grandes altitudes acarretam condições atmosféricas adversas, como baixas temperaturas, diferente pressão, variações de umidade, maior incidência de raios UV, dentre outros fatores, que divergem das condições climáticas a nível do mar. Assim sendo, as aeronaves são submetidas a variações climáticas drásticas, dificultando a análise das propriedades mecânicas com ensaios convencionais, dessa forma, o material deve ser projetado e processado de tal maneira a minimizar os efeitos das intempéries no mesmo. Para que o comportamento em laboratório seja próximo ao comportamento, de fato, apresentado por uma aeronave em voo, são realizados condicionamentos ambientais no compósito processado para que, então, os ensaios mecânicos sejam realizados. (SILVA, 2006; ALI et al., 2016)

A interface do compósito é a região mais crítica quando se trata de resistência mecânica. Por consequência, variações de temperatura e umidade são fatores de suma importância ao analisar esta região. A inserção de água, tal qual as expansões e contrações devido à variação de temperatura, geram tensões residuais na estrutura

e falhas na interface e na matriz, alterando a maneira como o material suporta solicitações mecânicas. (ALI et al., 2016)

Ao analisar cada componente do compósito separadamente para a interpretação do condicionamento ambiental, observa-se que cada fase absorve a umidade de uma forma diferente. A difusão de umidade através da matriz resulta em um efeito prejudicial nas propriedades mecânicas, especialmente as propriedades governadas pela matriz, como resistência à compressão e ao cisalhamento. Além disso, a absorção pode ocorrer por capilaridade das fibras, impactando diretamente na interface fibra/matriz, que, por outro lado, pode gerar trincas na estrutura. (SILVA, 2006; ALI et al., 2016)

Os ciclos de temperatura promovem modificações volumétricas nos materiais, pois cada qual apresenta taxa de dilatação volumétrica diferente. Estas variações volumétricas, quando associadas, acarretam em pequenos deslizamentos entre as camadas, gerando microfaturas em seu interior, se a resistência ao cisalhamento na interface não for satisfatória. Isso compromete a adesão entre as camadas e a resistência mecânica final do material. (SILVA, 2006)

De forma complementar, a inserção de água no material por meio de difusão ocorre, essencialmente, entre a matriz polimérica e a atmosfera. Dessa forma, o componente que sofre influência, diretamente, da umidade é a matriz, que pode sofrer plasticização, reduzindo a temperatura de transição vítrea e impactando nas propriedades mecânicas. (SILVA, 2006; ALI et al., 2016) As ligações secundárias podem ser reduzidas devido à expansão por plasticização. Algumas propriedades dos materiais compósitos podem ser alteradas por tal fato, dentre elas pode-se citar a ductilidade e tenacidade à fratura do compósito que podem aumentar em consequência à inserção de água na matriz. (REIS, 2016)

A reversibilidade dos efeitos ambientais nos compósitos é uma variável em função do tempo de exposição destes materiais na atmosfera em questão. Tal característica deve-se ao fato de que um tempo de exposição prolongado favorece uma possível interação entre a água e a matriz polimérica, ou mais especificamente, com os grupos funcionais da mesma. Grupos funcionais estes de natureza polar, que quando na presença de água, podem sofrer degradação, prejudicando a interação matriz/fibra. (REIS, 2016)

O acabamento da borda do compósito é um fator que pode favorecer a interação da água com a matriz. Essa susceptibilidade é potencializada quando o

compósito apresenta significativo efeito de borda. Como se sabe, o efeito de borda é uma delaminação presente nas laterais da peça, aumentando a área de contato entre a atmosfera e a matriz. Este efeito é ainda mais relevante em LMFs, uma vez que a área de contato entre a atmosfera e o polímero é reduzida devido à presença das placas metálicas em suas extremidades, dessa forma, o efeito de borda pode representar boa parte da área de exposição da matriz à atmosfera. (SILVA, 2006; ALI et al., 2016; REIS, 2016)

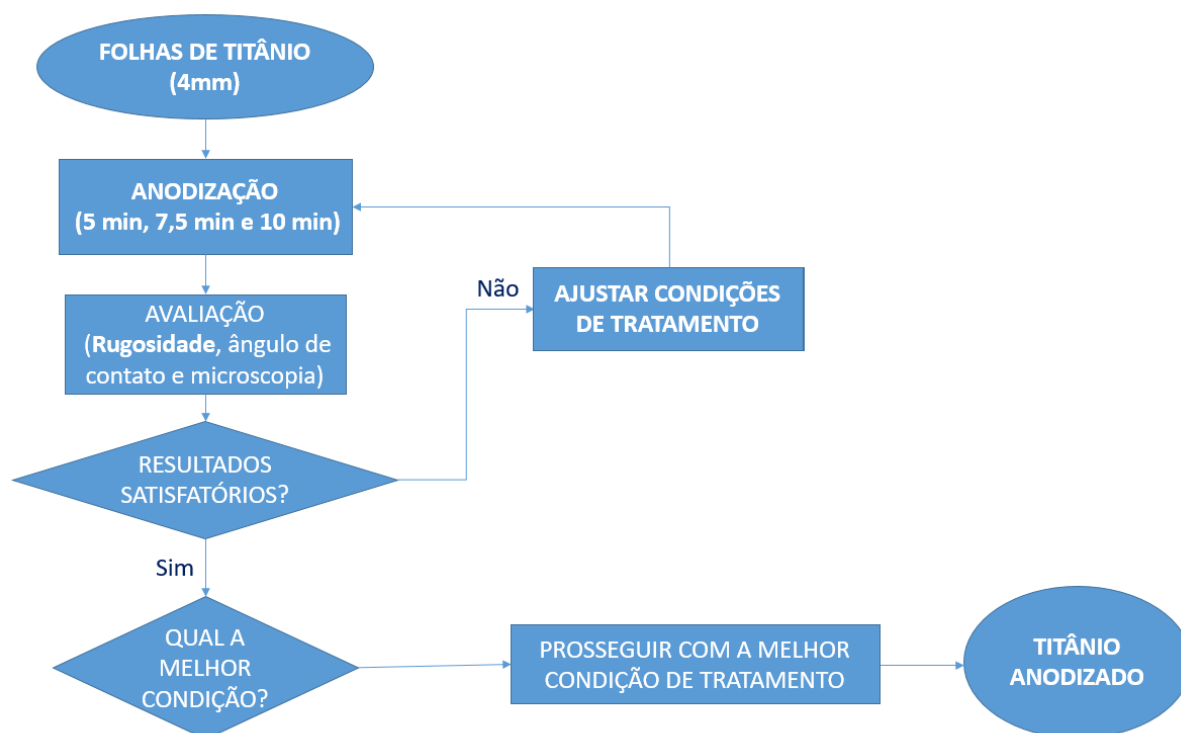
3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 ETAPAS DO TRABALHO

Previamente, foi desenvolvido um estudo para avaliação de qual condição de anodização resultaria em melhores características superficiais no metal. Para isso, amostras de titânio foram anodizadas por 5 min, 7,5 min e 10 min. Na sequência, as amostras passaram por ensaios para avaliar a qualidade de cada condição de tratamento.

Os resultados foram, então, analisados e uma das condições de tratamento foi selecionada para prosseguir com o estudo. A Figura 3.1, a seguir, mostra as etapas descritas acima.

Figura 3.1 – Fluxograma referente à anodização do titânio.



Fonte: autoria própria.

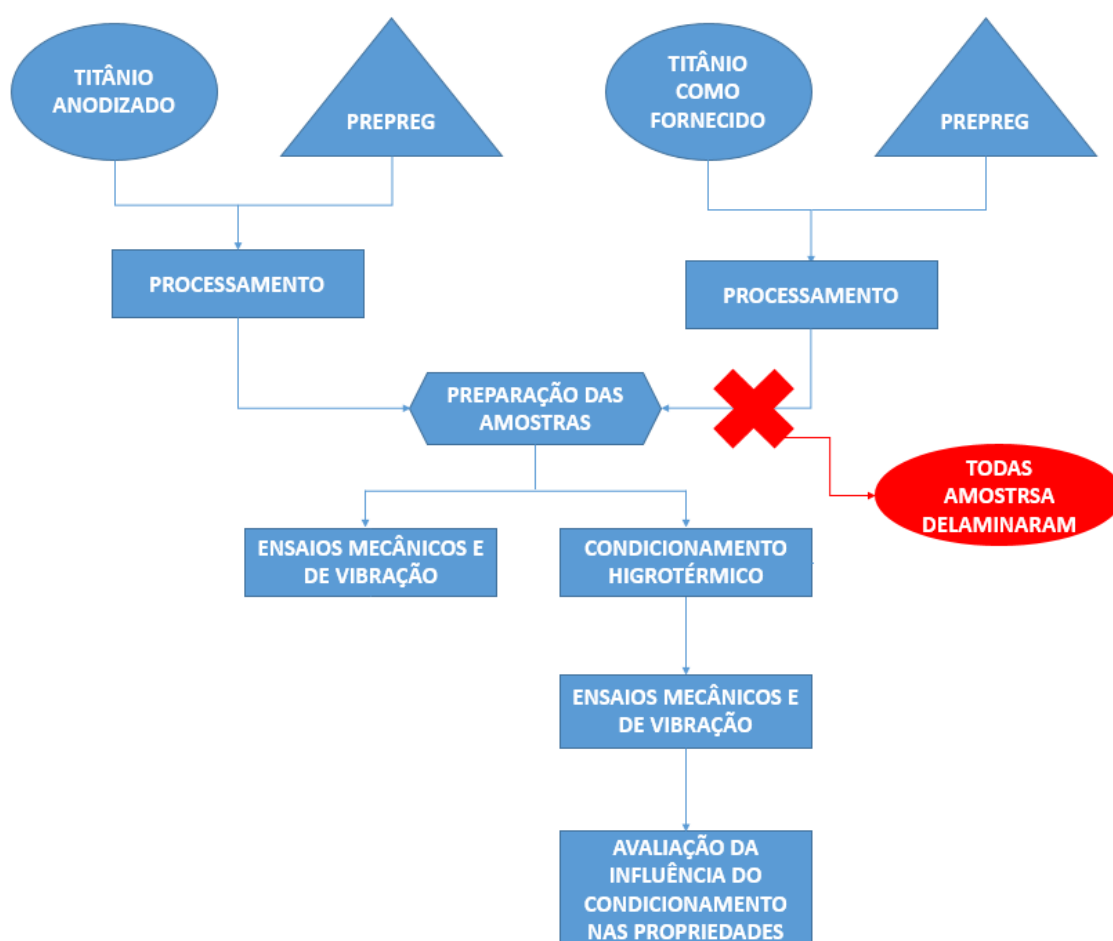
Após determinar o tempo de tratamento que apresentou as melhores características superficiais, o compósito foi processado com titânio anodizado e camadas de prepreg de fibra de carbono e epóxi. Simultaneamente, foram

processados compósitos com titânio como fornecido para comparação de resultados. Contudo, todas as amostras processadas com titânio não anodizado delaminaram durante a preparação dos corpos de prova para os ensaios.

O presente trabalho tem como foco a análise do efeito higrotérmico nas propriedades mecânicas do compósito titânio/fibra de carbono/epóxi. Para isso, o fluxo descrito no fluxograma a seguir foi desenvolvido e os resultados dos ensaios realizados após o condicionamento de parte das amostras foram comparados com os resultados dos compósitos sem condicionamento.

A Figura 3.2, a seguir, mostra as etapas do processo descrito.

Figura 3.2 – Fluxograma referente ao processamento, condicionamento higrotérmico e ensaios mecânicos realizados.



Fonte: autoria própria.

3.2 ANODIZAÇÃO

Inicialmente, foram adquiridas folhas de titânio puro grau 2 de 0,4 mm de espessura. Em um primeiro momento, foram retiradas doze amostras de 15 mm x 25 mm para realização da anodização e, conseqüentemente, avaliação do mesmo.

A anodização foi realizado na Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá/UNESP. Os materiais necessários para o processo estão listados, a seguir:

- Três dos CDPs preparados com dimensões de 15 mm x 25 mm de titânio grau 2 de 0,4 mm de espessura;
- Acetona e detergente;
- Cuba eletrolítica de plástico;
- Pinça metálica com revestimento de plástico na extremidade;
- Dois eletrodos de níquel e;
- Álcool etílico;

Para a realização de cada etapa da anodização, foram necessários os equipamentos listados a seguir:

- Fonte de alimentação de corrente contínua, marca Agilent, modelo E3634A (25V-7A);
- Bomba de ar para geração de bolhas e agitação da solução;
- Secador com jato de ar quente;
- Estufa.

Os reagentes utilizados para a anodização são:

- Solução de ácido nítrico (350 g/L) e ácido fluorídrico (60 g/L) para ataque químico (decapagem);
- Solução de anodização:
 - NaOH (300 g/L);
 - Tartarato de sódio-potássio (65 g/L);
 - Ácido etilenodiamino tetra-acético - EDTA - (30 g/L);
 - Na₂SiO₃ (6 g/L);

Alguns cuidados foram tomados na preparação da amostra, anteriormente à anodização, para que o processo pudesse ocorrer de forma eficaz. Para retirada de impurezas, tintas e óleos da superfície do metal, foi realizada uma limpeza com detergente e água corrente, seguida de uma limpeza minuciosa com acetona.

Nesse momento, realizou-se uma decapagem química nas folhas de titânio para retirada dos óxidos - altamente inertes - presentes naturalmente em sua superfície. Esta limpeza consistiu na imersão dos corpos de prova em uma solução de 350 g/L de ácido nítrico e 60 g/L de ácido fluorídrico por 40 segundos. Este processo promove a liberação de gases, dessa forma, foi realizada em capela e com agitação manual. Findado o tempo de decapagem, as amostras foram rapidamente imergidas em água para cessar o tratamento e, em seguida, foram lavados em água corrente e secados com o auxílio do secador de jato de ar quente.

Concluída a limpeza química, cada folha de titânio foi anodizada separadamente. Para que o processo de anodização acontecesse de forma satisfatória, ou seja, que as reações químicas sejam facilitadas pelo processo, as placas foram posicionadas no centro de uma célula eletrolítica paralelamente a dois contra-eletrodos de cobre.

No fundo da célula de anodização foram posicionados dutos plásticos conectados a uma bomba de gás para agitação da solução, de forma a evitar saturação da solução na região de contato entre o metal e a solução, amenizando a interferência deste fator na troca de elétrons.

Todos estes componentes foram imergidos na solução de anodização, descrita anteriormente. A Figura 3.3 e a Figura 3.4 são fotos retiradas durante a anodização para mostrar o aparato utilizado.

Figura 3.3 - Célula eletrolítica. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

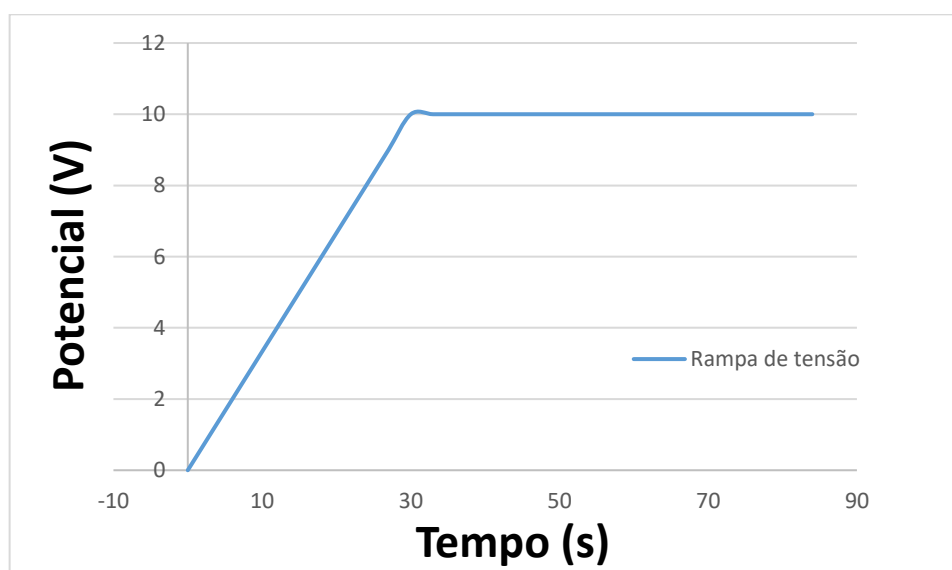
Figura 3.4 - Célula eletrolítica acoplada à fonte de alimentação. (Fonte: Próprio autor)



Fonte: autoria própria.

Observou-se que, no início da anodização, a corrente do sistema alcançava um valor alto de corrente, para minimizar este pico inicial, optou-se por aplicar uma rampa de potencial com uma taxa de 1 V a cada 3 segundos, até atingir o valor de potencial desejado (10 V). Somente após o término deste acréscimo de potencial, quando a corrente estabilizava entre 1,300 A e 2,100 A, que o tempo de tratamento começou a ser contado. A Figura 3.5 mostra como foi realizada a rampa de potencial.

Figura 3.5 - Rampa de potencial aplicada para alcançar o potencial do ensaio.



Fonte: autoria própria.

Tendo como foco determinar qual tempo de tratamento resultava em melhores propriedades superficiais para aplicação do metal no LMF, a anodização foi realizada em três condições diferentes: 5 min, 7,5 min e 10 min. Para cada condição, duas amostras foram anodizadas.

Finalizado o tempo de tratamento pré-estabelecido, as folhas de titânio foram, imediatamente, colocadas em recipientes com água para cessar o tratamento e retirar o excesso de solução de sua superfície. Para finalizar o processo de limpeza, as amostras foram lavadas em água corrente, água deionizada, e em seguida foi aplicado álcool etílico para facilitar a secagem das mesmas. Por último, elas foram colocadas em uma estufa a 60°C por 30 minutos.

3.3 AVALIAÇÃO DA ANODIZAÇÃO

3.3.1 Medida do ângulo de contato

Por meio de um Goniômetro automatizado (Ramé-Hard Instrument Co. modelo-Advanced Goniometer model n° 300-F1) do laboratório de Plasma da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG/UNESP), foram realizadas três medidas de ângulo de contato com 5 μ L de água deionizada para cada corpo de prova de forma a se obter um valor médio do ângulo de contato para cada tempo de tratamento.

3.3.2 Microscopia de força atômica

A microscopia de força atômica foi realizada no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) por meio de um microscópio de força atômica Nanoscope V Multimode.

As amostras foram fixadas por meio de uma fita adesiva. A análise foi realizada na presença de ar com contato intermitente entre a ponta de silício de 50 N/m do microscópio e a amostra. A frequência utilizada foi de 0,501 Hz e a área analisada de 5 μ m por 5 μ m. Através da rugosidade média da superfície (Rq), um software presente no equipamento de análise calculou automaticamente a topografia do material. Dessa forma, é possível a geração de imagens computadorizadas da região analisada, assim como a medição de sua rugosidade.

3.3.3 Microscopia óptica

A microscopia óptica é uma técnica de análise qualitativa de uma superfície. Este método permite a observação das características superficiais produzidas por cada tempo de tratamento realizado através de uma inspeção óptica. O microscópio utilizado foi o Nikon Epiphot 200 e empregou-se ampliação de 200x.

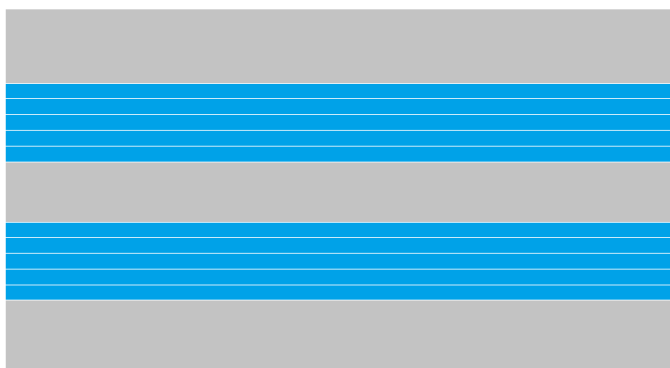
A intenção de analisar o metal por meio de microscopia foi observar as características superficiais da camada de óxido produzida por meio da anodização. Dessa maneira, optou-se por manter esta camada íntegra, ou seja, as amostras foram analisadas logo após a anodização.

3.4 PROCESSAMENTO DO COMPÓSITO

Como mostrado na Figura 1.1, os compósitos híbridos metal-fibra são confeccionados na forma de sanduíche, ou seja, intercalando folhas de metal com camadas de compósito. Sendo assim, os compósitos foram laminados manualmente intercalando folhas de titânio com camadas de prepreg plain weave 1x1 de epóxi com fibra de carbono.

A disposição das camadas de folha de titânio e de compósito poliméricos estão apresentados na Figura 3.6, a seguir. Nesta imagem, as folhas de titânio estão representadas em cinza, enquanto cada folha de prepreg está representada em azul. Dessa forma, cinco camadas de prepreg são necessárias para a formação de uma camada de compósito polimérico.

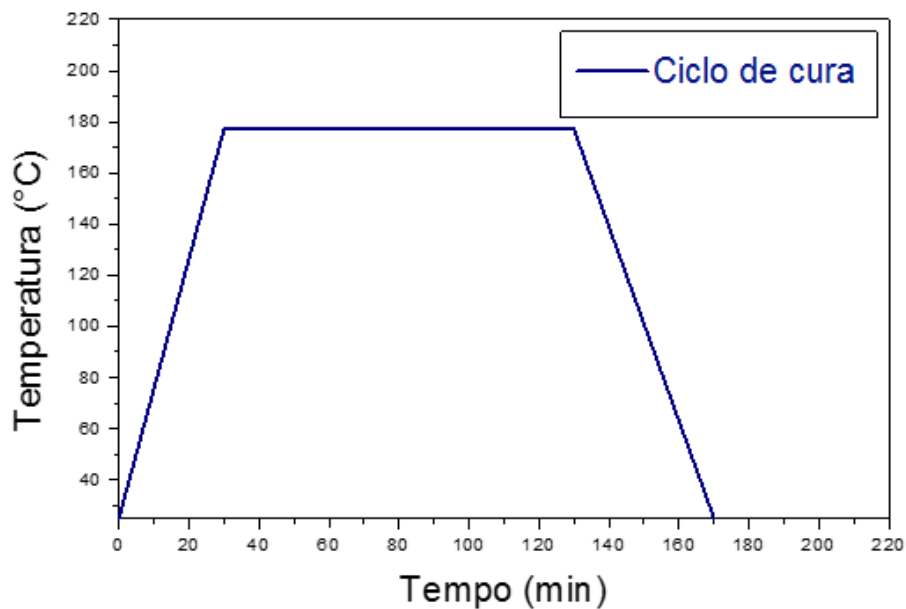
Figura 3.6 – Disposição das camadas presentes no LMF confeccionado.



Fonte: autoria própria.

O processamento foi promovido por moldagem por compressão a quente na prensa Carver, modelo CMG100H-15-X, por 100 min a 177°C (recomendação do fabricante), a uma pressão de, aproximadamente, 0,65 MPa. Este ciclo de cura é mostrado na Figura 3.7.

Figura 3.7 - Curva de cura do processamento dos compósitos



Fonte: autoria própria.

3.5 CONDICIONAMENTO AMBIENTAL

O condicionamento ambiental foi precedido por uma secagem em estufa a 100 °C por 55 horas até que a massa dos corpos de prova se estabilizasse e a presença de umidade nos mesmos fosse mínima. A perda de massa foi calculada através da Equação 1, a seguir.

$$\% \text{ perda de massa} = (m_U - m_S)/m_U \quad (1)$$

Onde:

m_U - massa úmida;

m_S - massa seca.

Após o processo de secagem, as amostras foram colocadas em uma câmara higrotérmica, marca Marconi, modelo MA 835/UR, de forma que a absorção de umidade fosse obtida através de pesagens ao longo dos 32 dias de condicionamento. Para que esse controle fosse realizado, as amostras foram pesadas diariamente até o quarto dia, a cada três dias até o 11º dia e a cada sete dias até o 32º dia. O cálculo de ganho de massa foi realizado através da Equação 2.

$$\% \text{ ganho de massa} = (m_U - m_S)/m_S \quad (2)$$

3.6 ENSAIOS MECÂNICOS

Como descrito no tópico “Etapas do Trabalho”, este trabalho foi dividido três etapas: a realização da anodização e determinação do tempo de tratamento; processamento e ensaios mecânicos de compósitos com titânio anodizado e o condicionamento higrotérmico e ensaios mecânicos dos compósitos condicionados. Devido à delaminação de alguns dos corpos de prova durante o condicionamento higrotérmico, o número de corpos de provas destinado aos ensaios mecânicos com condicionamento higrotérmico foi inferior à quantidade de réplicas dos ensaios sem condicionamento.

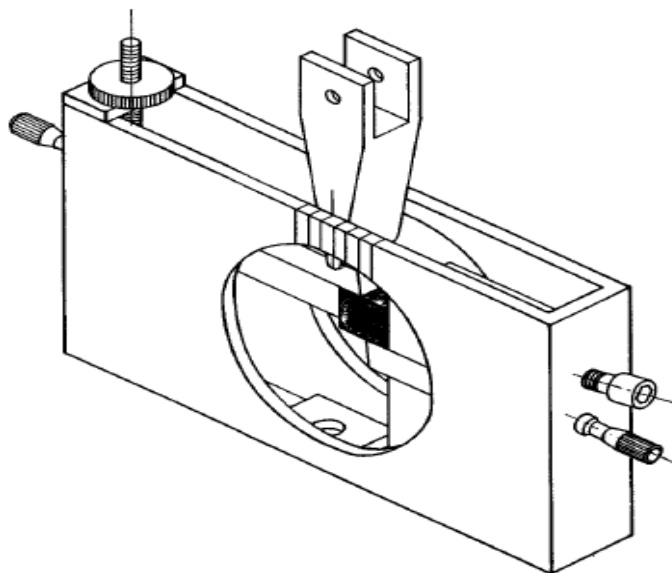
3.6.1 Compression Shear Test

Buscando avaliar a anodização do titânio, 4 corpos de provas de dimensões (largura x comprimento) de 11 mm x 11 mm, aproximadamente, foram preparados e ensaiados segundo o ensaio de cisalhamento por compressão (CST). Já para a análise do condicionamento higrotérmico, foram preparados 10 corpos de prova, mas apenas um manteve-se íntegro para que o ensaio fosse realizado.

Neste ensaio é utilizado um dispositivo acoplado à máquina de ensaios universal da Shimadzu, de forma a permitir a avaliação da resistência ao cisalhamento de um corpo de provas quando submetido a um esforço de compressão. O dispositivo é mostrado na Figura 3.8 e é equipado com dois braços laterais (um móvel e outro fixo) que ajustam de forma precisa a posição da amostra para que o esforço seja

aplicado na direção perpendicular ao plano de cisalhamento do corpo de prova.
(BOTELHO, REZENDE 2002; AUGUSTO, 2012)

Figura 3.8 - Representação do dispositivo utilizado no CST.



Fonte: Schneider (2001).

A medição da força necessária para cisalhar o CDP resulta em um valor de tensão aparente, σ_{app} , obtida através das Equações 3 e 4. (AUGUSTO, 2012)

$$P_{eff} = \frac{P_{tot} * Z}{R_i + R_d} \quad (3)$$

$$\sigma_{app} = \frac{P_{eff}}{l * b} \quad (4)$$

Onde:

P_{tot} - carga máxima;

P_{eff} - carga efetiva;

Z - distância horizontal entre o pivô do braço móvel e o ponto de aplicação da carga;

R_i - raio do braço móvel;

R_d - limite do suporte interno na peça;

- I - comprimento efetivamente cisalhado e;
- b - largura da amostra.

3.6.2 End-Notched Flexure

Com o objetivo de analisar a tenacidade à fratura em modo II do compósito confeccionado com folhas anodizadas de titânio, foram preparados e ensaiados 4 CDPs. Com relação à análise do condicionamento higrotérmico, foram preparados 4 corpos de prova, mas apenas 3 mantiveram-se íntegros para que o ensaio fosse realizado.

O corpo de provas para o ensaio ENF deve apresentar dimensões (largura x comprimento) de 20 mm x 160 mm, aproximadamente, e deve conter uma pré-trinca, que foi inserida no corpo de prova durante sua confecção por meio de uma folha de papel alumínio posicionada na camada central do compósito.

Os CDPs a serem ensaiados tiveram suas laterais pintadas com uma tinta branca para facilitar a visualização do crescimento das trincas. De forma complementar, foram demarcados comprimentos de trinca ao longo da extensão do CDP. Essas demarcações estão relacionadas aos cálculos do ensaio, uma vez que a trinca alcançasse determinado comprimento, a carga e o deslocamento do ponto de aplicação da força deveriam ser coletados. (BRITO JÚNIOR, 2007)

O ensaio de tenacidade à fratura em modo II avalia, por meio de um esforço de flexão, a resistência de um determinado material ao crescimento de uma pré-trinca. Este ensaio é realizado, também, na máquina de ensaios universal da Shimadzu segundo a norma ASTM D7905M. (BRITO JÚNIOR, 2007)

A partir da carga máxima, o valor de tenacidade a fratura em modo II, G_{IIC} , é calculado através da equação 5, a seguir. (BRITO JÚNIOR, 2007)

$$G_{IIC} = \frac{3 * m * a^2 * P_{máx}^2}{2b} \quad (5)$$

Onde:

a - comprimento da pré-trinca;

$P_{máx}$ - carga máxima;

b - largura da amostra e;
 m – coeficiente da equação 6, a seguir.

$$C = A + ma^3 \quad (6)$$

Sendo:

C – relação entre carga e deslocamento para um determinado comprimento de trinca;

A – coeficiente linear

a – comprimento da trinca.

3.6.3 Interlaminar Shear Strength

De modo a analisar a resistência ao cisalhamento interlaminar dos compósitos confeccionados com titânio anodizado, foram preparados e ensaiados 13 CDPs. Por outro lado, para a análise do condicionamento higrotérmico, foram preparados 12 corpos de prova, mas apenas 6 mantiveram-se íntegros para que o ensaio fosse realizado.

Os CDPs foram preparados de forma a apresentar espessura igual a um valor b, altura igual a 6 x b e largura igual a 2 x b, ou seja, os corpos de prova tinham dimensões (largura x comprimento) de 6 mm x 18 mm, aproximadamente. Este ensaio foi realizado na máquina de ensaios universal da Shimadzu segundo a norma ASTM D 2344/D 2344M – 00, 2000. Nenhum método disponível determina com exatidão este valor de resistência, contudo, o ensaio de Short Beam de flexão por 3 pontos dá um resultado aproximado deste valor.

A partir da medição da carga máxima, foram calculados valores tensão ao cisalhamento interlaminar, F^{sbs} , por meio da Equação 7.

$$F^{sbs} = 0,75 \times \frac{P_m}{b \times h} \quad (7)$$

Onde:

P_m - carga máxima;

b - largura e;

h - espessura do CDP.

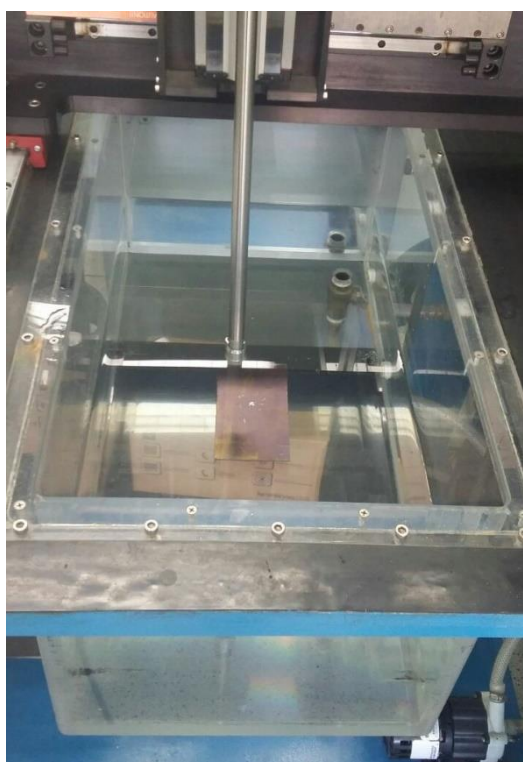
3.7 ULTRASSOM

O ensaio de ultrassom é capaz de identificar imperfeições internas no material, bem como vazios, aglomerações e delaminações. Este ensaio foi realizado para o CDP de ENF com titânio anodizado.

O ultrassom é uma técnica qualitativa de análise por meio da incidência de ondas ultrassônicas, por meio de um par de transdutores, na amostra, que se encontra imersa em água. Estas ondas são recebidas do outro lado da amostra por meio de outro par de transdutores que recebem o sinal que passou pela amostra. A variação dos sinais emitidos e recebidos são interpretados por um software que evidencia as condições internas do material.

Neste ensaio, o equipamento do tipo C-scan (Equipamento de Inspeção Acústica), da empresa MATEC, Modelo PSS-600, foi utilizado, como mostra a Figura 3.9.

Figura 3.9 - Equipamento de inspeção acústica.



Fonte: autoria própria.

3.8 ENSAIO DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO

A Técnica de Excitação por Impulso baseia-se na aplicação de um choque mecânico no corpo de prova, fazendo com que este vibre com uma certa frequência. Este choque resulta em uma resposta acústica, que é constituído pelas frequências naturais de vibração (proporcionais ao módulo elástico) do corpo e por sua amplitude (quanto maior a amplitude, menor o amortecimento). Dessa forma, pode-se caracterizar simultaneamente os módulos elásticos e o amortecimento do material. Para materiais compósitos, usa-se a norma ASTM E1876-09, e o equipamento a ser utilizado é o Sonelastic® (ATCP Engenharia Física).

Este ensaio foi realizado para quatro amostras de compósito sem condicionamento ambiental e apenas uma amostra de compósito com condicionamento, devido às delaminações geradas por tal condição. As amostras tinham dimensões de, aproximadamente, 10 mm x 50 mm, sendo que cada amostra foi analisada em triplicata.

4 RESULTADOS

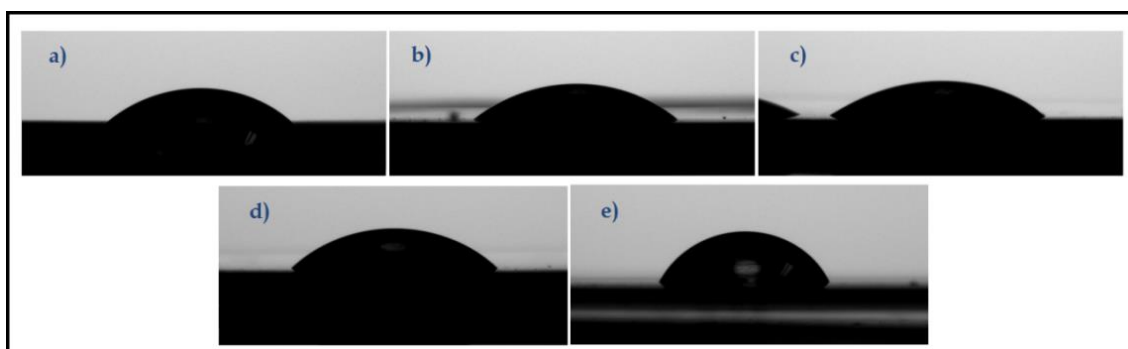
4.1 RESULTADOS PRELIMINARES

Neste capítulo são apresentados os resultados preliminares obtidos para justificar o tempo ótimo de anodização do titânio a ser aplicado nos compósitos estudados.

4.1.1 Ângulo de Contato

Através do uso de um goniômetro, imagens do gotejamento da superfície do titânio anodizado foram obtidas e os ângulos de contato foram medidos por meio de um software instalado no computador de apoio. Cada condição superficial, que varia de acordo com o preparo da superfície e o tempo de anodização do titânio, foi ensaiada em triplicatas. A Figura 4.1, mostra gotas sobre o metal em diferentes condições.

Figura 4.1 - Gotas sobre a superfície do titânio: a) como fornecido; b) decapado; Anodizado por: c) 5 min; d) 7,5 min e e) 10 min.



Fonte: autoria própria.

Os valores médios de ângulo de contato, assim como suas respectivas incertezas, estão apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Ângulos de contato médios para os corpos de prova anodizados.

	Fornecida	Decapada	Anodizada (5 min)	Anodizada (7,5 min)	Anodizada (10 min)
Ângulo de contato médio	$42^{\circ} \pm 4^{\circ}$	$40^{\circ} \pm 2^{\circ}$	$41^{\circ} \pm 4^{\circ}$	$46^{\circ} \pm 4^{\circ}$	$40^{\circ} \pm 4^{\circ}$

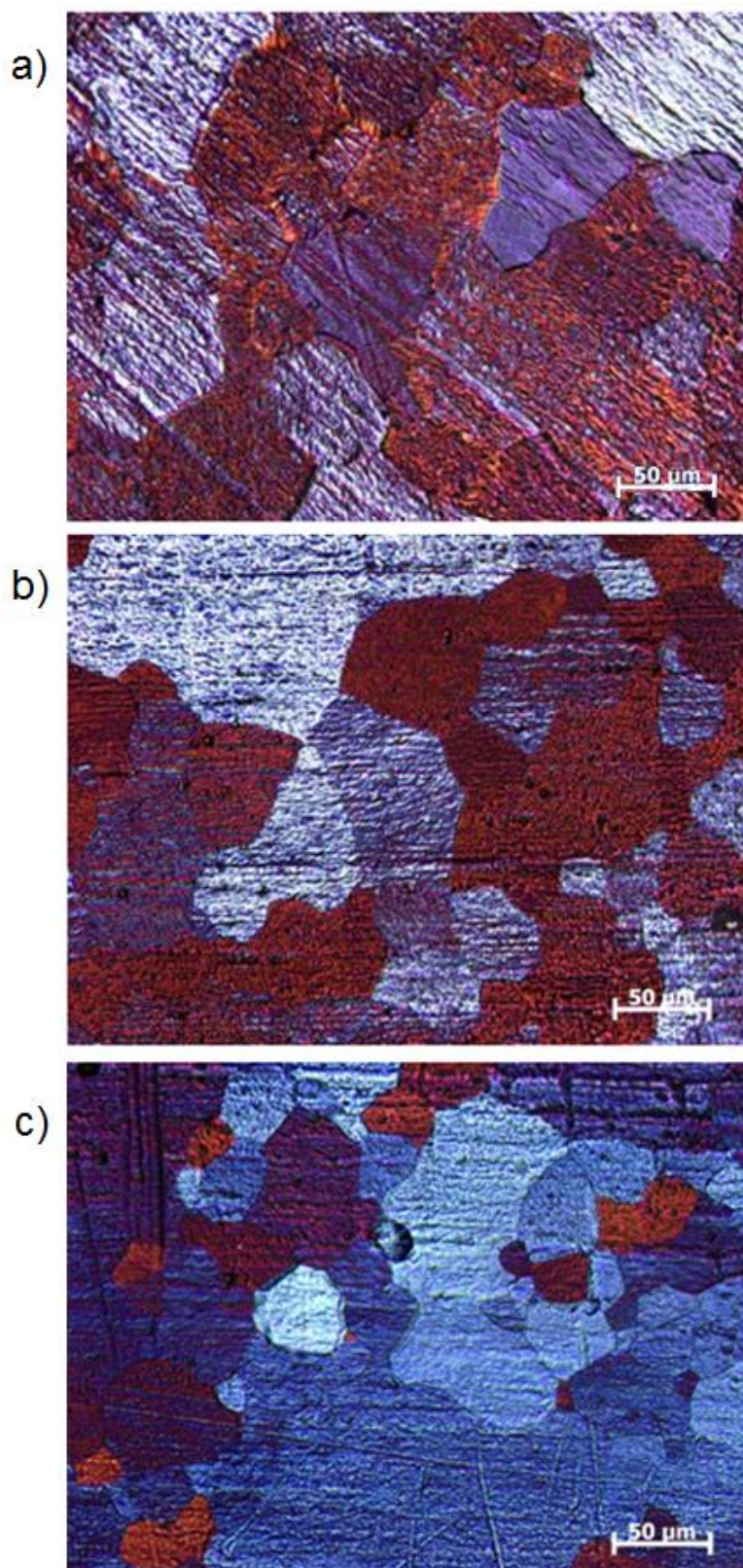
Fonte: autoria própria.

Por meio dos resultados, foi observado que as superfícies se apresentavam levemente hidrofílicas, pois seu ângulo de contato aproximava-se de 45° . Também pode-se concluir que o ângulo de contato não sofreu significativas modificações ao comparar as diferentes condições superficiais

4.1.2 Microscopia óptica

De forma qualitativa, analisou-se a superfície do titânio em diferentes condições, como mostra a Figura 4.2.

Figura 4.2 – Imagens de microscopia ótica da liga anodizada por: a) 5 minutos, b) 7,5 minutos e c) 10 minutos com aumento de 200x.



Fonte: autoria própria.

A Figura 4.2 a) evidencia a presença dos óxidos formados no início da anodização, os quais variam entre a coloração alaranjada, azulada e acinzentada. Na Figura 4.2 b), observa-se um aumento dos óxidos que apresentam coloração azulada e acinzentada em relação aos óxidos de coloração alaranjada. Isso levanta hipóteses de que a anodização pode promover, não somente a reorganização dos componentes superficiais do metal, mas também altera sua composição e espessura. De forma análoga, a Figura 4.2 c) apresenta uma maior proporção de óxidos com coloração azulada quando comparado aos demais.

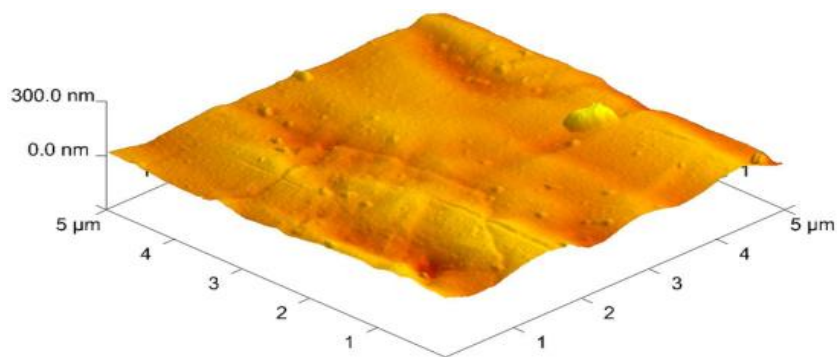
O óxido formado pela anodização apresenta-se em estruturas complexas, tendendo a uma coloração azulada, quanto maior o tempo de anodização.

4.1.3 Microscopia de força atômica

A microscopia de força atômica permite uma análise quantitativa e qualitativa de uma área da amostra em questão.

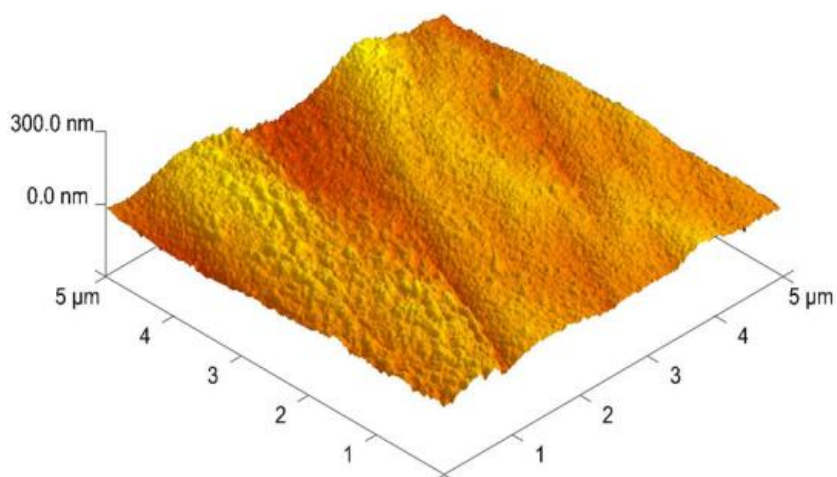
As Figura 4.3 e Figura 4.4 mostram-se áreas de dimensão de 5 μm x 5 μm da superfície do titânio como fornecido e titânio anodizado por 7,5 minutos. Já na Figura 4.5 estão os valores médios de rugosidade medidos por meio deste ensaio para todas as condições de tratamento, sendo que o ponto vermelho representa o titânio não tratado, ou seja, como fornecido, já os pontos pretos representam o titânio tratado, sendo que o titânio apenas decapado é representado pelo ponto preto com Tempo de Anodização igual a zero minutos.

Figura 4.3 - Reconstrução da superfície do titânio como fornecido.



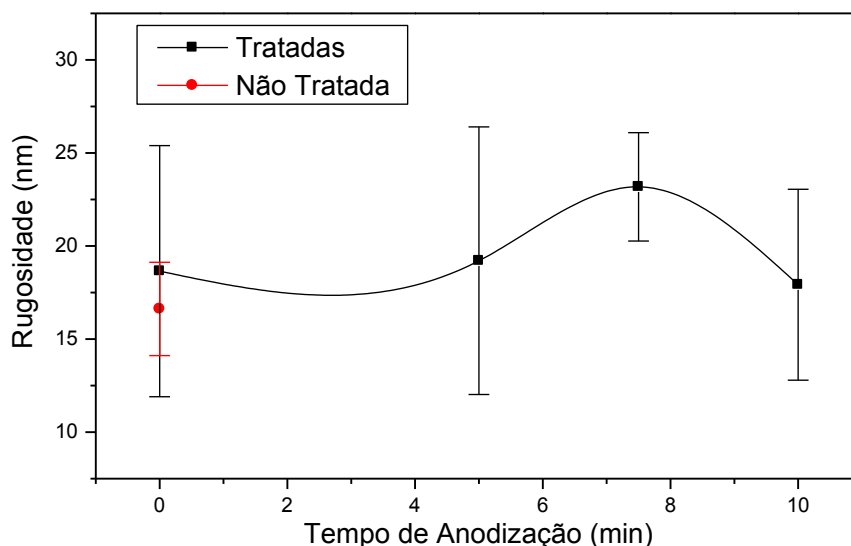
Fonte: autoria própria.

Figura 4.4 - Reconstrução da superfície do titânio anodizado por 7,5 min.



Fonte: autoria própria.

Figura 4.5 - Rugosidade do titânio tratado e não tratado.



Fonte: autoria própria.

Por meio de uma análise por Teste de Hipóteses realizada no Excel envolvendo os valores médios de rugosidade e seus erros, verificou-se que há diferença entre as rugosidades, e ainda, que a anodização por 7,5 minutos foi a mais eficiente (maior rugosidade).

Neste momento foi definido que o tempo ideal de anodização entre os tempos testados foi de 7,5 min, sendo assim, o compósito a ser confeccionado e analisado foi produzido a partir de folhas de titânio anodizado por 7,5 min com fibra de carbono e epóxi.

Associando a análise qualitativa obtida por meio da microscopia óptica, juntamente com a análise quantitativa da microscopia de força atômica, é possível observar que o aumento da rugosidade do metal está relacionado com a heterogeneidade de óxidos na superfície, ou seja, a 7,5 min a superfície do titânio apresentava regiões com estruturas de coloração alaranjada (possível composição inicial) e estruturas azuladas geradas pela anodização.

Concluída a definição do tempo de anodização do titânio, três folhas foram anodizadas nas condições definidas para que o compósito fosse processado (LMF Ti_A) e, então, os ensaios mecânicos, ultrassom e microscopia fossem realizados.

Uma placa de compósito com titânio não tratado (LMF Ti) também foi processado para comparação dos resultados. Para tal, ambos compósitos, LMF Ti e LMF Ti_A foram cortados com serra-fita respeitando as normas referentes a cada ensaio.

4.1.4 Massa Específica

No processo de seleção de matéria-prima para um projeto, algumas variáveis devem ser correlacionadas para alcançar o material que melhor se enquadra para determinada aplicação, processamento e propriedades desejadas. Na indústria aeroespacial, é constante a busca por reduzir o peso das aeronaves e aumentar a resistência mecânica. Sendo assim, um dos objetivos da indústria aeroespacial é aperfeiçoar as propriedades específicas dos materiais utilizados. (BRITO JÚNIOR, 2007)

Assim sendo, se faz necessário o cálculo da massa específica do compósito confeccionado. As medições para o cálculo da massa específica média estão apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Massa e dimensões dos CDP.

Medida	Massa (g)	Largura (cm)	Espessura (cm)	Comprimento (cm)
1	0,6847	0,546	0,278	1,635
2	0,7075	0,561	0,278	1,643
3	0,6938	0,552	0,278	1,638
4	0,6855	0,555	0,280	1,618
5	0,7125	0,562	0,279	1,651
6	0,6851	0,558	0,280	1,629
7	0,6791	0,548	0,282	1,617
Média	0,693 ± 0,01	0,555 ± 0,01	0,279 ± 0,002	1,633 ± 0,01

Fonte: autoria própria.

Os valores de massa específica calculados estão apresentados na Tabela 4.3, assim como valores encontrados na literatura para o GLARE[®], CARALL[®] e para o próprio compósito Ti/Fibra de Carbono/Epóxi.

Tabela 4.3 - Massa específica de diferentes compósitos.

Material	Massa específica (g/cm ³)	Referência
Carbono/Epóxi	1,50	BRITO JÚNIOR, 2007
GLARE®	2,60	BRITO JÚNIOR, 2007
CARALL®	2,51	BRITO JÚNIOR, 2007
Ti/FC/Epóxi	3,56 ± 0,92	BOURLEGAT, 2009
Ti/FC/Epóxi	2,74 ± 0,05	-

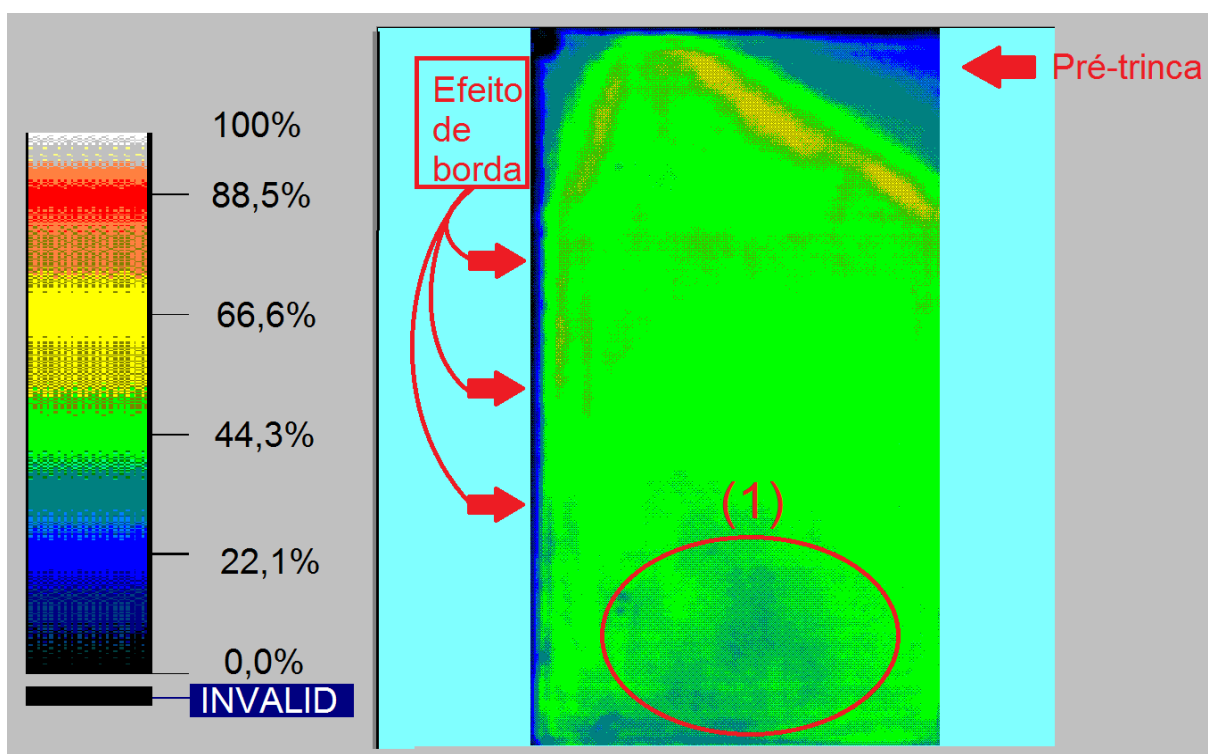
Fonte: autoria própria.

Quando se associa o metal a um compósito polimérico, a massa específica do material, de forma geral, é menor do que a massa específica do metal, ou seja, ao comparar o compósito titânio-carbono com o titânio e o GLARE® com uma liga de alumínio, observa-se que os materiais compósitos apresentam massa específica inferiores às massas específicas dos respectivos metais que os compõem.

4.1.5 Análise do ultrassom

O software utilizado para interpretação do ensaio de ultrassom mostrou a imagem mostrada na Figura 4.6, a seguir, onde é possível observar a pré-trinca inserida na camada central do corpo de provas do ensaio de ENF, assim como imperfeições devido a efeito de bordas, caracterizado pela cor azulada, nas extremidades da amostra, característica comum em compósitos laminados metal-fibra sem proteção de borda. Além disso, uma área na região inferior da imagem apresentou defeitos, indicada pelo número (1), o que pode ser relacionado a um vazio devido a distribuição da pressão no processamento da amostra, falhas na interface, dentre outros fatores.

Figura 4.6 - Ultrassom do LMF Ti_A destinado ao ensaio de ENF.



Fonte: autoria própria.

4.2 CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO

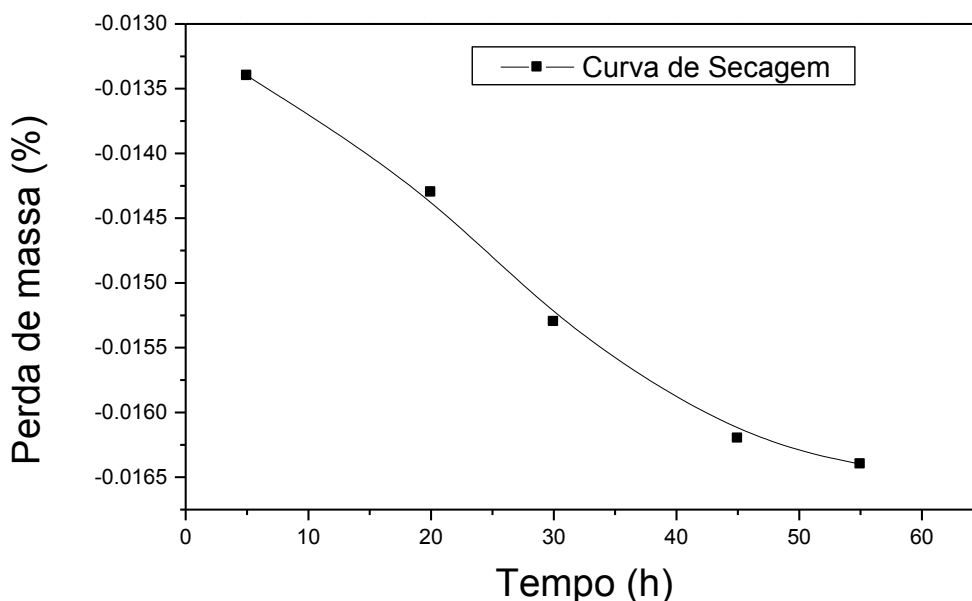
Para que a análise do efeito higrotérmico fosse possível, processaram-se amostras de compósito com titânio tratado. Em seguida, corpos de prova com dimensões apropriadas para cada ensaio foram cortados com o auxílio de uma serra-fita e o acabamento foi realizado por meio lixamento manual, antes mesmo de serem submetidas a qualquer condicionamento ambiental.

4.2.1 Secagem das amostras

Precedendo o condicionamento higrotérmico, as amostras foram submetidas a uma secagem para que a porcentagem de água absorvida no condicionamento fosse precisa.

Assim, os CDPs foram submetidos a uma temperatura de 100°C até que sua massa fosse estabilizada, ou seja, que a presença de água fosse mínima. A Figura 4.7 mostra a curva média de secagem das amostras.

Figura 4.7 - Curva de perda de massa referente à secagem das amostras.



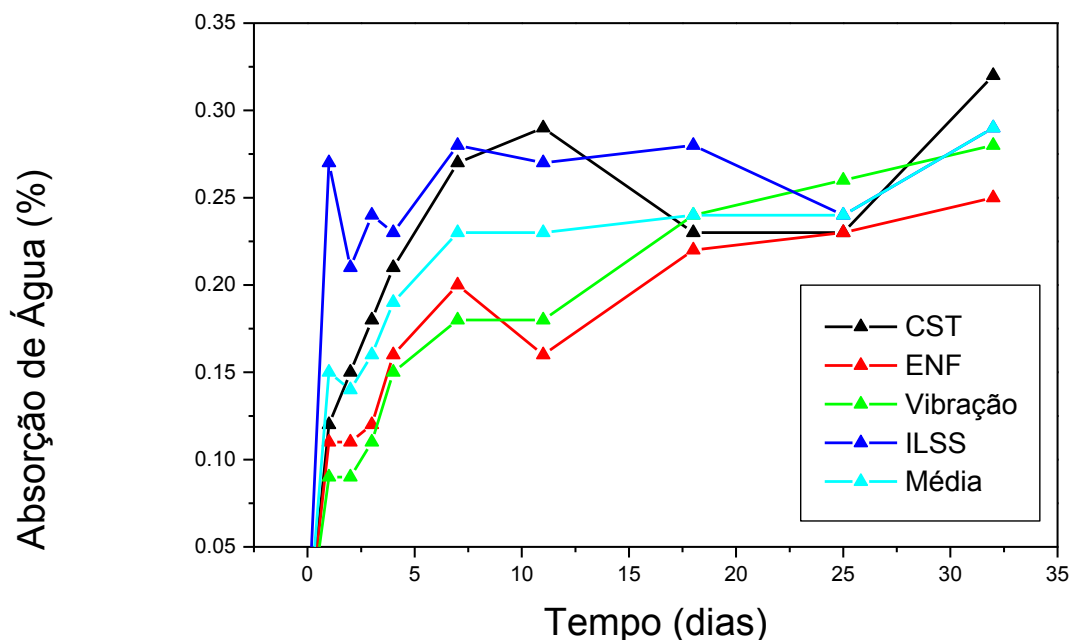
Fonte: autoria própria.

É possível observar que a porcentagem de perda de massa foi inferior a 0,02% até o final do processo. E ainda que a estabilização da massa das amostras foi iniciada em, aproximadamente, 45h de secagem. Assim, o processo de secagem foi cessado com 55h de secagem para que o condicionamento ambiental fosse realizado.

4.2.2 Condicionamento Higrotérmico

Após a secagem dos corpos de prova, os mesmos foram submetidos a um condicionamento higrotérmico. A Figura 4.8 mostra a curva de absorção de umidade proveniente do condicionamento em questão.

Figura 4.8 - Curva de absorção de água para os diferentes corpos de prova.



Fonte: autoria própria.

O ganho de massa médio observado através do condicionamento foi de 0,29% ao final do período de 32 dias.

Ao analisar o ganho de massa dos CDPs de CST em comparação com os CDPs de ENF, ou seja, os menores corpos de prova com os maiores ganhos, observa-se a influência que a área de contato entre o polímero e atmosfera tem na absorção de água. Enquanto as amostras de ENF absorveram, aproximadamente, 0,25% de umidade ao final dos 32 dias, as amostras de CST absorveram 0,33% de umidade.

Absorções de água nessa região acarretam em um impacto na interação entre as camadas do compósito, interferindo na adesão ocorrente na interface entre os materiais.

O condicionamento higrotérmico resultou em delaminação completa de vários corpos de prova. Em porcentagem, 90% dos CDPs de CST, 50% dos CDPs de ILSS e vibração, e 25% dos CDPs de ENF delaminaram. Novamente correlacionando a área relativa de contato do polímero-atmosfera com a fragilização dos corpos de prova.

A umidade, juntamente com variações de temperatura, como dito anteriormente, provocam modificações na interação entre as camadas, causando tensões residuais e podendo alterar as propriedades visco-elásticas do compósito. Deste modo, é de suma importância avaliar a interferência do condicionamento nas propriedades mecânicas e visco-elásticas.

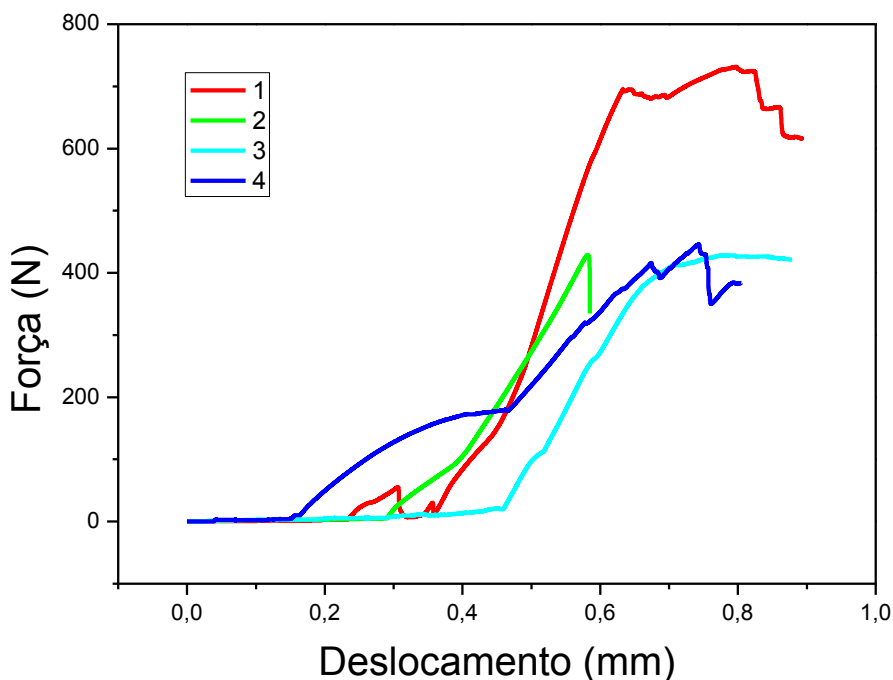
4.2.3 Ensaios mecânicos

Os ensaios mecânicos realizados visam avaliar a interface do compósito por meio de diferentes formas de aplicação de força e de condição do corpo de prova. Os tópicos 4.2.4 a 4.2.6 apresentam os ensaios realizados com compósitos sem condicionamento higrotérmico.

4.2.4 Compression Shear Test

O ensaio CST para as amostras resultou nas curvas apresentadas na Figura 4.9.

Figura 4.9 - Curvas obtidas pelo ensaio CST para as amostras não condicionadas.



Fonte: autoria própria.

As irregularidades e discrepâncias apresentadas nas curvas da Figura 4.9 evidenciam inconsistências do ensaio em questão. Quedas de tensão em curvas de ensaios mecânicos evidenciam o crescimento de microtrincas, deslocamento entre camadas e, possivelmente, acomodações entre a amostra e o dispositivo utilizado. Quando comparado aos outros ensaios realizados neste trabalho, é possível que as inconsistências apresentadas por este ensaio apresentem impacto em seus resultados, uma vez que as curvas destoam uma das outras, reduzindo a confiabilidade do mesmo. A Tabela 4.4, a seguir, apresenta os resultados obtidos através desse ensaio.

Tabela 4.4 - Tensão aparente obtida através do ensaio CST e comparação com literatura.

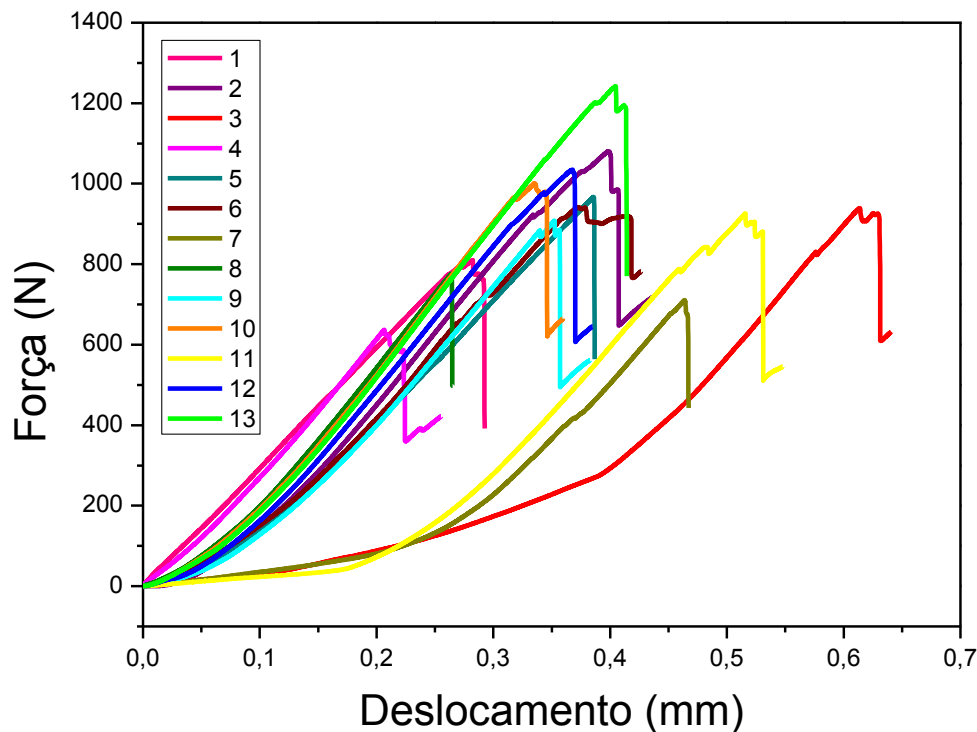
Material	σ_{app} (MPa)	Referência
Ti _A /FC/Epóxi	14,5 ± 1,1	-
Poliamida/FC	26,0 ± 2,4	BOTELHO, 2002

Fonte: autoria própria.

4.2.5 Interlaminar Shear Strength

Com o objetivo de analisar a resistência ao cisalhamento interlaminar de CDPs submetidos a um esforço de flexão, o ensaio foi realizado solicitando o material em 3 pontos e as curvas obtidas por meio deste teste estão apresentadas na Figura 4.10.

Figura 4.10 - Curvas obtidas pelo ensaio ILSS para as amostras não condicionadas.



Fonte: autoria própria.

Ao compararmos a Figura 4.10 com a Figura 4.9, observa-se que as curvas na Figura 4.10 apresentam-se semelhantes umas às demais, indicando uma maior precisão apresentada pelo ensaio de ILSS.

Tabela 4.5 - Valores de tensão ao cisalhamento interlaminar para compósitos semelhantes.

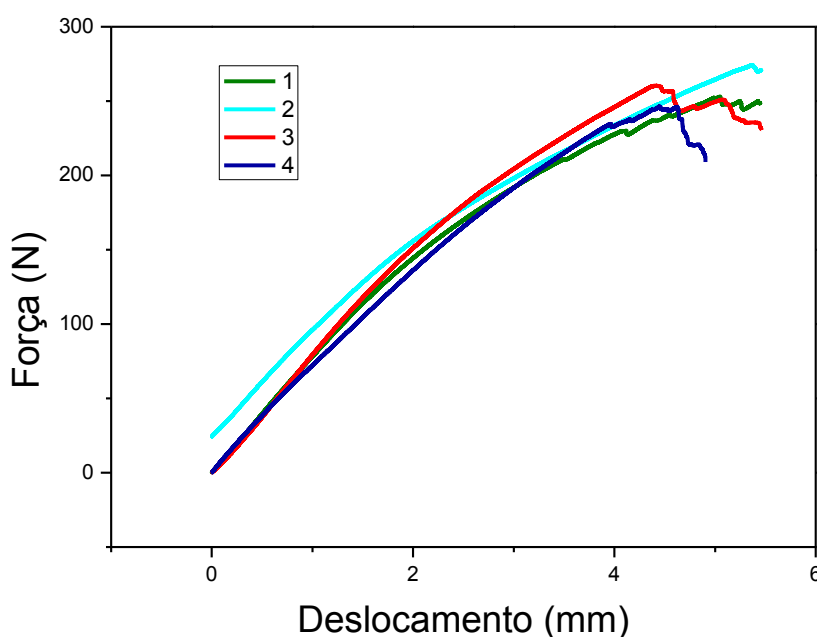
Material	F^{sbs} (MPa)	Referência
Ti/FC/Epóxi	$56,01 \pm 9,98$	BOURLEGAT, 2009.
GLARE	$40,9 \pm 4,2$	BOTELHO, et. al., 2008
CARALL	$38,1 \pm 1,2$	BOTELHO, et. al., 2007
Ti _A /FC/Epóxi	$36,36 \pm 2,40$	-

Fonte: autoria própria.

4.2.6 End-Notched Flexure

Quatro corpos de prova de compósito com titânio anodizado foram ensaiados por flexão e o crescimento da pré-trinca foi analisado. As curvas obtidas através do mesmo estão apresentadas na Figura 4.11.

Figura 4.11 - Curvas obtidas pelo ensaio ENF.



Fonte: autoria própria.

As forças máximas alcançadas pelos corpos de prova ensaiados para tenacidade à fratura em modo II apresentaram um desvio padrão de, aproximadamente, 5% do valor total.

A Tabela 4.6 compara os valores de tenacidade a fratura em modo II do compósito titânio-carbono processado ao decorrer deste trabalho com o valor de tenacidade a fratura de outros trabalhos encontrados na literatura.

Tabela 4.6 - Tenacidade a fratura em modo II sem condicionamento.

Material	G _{IIC} (N/mm)	Referencia
Ti _A /FC/Epóxi	22,10 ± 2,31	-
Juntas Al/FC/Epóxi	9,77 ± 0,21	PALMARES, 2016

Fonte: autoria própria.

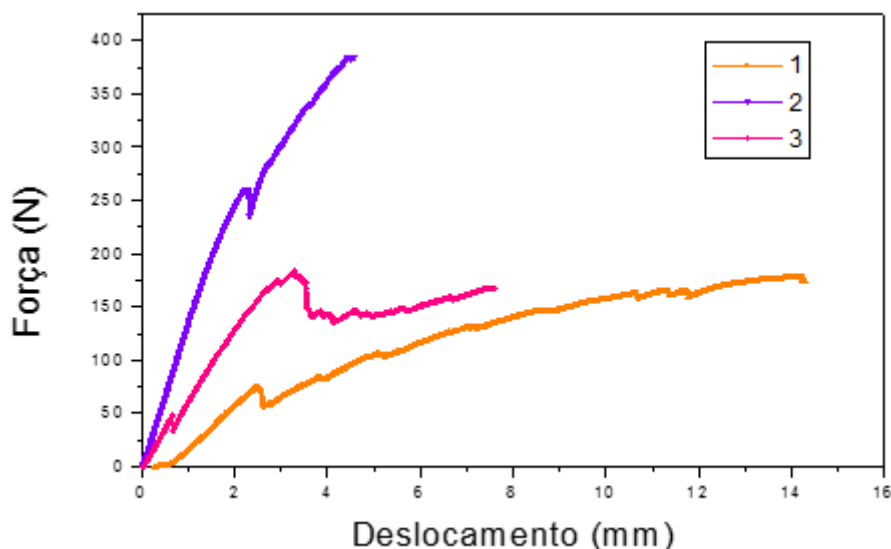
4.2.7 Influência do condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas

Os mesmos ensaios realizados para validar a anodização foram realizados para analisar quantitativamente a influência do condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas do compósito.

4.2.7.1 Ensaio ENF

Os três corpos de provas preparados para este ensaio que se mantiveram íntegros durante toda a preparação e condicionamento das amostras foram ensaiados e a Figura 4.12 mostra as curvas geradas.

Figura 4.12 - Curvas ENF das amostras de LMF Ti_A com condicionamento higrotérmico.



Fonte: autoria própria.

A Tabela 4.7, a seguir, compara os valores de tenacidade a fratura em modo II para os compósitos com e sem condicionamento.

Tabela 4.7 - Comparação da tenacidade à fratura com e sem condicionamento.

Material	G _{IIC} (N/mm)	Referência
Ti _A /FC/Epóxi	22,10 ± 2,31	-
Ti _A /FC/Epóxi condicionado	12,26 ± 5,72	-

Fonte: autoria própria.

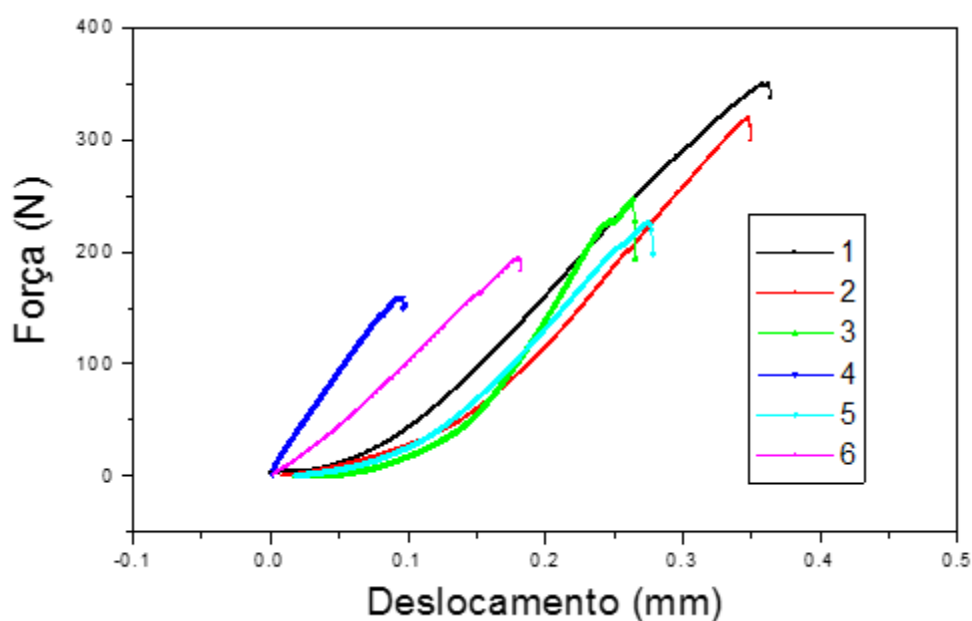
As curvas mostradas na Figura 4.12 não apresentam similaridades entre si, diferentemente do observado nas curvas da Figura 4.11. Desse modo a fragilidade imposta às amostras por meio do condicionamento ambiental se faz evidente.

A redução de tenacidade a fratura em modo II ocasionada pelo condicionamento higrotérmico foi para, aproximadamente, 55,5% do valor inicial.

4.2.7.2 Ensaio ILSS

Durante o condicionamento e manuseio para a realização das medições de massa, apenas seis dos doze corpos de provas preparados para este ensaio mantiveram-se íntegros para que o ensaio de ILSS fosse realizado. Assim sendo, os mesmos foram ensaiados e a Figura 4.13 mostra as curvas geradas através do ensaio ILSS.

Figura 4.13 - Curvas ILSS das amostras de LMF Ti_A com condicionamento higrotérmico.



Fonte: autoria própria.

O formato das curvas de ILSS mostraram-se, novamente, semelhantes entre si, apresentando considerável homogeneidade, quando comparadas às curvas geradas através dos ensaios de CST e ENF, embora o valor de força máxima destoe dentre os corpos de prova ensaiados, mostrando a confiabilidade e reprodutibilidade do ensaio em si.

As tensões ao cisalhamento interlaminar calculadas para este compósito com condicionamento higrotérmico e sem condicionamento estão apresentados na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 - Tensão ao cisalhamento do compósito com e sem condicionamento.

Material	F _{sbs} (MPa)
Ti _A /FC/Epóxi	36,36 ± 2,40
Ti _A /FC/Epóxi condicionado	22,06 ± 3,77

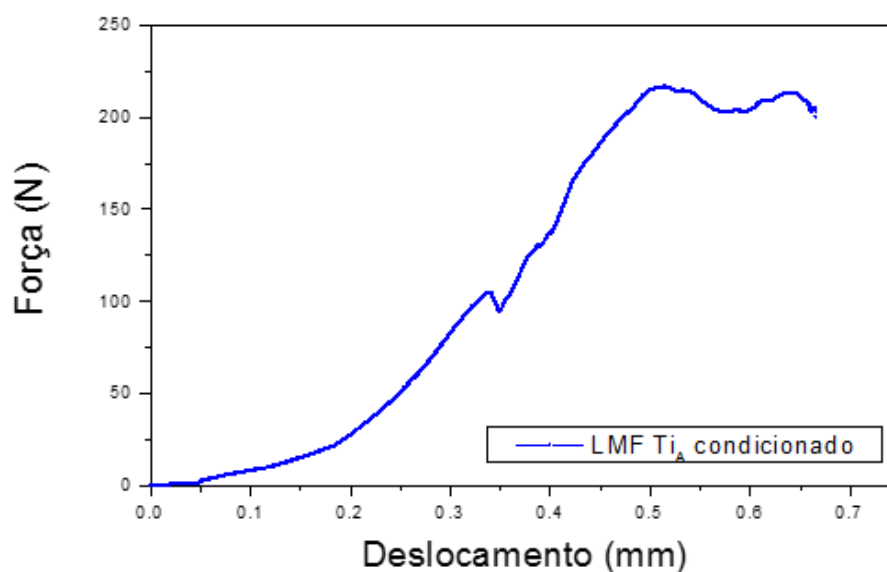
Fonte: autoria própria.

Houve uma redução para 60,7% do valor inicial de tensão ao cisalhamento do compósito, comparando os resultados com e sem condicionamento.

4.2.7.3 Ensaio CST

Os corpos de prova do ensaio de CST foram os que apresentaram um maior número de delaminações durante o condicionamento, o qual somente um dos dez corpos de prova preparados para o ensaio manteve-se íntegro, limitando a interpretação e confiabilidade do resultado. A Figura 4.14 apresenta a curva de CST da amostra ensaiada.

Figura 4.14 - Curva de CST da única amostra íntegra após o condicionamento higtotérmico.



Fonte: autoria própria.

Em síntese, o ensaio de CST apresentou algumas inconsistências que comprometem seu resultado. Dentre elas, pode-se citar: pequena dimensão dos corpos de prova, dificuldade de posicionamento das amostras no dispositivo, grande área relativa de absorção de umidade e o grande número de amostras delaminadas durante a preparação dos corpos de prova.

Os valores de tensão aparente calculados para o compósito com condicionamento higrotérmico e sem condicionamento estão apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Tensão aparente do compósito com e sem condicionamento.

Material	σ_{app} (MPa)
TiA/FC/Epóxi	14,53 \pm 1,10
LMF TiA condicionado	2,31

Fonte: autoria própria.

O condicionamento resultou em uma redução para 15,9% do valor inicial de tensão aparente.

A influência do tamanho do corpo de prova nos resultados após o condicionamento ambiental vai além da absorção de água. Também é importante observar que compósitos laminados estão sujeitos ao efeito de borda, onde ocorrem delaminações, que podem ser interpretados como pré-trincas para a realização do ensaio.

4.2.7.4 Avaliação visco-elástica

O módulo de elasticidade após o condicionamento higrotérmico foi superior quando comparado ao compósito sem condicionamento, como mostra a Tabela 4.10, a seguir. Contudo, devido a uma instabilidade de funcionamento, foram necessárias várias tentativas de realização do ensaio até que fosse possível a obtenção de resultados para o compósito condicionado.

Tabela 4.10 - Propriedades visco-elásticas obtidas a partir do ensaio de vibração.

Material	Módulo de Elasticidade (GPa)	Referência
Ti _A /FC/Epóxi	93,77 ± 2,20	-
Ti _A /FC/Epóxi condicionado	141,01 ± 2,68	-
Ti/FC/Epóxi	123,50 ± 3,42	FINK, 2003

Fonte: autoria própria.

Tanto o Ti_A/FC/Epóxi, quanto o Ti/FC/Epóxi apresentaram módulo de elasticidade inferiores ao valor apresentado na Tabela 4.10 para um compósito semelhante. Entretanto, os valores de módulo de elasticidade após o condicionamento higrotérmico foram superiores aos obtidos para o compósito não condicionado, não condizendo com os resultados dos ensaios mecânicos, pois era esperada uma redução no módulo de elasticidade devido à absorção de água pela matriz.

Tal resultado foi justificado pela instabilidade do equipamento utilizado durante as tentativas de ensaio após o condicionamento higrotérmico, uma vez que foram necessárias várias tentativas até que fosse obtido um resultado.

5 CONCLUSÕES

O condicionamento higrotérmico provocou um efeito de redução das propriedades mecânicas de 55,6%, em média.

Por meio das formas de análise da anodização, foi possível concluir que dentre os tempos analisados, 7,5 minutos foi o tempo de anodização que resultou em melhores características superficiais, e conseqüentemente, em uma melhor adesão entre as camadas do compósito. Isso foi confirmado pelo fato de que todas as amostras de compósito processado com titânio como fornecido delaminaram, enquanto os corpos de prova com titânio anodizado mantiveram-se íntegros.

O compósito produzido apresentou massa específica inferior à um compósito muito semelhante ao apresentado por este trabalho, de titânio/FC/epóxi encontrado na literatura, embora apresentou maior massa específica que o GLARE® e o CARALL®.

O condicionamento higrotérmico provocou um aumento de massa de aproximadamente 0,29% de massa nos compósitos. Apesar de ser um valor relativamente baixo, quando comparado com a literatura, que prevê um aumento de até 0,5% de ganho de massa em compósitos laminados, a inserção de água no material provocou uma redução drástica nas propriedades mecânicas do mesmo.

Por meio do ensaio ILSS foi possível observar que o condicionamento higrotérmico reduziu em 39,3% a resistência ao cisalhamento interlaminar, indicando que o condicionamento afetou de forma negativa a adesão entre as camadas adjacentes do compósito.

Ao comparar os resultados de tensão aparente, por meio do ensaio CST, observa-se que quanto menor o corpo de provas, maior a influência do condicionamento. O valor de tensão aparente após o condicionamento higrotérmico foi 84,1% inferior ao resultado obtido para os compósitos sem condicionamento. Ainda é relevante observar que 90% dos corpos de prova condicionados para este ensaio sofreram avaria por delaminação.

O ensaio de ENF, que interpreta a tenacidade a fratura do compósito polimérico, mostrou que houve uma redução de 45,5% da tenacidade a fratura após o condicionamento ambiental.

Os compósitos processados com titânio anodizado apresentaram módulo elástico inferior a um compósito muito semelhante observado na literatura sem

condicionamento higrotérmico. Somando a isso, tem-se o fato de que o ensaio dos corpos de prova condicionados ocorreu sob influência das condições do equipamento utilizado.

Dessa forma, conclui-se que o condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas do compósito titânio/fibra de carbono/epóxi comprometeu os valores de resistência mecânica e causou a delaminação de, aproximadamente, 60% dos corpos de prova.

6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Quanto à composição do compósito em si, é uma tendência a utilização de polímeros termoplásticos devido ao seu menor impacto ambiental causado, embora a matriz epóxi ainda seja amplamente utilizada devido às suas excelentes propriedades mecânicas. Sabe-se que parte da resistência interlaminar é determinada pela interação entre as moléculas das camadas adjacentes, sendo assim, a utilização de um polímero termoplástico que apresente melhor interação com o titânio anodizado, pode resultar em uma combinação mais atrativa entre impacto ambiental e propriedades mecânicas.

Os compósitos, quando em aplicações aeronáuticas, são submetidos a diversas condições ambientais que afetam sua performance. Dessa maneira, seria interessante, futuramente, estudar a influência de condicionamentos como: condicionamento salt spray e condicionamento por choque térmico.

Também seria relevante a avaliação da resistência ao impacto, uma vez que danos por impacto podem gerar falhas catastróficas na estrutura de uma aeronave. Estudar e aperfeiçoar essa propriedade é de suma importância para validar outros ensaios mecânicos.

REFERÊNCIAS

ALI, A. et al. **Characterization of seawater hygrothermal conditioning effects on the properties of titanium-based fiber-metal laminates for marine applications.** Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822316309667>>. Acesso em: 10 out. 2017.

AUGUSTO, J. **Fractografia quantitativa: correlação entre dimensão fractal e tenacidade à fratura em compósitos fibra de carbono/epóxi.** 2012. 132 f. Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, "Júlio de Mesquita Filho", Guaratinguetá, 2012.

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

BOURLEGAT, L. R. **Processamento e caracterização do compósito híbrido titânio/fibra de carbono/epóxi.** Disponível em: <http://www.bd.bibl.ita.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=875>. Acesso em: 10 out. 2017.

BRITO JUNIOR, C. A. R. **Caracterização dinâmico-mecânica de compósitos metal-fibra e compósitos de fibras de carbono/resina epóxi para uso aeronáutico.** Disponível em: <http://www.bd.bibl.ita.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=392>. Acesso em: 10 out. 2017.

CAPELA, M.C. et al. **Propriedades mecânicas em laminados fibra de vidro e fibra de carbono em resina epóxi.** Disponível em: <<http://www2.fc.unesp.br/gsmndm/soufen/417-223.pdf>>. Acesso em: 29 set. 2017.

CASTRO, J. P. **Estudo de propriedades mecânicas de compósitos epóxi/fibra de vidro para aplicações em temperaturas criogênicas.** Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbecimat/2000/Docs/TC207-022.pdf>>. Acesso em: 29 set. 2017.

CERON, L. P. et al. **Comportamento mecânico à tração da resina epóxi dgeba/poliaminoamida e amina para diferentes formulações da razão estequiométrica.** Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/281845489_Comportamento_mecanico_a_tracao_da_resina_epoxi_DGEBApoli-aminoamida_e_amina_para_diferentes_formulas_da_razao_estequiometrica>. Acesso em: 20 out. 2017.

FINK, A.; KOLESNIKOV, B.; WILMES, H. **Hybrid titanium composite material improving composite structure coupling.** Disponível em:

<http://www.dlr.de/fa/Portaldata/17/Resources/dokumente/publikationen/2005/08_fin_k.pdf>. Acesso em: 05 out. 2017.

FU, C. et al. **Effects of sodium tartrate anodizing on fatigue life of TA15 titanium alloy.** Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1000936115000382>>. Acesso em: 17 set. 2017.

GASPARIN, A. L. **Adesão metal-polímero: dispositivos de medição e correlações físico-químicas.** 2011. 71 f. Tese de Doutorado em Ciência dos Materiais - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

HAGENBEEK, M. **Characterization of fibre metal laminates under thermomechanical loadings.** 2005. 204 f. Disponível em: <<https://repository.tudelft.nl/islandora/object/uuid%3A2c91c8bd-b0a4-4c3b-86ee-f5ad8f1ea24e>>. Acesso em: 20 out. 2017.

HULL, D. **An introduction to composite materials.** 3.ed. Local da Editora: Cambridge University Press, 1987.

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

MAFFIA, E. G. **Estudo da corrosão e anodização do titânio para aumento da área superficial de implantes.** Disponível em: <<http://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/117447>>. Acesso em: 01 set. 2017.

MATZ, C. **Optimization of the durability of structural titanium adhesive joints.** Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/014374968890053X>>. Acesso em: 15 ago. 2017.

MERTENS, T. G. **Investigation of surface pre-treatments for the structural bonding of titanium.** Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0143749611001758>>. Acesso em: 12 ago. 2017.

MIRANDA, A. B. **Análise histomorfométrica dos implantes de titânio grau 4 e grau 5: estudo experimental em coelhos.** 2013. 119 f. Dissertação de Mestrado em Ciências – Universidade de São Paulo, Bauru, 2013.

PALMARES, M. P. **Strength of Hybrid laminates aluminium carbono-fibre joints with diferente lay-up configurations.** 2016. 80 f. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. Faculdade de Engenharia – Universidade do Porto, 2016.

PANOUSIS, E. et al. **Titanium alloy surface treatment using an atmospheric plasma jet in nitrogen pulsed discharge conditions.** Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897207000849>>. Acesso em: 29 ago. 2017.

PARDINI, L.; PERES, R. Tecnologia de fabricação de pré-impregnados para compósitos estruturais utilizados na indústria aeronáutica. **Revista Polímeros: ciência e tecnologia**. Disponível em: <<http://www.revistapolimeros.org.br/PDF/v6n2/v6n2a02.pdf>>. Acesso em: 22 abr. 2015.

REIS, J.F. **Influência do condicionamento higrotérmico no comportamento mecânico de compósitos soldados de PEI/Fibras de carbono**. 2015. 139 f. Tese de Mestrado em Engenharia Mecânica - Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2015.

REZENDE, M. C.; COSTA, M. L.; BOTELHO, E. C. **Compósitos estruturais: tecnologia e prática**. Local: Artliber, 2011.

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 de fibra de carbono/PPS**. 2015. 155 f. Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica na área de Materiais - Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2015.

SCHNEIDER, K. LAUKE, B. BECKERT, W. **Compression Shear Test (CST) – a convenient apparatus for the estimation of apparent shear strength of composite materials**. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.1023/A:1008919114960>>. Acesso em: 14 set. 2017.

SHARMA, A. K. **anodizing titanium for space application**. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040609092909469>>. Acesso em: 30 set. 2017.

SILVA, R. A. **Processamento e caracterização de compósitos híbridos metal-fibra**. Disponível em: <http://www.bd.bibl.ita.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=348>. Acesso em: 14 out. 2017.

SOUZA, M. E. P. **Estudo do processo de anodização por voltagem modulada do titânio e da liga Ti-6Al-7Nb**. 2012. 73 f. de Mestrado em Engenharia Mecânica - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

VLOT, A., GUNNINK, J. K. **Fibre metal laminates: an introduction**. First edition. Netherlands, Kluwer Academic Publishers, 2001. 544p.