



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

THIAGO TEIXEIRA

Compósitos carbono/carbono processados a partir de uma matriz termoplástica:

Um estudo abrangente

Guaratinguetá
2023

Thiago Teixeira

Compósitos carbono/carbono processados a partir de uma matriz termoplástica:

Um estudo abrangente

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

Orientadora: Dra. Luíza dos Santos Conejo

Coorientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

Guaratinguetá - SP

2023

T266c	Teixeira, Thiago Compósitos carbon/carbono processados a partir de uma matriz termoplástica: um estudo abrangente / Thiago Teixeira - Guaratinguetá, 2023. 46 f : il. Bibliografia: f. 43-46 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2023. Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Luíza dos Santos Conejo Coorientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho 1. Compostos de carbono. 2. Materiais compostos. 3. Carbonização. I. Título.
	CDU 620.1

Luciana Máximo
Bibliotecária/CRB-8 3595

THIAGO TEIXEIRA

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. José Vitor Candido de Souza

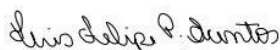
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Drª. Luíza dos Santos Conejo

Orientadora / LEL/IPT



Dr. Luis Felipe de Paula Santos

LEL/IPT



Drª. Juliana Bovi de Oliveira

LEL/IPT

Fevereiro de 2023

AGRADECIMENTOS

À minha querida orientadora Dra. Luíza dos Santos Conejo por todo o apoio durante o andamento destes 5 anos de pesquisa, principalmente nos momentos difíceis. Sem sua ajuda seria muito mais difícil chegar onde cheguei.

Ao professor Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho por abrir suas portas para que participasse de seu grupo de pesquisa e por todo o conhecimento que obtive durante minha presença na equipe.

Aos doutores Luis Felipe de Paula Santos e Juliana Bovi de Oliveira por todo o suporte nas atividades de laboratório. Foram extremamente pacientes e solícitos comigo, não poderia ter tido pessoas melhores ao meu redor.

Aos amigos que fiz durante meus cinco anos na faculdade. Quando cheguei tinha apenas 17 anos, muito ingênuo e sozinho, fui acolhido por pessoas incríveis que se tornaram amigos para a vida toda. Durante a pandemia, apesar da distância, nossa amizade se fortaleceu ainda mais, para nos darmos suporte em todos os sentidos. Não tenho como agradecer-los, são todos amigos que posso levar para o resto da vida. Menções especiais para Ana Beatriz, Beatriz, Henrique, Pedro, Gabriel e Lukas.

À minha família por todo suporte emocional durante o curso. Mesmo à distância, sempre senti que estiveram perto de mim, apoiando minhas decisões e me ajudando nos momentos mais difíceis.

À CNPq pelo apoio financeiro que tive em 2021.

À UNESP e todos os seus docentes pela oportunidade de aprendizado e todos os equipamentos necessários para meu projeto.

Por fim, a todos aqueles que tiveram influência direta ou indireta na missão de me tornar um Engenheiro de Materiais.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) – (132244/2021-7)

“A verdadeira motivação vem de realização,
desenvolvimento pessoal, satisfação no
trabalho e reconhecimento.”

Frederick Herzberg

RESUMO

Os compósitos carbono/carbono são amplamente aplicados na indústria aeroespacial, principalmente devido à sua combinação de propriedades, que permite que atuem em temperaturas extremas apresentando boas propriedades mecânicas. Seu processamento exige a carbonização que, por remover elementos da composição do material, o torna poroso, com uma grande quantidade de vazios. A porosidade converte o material em frágil, portanto, a re-impregnação é uma alternativa para redução da porosidade e garantir que as propriedades mecânicas não sejam afetadas. A carbonização tem um efeito diferente quanto às matrizes termorrígidas e termoplásticas, onde as termorrígidas apresentam maior perda de massa e, conseqüentemente, maior porosidade. Assim, este projeto busca avaliar o processamento de compósitos carbono/carbono através de uma matriz termoplástica de PEEK (poli(éter-éter-cetona)), sendo re-impregnadas com o próprio PEEK em pó. A carbonização foi realizada em um forno tubular, já a re-impregnação em um forno tipo mufla, onde o polímero na forma de pó foi fundido no interior das amostras, preenchendo seus vazios. Ao fim, foi possível reduzir a porosidade dos corpos de prova consideravelmente com apenas três re-impregnações, uma evolução considerando que as matrizes termorrígidas exigem, no mínimo sete. Como forma complementar, foi feito um estudo paralelo de três artigos recentes sobre os compósitos C/C, onde cada trabalho estuda e aborda o material de diferentes formas. Assim, foi possível criar uma base teórica do assunto, avaliando novas formas de processamento, outras propriedades interessantes e diferentes formas de aplicação.

PALAVRAS-CHAVE: Carbono/Carbono; Re-impregnação; PEEK; Carbonização; Porosidade; Vazios.

ABSTRACT

Carbon/carbon composites are widely applied in the aerospace industry, mainly due to their combination of properties, which allows them to endure in extreme temperatures presenting good mechanical properties. Their processing requires carbonization which, by removing elements of the material composition, turns it porous, containing a large number of voids. This porosity makes the material brittle, so a re-impregnation is an alternative to reduce the porosity and ensure that the mechanical properties are not affected. Carbonization has a different effect on thermoset and thermoplastic matrices, where the thermosets have greater mass loss and, consequently, greater porosity. Thus, this project seeks to evaluate the processing of carbon/carbon composites through a thermoplastic matrix of PEEK (polyether-ether-ketone), being re-impregnated with the powdered PEEK itself. The carbonization was done in a tubular oven, while the re-impregnation was done in a muffle furnace, where the polymer in powder form was melted inside the samples, filling their voids. In the end, it was possible to reduce the porosity of the specimens considerably with only three re-impregnations, an evolution considering that the thermosetting matrices require at least seven. As a complement, a parallel study of three recent articles about C/C composites was made, where each work studies and approaches the material in different ways. Thus, it was possible to create a theoretical basis of the subject, evaluating new forms of processing, other interesting properties and different forms of application.

KEYWORDS: Carbon/Carbon; Re-impregnation; PEEK; Carbonization; Porosity; Voids.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Esquematização de um Compósito polimérico reforçado com fibra	14
Figura 2 - Fases de um material compósito	15
Figura 3 – Classificação de compósitos conforme o tipo de reforço	16
Figura 4 – Exemplo da aplicação de compósitos C/C em uma garganta de foguete.....	17
Figura 5 – Estrutura química do PEEK.....	18
Figura 6 – Estrutura química do PEI.....	19
Figura 7 – Exemplo de uma curva TMA dinâmica para um compósito	21
Figura 8 – Exemplo de uma curva TGA de um compósito	22
Figura 9 – Exemplo de uma curva DSC de um compósito.....	23
Figura 10 – Amostras no material refratário	25
Figura 11 - Forno tubular utilizado para a carbonização	25
Figura 12 – Amostra carbonizada	28
Figura 13 – Amostra após um ciclo de re-impregnação	29
Figura 14 - Amostra após dois ciclos de re-impregnação.....	29
Figura 15 - Amostra após três ciclos de re-impregnação.....	30
Figura 16 - Curva TMA para a amostra carbonizada.....	31
Figura 17 - Curva TMA para a amostra re-impregnada.....	31
Figura 18 – Modos de carbonização	34
Figura 19 – Resultados de XRD para: (a) camada interna; (b) camada externa	37
Figura 20 – Imagens de SEM para: (a) superfície interna; (b) superfície externa; (c) uma ampliação de (b);(d) a fronteira entre as camadas.....	38
Figura 21 – Curvas TG-DSC para as amostras com uma e duas camadas de revestimento	39
Figura 22 – Tenacidade à fratura em diferentes temperaturas.....	41

LISTA DE SIGLAS

C/C	Carbon/Carbon (Carbono/Carbono)
XRD	X-ray Powder Diffraction (Difratometria de Raios X)
DSC	Differential Scanning Calorimetry (Calorimetria Exploratória Diferencial)
CF	Carbon Fiber (Fibra de Carbono)
ILSS	Interlaminar Shear Strength (Resistência ao Cisalhamento Interlaminar)
SEM	Scanning Electron Microscopy (Microscopia Eletrônica de Varredura)
PAEK	Polyaryletherketone (Poliariletercetona)
PC	Pack Cementation (Cementação em Caixa)
PEEK	Polyether ether ketone (Poli(éter-éter-cetona))
PEI	Polyethylenimine (Polieterimida)
TG	Thermogravimetry (Termogravimetria)
TMA	Thermomechanical Analysis (Análise Termomecânica)

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
1.1. CONSIDERAÇÕES	12
1.2. OBJETIVOS	13
1.2.1. Objetivo Principal	13
1.2.2. Objetivos Secundários	13
2. REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1. COMPÓSITOS	14
2.1.1. Matrizes.....	15
2.1.2. Reforços.....	15
2.2. COMPÓSITOS CARBONO/CARBONO	16
2.2.1. Matrizes Poliméricas	17
2.2.2. Fibra de Carbono	19
2.2.3. Carbonização	20
2.3. ANÁLISE TÉRMICA	20
2.3.1. Análise Termomecânica (TMA).....	21
2.3.2. Termogravimetria	21
2.3.3. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	22
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	24
3.1. MATERIAIS UTILIZADOS	24
3.2. METODOLOGIA	24
3.2.2. Re-impregnação	25
3.2.3. Análise Termomecânica.....	26
3.2.4. Microscopia.....	27
3.2.5. Estudos de Caso.....	27
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	28
4.1. MORFOLOGIA DOS COMPÓSITOS CARBONO/CARBONO	28

4.1.1. Análise Termomecânica.....	30
4.2. DISCUSSÕES.....	32
5. ESTUDOS DE CASO.....	34
5.1. HIGH PERFORMANCE CARBON–CARBON COMPOSITES OBTAINED BY A TWO-STEP PROCESS FROM PHTHALONITRILE MATRIX COMPOSITES.....	34
5.1.1. Sumário	34
5.1.2. Resultados	35
5.1.3. Discussões.....	36
5.2. SIC-SI COATING WITH MICRO-PORES TO PROTECT CARBON/CARBON COMPOSITES AGAINST OXIDATION	36
5.2.1. Sumário	36
5.2.2. Resultados	37
5.2.3. Discussões.....	39
5.3. STUDY ON FRACTURE TOUGHNESS OF CARBON-CARBON COMPOSITES AT LOW TEMPERATURES.....	39
5.3.1. Sumário	39
5.3.2. Resultados	40
5.3.3. Discussões.....	41
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	42
6.1. CONCLUSÕES	42
6.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	42
REFERÊNCIAS	43

1. INTRODUÇÃO

1.1. CONSIDERAÇÕES

Os compósitos são muito importantes para a engenharia, pois permitem uma flexibilidade quanto suas aplicações, sempre atendendo demandas que envolvem ambientes ou situações que exigem materiais específicos (LUBIN, 2013). O seu objetivo é de combinar dois ou mais materiais diferentes em um só, somando as melhores propriedades de cada parte e, conseqüentemente, formando um material com aplicações únicas, inalcançáveis de forma separada.

Os compósitos estruturais são aqueles processados através da junção de duas fases distintas, sendo uma matriz com algum tipo de reforço, atuando como uma sustentação mecânica (LEVY NETO, 2016). Dentro deste tipo de material, o carbono/carbono se destaca por apresentar boas propriedades mecânicas e uma alta resistência a temperatura, devido a combinação de propriedades, resistência mecânica da fibra de carbono, além da resistência a temperaturas elevadas da matriz e reforço carbonosos. Suas aplicações se dão vastamente na indústria aeroespacial, principalmente por ser um setor que exige materiais que apresentem bom comportamento à altas temperaturas, também tendo boas propriedades mecânicas. Para a obtenção deste tipo de compósitos, o processo de carbonização, usualmente é empregado no qual todos os compostos, exceto o carbono, são eliminados de sua composição. Dentre os tipos de matrizes, as poliméricas são muito utilizadas no processamento de C/C e podem ser divididas em termorrígidas e termoplásticas. A natureza de cada tipo de polímero (termoplástico ou termorrígido) resulta em uma diferença em suas ligações químicas, portanto afetando o comportamento quando submetido a uma temperatura e, conseqüente, o processo de carbonização. Em geral, as matrizes termorrígidas apresentam uma perda maior de massa quando sujeitas ao processo de carbonização.

Neste trabalho, compósitos carbono/carbono serão processados a partir da carbonização de um compósito polimérico de PEEK reforçado com fibra de carbono. Posteriormente, para minimizar a presença de poros o processo de impregnação foi empregue. Além disso, os dados obtidos para o C/C obtido a partir de uma matriz termoplástica foram comparados aos provenientes de uma matriz termorrígida.

1.2. OBJETIVOS

1.2.1. Objetivo Principal

O objetivo principal deste trabalho consiste no processamento e caracterização de compósitos carbono/carbono, obtidos a partir de um compósito de poli (éter éter cetona) (PEEK) reforçado com fibra de carbono, e uma comparação com aqueles processados a partir de uma matriz termorrígida. Como complemento para este trabalho, também há o objetivo de buscar, estudar e avaliar diferentes artigos referentes ao carbono/carbono, por meio de estudos de caso.

1.2.2. Objetivos Secundários

- Otimização do processamento de um compósito carbono/carbono (C/C);
- Avaliação do efeito da carbonização e re-impregnação nos compósitos produzidos;
- Levantamento de um banco de dados provenientes de compósitos carbono/carbono obtidos a partir de uma matriz termoplástica quanto suas propriedades térmicas;
- Levantamento de uma fundamentação teórica sobre os compósitos carbono/carbono, por meio de estudos de caso e revisões bibliográficas;

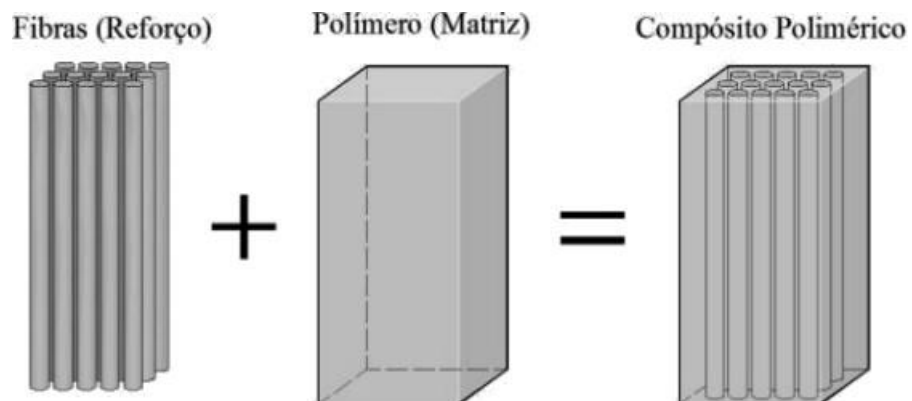
2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. COMPÓSITOS

Os materiais compósitos datam de centenas de anos atrás, os egípcios já combinavam palha e argila para gerar materiais resistentes a serem utilizados na construção de estruturas resistentes. Este tipo de material acompanhou a evolução humana, conforme as necessidades mudavam, gerava-se a necessidade de buscar materiais com novas aplicações. Atualmente, os compósitos são extremamente avançados, tendo características importantes como alta rigidez, resistência a corrosão e leveza, por exemplo.

Um material compósito é aquele formado por dois ou mais constituintes diferentes. São materiais que combinam as propriedades de cada constituinte a fim de obter propriedades complementares e, conseqüentemente, gerando um material com propriedade únicas e viabilizando uma gama maior de aplicações, como vemos na Figura 1 (VASILIEV e MOROZOV, 2018). Este tipo de material tem suas aplicações desde mais simples para objetos utilizados no dia a dia, a aplicações em mercados mais sofisticados como o aeronáutico e aeroespacial, por exemplo (LUBIN, 2013).

Figura 1- Esquematização de um Compósito polimérico reforçado com fibra.

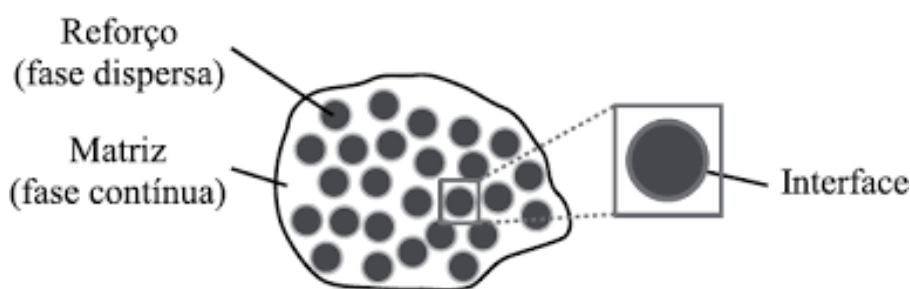


Fonte: Serutti (2013)

2.1.1. Matrizes

A matriz de um compósito tem funções cruciais, como a proteção das fibras, Figura 2, e a distribuição da carga através das fibras (MOREIRA, 2009). A matriz do compósito pode ser constituída de um material polimérico, metálico ou cerâmico. O material de origem da matriz determinará quais as propriedades térmicas, mecânicas e químicas que serão conferidas ao compósito.

Figura 2 - Fases de um material compósito



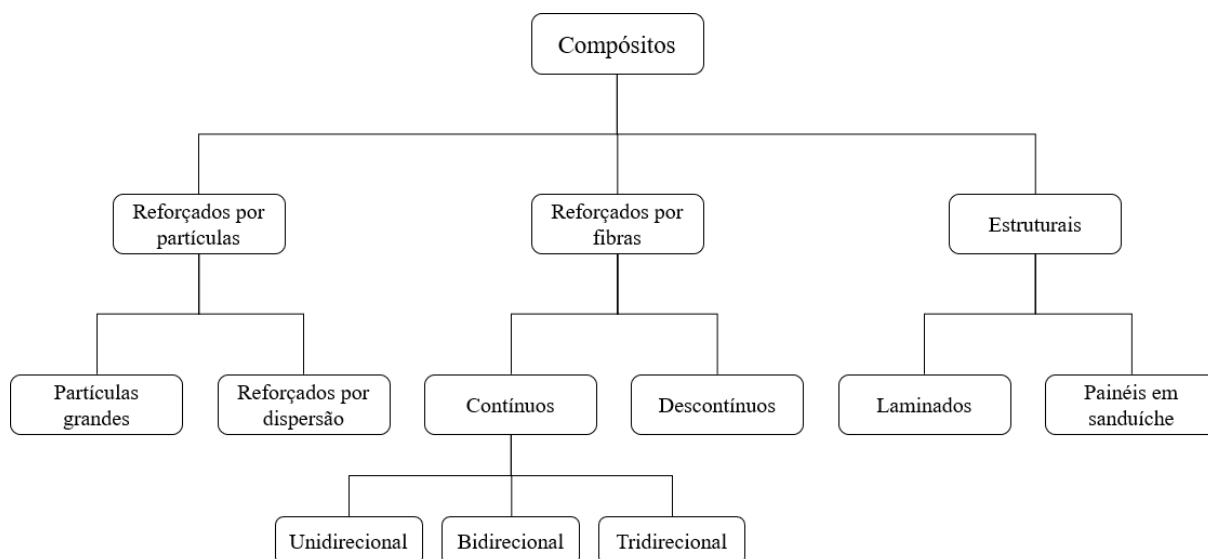
Fonte: Moreira (2009).

O tipo de matriz é extremamente importante para os compósitos, pois influencia diretamente nas suas propriedades. Podem ter sua matriz de origem polimérica, metálica ou cerâmica, tendo cada uma suas respectivas propriedades e aplicações. No geral, os compósitos poliméricos desacatam-se em aplicações estruturais, por serem os de processamento mais fácil e de menor custo, além de apresentarem elevadas propriedades. As matrizes metálicas tornam o produto final mais caro, porém o providenciam uma maior resistência a temperaturas elevadas, maior ainda quando são utilizadas matrizes cerâmicas (MOREIRA, 2009).

2.1.2. Reforços

O reforço será a parte mais resistente do compósito, conferindo uma maior resistência mecânica, principalmente na direção do carregamento. Quanto aos tipos de reforços, no geral, os compósitos podem ser divididos entre os reforçados por fibras, por partículas e os estruturais, Figura 3. Os reforços proporcionam maior rigidez, mas também podem elevar características importantes dos compósitos como a resistência ao calor e condutividade, sendo muito útil para aumentar seu número de aplicações (VENTURA, 2009).

Figura 3 – Classificação de compósitos conforme o tipo de reforço.



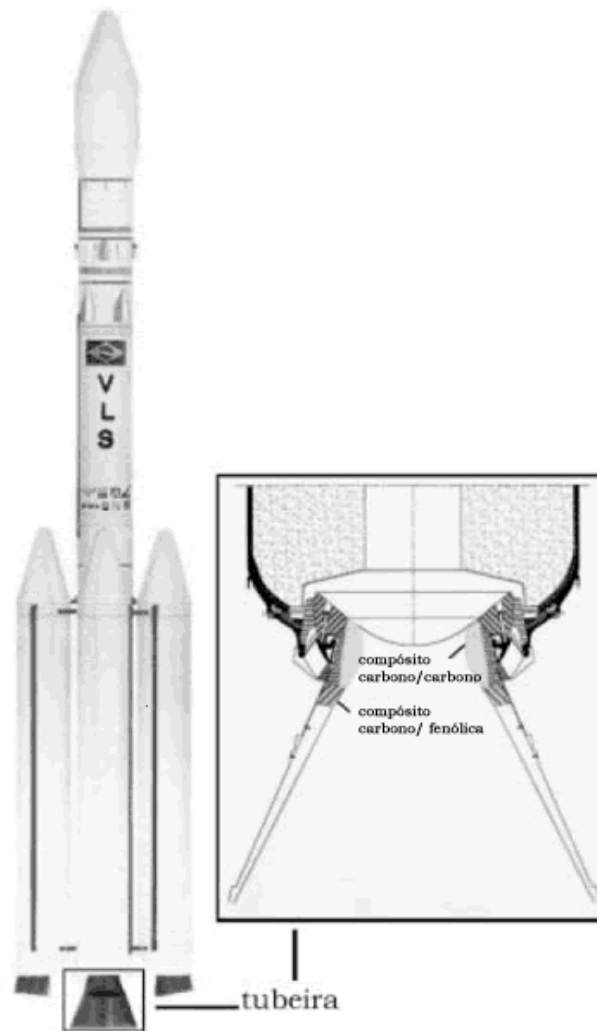
Fonte: Kieling (2019)

2.2. COMPÓSITOS CARBONO/CARBONO

O compósito carbono/carbono é um material baseado em uma matriz carbonosa, de origem polimérica, juntamente com um reforço também de natureza carbonosa (CALLISTER, 2002). É um material muito aplicado na indústria aeroespacial já que combina a sua resistência a temperaturas elevadas com a resistência mecânica da fibra de carbono, resultando um compósito com boas características mecânicas e uma alta resistência a temperatura (DE MENESES NETO, 2018). Além disso, este material pode até mesmo ter suas propriedades mecânicas melhoradas quando submetidos a temperaturas elevadas.

As aplicações deste compósito, podem ser tanto em componentes estruturais de aeronaves, mísseis e foguetes, Figura 4, em que a temperatura pode atingir 1500 °C, quanto em sistemas de frenagem de aeronaves, onde se torna uma boa alternativa aos freios metálicos mais convencionais por oferecer uma maior segurança (EDSON C. BOTELHO; NATÁLIA SCHERBAKOFF; MIRABEL C. REZENDE, 1999). De fato, atualmente aproximadamente 81% dos compósitos carbono/carbono são utilizados na fabricação de discos de freio para aeronaves (SHA et al, 2020).

Figura 4 – Exemplo da aplicação de compósitos C/C em uma garganta de foguete



Fonte: Rezende (2000)

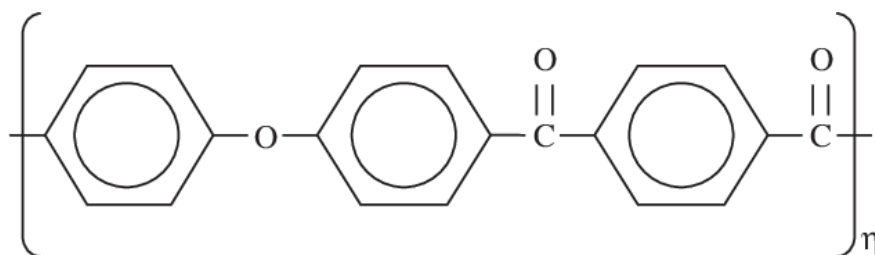
2.2.1. Matrizes Poliméricas

As matrizes poliméricas podem ser divididas entre termorrígidas e termoplásticas (ALMEIDA et al, 2012). As termorrígidas são as mais comumente utilizadas no processamento de compósitos estruturais e termoestruturais. Desde resinas epóxi a resinas furfurílicas, os polímeros termorrígidos são vastamente utilizados na produção de compósitos reforçados com fibras. Os compósitos com matriz termoplástica apresentam algumas vantagens quando comparados aos provenientes de matriz termorrígida como uma maior tenacidade a fratura, maior resistência ao impacto e principalmente a possibilidade de reciclagem (LEVY NETO, 2016).

A utilização de matrizes termoplásticas vem ganhando destaque no meio industrial e acadêmico. Para o processamento de compósitos poliméricos avançados, os polímeros termoplásticos de alto desempenho mais utilizados são: o poli (éter-éter-cetona) (PEEK), o poli (éter-imida) (PEI) e poli (aril-éter-cetona) (PAEK).

O PEEK, Figura 5, é um polímero termoplástico atóxico que apresenta boa resistência a temperatura e ao desgaste. Possui baixa densidade ($1,32 \text{ g/cm}^3$), temperatura de fusão de 334°C e temperatura de transição vítrea de 143°C . Atualmente, é muito utilizado no processamento de compósitos estruturais reforçados com fibra de carbono, principalmente devido a sua melhor tenacidade a fratura em relação às matrizes termorrígidas (VICK, 2013).

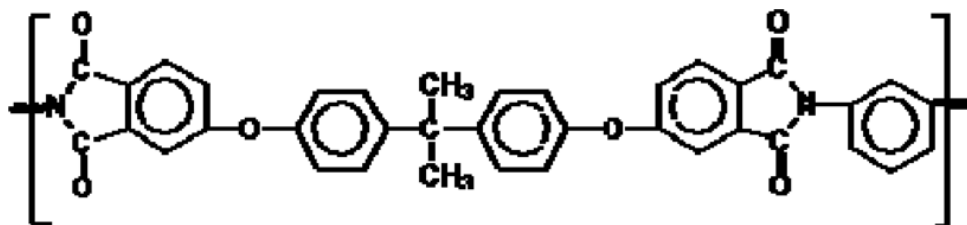
Figura 5 – Estrutura química do PEEK.



Fonte: Mazur (2008)

O PEI. Figura 6, é um polímero termoplástico amorfo com uma temperatura de transição vítrea de 217°C . Por ser solúvel até em água, dependendo do pH da solução, este polímero pode ser aquecido de forma que o solvente evapore e seja formado um filme. Este polímero é muito utilizado na obtenção de compósitos reforçados com fibras de carbono para aplicações em estruturas secundárias no setor aeronáutico (DEMENEIX, 2005)

Figura 6 – Estrutura química do PEI



Fonte: Azevedo (2006)

2.2.2. Fibra de Carbono

A fibra de carbono é um dos tipos de reforços mais utilizados em compósitos de matrizes poliméricas, principalmente por apresentar alto módulo e força específica, conferindo ao compósito elevadas propriedades mecânicas (SOUTO, CALADO, PEREIRA JUNIOR, 2015). Suas aplicações normalmente envolvem a necessidade da redução de massa do produto final, mantendo boas propriedades mecânicas. Na Tabela 1, são exibidas as principais vantagens e desvantagens do material em questão.

Tabela 1 – Principais vantagens e desvantagens da Fibra de Carbono

Vantagens	Desvantagens
Elevada resistência a tração	Reduzida resistência ao impacto
Elevado módulo de elasticidade longitudinal	Elevada condutibilidade térmica
Baixa massa específica	Fratura frágil
Elevada condutibilidade elétrica	Baixa deformação antes da fratura
Elevada estabilidade dimensional	Baixa resistência a compressão
Baixo coeficiente de dilatação térmica	Custo elevado
Bom comportamento a elevadas temperaturas de serviço	
Inércia química exceto em ambientes fortemente oxidantes	
Boas características de amortecimento estrutural	

Fonte: Moreira (2009)

Quanto ao módulo de elasticidade, as fibras de carbono podem ser divididas em ultra-alto módulo (UHM), alto módulo (HM), módulo intermediário (IM) e baixo módulo (LM). Levando em consideração a resistência a tração, ultra-alta resistência (UHS) e alta resistência (HS). Também podem ser separadas conforme a temperatura de tratamento térmico final (LEVY NETO, 2016)

2.2.3. Carbonização

O processo de carbonização, muito utilizado na obtenção de compósito carbono/carbono, consiste na eliminação dos componentes diferentes do carbono de sua composição, formando um composto quase inteiramente de carbono. Para este processo, é necessário a utilização de um forno adequado, onde há uma atmosfera controlada que evite a oxidação e formação de trincas ou fraturas nas amostras (SCHULTE-FISCHEDECK et al., 2007).

Uma vez que estes elementos são removidos do material, há a formação de vazios. É comprovado que a presença de microporos na estrutura de um compósito carbono/carbono prejudica intensamente suas propriedades mecânicas (CHAO et al., 2018). Assim, é sempre viável buscar uma re-impregnação das amostras, para preencher os vazios formados evitando afetar as propriedades mecânicas e, conseqüentemente, permitindo aplicações como um compósito estrutural.

No caso da carbonização, é comprovado que os compósitos carbono/carbono produzidos a partir de uma matriz termorrígida apresentam uma maior perda de massa em comparação àqueles processados com uma matriz termoplástica. Conseqüentemente, apresentarão uma quantidade maior de vazios, resultando em uma maior fragilidade das amostras e na necessidade de mais ciclos de reimpregnação (DE MENESES NETO, 2018).

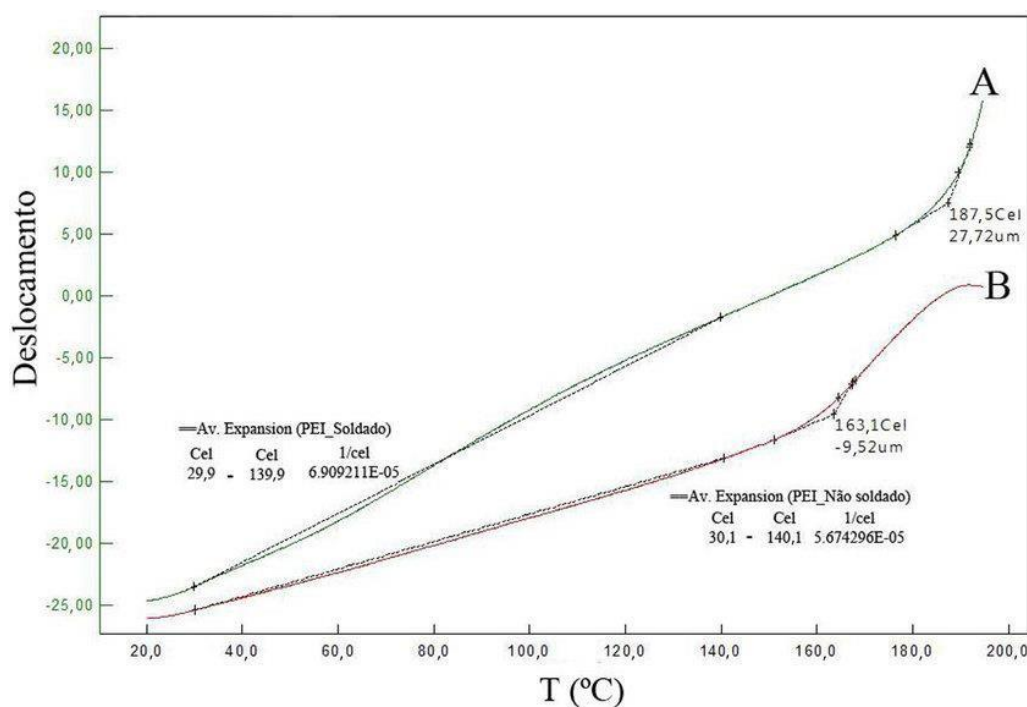
2.3. ANÁLISE TÉRMICA

Uma vez que as propriedades térmicas são essenciais para que os compósitos carbono/carbono sejam aplicados com sucesso, os métodos de análise térmica se demonstram eficientes para estudar o comportamento destes materiais conforme a aplicação de temperatura.

2.3.1. Análise Termomecânica (TMA)

A Análise Termomecânica consiste na medição da expansão ou contração de um material em função da temperatura ou em função do tempo, tendo duas vertentes distintas, a dinâmica e a isotérmica. Na análise isotérmica, a aplicação de temperatura no material é constante, já na dinâmica esta aplicação de temperatura varia conforme o tempo. Por meio deste tipo de ensaio, é possível obter o coeficiente de expansão térmica de um material, como exemplificado na Figura 7 (ALCÂNTARA, 2003).

Figura 7 – Exemplo de uma curva TMA dinâmica para um compósito

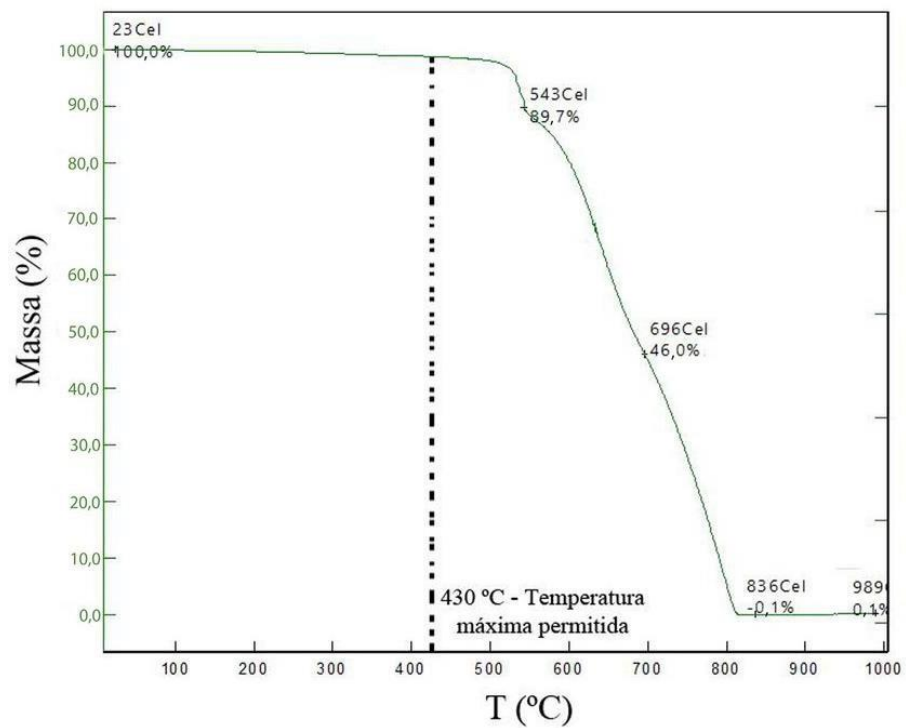


Fonte: Reis (2016)

2.3.2. Termogravimetria

Na Análise Termogravimétrica (TGA), é feito um estudo da variação de massa de uma amostra em função da temperatura ou tempo. Por meio de uma curva TGA, Figura 8, estudar a decomposição, oxidação, combustão, entre outros fenômenos. Além disso, a DTG (taxa de variação da massa) que representa a primeira derivada da curva TG, contribui para identificação dos eventos térmicos que ocorrem durante a análise.

Figura 8 – Exemplo de uma curva TGA de um compósito.

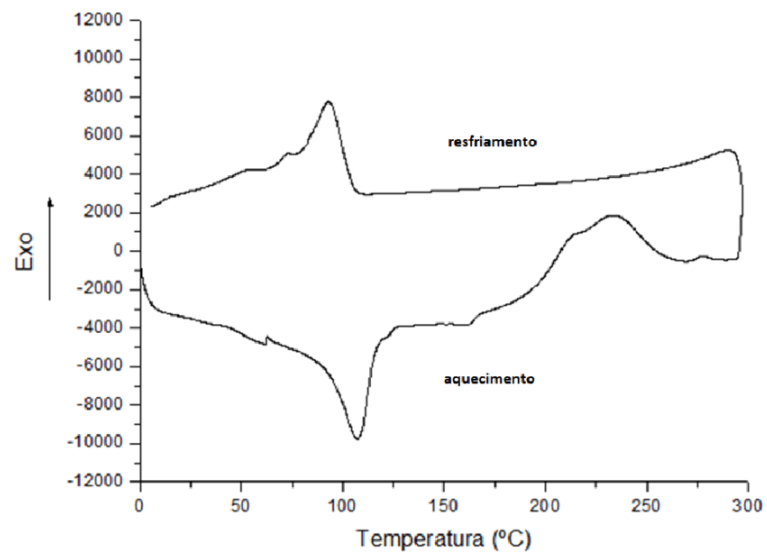


Fonte: Reis (2016)

2.3.3. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A calorimetria exploratória diferencial avalia a alteração de energia conforme uma amostra é aquecida, resfriada ou mantida em uma temperatura constante, tendo como principal medição o fluxo de calor liberado ou absorvido pela amostra, Figura 9 (SOUZA, 2015).

Figura 9 – Exemplo de uma curva DSC de um compósito



Fonte: Valim (2015)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS UTILIZADOS

Os materiais e equipamentos utilizados neste projeto foram obtidos a partir dos projetos FAPESP (2017/16970-0) e CNPq (303224/2016-9) e, portanto, encontram-se disponíveis nos laboratórios do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, UNESP. Dentre os materiais necessários para a realização deste projeto se encontram um laminado de PEEK/CF, PEEK em pó e PEI na forma de *pellets*. Também houve participação direta no apoio deste trabalho o projeto CNPq (132244/2021-7).

3.2. METODOLOGIA

3.2.1. Carbonização

Inicialmente, os laminados de PEEK/FC foram seccionados para obtenção de amostras com dimensões aproximadas (10 x 10 x 10) mm. Posteriormente, estas foram submetidas ao processo de carbonização com o auxílio de um material refratário e uma fina camada de grafite, como na Figura 10, as amostras foram carbonizadas em um forno tubular, como na Figura 11, seguindo as especificações como na Tabela 2. Destaca-se que o resfriamento das amostras foi realizado no próprio forno sem a presença do fluxo de nitrogênio.

Tabela 2 – Especificações do forno tubular.

Taxa de aquecimento	Temperatura	Duração	Fluxo de nitrogênio
3,7°C/min	Ambiente - 550°C	~2 horas	200mL/min
1,0°C/min	550 – 1000°C	~7,5 horas	200mL/min
-	1000°C	1 hora	200mL/min

Fonte: Autoria própria

Figura 10 – Amostras no material refratário



Fonte: Autoria própria

Figura 11 - Forno tubular utilizado para a carbonização.



Fonte: Autoria própria

3.2.2. Re-impregnação

O processo de re-impregnação foi realizado como PEEK em pó, portanto as amostras foram impregnadas superficialmente e levadas a um forno tipo mufla, como na Figura 11, com o auxílio de um material refratário. A programação nesta etapa consistiu no aquecimento até 380 °C, temperatura esta acima da temperatura de fusão do PEEK, com uma taxa de aquecimento de 15°C/min por aproximadamente duas horas. Assim, o polímero foi fundido no interior da amostra, preenchendo seus poros. Por fim, as amostras foram resfriadas até temperatura ambiente, se encontrando prontas para os próximos procedimentos.

Figura 12 – Forno tipo mufla utilizado na re-impregnação



Fonte: Autoria própria

Uma segunda metodologia de re-impregnação foi testada como uma alternativa à realizada com PEEK em pó, a ser utilizada em trabalhos futuros. Durante os trabalhos realizados neste projeto, surgiu o questionamento em relação à qualidade da impregnação no interior das amostras. Para isso, foi testada uma re-impregnação com uma solução de PEI, que foi dissolvido em cloreto de metileno, seguindo uma proporção de 4,4g de PEI para 100mL de cloreto de metileno, com o auxílio de um agitador magnético por 30 min. Posteriormente, as amostras em um béquer contendo a solução polimérica foram levadas para uma estufa, assim eliminando o cloreto de metileno e consequentemente preenchendo os corpos de prova.

3.2.3. Análise Termomecânica

A análise termomecânica (TMA) foi realizada em um equipamento da SII Nanotechnology – SEIKO, modelo TMA/SS 6100, conforme a Figura 12. Os parâmetros utilizados foram: faixa de temperatura de 25 a 300 °C, taxa de aquecimento de 3,0 °C/min, *probe* de expansão, atmosfera de nitrogênio e as amostras com dimensões de (10x10x5) mm.

Figura 13 – Equipamento SEIKO TMA/SS 6100



Fonte: Autoria própria

3.2.4. Microscopia

A morfologia dos compósitos carbono/carbono foi avaliada a partir de imagens da superfície das amostras, com o auxílio de um microscópio óptico Nikon Epiphot 200, conectado a uma câmera digital e um computador para coleta das imagens. As micrografias foram obtidas após cada ciclo de re-impregnação, assim podendo avaliar o preenchimento dos poros e, conseqüentemente, o número restante de ciclos necessários para que se alcance uma redução considerável nos vazios da amostra.

3.2.5. Estudos de Caso

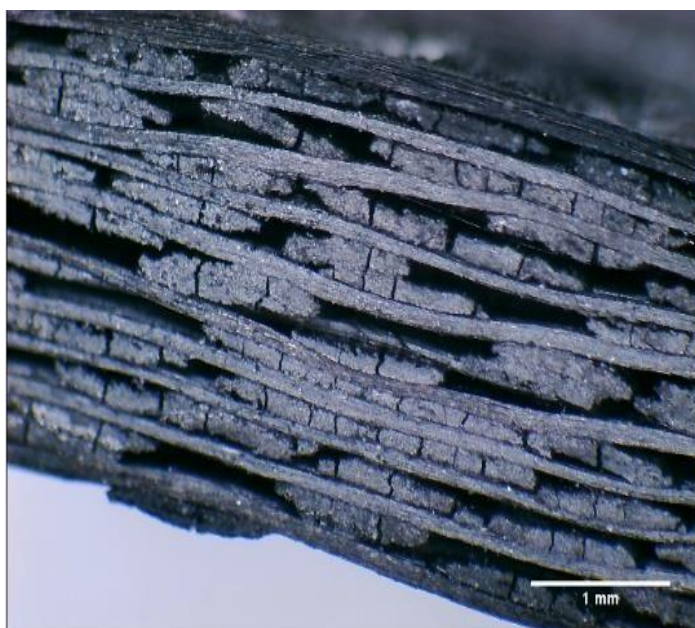
Para os estudos de caso, foram separados três artigos recentes sobre compósitos carbono/carbono. Para cada um, foi feito um levantamento do estudo feito, dos resultados atingidos e de todas as informações relevantes sobre o material como suas propriedades e possíveis aplicações. É importante ressaltar que foram selecionados artigos relativamente diferentes, para que o conteúdo levantado fosse o mais abrangente possível.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. MORFOLOGIA DOS COMPÓSITOS CARBONO/CARBONO

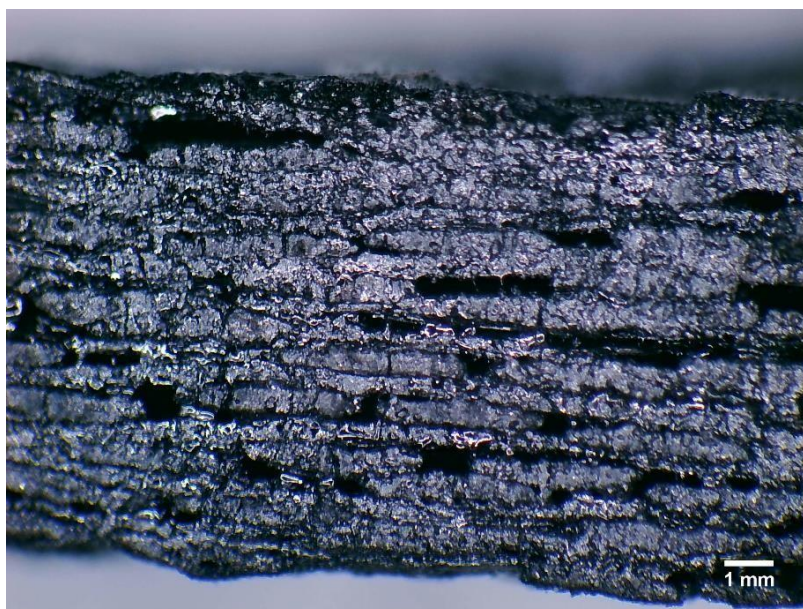
Após a realização de três ciclos de re-impregnação com as amostras de PEEK/CF foi notado que houve uma redução considerável na porosidade superficial das amostras em relação às que foram apenas carbonizadas, como vemos nas Figuras 14 e 15.

Figura 12 – Amostra carbonizada



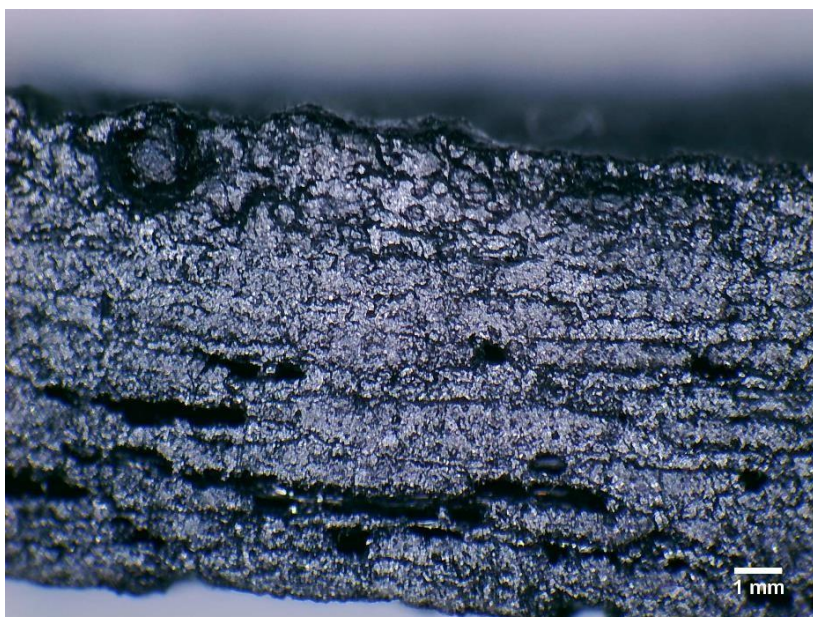
Fonte: Autoria própria

Figura 13 – Amostra após um ciclo de re-impregnação



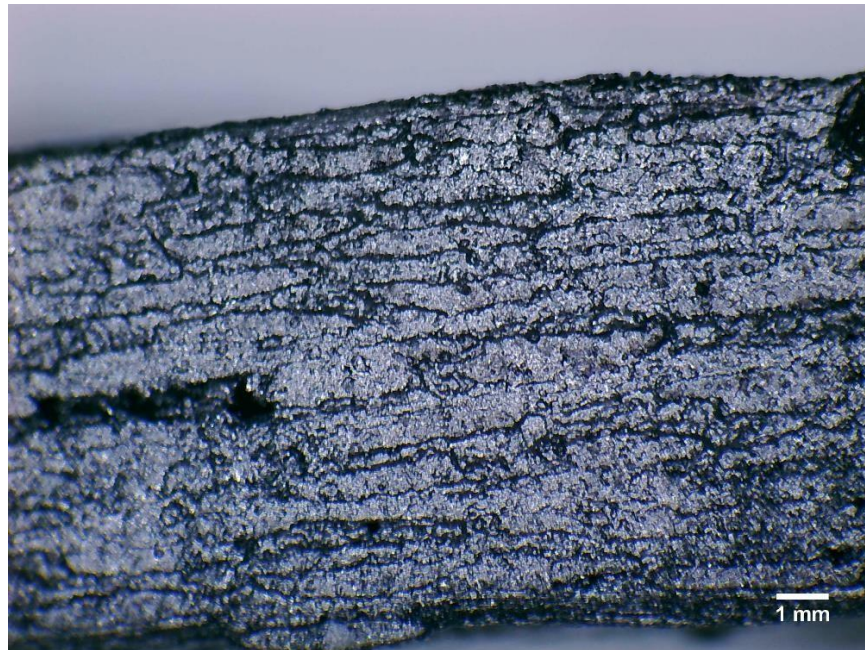
Fonte: Autoria própria

Figura 14 - Amostra após dois ciclos de re-impregnação



Fonte: Autoria própria

Figura 15 - Amostra após três ciclos de re-impregnação



Fonte: Autoria própria

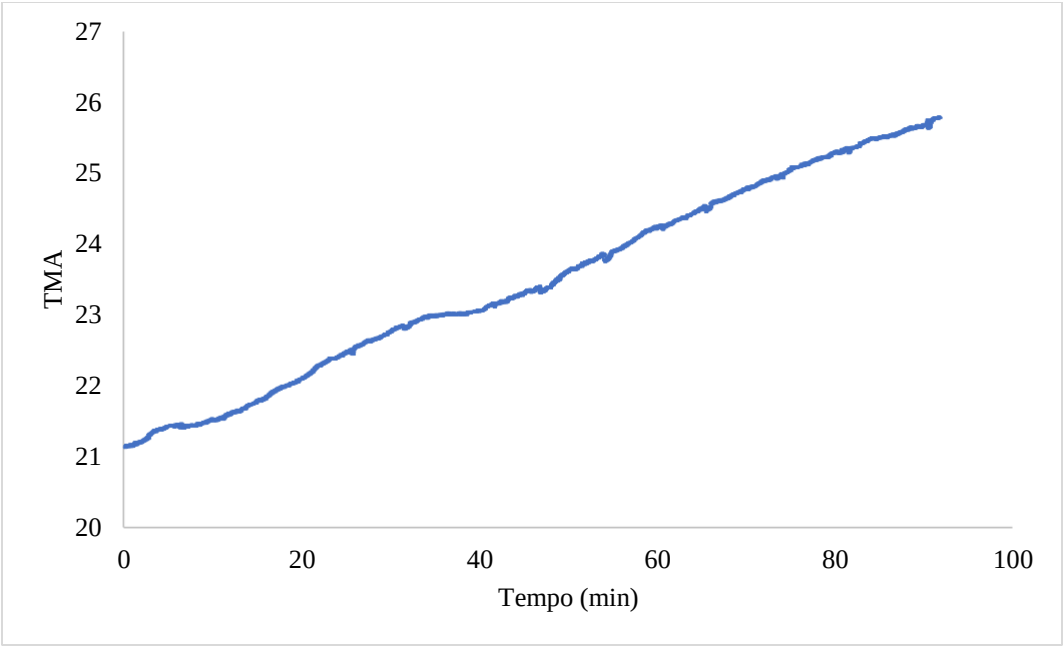
4.1.1. Análise Termomecânica

A análise termomecânica foi realizada para amostras de PEEK/FC carbonizadas e re-impregnadas, a fim de determinar se a inserção do PEEK no interior das amostras resultou em uma diferença no comportamento do material quando submetido a uma variação de temperatura. Os dados obtidos encontram-se nas Figuras 16 e 17. Além disso, foi determinado o coeficiente de expansão térmica de cada amostra, por meio da Equação 1.

$$\alpha_L = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T} \quad (1)$$

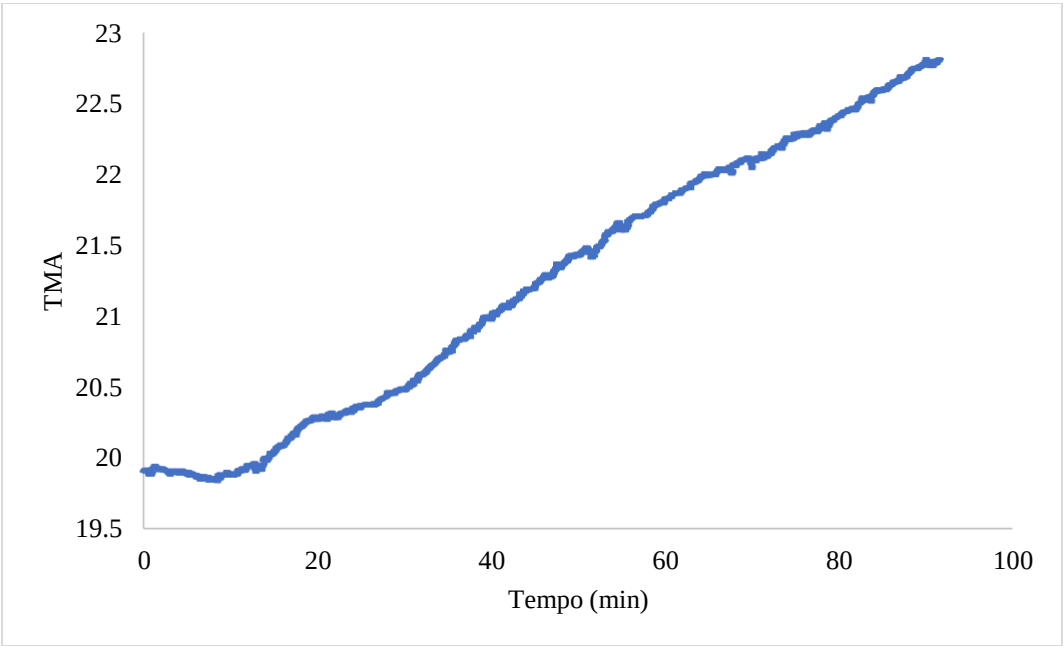
Onde ΔL representa a variação nas dimensões das amostras; L_0 o comprimento inicial das amostras; e ΔT a variação da temperatura no processo.

Figura 16 - Curva TMA para a amostra carbonizada



Fonte: Autoria própria

Figura 17 - Curva TMA para a amostra re-impregnada



Fonte: Autoria própria

Para a amostra carbonizada, o coeficiente de expansão térmica apresentou um resultado de $4,099 \times 10^{-6} (^{\circ}\text{C}^{-1})$. Já para a amostra completamente re-impregnada o valor final foi de $3,973 \times 10^{-6} (^{\circ}\text{C}^{-1})$. Comparando com materiais relativamente similares, como na Tabela 3, é possível notar que os coeficientes de extensão encontrados não se distanciam tanto do esperado. Assim como, também não houve uma distinção considerável entre as amostras carbonizada e re-impregnada.

Tabela 3 – Coeficiente de expansão térmica para alguns materiais

Material	$\alpha [10^{-6} 1/^{\circ}\text{C}]$
Carbono	3.0
Tungstênio	4.5
Silício	2.6

Fonte: Autoria própria

4.2. DISCUSSÕES

Conforme encontrado na literatura, no processamento de compósitos carbono/carbono por meio de matrizes termorrígidas são necessários aproximadamente sete ciclos de re-impregnações, assim ter reduzido consideravelmente a quantidade de vazios do compósito com apenas três ciclos representa um grande avanço.

As matrizes termoplásticas, assim como o PEEK utilizada neste projeto, apresentam elevada estabilidade térmica e, portanto, uma menor perda de massa durante o processo de carbonização comparado às matrizes termorrígidas e isto implica em uma melhor resistência mecânica para o compósito. A presença de poros provoca uma fragilidade maior, além de elevar o aparecimento de microtrincas no compósito, desta maneira, os ciclos de re-impregnação representam um passo importante durante o processamento deste tipo de material. Por isso, uma redução na quantidade de ciclos de re-impregnação é crucial pois representa também uma redução no custo e no tempo de processamento, tornando-o mais rápido, eficiente e econômico.

Contudo, um corte transversal realizado em uma das amostras revelou que as re-impregnações foram apenas superficiais. O método de inserção do polímero no interior da amostra neste projeto somente permite que sejam preenchidos os vazios na superfície das

amostras e isto deve ser considerado dependendo da aplicação. De qualquer forma, para o esperado neste projeto os resultados obtidos foram satisfatórios e nos permitiram determinar que o processamento de compósitos carbono/carbono por meio de matrizes termoplásticas é mais eficiente em comparação com matrizes termorrígidas.

As curvas TMA obtidas não apresentaram uma diferença significativa no seu comportamento, levando em consideração que uma das amostras foi apenas carbonizada e a outra já esta completamente re-impregnada. Também notamos que o coeficiente de expansão térmico não diverge tanto entre as amostras e compostos similares, concluindo que as re-impregnações realizadas não afetaram nas propriedades térmicas do compósito. Qualquer alteração nas suas propriedades seria observada por alteração no comportamento das curvas ou até mesmo por ter alterado consideravelmente o coeficiente de expansão térmica das amostras.

5. ESTUDOS DE CASO

5.1. HIGH PERFORMANCE CARBON–CARBON COMPOSITES OBTAINED BY A TWO-STEP PROCESS FROM PHTHALONITRILE MATRIX COMPOSITES

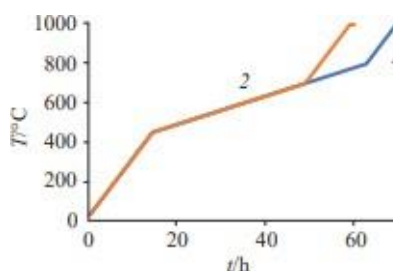
5.1.1. Sumário

Conforme já mencionado na seção 2, as matrizes termorrígidas, como as resinas fenólicas, são amplamente utilizadas para o processamento de compósitos carbono/carbono, porém por outro lado apresentando uma alta perda de massa durante o processo de carbonização.

Neste artigo, o autor busca a fabricação de compósitos carbono/carbono de alta performance a partir de uma matriz de ftalonitrila, um tipo de resina fenólica, reforçada com fibra de carbono. Este tipo de matriz vem se demonstrando promissora, uma vez que o produto final apresenta alto rendimento quanto suas propriedades térmicas.

Para a obtenção das amostras de compósitos carbono, inicialmente ocorreu a carbonização dos compósitos Resina Fenólica/FC, conforme parâmetros da Figura 18. Posteriormente, a re-impregnação foi realizada partir da incorporação da resina (ftalonitrila), sendo aquecida até 1800 °C com uma taxa de 6 °C/min e um patamar de 1 hora foi realizado. Após a re-impregnação, uma das amostras passou pelo processo de grafitização e outra novamente pela carbonização.

Figura 18 – Modos de carbonização



Fonte: Aleshkevich (2022)

As amostras obtidas se originaram de duas composições diferentes, sendo avaliadas suas perdas de massa, densidades e valores de ILSS, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 4 - Características das diferentes amostras

Amostra	Perda de Massa (%)	Encolhimento (%)	ILSS/ MPa	Densidade/ g.cm ⁻³	Porosidade (%)	Volume de porosidade/ mL.g ⁻¹
Amostra 1	11.68	2.96	7.2	1.71	22.94	0.08
Amostra 2	11.49	2.90	7.6	1.72	22.19	0.08
Dif. (%)	-1.63	-2.03	5.5	0.78	1.1	0

Fonte: Aleshkevich (2022)

5.1.2. Resultados

Foram coletadas as propriedades de todas as amostras, sendo a primeira apenas carbonizada, a segunda tendo passado por um ciclo de re-impregnação, já a última tendo passado por dois ciclos. Segundo a Tabela 4, vemos dados de densidade, interlaminar shear strength (ILSS), resistência a compressão, diâmetro médio e área total dos poros. É importante ressaltar que a densidade foi avaliada por um Porosímetro de mercúrio.

Tabela 5 – Propriedades finais das amostras

Amostra	Densidade/ g.cm ⁻³	ILSS/ MPa	Tensão de compressão/ MPa	Coeficiente de fricção	Diâmetro médio dos poros/ µm	Área total dos poros/ m ² .g ⁻¹
Carbonização (amostra 2)	1.71	7.1	107.6	0.31-0.33	14	0.024
Carbonização + impregnação + grafitação (amostra 4)	1.73	14.1	139.8	0.32-0.34	7.1 (amostra 3-18)	0.106 (amostra 3-0.132)
Carbonização + impregnação + carbonização (amostra 5)	1.71	7.9	-	-	-	-
Dados da literatura	1.77 ²⁵ 1.58 ²⁶ 1.5 ²⁷ 1.67-1.70 ²⁹	11.4 ²⁵ 12.4-14.1 ²⁹	111 ²⁵ 108 ²⁶ 150-200 ²⁸	0.1-0.4730	-	-

Fonte: Aleshkevich (2022)

A partir dos resultados obtidos observa-se uma redução gradual no tamanho dos poros conforme a quantidade de ciclos de re-impregnação aumenta, ademais quando houve apenas um ciclo vemos também uma melhora considerável nas propriedades mecânicas da amostra.

5.1.3. Discussões

Os compósitos carbono/carbono produzidos a partir da ftalonitrila neste artigo se demonstraram positivos, apresentam boas propriedades apesar de seu processamento ser relativamente simples e curto em relação ao mais encontrado atualmente.

Este artigo é importante por demonstrar como o carbono/carbono é um material promissor, porém ainda com uma ramificação de inovações. Ainda é possível buscar novas formas de processamento onde as propriedades finais do compósito serão melhoradas, podendo ter inúmeras aplicações.

5.2. SiC-Si COATING WITH MICRO-PORES TO PROTECT CARBON/CARBON COMPOSITES AGAINST OXIDATION

5.2.1. Sumário

Os compósitos carbono são muito utilizados na industrial aeroespacial, isto se deve as boas propriedades mecânicas e poder atuar em ambientes de temperatura extremamente alta. Apesar disso, este tipo de compósito pode sofrer oxidação do ar conforme a temperatura de aplicação.

O objetivo principal deste artigo é de buscar um revestimento das amostras de compósito C-C com carbetto de silício-silício (SiC-Si), melhorando sua resistência à oxidação em altas temperaturas. Os revestimentos podem ser de diferentes tipos, porém aqueles provindos do silício são muito promissores, ainda mais o carbetto de silício por ser extremamente compatível com os compósitos carbono/carbono. Também foi utilizada uma combinação entre *whiskers* de SiC e nanotubos de carbono no invólucro, assim aumentando sua dureza e propriedades antioxidantes.

Para isso, foi utilizado um método de duas etapas onde a camada interna de SiC-Si foi processada pelo método de *pack cementation* (PC), já a externa microporosa sendo produzida através de um tratamento de calor. O método de PC consiste em empacotar um componente em uma câmara juntamente a uma mistura de pós, podendo ser o revestimento e certos catalisadores, por exemplo.

Os corpos de prova, de tamanho (10 x 10 x 10) mm, foram polidos, limpos e secados por meio de calor. A primeira etapa foi o método de PC, onde as amostras foram deixadas em uma

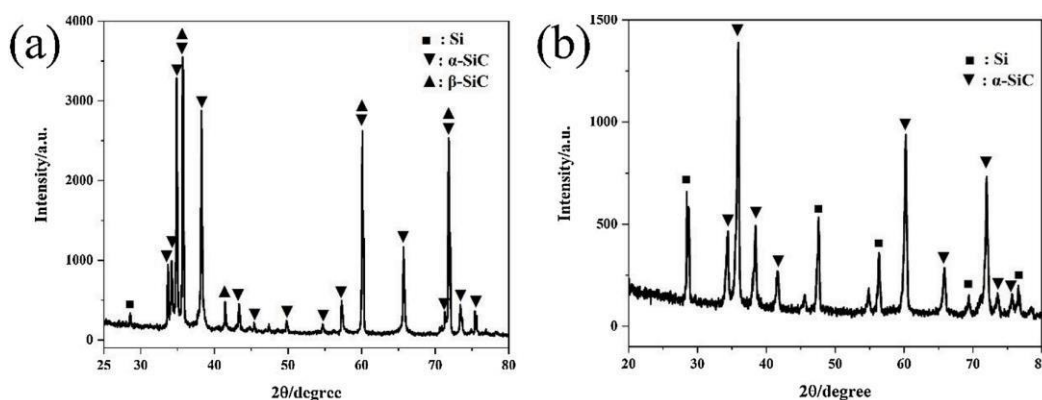
mistura de grafite, silício e alumina em altas temperaturas (x °C), de 2 a 4 horas. Na segunda etapa, as amostras contendo o revestimento interno de SiC foram inseridas na mistura líquida de carvão de silício, silício e álcool polivinílico e, posteriormente, foram secas por 2 horas com auxílio de calor.

Como forma de avaliar os resultados, foram calculadas as variações de massa entre as amostras, foram realizados ensaios de Termogravimetria, Calorimetria Exploratória Diferencial e, por fim, houve a caracterização por microscopia eletrônica de varredura e difração de Raios X.

5.2.2. Resultados

Os resultados de XRD, apresentados na Figura 21, indicaram a presença das fases β -SiC, α -SiC e Si para a camada de revestimento interna e das fases Si e α -SiC para a camada externa. A presença de Si é positiva, pois pode estimular a produção de SiO_2 , que auxilia na cura dos defeitos presentes no revestimento.

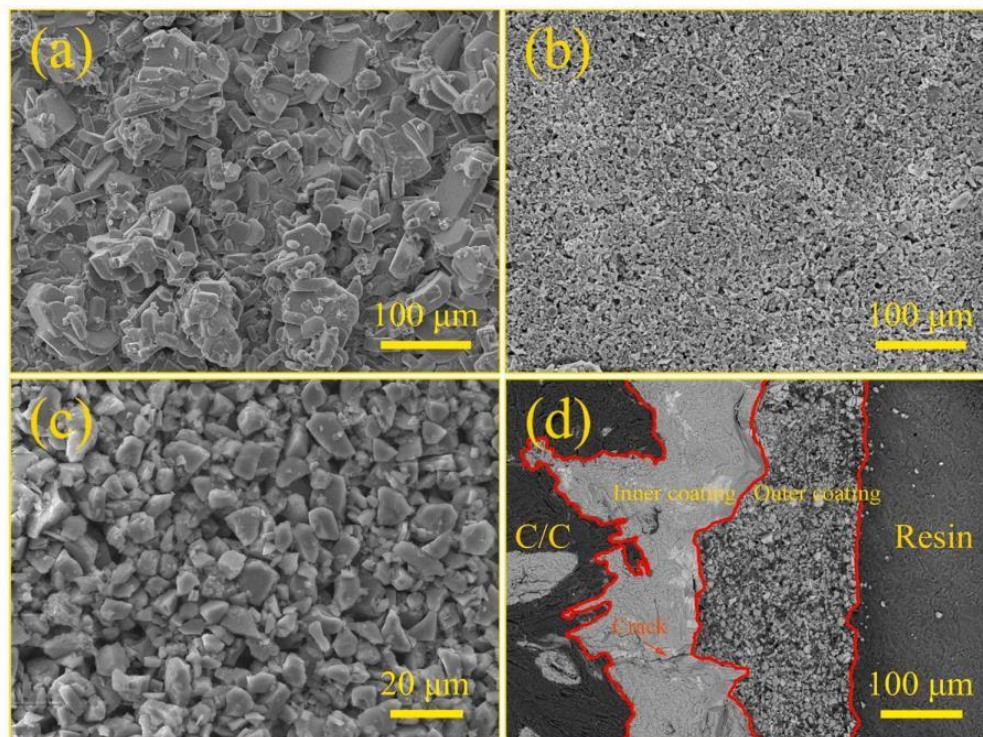
Figura 19 – Resultados de XRD para: (a) camada interna; (b) camada externa



Fonte: Zhu (2021)

No geral, as imagens de SEM, Figura 22, evidenciam a presença de micro poros na superfície da camada externa de revestimento, sendo um canal para a difusão do oxigênio, além disso uma distância próxima entre as camadas interna e externa é observada, mostrando a compatibilidade entre eles.

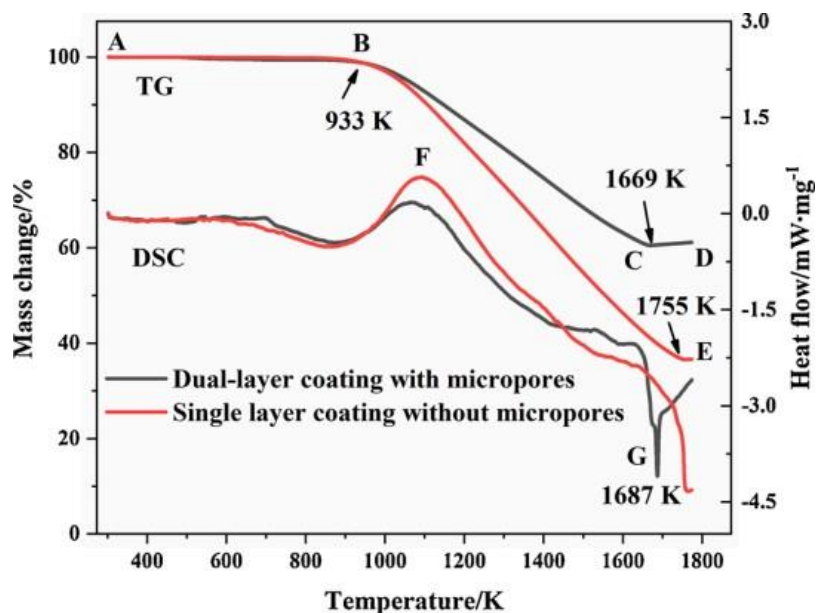
Figura 20 – Imagens de SEM para: (a) superfície interna; (b) superfície externa; (c) uma ampliação de (b);(d) a fronteira entre as camadas.



Fonte: Zhu (2021)

Na Figura 23 são apresentadas as curvas de Termogravimetria e DSC, sendo importantes para estudar as faixas de temperatura onde houve perda de massa, auxiliando a compreender o comportamento de oxidação dos revestimentos. Foi possível notar, por exemplo, que a 659 °C (933K) todas as amostras começaram a perder massa, porém a amostra com apenas uma camada apresentou um comportamento levemente diferente à 1481 °C (1755K), chegando à conclusão que a presença das duas camadas de revestimento atua como barreira, favorecendo melhores propriedades antioxidantes para as amostras.

Figura 21 – Curvas TG-DSC para as amostras com uma e duas camadas de revestimento.



Fonte: Zhu (2021)

5.2.3. Discussões

O revestimento das amostras de carbono/carbono foi obtido com sucesso, principalmente devido a formação de SiO₂ e micro poros, que previnem a difusão do oxigênio pelos corpos de prova. O estudo deste artigo foi válido por mostrar como a oxidação faz parte dos compósitos carbono/carbono, principalmente devido ao meio onde são mais aplicados, assim chegando em uma motivação para buscar o revestimento das amostras. Foi possível entender a importância das camadas de revestimento e toda a metodologia de processamento para que se alcance um resultado positivo.

5.3. STUDY ON FRACTURE TOUGHNESS OF CARBON-CARBON COMPOSITES AT LOW TEMPERATURES

5.3.1. Sumário

O artigo em questão tem como objetivo avaliar a influência de temperaturas baixas na tenacidade a fratura de compósitos C/C. Ressalta-se que esta condição é pouco estudada, uma vez que estes materiais se destacam pela resistência a elevadas temperaturas.

Neste trabalho, compósitos de resina fenólica reforçados com fibras de carbono foram inicialmente processados via moldagem por compressão a quente e posteriormente carbonizados a 1000 °C. Os testes de tenacidade a fratura inicialmente foram realizados à temperatura ambiente (28°C), depois com as amostras à -10, -20, -30 e -40°C, sendo utilizados cinco corpos de prova para cada temperatura analisada, com uma velocidade de 1 mm/min sobre os padrões ASTM D5045.

5.3.2. Resultados

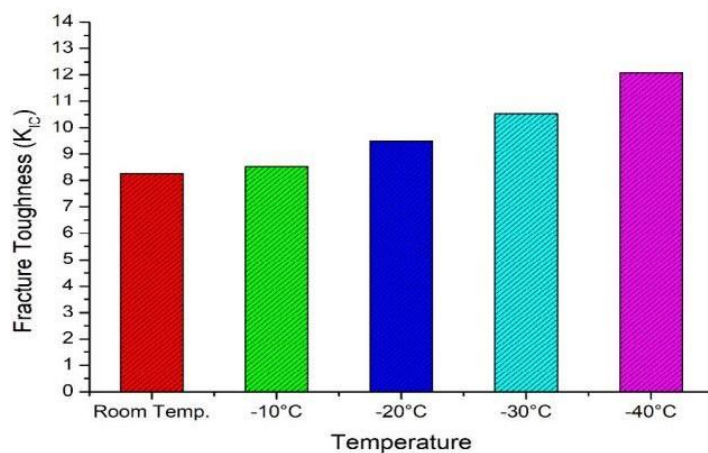
Os resultados, como na Tabela 5 e na Figura 25, obtidos mostram que a tenacidade a fratura aumenta conforme a temperatura diminui, o que pode ser explicado pela anisotropia quanto há uma redução repentina da temperatura, aumentando as tensões de compressão.

Tabela 6 – Resultados de tenacidade à fratura

Amostra	Temperatura (°C)	P _{máx} (kN)	PQ (kN)	Tenacidade à fratura K _{IC} (MPa√m)	Variação em K _{IC} à temperatura ambiente
1	28 °C	1.35	1.28	8.27	-
2	-10 °C	1.39	1.32	8.53	3%
3	-20 °C	1.55	1.47	9.50	13%
4	-30 °C	1.72	1.63	10.53	21%
5	-40 °C	1.95	1.87	12.08	32%

Fonte: Kumar (2022)

Figura 22 – Tenacidade à fratura em diferentes temperaturas



Fonte: Kumar (2022)

5.3.3. Discussões

Investigar este artigo foi válido por explorar o comportamento dos compósitos carbono/carbono em condições diferentes àquelas em temperaturas extremamente altas, o mais comum. Nota-se que este compósito é muito promissor, porém ainda há uma gama de possibilidades de pesquisa, estudando novas formas de processamento e investigando seu comportamento térmico e mecânico em diferentes condições.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

6.1. CONCLUSÕES

Os compósitos carbono/carbono processados neste trabalho permite validar a afirmativa de que aqueles produzidos através de uma matriz termoplástica necessitam de um número menor de ciclos de re-impregnação. Quando se é utilizada uma matriz termorrígida, em geral, são necessários no mínimo sete ciclos, neste trabalho foi possível reduzir a porosidade consideravelmente com apenas três. Uma redução no número de ciclos é extremamente válida, principalmente considerando todo o processamento e o custo do material.

O estudo paralelo feito neste projeto também foi extremamente importante, considerando a falta de conteúdo e a gama de aplicações dos compósitos carbono/carbono. Os estudos de caso nos permitiram identificar novas formas de processamento, diferentes propriedades e aplicações do material. Assim, servindo como base para trabalhos futuros, visto que este tipo de compósito ainda pode ser muito explorado.

6.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros, é possível citar:

- Buscar uma comparação direta entre compósitos C/C processados através de matrizes termorrígidas e termoplásticas, avaliando a porosidade com um porosímetro de mercúrio
- Avaliar novas formas de re-impregnação que sejam mais eficientes, principalmente considerando os vazios no interior da amostra
- Investigar a influência das re-impregnações no comportamento mecânico dos compósitos
- Buscar novas formas de processamento, mais ágeis ou econômicas
- Estudar o comportamento térmico e mecânico dos compósitos carbono/carbono em baixas temperaturas, visto que algumas aplicações exigem que o material opere nestas temperaturas

REFERÊNCIAS

ALCÂNTARA, R. M. *et al.* **Estudo das propriedades micro e macroscópicas de pseudo redes poliméricas interpenetradas (pseudo-RPIs) à base de resina epóxi para aplicações na área odontológica.** 2003. Tese (Doutorado em Química) – Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/85739>. Acesso em: 08 ago. 2022.

ALESHKEVICH, V. V. *et al.* High-performance carbon–carbon composites obtained by a two-step process from phthalonitrile matrix composites. **Mendeleev Communications**, Moscow, v. 32, n. 3, p. 327-330, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959943622001304>. Acesso em: 07 set. 2022.

ALMEIDA, N. M. B. *et al.* **Estudo estrutural de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de juta.** 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, 2012. Disponível em: <https://repositorio-aberto.up.pt/bitstream/10216/68248/1/000154121.pdf>. Acesso em: 12 ago. 2022.

ANGÉLICO, R. A. **Avaliação de modelos de falhas progressivas para estruturas em material compósito.** 2009. 105 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18148/tde-05072010-132751/en.php>. Acesso em: 23 jul. 2022.

AZEVEDO, M. G. de *et al.* Estudo da inserção de grupos iônicos em polímeros termorresistentes através de planejamento de experimentos. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 11, p. 412-418, 2006. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/6VvSDw5wPQ7XS5hBNL6fT9x/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 23 jul. 2022.

BOTELHO, E. C; SCHERBAKOFF, N; REZENDE, M. C. Estabelecimento de parâmetros reológicos na obtenção de compósitos carbono/fenólica, **Polímeros**, São Carlos, v. 9, n. 1, p. 59-65, 1999. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/wQsyN44vLkSbbBzcgM4LQWg/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 25 jul. 2022.

CALLISTER, W. D; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais:** uma introdução. 5 ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2002.

CHAO, X. *et al.* Numerical evaluation of the effect of pores on effective elastic properties of carbon/carbon composites, **Composite Structures**, Xi'an, v. 196, p. 108-116, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822317336619>. Acesso em: 08 out 2022.

DEMENEIX, B; BEHR, J. Polyethylenimine (PEI). **Advances in genetics**. Amsterdam: Elsevier, 2005. v. 53, p. 215-230, 2005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0065266005530086>. Acesso em: 20 jul. 2022.

FM VENTURA, A. M. Os compósitos e a sua aplicação na reabilitação de estruturas metálicas. **Ciência e Tecnologia dos Materiais**, Lisboa, v. 21, p 10-19, 2009. Disponível em: https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/56718300/materiais_compositos_em_geral-libre.pdf?1528054917=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DOs_COMpositOs_e_a_sua_apliCacaO_na_Reabi.pdf&Expires=1678465876&Signature=YQU8vm~6ImaWtRgCa83OAvSL08MCWtIIqlH2QCpqpayEM2YmgdNcaN5QSx0pb-nxO-CpKndZB637H3XRcCsmabOVbrw-HkBlFf1LFzlnakh0FNv81XJYiPClqAPoBDJbjb8CqiAAPXl7jVNBHec6XsR2VZE5r~smnWZ7ByZYGuUsunQCir45UwWhrtKLofUcHfdG2PEAZ5JRnPTieLYlSFsnm1d9ZiGwsQS0zXuuxpC-tPvwLNeX-eI-CCDjPB2KON1JecTBwQZevgjfJ9osgEqT3Z5k3RzJhzvwxXdlAefCCLXmICQ9Gr35kiYUeq m-i5yEiY3EjMs9Bh267OYuw__&Key-Pair-Id=APKAJLOHF5GGSLRBV4ZA. Acesso em: 23 jul. 2022.

KIELING, A; PEREIRA, S; DOS SANTOS, M. C. Compósitos de madeira plástica: considerações gerais. **Scientia Amazonia**, Manaus, v. 8, n. 1, p. B1-B14, 2019. Disponível em: https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/65858006/v8_n1_b1_b14_2019-libre.pdf?1614710115=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DCOMPOSITOS_DE_MADEIRA_PLASTICA_CONSIDERA.pdf&Expires=1678465647&Signature=Fazer9A2gRBFyWrhpEC8Q-99XdrNMWCjmzab4Ly0C9uGRnT~YOgrwnlRiKL4VvZ5QVAFepMa9Z8-wNeIzrq66jhQIyW3wWIKxS0LPBQkkbgTzKL7LhgTS7s98CPZMYytzDuek0k1wv~yk~hSM8nnsj7dZcd9ShmY5lcd6hgn41Jgxs3ShNWL1ATA5ZqN0w4f3TVERjXVyDp51xs5fE-f1a-2xht2h7qC5YA6X1HNQNBZGA2Xs0n3CxCxGW2TBsR8c-OHPT~FVvoHVSDDPNPw~MgZ2chux571AfCgUnou~DE-tbH-GwBwkDVD4C-RJLx72RTH7~k4Y40MByl-6PucQp2g__&Key-Pair-Id=APKAJLOHF5GGSLRBV4ZA. Acesso em: 17 jan. 2023.

KUMAR, BV Sunil et al. Study on fracture toughness of carbon-carbon composites at low temperatures. **Materials Today: Proceedings**, Karnataka, v. 52, p. 1565-1569, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785321072448>. Acesso em: 09 ago. 2022.

LEVY NETO, F; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. 2 ed. São Paulo: Editora Blucher, 2016. Disponível em: https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=DS1dDwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA77&dq=Compósitos+estruturais:+ciência+e+tecnologia&ots=GBX5hQQvnm&sig=_U4-hLaOA91f-qWyCmUSFhRGsrU#v=onepage&q=Compósitos%20estruturais%3A%20ciência%20e%20tecnologia&f=false. Acesso em: 17 jun. 2022.

LUBIN, G. **Handbook of composites**. Springer Science & Business Media. 2 ed. New York: Van Nostrand Reinhold Company Inc, 2013. Disponível em: https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=ct_vBwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PR7&dq=Handbook+of+composites&ots=nLaMOnFjK7&sig=2AQze6CoskFHylN72mzvIo_AFHY#v=onepage&q=Handbook%20of%20composites&f=false. Acesso em: 23 jul. 2022.

MAZUR, R. L. *et al.* Avaliações térmica e reológica da matriz termoplástica PEKK utilizada

em compósitos aeronáuticos. **Polímeros**, São Carlos, v. 18, p. 237-243, 2008. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/6c73TX45zK65ss39dWbdRFP/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 04 jul. 2022.

MENESES NETO, H. R. **Obtenção de compósitos carbono/carbono a partir de matrizes termoplásticas**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2018. Disponível em: <https://bv.fapesp.br/pt/publicacao/192211/production-and-characterization-of-carboncarbon-composites>. Acesso em: 13 jan. 2022.

MOREIRA, A. M. Materiais compósitos. **Área de construção**, Abrantes, 2009. Disponível em: http://www.estt.ipt.pt/download/disciplina/2932__Compositos_MC1.pdf. Acesso em: 13 dez. 2022.

REIS, J. F. *et al.* Avaliação da resistência interlaminar do compósito PEI/fibras de carbono soldado pelo método de resistência elétrica, **Soldagem & Inspeção**, Guaratinguetá, v. 21, p. 387-404, 2016. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/si/a/gzFc3JJhTtpZpVYBTTBmdYz/?format=html&stop=next&lang=pt>. Acesso em: 13 jul. 2022.

REZENDE, M. C; BOTELHO, E. C. O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros**, São Carlos, v. 10, p. e4-e10, 2000. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/Sp5xW8K4WctGhyppz5Fhbmb/citation/?lang=pt>. Acesso em: 23 jul. 2022.

SCHULTE-FISCHEDECK, J. *et al.* Crack microstructure during the carbonization of carbon fibre reinforced plastics to carbon/carbon composites. In: PROCEEDINGS OF THE 12TH INT. CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS (ICCM-12). p. 5-7. 1999, Stuttgart. **Proceedings** [...]. Stuttgart: DLR, 1999. Disponível em: <https://iccm-central.org/Proceedings/ICCM12proceedings/site/papers/pap550.pdf>. Acesso em: 02 jun. 2022.

SHA, M. *et al.* Experimental studies of heat and mass transfer from tip models made of carbon-carbon composite material (cccm) under conditions of high-intensity thermal load. **Periodico Tche Química**, Moscow, v. 17, n. 35, p. 988-997, 2020. Disponível em: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=45214931>. Acesso em: 26 jun. 2022.

SILVA, E. A. **Estudo do efeito *springback* em aços avançados de alta resistência aplicados a indústria automobilística**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica na área de Materiais) - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/94426>. Acesso em: 15 set. 2022.

SOUTO, F; CALADO, V; PEREIRA JUNIOR, N. Fibras de carbono a partir de lignina: uma revisão da literatura, **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 20, p. 100-114, 2015. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/X66YP4kQfcJsQH6vPPbD4hf/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 14 jul. 2022.

SOUZA, J. P. **Estudo da sinterização de vidros aluminossilicatos por calorimetria**

exploratória diferencial. 2015. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015. Disponível em:
http://pelicano.ipen.br/PosG30/TextoCompleto/Juliana%20Pereira%20de%20Souza_M.pdf.
 Acesso em: 12 nov. 2022.

VALIM, F. C. F. *et al.* Estudo das propriedades morfológicas, térmicas e mecânicas do compósito particulado de alumínio e polietileno de baixa densidade reciclados, **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 20, p. 852-865, 2015. Disponível em:
<https://www.scielo.br/j/rmat/a/zFPcmR5tnssTnPbHVxxByhJ/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 28 jul. 2022.

VASILIEV, V. V; MOROZOV, E. V. **Advanced mechanics of composite materials and structures.** 4 ed. Amsterdam: Elsevier, 2018. Disponível em:
https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=kaRBDwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PP1&dq=Introduction.+In:+Advanced+Mechanics+of+Composite+Materials+and+Structures.&ots=EatQ7RK9Nc&sig=FyOTXg51kxHEF EHjrAO1FDdj_rw#v=onepage&q=Introduction.%20In%3A%20Advanced%20Mechanics%20of%20Composite%20Materials%20and%20Structures.&f=false. Acesso em: 13 jun. 2022.

VICK, **Datasheet PEEK.** São Paulo: Vick, 2013. Disponível em
<https://www.vick.com.br/datasheets/datasheet-peek.pdf>. Acesso em: 14 fev. 2022.

ZHU, X. *et al.* SiC-Si coating with micro-pores to protect carbon/carbon composites against oxidation. **Journal of the European Ceramic Society**, Shaanxi, v. 41, n. 1, p. 114-120, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221920306877>. Acesso em: 15 jan. 2023.