RESSALVA

Atendendo solicitação da autora, o texto completo desta tese será disponibilizado somente a partir de 18/12/2016.

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

THATIANE BROCKS

PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA DE COMPÓSITOS ESTRUTURAIS BASEADO EM ANÁLISES DINÂMICO-MECÂNICAS

Guaratinguetá
2015

THATIANE BROCKS

PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA DE COMPÓSITOS ESTRUTURAIS BASEADO EM ANÁLISES DINÂMICO-MECÂNICAS

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientadora: Profª. Drª. Maria Odila Hilário Cioffi
Coorientador: Prof. Dr. Herman J. Cornelis Voorwald

B864p

Brocks, Thatiane

Predição de vida em fadiga de compósitos estruturais baseado em análises dinâmico-mecânicas / Thatiane Brocks– Guaratinguetá, 2015.

108 f. : il.

Bibliografia : f. 97-101

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2015.

Orientadora: Profª Drª Maria Odila Hilário Cioffi

Coorientador: Prof Dr Herman Jacobus Cornelis Voorwald

1. Compósitos poliméricos - Fadiga 2. Resistência de materiais 3. Laminação (Metalurgia) I. Título

CDU 621.1

unesp

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

THATIANE BROCKS

ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
"DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA"

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

Profª. Drª. MARIA ODILA HILÁRIO CIOFFI
Orientadora / UNESP/FEG

Prof. Dr. CARLOS YUJIRO SHIGUE
EEL/USP

Prof. Dr. EVALDO JOSÉ CORAT
INPE/SJC

Prof. Dr. MARCOS YUTAKA SHIINO
UNESP/SJC

Profª. Drª. MIDORI YOSHIKAWA PITANGA
UNISAL/Lorena

Dezembro de 2015

DADOS CURRICULARES

THATIANE BROCKS

NASCIMENTO	08.03.1983 – SANTA BÁRBARA D´OESTE/SP
FILIAÇÃO	José Geraldo Brocks Mara Silvia Liasch Brocks
2001/2002	Curso Técnico em Administração de Empresas, no Centro Paula Souza de Americana-SP.
2004/2008	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2009/2011	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2011/2015	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Doutorado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

...ao meu amado esposo *Leonardo Zanetti de Lima*,
amigo, incentivador e auxiliador.

AGRADECIMENTOS

Ao meu querido *Jesus*, que por estar vivo, me capacitou e conduziu meu trabalho. Ele não precisaria ter feito mais nada, afinal, já fez o mais importante: morreu por mim. Mas como de costume, sempre gentil e amoroso, me ajudou durante todos esses anos.

Ao meu amado esposo *Leonardo Zanetti de Lima* pelo apoio, paciência e compreensão. Sem as muitas conversas, conselhos, lágrimas enxugadas e palavras de incentivo e motivação teria sido muito mais difícil.

Aos meus pais *José Geraldo Brocks* e *Mara Silvia Liasch Brocks*, agradeço o apoio, a confiança e o suporte financeiro que me deram na graduação. Se vocês não tivessem acreditado eu não teria chegado até aqui. Às minhas irmãs *Mariana Brocks* e *Bárbara Brocks*, obrigada pelas conversas divertidas e incentivos.

A minha orientadora Prof.ª Dr.ª *Maria Odila Hilário Cioffi*, por tudo o que aprendi desde que cheguei ao Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos. Ensinamentos que não se resumem à conhecimento técnico, mas vivencias que me fizeram amadurecer e deixar de ser aluna para me tornar uma profissional.

Aos meus queridos amigos de profissão *Kelly C. C. C. Benini*, *Marcos Y. Shiino*, *Andressa C. Milanese* e *Sérgio R. Montoro*. Vocês fizeram com que esse período fosse incrível. Obrigada pelas risadas, por toda ajuda nos laboratórios, pelos cafés e bolos e pelo consolo quando algo não saia como o planejado. Já sinto saudades de trabalhar diariamente com vocês!

Aos novos amigos que tem chegado ao GFMA, *Francisco Monticelli*, *Dielly Cavalcanti*, *Thiago Minto* e *Veronica Oliveira*, pela simpatia e disponibilidade. E aos que já passaram pelo grupo, *Midori Y Pitanga* e *Rafael Bonora* pela experiência e conhecimentos compartilhados.

Ao professor *Luis Rogério de Oliveira Hein* do DMT/FEG/UNESP pelas imagens feitas no MEV e ao professor *Carlos Yujiro Shigue* do DMAR/EEL/USP pela doação de nitrogênio líquido e ao Prof. *Valdir Alves Guimarães* por toda a ajuda.

À todos os funcionários do DMT que colaboraram para o andamento deste trabalho, especialmente ao técnico *Manoel Francisco* que se dispôs inúmeras vezes a trabalhar aos sábados e domingos para me ajudar.

À FAPESP (Projeto 2011/11311-1) pelo apoio financeiro para realização deste trabalho.

Este trabalho contou com apoio da seguinte entidade

- FAPESP – Processo nº 2011/11311-1.

- FAPESP (BEPE) – Processo nº 2012/13431-7

"Àquele que é capaz de fazer infinitamente mais do que tudo o que pedimos ou pensamos, de acordo com o seu poder que atua em nós, a ele seja a glória na igreja e em Cristo Jesus, por todas as gerações, para todo o sempre! Amém!"

(Efésios 3: 20-21)

BROCKS, T. **Predição de vida em fadiga de compósitos estruturais baseada em análise dinâmico-mecânica**. 2015. 108f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

RESUMO

O aprofundamento no conhecimento das propriedades dos compósitos, especialmente aquelas com função estrutural, tem se mostrado necessário como uma forma de segurança à indústria de transportes na aplicação de compósitos em estruturas primárias. Considerando o esforço cíclico como responsável por 90% das falhas mecânicas de componentes em serviço, o estudo dos efeitos deste tipo de carregamento sobre as propriedades mecânicas do compósito e seus mecanismos de falha se faz necessário. Estudos recentes têm mostrado que a combinação entre técnicas de análise mecânica e térmica é muito útil no estudo do comportamento mecânico dos compósitos de matriz polimérica, pois considera-se também o efeito da relaxação das cadeias poliméricas sobre seu comportamento mecânico. A análise dinâmico-mecânica (DMA) é uma das técnicas mais sensíveis na detecção de movimentação molecular causada pela incidência de temperatura, frequência ou uma combinação de ambos, por este motivo foi a técnica determinada como ideal para a relação com os resultados de resistência à fadiga em função de tensão e temperatura apresentados neste trabalho. Esta relação, DMA-Fadiga, é ainda pouco explorada devido à dificuldade em relacionar parâmetros viscoelásticos e propriedades mecânicas, portanto, o ineditismo deste trabalho está em definir uma relação que contribua com a predição de vida em fadiga de um compósito carbono/epóxi. O desenvolvimento do trabalho consistiu inicialmente na confecção de laminados compósitos pelo processo de RTM (do inglês, *resin transfer molding*) a partir de uma matriz epóxi aeronáutica monocomponente (Prism EP2400 do fabricante Cytec) e reforço não tramado (NCF) de fibras de carbono quadriaxial (0°/+45°/-45°/90°) empilhados de forma a atingir uma fração volumétrica de fibras maior que 50%. O compósito produzido foi submetido à análises dinâmico-mecânicas isotérmicas entre -70°C e 220°C, em intervalos de 10°C, nas frequências de 0,01; 0,05; 0,2; 0,5; 1; 5; 28; 40 e 100 Hz. Os conjuntos de resultados obtidos foram trabalhados para construção de curvas STT (superposição tempo-temperatura) para E', E" e tan delta (tδ), tanto para a resina quanto para o compósito. Estes dados permitiram a construção da STT de resistência interfacial para três temperaturas de referência, sendo elas: 0 °C, temperatura ambiente (~25 °C) e 80 °C. O compósito foi submetido à testes de fadiga em

flexão em todas as três temperaturas de referência citadas. Durante o teste de fadiga o decaimento do Módulo de Young foi monitorado, permitindo determinar o momento de início de delaminação para cada carga e temperatura de teste aplicados. Os resultados mostraram que a resistência à fadiga diminui com o aumento da temperatura devido ao aumento da ductilidade da matriz, o que facilita o surgimento de trincas e consequente delaminação do compósito. Testes de flexão estática foram realizados após a fadiga, uma vez que o critério de falha adotado não levou o corpo de prova à ruptura final, permitindo a determinação da resistência residual do material após determinado grau de decaimento do modulo de Young, que neste estudo pode ser relacionado com a delaminação do compósito. As fraturas foram analisadas com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura e mostraram que temperaturas mais altas causam maior deformação na matriz, corroborando com os resultados do teste de fadiga. Dentre os resultados obtidos com DMA, a curva STT de E' mostrou maior correlação com o comportamento em fadiga do compósito, uma vez que mostra uma tendência da resistência à delaminação e por este motivo foi o parâmetro dinâmico-mecânico escolhido para ser relacionado com a vida em fadiga. Outro dado escolhido foi o decaimento do valor do módulo de Young, uma vez que é função do crescimento da delaminação e afeta diretamente a vida em fadiga do compósito. Portanto, este trabalho propõe um método de predição de vida em fadiga baseado na relação entre o tempo de estabilidade de E' e a vida em fadiga de um compósito, uma vez que, conhecendo-se E' é possível ter uma ideia aproximada da vida em fadiga do compósito.

PALAVRAS-CHAVE: compósito estrutural, DMA, superposição tempo-temperatura, fadiga.

BROCKS, T. **Structural composite fatigue life prediction based on dynamical mechanical analysis**. 2015. 108f. Thesis (Doctor in Mechanical Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

ABSTRACT

The knowledge of composite properties, especially in the structural application case, have been considered extremely necessary in order to support the transportation industry into apply these materials. It is widely known that 90% of failures can be attributed to cyclic loading, so the study of fatigue effects on composites behavior and failure mechanisms become extremely necessary. Recent studies have shown that mechanical and thermal analysis techniques association is very usefull in order to determinate mechanical behavior of polymeric composites since the polymeric chain relaxation effects over that are also considerate. The dynamical mechanical analyzes (DMA) is the most sensitive technique for detection of molecular motion caused by temperature and/or frequency incidence over polymers, reason that classify the DMA as ideal to get results in order to relate with fatigue results in this study. The fatigue-DMA results correlation is not very explored because the difficulties involved in associates viscoelastic and mechanical properties, so, the originality of this study is define a correlation between fatigue and DMA results able to contribute with a carbon/epoxy composite fatigue life prediction. This work development has consisted initially in the composite laminates manufactured by RTM (resin transfer molding) process, using a one-part aeronautical epoxy resin (Prism EP2400 - Cytec) as matrix and a quadriaxial (0°/+45°/-45°/90°) carbon non crimp fabric (NCF) as reinforcement, stacked to reach a fiber volume fraction up to 50%. The manufactured composite was characterized regarding impregnation quality and thermal stability and using the DMA (dynamical mechanical analyses) in a isothermal form between -70 °C and 220 °C, at each 10 °C, for frequencies of 0,01; 0,05; 0,2; 0,5; 1; 5; 28; 40 and 100 Hz. Results obtained were used to plot the TTS (time-temperature superposition) curves for E', E" and Tanδ for both, matrix and composite. These data were used to plot the interfacial strength TTS curve for three references temperatures: 0 °C, room temperature (~25 °C) and 80 °C. The composite was also tested under fatigue in the same three references temperature. During the fatigue tests the Young´s Modulus decreasing were monitored, allowing determine the delamination starts for each load applied on each test temperature. Results reveals that the composite fatigue resistance decreases with the temperature rise due to matrix ductility increasing which provides the

cracks onset, followed by delamination process. Quasi-static flexural tests were carried out after fatigue tests, since the failure criterion adopted did not allow the samples failure. This fact allowed the residual flexural resistance ascertainment after fatigue. Fractures were observed using a scanning electronic microscope (SEM) and showed that highest temperatures induces highest deformations in the matrix, corroborating with the fatigue test results. Among the DMA results, the E' TTS curve have showed the best correlation with the composite fatigue behavior due to the delamination resistance tendency showed and due to this it was the dynamical mechanical parameter choose to be related with the composite fatigue life. Thus, this work proposes a relation between E' and the composite fatigue life as a time function for all of the three temperatures as a prediction fatigue life method.

KEYWORDS: structural composite, DMA, time-temperature superposition, fatigue.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Degradação da resistência durante a solicitação cíclica. 17
Figura 3.2 – Estado de tensão plana em uma lâmina..... 21
Figura 3.3 – Níveis de observação e tipo de análise para materiais compósitos. 22
Figura 3.4 – Microflambagem das fibras: (a) microflambagem (b) para fibras dúcteis e (c) para fibras frágeis..... 24
Figura 3.5 – Superfície de falha determinada pelo critério de Máxima Tensão..... 26
Figura3.6 – Classificação da tensão de degradação. 28
Figura 3.7 – Diagrama de vida constante. 29
Figura 3.8 – Diagrama CDL construído com dados experimentais. 30
Figura 3.9 – Variação da tensão e da deformação com o tempo para um sinal oscilatório..... 32
Figura 3.10 – Pontos de determinação da temperatura de transição vítrea utilizando DMA. .. 34
Figura 3.11 – a) Dados coletados para diversas temperaturas e b) curva de superposição tempo-temperatura, gerada com os dados do item a..... 35
Figura 5.1 – Fluxograma da Etapa 1..... 44
Figura 5.2 - Ilustração do processamento por RTM. 46
Figura 5.3 – Sistema RTM utilizado. 48
Figura 5.4 – Esquema da aplicação do silicone nas laterais do laminado. 48
Figura 5.5 – Fluxograma da Etapa 2..... 50
Figura 5.6 – Sequência de testes com DMA. 51
Figura 5.7 - Resultados da análise do compósito em DSC e DMA para auxílio da determinação da faixa de temperatura de teste em fadiga. 53
Figura 5.8 – Esquema para construção das curvas mestras. 55
Figura 5.9 – Tela de acompanhamento dos valores utilizados para cálculo de E durante a fadiga. 58
Figura 6.1 – Viscosidade *versus* tempo da resina epóxi PRISM EP2400 para as temperaturas de 90 ºC, 100 ºC e 120 ºC. 59
Figura 6.2 – Curva de DSC dinâmica da resina epóxi PRISM EP2400 60
Figura 6.3 – Curvas de DSC isotérmica da resina PRISM EP2400. 61
Figura 6.4 – Curva termogravimétrica (a) da resina epóxi PRISM EP2400 e (b) do compósito, sob atmosfera de N_2. 62
Figura 6.5 - Mapa de atenuação C-Scan para os laminados a) L1, b) L2 e c) L3 63
Figura 6.6 – Escala de cores para mapas de C-Scan 63
Figura 6.7 – Curvas de $T-T_{ref}/Log\ a_T$ *versus* $T-T_{ref}$ para determinação dos valores de C_1 e C_2 para (a) resina epóxi Prism EP 2400 e (b) compósito carbono/epóxi. 64
Figura 6.8 – Região de frequência de transição vítrea do compósito definida pela curva de E' para (a) T_{ref} = 0 °C, (b) T_{ref} = 25 °C (amb) e (c) T_{ref} = 80 °C. 67
Figura 6.9 – Sobreposição das curvas mestras de E'(t) do compósito para temperaturas de referência de 0 °C, Tamb e 80 °C. 68
Figura 6.10 – Curvas STT de E" em função do tempo para as T_{ref} escolhidas. 69
Figura 6.11 – Curvas STT de tanδ em função do tempo para as T_{ref} escolhidas. 70
Figura 6.12 – Curva de resistência interfacial "b" do compósito em função do tempo para (a) T_{ref} = 80°C e (b) T_{ref} = amb e (c) T_{ref} = 0°C 71
Figura 6.13 - Curva de resistência interfacial "b" do compósito em função da frequência para (a) T_{ref} = 80°C e (b) T_{ref} = amb e (c) T_{ref} = 0°C 73
Figura 6.14 – Curva S-N sobreposta para as três temperaturas de teste. 75
Figura 6.15 – Decaimento de E durante carregamento cíclico para testes a (a) T = 80 °C, (b) T = 25 °C e (c) T = 0 °C. 77

Figura 6.16 – Decaimento de E em função do tempo durante a fadiga. 78
Figura 6.17 – Tensão residual pós-fadiga para os compósitos testados. 80
Figura 6.18 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a 0°C e solicitado sob (a) 90%, (b) 85% e (c) 75% da $\sigma_{máxf}$. 82
Fonte: (autor) 82
Figura 6.19 – Detalhes da fratura do compósito testado à 0 °C e solicitado sob (a) 90%, (b) 85% e (c) 75% da $\sigma_{máxf}$. 83
Figura 6.20 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a temperatura ambiente e solicitado sob (a) 90%, (b) 80% e (c) 70% da $\sigma_{máxf}$. 84
Fonte: (autor) 84
Figura 6.21 – Deformação na matriz do compósito testado a temperatura ambiente e solicitado sob (a) 90%, (b) 80% e (c) 70% da $\sigma_{máxf}$. 85
Figura 6.22 – Aspecto geral da fratura do compósito testado a 80 °C e solicitado sob (a) 85%, (b) 68% e (c) 66% da $\sigma_{máxf}$. 87
Fonte: (autor) 87
Figura 6.23 – Deformação na matriz do compósito testado a T = 80 °C e solicitado sob (a) 85%, (b) 68% e (c) 66% da $\sigma_{máxf}$. 88
Figura 6.24 – Superfície de fibras com matriz aderida para as amostras testadas com mesmo nível de carga para (a) T = 0 °C, (b) Tamb e (c) T = 80 °C. 90
Figura 6.25 – Tempo de estabilidade de E' em função da temperatura. 91
Figura 6.26 – Curvas S-N com linha de tendência polinomial e suas equações. 92
Figura 6.27 – Relação entre tempo de estabilidade de E' e a constante (a) A, (b) B e (c) C da equação da curva S-N. 93
Figura 6.28 – Ilustração do passo-a-passo do método de predição de vida em fadiga proposto. 94
Figura 6.29 – Predição da curva S-N a 50 °C para o material estudado. 95
Figura 1A – Segmentos de curva para a) Log E' x Log f, b) Log E" x Log f e c) LogTδ x Log f para a resina epóxi Prism EP 2400. 102
Figura 2A – Segmentos de curva para a) Log E' *x* Log *f*, b) Log E" *x* Log *f* e c) LogTδ *x* Log *f* para o compósito. 102
Figura 1B – Curva STT de Log E' *x* Log *f* do compósito para a) Tref = 80 °C e b) Tref = 0 °C . 103
Figura 2B – Curva STT de Log E' *x* Log *f* para Tref = 25 °C para a) Resina e b) compósito. 103
Figura 3B – Curva STT de Log E" *x* Log *f* para Tref = 25 °C para a) Resina e b) compósito. 104
Figura 4B – Curva STT de Log tanD *x* Log *f* para Tref = 25 °C para a) Resina e b) compósito. 104
Figura 1C – Curva STT de Log E' *x* Log *t* para Tref = 0 °C para a) Resina e b) Compósito. 105
Figura 2C – Curva STT de Log E" *x* Log *t* para Tref = 0 °C para a) Resina e b) Compósito. 105
Figura 3C – Curva STT de Log tanδ *x* Log *t* para Tref = -70 °C para a) Resina e b) Compósito. 106
Figura 4C – Curva STT de Log E' *x* Log *t* para Tref = 25 °C para a) Resina e b) Compósito. 106
Figura 5C – Curva STT de Log E" *x* Log *t* para Tref = 25 °C para a) Resina e b) Compósito. 106
Figura 6C – Curva STT de Log tanD *x* Log *t* para Tref = 25 °C para a) Resina e b) Compósito. 107
Figura 7C – Curva STT de Log E' *x* Log *t* para Tref = 80 °C para a) Resina e b) Compósito.

.....107
Figura 8C – Curva STT de Log E” *x* Log *t* para Tref = 80 °C para a) Resina e b) compósito. 107
Figura 9C – Curva STT de Log TanD *x* Log *t* para Tref = 80 °C para a) Resina e b) Compósito. 108

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 – Comparação entre as propriedades das resinas Cycom 890 RTM e Prism EP 2400 42
Tabela 4.2 – Propriedades e características do reforço 43
Tabela 5.1 – Limites de operação de jatos leves quanto à temperatura e frequência de vibração, segundo ANAC. 53
Tabela 5.2 – Parâmetros de temperatura de frequência de vibração para os ensaios de DMA e fadiga em flexão. 54
Tabela 6.1 – Pressões e temperaturas envolvidas no processamento dos laminados. 62
Tabela 6.2 – Parâmetros C1, C2 e D determinados para resina e compósito. 65
Tabela 6.3 – Dados de força interfacial para os compósitos em função do tempo. 72
Tabela 6.4 – Log b para frequência de 8 Hz. 74
Tabela 6.5 – Limite de estabilidade de E durante a fadiga em função de Log t. 79
Tabela 6.6 – Equações das curvas S-N e valores dos termos A, B e C para cada temperatura. 92

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANAC	Agência Nacional da Aviação Civil
ASTM	*Association Standards Testing Materials*
ATM	Metodologia de Teste Acelerado
CLD	Diagrama de Vida Constante
DMA	Análise Dinâmico-Mecânica
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	Derivada Termogravimétrica
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NCF	*Non Crimp Fabric*
RTCA	Regulamentação brasileira da Aviação Civil
STT	Superposição Tempo Temperatura
Tg	Transição vítrea
TGA	Termogravimetria
Tr	Temperatura de referência
WLF	William-Landel-Ferry

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12
2 OBJETIVO 14
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 15
3.1 COMPÓSITOS ESTRUTURAIS COM APLICAÇÕES AEROESPACIAIS 15
3.2 FADIGA EM COMPÓSITOS 15
3.3 COMPÓSITOS E FADIGA: HISTÓRICO DE ESTUDOS DESENVOLVIDOS 17
3.4 MODELO DE PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA PARA COMPÓSITOS 21
3.4.1 Modelos para Cargas Estáticas 22
3.4.2 Modelos para Cargas Cíclicas 27
3.5 FUNDAMENTOS DA ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA 31
3.5.1 Sobreposição Tempo-Temperatura (STT) 35
3.5.2 Termorrígidos e DMA 37
3.6 RELAÇÃO ENTRE DMA E FADIGA 37
4 MATERIAIS 42
4.1 MATRIZ POLIMÉRICA PRISM EP2400 42
4.2 REFORÇO – NCF QUADRIAXIAL 42
5 METODOLOGIA 44
5.1 ETAPA 1 – OBTENÇÃO DO MATERIAL 44
5.1.1 Caracterização da Matriz Polimérica 44
5.1.2 Processamento dos Laminados Compósitos 46
5.1.3 Inspeção do Laminado Compósito 49
5.1.4 Preparação de amostras de resina para DMA 50
5.2 ETAPA 2 – CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL 50
5.2.1 Compósitos 51
5.2.2 Matriz 58
6 RESULTADOS E DISCUSSÕES 59
6.1 CARACTERIZAÇÃO DA RESINA 59
6.1.1 Viscosidade 59
6.1.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) 60
6.1.3 Termogravimetria (TGA) 61
6.2 PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DOS LAMINADOS COMPÓSITOS 62
6.3 SUPERPOSIÇÃO TEMPO-TEMPERATURA 63
6.3.1 STT de E', E" e tanδ do compósito 66
6.4 FORÇA INTERFACIAL 70
6.5 RESISTÊNCIA À FADIGA 74
6.6 ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS FRATURAS POR FADIGA 80
6.7 PREDIÇÃO DE VIDA EM FADIGA 90
7 CONSIDERAÇÕES FINAIS 96

REFERÊNCIAS 97
APÊNDICE A – SEGMENTOS DE CURVA NECESSÁRIOS PARA CONSTRUÇÃO DAS CURVAS STT 102
APÊNDICE B – CURVAS STT EM FUNÇÃO DA FREQUÊNCIA..... 103
APÊNDICE C – CURVAS STT EM FUNÇÃO DO TEMPO 105

1 INTRODUÇÃO

Materiais compósitos de matriz polimérica começaram a ser fabricados em 1940 e aplicados estruturalmente em 1970. Apesar de o material ter se mostrado vantajoso e muito atrativo, o custo do processo era muito alto e as propriedades do material ainda pouco conhecidas. Os grandes desafios nesta ocasião foram: definir processos de fabricação adequados e entender os principais mecanismos de falha destes (CARLSON, KARDOMATEAS, 1995).

Acreditava-se que estes materiais não sofreriam com fadiga devido a sua alta rigidez na direção das fibras, o que faz com que a deformação seja tão baixa que se torna incapaz de gerar qualquer dano local que inicie a degradação por fadiga. No entanto, mais tarde observou-se que, apesar de mínima deformação, a anisotropia dos compósitos gerava tensões normais às fibras danificando a interface fibra/matriz e iniciando os danos por fadiga (HARRIS, 2003).

Uma grande corrida foi feita para determinação das propriedades e características dos compósitos e, com isso, melhorar processos produtivos e projeto de componentes.

A evolução nos estudos mostrou que matrizes poliméricas sofriam processos de relaxação das cadeias, sendo estas influenciadas pelo tempo, ambiente, histórico térmico e adição do reforço. Surgia, então, a frente de estudo das propriedades viscoelásticas dos compósitos, que influenciam a resistência à fadiga dos laminados (POCHIRAJU; TANDON; SCHOEPPNER, 2012).

O estudo da vida em fadiga dos compósitos passou a contar, então, com o auxílio de técnicas como a análise dinâmico-mecânica, reconhecidamente sensível à relaxação das cadeias poliméricas da matriz. Essas relaxações proporcionam o aumento da movimentação molecular, que por sua vez, tem efeito significativo sobre as propriedades macroscópicas de compósitos poliméricos (CASSU; FELISBERTI, 2005). Existem faixas de frequência e temperatura que favorecem essas relaxações e podem ser facilmente detectadas pelo DMA.

A combinação de técnicas de análise de materiais possibilitou o surgimento de métodos e modelos matemáticos para a predição de vida em fadiga de materiais compósitos. A relação entre DMA e fadiga é muito pouco explorada até o momento devido à dificuldade em relacionar parâmetros viscoelásticos e propriedades mecânicas.

Neste trabalho os parâmetros medidos com DMA foram trabalhados de modo que fornecessem informações sobre faixas de frequência de relaxações e interface do compósito para as temperaturas de referência de 0 °C, 25 °C e 80 °C. O comportamento sob fadiga em

flexão foi avaliado para as mesmas temperaturas. Os resultados obtidos com DMA e fadiga em flexão foram utilizados para elaboração de um gráfico que defina os limites de aplicação do compósito estudado.

Este gráfico relaciona a resistência interfacial com a resistência à fadiga, ambas em função do tempo. O decaimento de E’ e de E também foram monitorados, sendo E’ utilizado para mostrar o início das relaxações e E o decaimento da rigidez do material devido à delaminações internas no compósito.

A fadiga em flexão de compósitos ainda é pouco estudada e, portanto, não normalizada. No entanto, é muito interessante para a indústria aeronáutica, uma vez que componentes primários como asas, empenagem e alguns itens do trem de pouso e fuselagem sofrem esforços de flexão. O uso das temperaturas de 0°C, 25°C e 80°C foi definido de modo que englobasse as temperaturas limites de aplicação do material e uma temperatura mais próxima da temperatura ambiente.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando os resultados obtidos, conclui-se que:

- As curvas STT em função da frequência permitiram determinar C1, C2 e D, caracterizando o compósito quanto à sua sensibilidade a alteração de temperatura;

- As curvas STT em função do tempo mostraram que o aumento da temperatura diminui o tempo em que o módulo de armazenamento E' se mantém estável, considerando que o limite de escoamento diminui.

- Não houve diferença entre as curvas STT de E" e tanδ, quanto à largura e altura do pico, em função do tempo para as temperaturas de referência. A única diferença está no tempo necessário para que o pico se formasse, sendo que menores temperaturas exigiram maiores tempos para atingir-se o pico de cada curva.

- As curva STT para a força interfacial mostraram-se idênticas, com exceção do tempo necessário para que a redução da faixa de variação dos valores de b. Para maiores temperaturas a redução da faixa de valores de b ocorre mais lentamente, sugerindo uma melhor adesão interfacial.

- A resistência à fadiga do compósito aumentou com a redução da temperatura devido à delaminação mais lenta.

- O decaimento do valor de E, causado por delaminações e trincas na matriz, é função da temperatura e da tensão de solicitação. O aumento destes parâmetros acelera o decaimento de E.

- A análise das fraturas com MEV mostra que a falha do compósito é dominada pela matriz e que a combinação de menores níveis de carga e maiores temperaturas causam mais deformações na matriz.

- O método de predição de vida em fadiga proposto neste estudo considera o tempo de estabilidade de E' em função da temperatura e utiliza-se da equação da curva S-N conhecida. A relação entre as constantes da equação da curva S-N e o tempo de decaimento de E' para a temperatura escolhida permite criar uma nova curva S-N para o material sem a necessidade de novos ensaios mecânicos;

- Portanto, o objetivo do trabalho foi atingido.

REFERÊNCIAS

ANGELL, C.A. Why C1=16-17 in the WFL equation is physical – and the fragility of polymers. **Polymer**, v. 38, n. 36, p. 6261-6266, 1997.

ARGÜELLES, A., VIÑA, J., CANTELI, A.F., CASTRILLO, M.A., BONHOMME, J. Interlaminar crack initiation and growth rate in a carbon-fibre epoxy composite under mode-I fatigue loading. **Composites Science and Technology**, v.68, p.2325–2331, 2008.

ASM International Handbook Committee. Volume 2: Engineering Plastics. Editora ASM International, 3ª Edição, USA, 1995.

BAKER. A.; DUTTON, S., KELLY, D. **Composite Materials for Aircraft Structures**. Editora AIAA, 2ª Edição, EUA, 2004.

BECKER, O., VARLEY, R., SIMON, G. Morphology, thermal relaxations and mechanical properties of layered silicate nanocomposites based upon high-funcionality epoxy resins**. Polymer**, v. 43, p. 4365-4373, 2002.

BORTZ, D.R., MERINO, C., MARTIN-GULLON, I. Augmented fatigue performance and constant life diagrams of hierarchical carbon fiber/nanofiber epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v.72, p.446–452, 2012.

BROCKS, T., CIOFFI, M.O.H., VOORWALD, H.J.C. Effect of fiber surface on flexural strength in carbon fabric reinforced epoxy composites. **Applied Surface Science**, v. 274, p. 210-216, 2013.

BROCKS, T., ASCIONE, L., AMBROGI, V., CIOFFI, M.O.H., PERSICO, P. Efficiency comparison of hyperbranched polymers as toughening agents for an one-part epoxy resin. **Journal of Material Research**, v. 30, n. 6, p. 869-878, 2015.

BRUNBAUER, J., STADLER, H., PINTER, G. Mechanical properties, fatigue damage and microstructure of carbono/epoxy laminates depending on fiber volume content. **Internacional Journal of Fatigue**, v. 70, p. 85-92, 2015.

BURKS, B., MIDDLETON, J., KUMOSA, M. Micromechanics modelling of fatigue failure mechanisms in a hybrid polymer matrix composite. **Composites Science and Technology**, v.72, p. 1863-1869, 2012.

CAI, H., MIYANO, Y., NAKADA, M. Long-term fatigue strength prediction of CFRP structure based on micromechanics of failure. **Journal of Composite Materials**, v.42, p.825-843, 2008.

CALLISTER JR, W.D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. Editora LTC, 5ª Edição, Rio de Janeiro, 2002.

CARLSSON, L.A., PIPES, R.B. **Experimental Characterization of Advanced Composite Materials**. Editora Prentice-Hall, New Jersey, 1987.

CAMPILHO, R.D.S.G., SILVA, L.F.M. Mode I fatigue and fracture behaviour of adhesively-bonded carbon fibre-reinforced polymer (CFRP) composite joints. Fatigue and Fracture of Adhesively-bonded Composite Joints, p.93-120, 2015.

CARLSON, R.L. KARDOMATEAS, G.A. **An Introduction to Fatigue in Metals and Composites**. Editora Springer, 1995.

CARVELLI, V., TOMASELLI, V.N., LOMOV, S.V., VERPOEST, I., WITZEL, V., BROUCKE, B.V. Fatigue and post-fatigue tensile behaviour of non-crimp stitched and unstitched carbon/epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v.70, p.2216–2224, 2010.

CASSU, S.N., FELISBERTI, M.I. Comportamento dinâmico-mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. **Química Nova**, v.28, p.255-263, 2005.

CHARALAMBOUS, G., ALLEGRI, G., HELLETT, S.R. Temperature effects on mixed mode I/II delamination under quasi-static and fatigue loading of a carbon/epoxy composite. **Composites Part A**, v.77, p.75-86, 2015.

CIOFFI, M.O.H., VOLPIANO, G., VOORWALD, H.J.C., REZENDE, M.C. carbon fiber non-crimp multi-axial reinforcement and epoxy mono-component system composite: fatigue behavior. **Procedia Engineering**, v.2, p.341–348, 2010.

CORONADO, P., ARGÜELLES, A., VIÑA, J., MOLLÓN, V., VIÑA, I. Influence of temperature on a carbon–fibre epoxy composite subjected to static and fatigue loading under mode-I delamination. **International Journal of Solids and Structures**, v.49, p.2934-2940, 2012.

COUILLARD, R.A.A., SCHWARTZ, P. Bending fatigue of carbon-fiber-reinforced epoxy composite strands. **Composite Science and Technology**, v.57, p.229-235, 1997.

DANIEL, I.M, ISHAI, O. **Engineering Mechanics of Composite Materials.** Oxford University Press, Nova Iorque,1994.

DAVIS, D.C., WILKERSON, J.W., ZHU, J., AYEWAH, D.O.O. Improvements in mechanical properties of a carbon fiber epoxy composite using nanotube science and technology. **Composite Structures**, v.92, p.2653–2662, 2010.

DEMERS, C.E. Fatigue strength degradation of E-glass FRP composites and carbon FRP composites. **Construction and Building Materials** , v.12, p.311-318, 1998.

FANG, S., CHUNG, D.D.L. Carbon fibre composites with improved fatigue resistance due to the addition of tinlead alloy particles. **Composites,** v21, p. 419-424, 1990.

FENG, Q., YANG, J., LIU, Y., XIAO, H., FU, S. Simultaneously enhanced cryogenic tensile strength, ductility and impact resistance of epoxy resins by polyethylene glycol. **Journal of Material Science and Technology**, vol. 30(1), p. 90-96, 2014.

FOROUGH, S.A., NEJAD, F.M., KHODAII, A. A comparative study of temperature shifting techniques for construction of relaxation modulus master curve of asphalt mixes. Construction and Building Materials, v.53, p.74-82, 2014.

GOUVÊA, A.R. **Critérios de falha e otimização de estruturas de materiais compósitos usando o método dos elementos de contorno**. Dissertação de Mestrado, Unicamp, 2006.

GREENHALGH E. **Failure analysis and fractography of polymer composites.** Editora CRC Press, 2009.

GRIMMER, C.S., DHARAN, C.K.H. Enhancement of delamination fatigue resistance in carbon nanotube reinforced glass fiber/polymer composites. **Composites Science and Technology**, v.70, p.901–908, 2010.

HARRIS, B. **Fatigue in Composites**, Capítulo 1. CRC Press, Nova Iorque, 2003.

HILEY, M.J. Delamination between multi-directional ply interfaces in carbon-epoxy composites under static and fatigue loading. p.61-72, 2000.

JANG, Z. B. **Advanced Polymer Composites**, Capítulo 9. CRC Press, Nova Iorque, 1994.

JEN, Y-M., WANG, Y-C. Stress concentration effect on the fatigue properties of carbon nanotube/epoxy composites**. Composites: Part B**, v.43, p.1687–1694, 2012.

JEN, Y-M., YANG, Y-H. A study of two-stage cumulative fatigue behavior for CNT/epoxy composites. **Procedia Engineering,** v.2, p.2111–2120, 2010.

JONES, R.M. **Mechanics of Composite Materials**, 2ª Edição, Editora CRC, 1998.

KAR, N.K., BARJASTEH, E., HU, Y., NUTT, S.R. Bending fatigue of hybrid composite rods. **Composites Part A**, v.42, p.328–336, 2011.

KAR, N.K., BARJASTEH, E., HU, Y., NUTT, S.R. Tension–tension fatigue of hybrid composite rods. **Composites Part B**, v.43, p.2115–2124, 2012.

KARAHAN, M., LOMOV, S.V., BOGDANOVICH, A.E., VERPOEST, I. Fatigue tensile behavior of carbon/epoxy composite reinforced with non-crimp 3D orthogonal woven fabric. **Composites Science and Technology**, v.71, p.1961–1972, 2011.

KAWAI, M., KOIZUMI, M. Nonlinear constant fatigue life diagrams for carbon/epoxy laminates at room temperature. **Composites Part A,** v.38, p.2342–2353, 2007.

KHAN, S.U., MUNIR, A., HUSSAIN, R., KIM, J-K. Fatigue damage behaviours of carbon fiber-reinforced epoxy composites containing nanoclay. **Composites Science and Technology**, v.70, p.2077–2085, 2010.

KHATIBI, A.A., MAI, Y-W. Characterization of fibre/matrix interfacial degradation under cyclic fatigue loading using dynamic mechanical analysis**. Composites Part A,** v.33, p.1585-1592, 2002.

KIM, J.-K., MAI, Y.-W. **Engineered interfaces in fiber reinforced composites**. Editora Elsevier, 1ª edição, Kidlington, UK, 1998.

KIM, J.W., MEDVEDEV, G.A., CARUTHERS. J.M. Nonlinear stress relaxation in an epoxy glass and its relationship to deformation induced mobility. **Polymer**, v. 54, p.3949-3960, 2013.

KURONUMA, Y., SHINDO, Y., TAKEDA, T., NARITA, F. Crack growth characteristics of carbon nanotube-based polymer composites subjected to cyclic loading. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 78, p.3102–3110, 2011.

MADENCI, E., GUVEN, I. **The finite element method and applications in engineering using ANSYS**. Editora Springer, 2006.

MELO, J.D.D., RADFORD, D.W. Time and temperature dependence of the viscoelastic properties of CFRP by dynamic mechanical analysis. **Composite Structures**, v.70, p.240-253, 2005.

MENARD, K.P. **Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction.** Editora CRC Press, USA, 2008.

MENEGHETTI, G., QUARESIMIN, M., RICOTTA, M. Damage mechanisms in composite bonded joints under fatigue loading. **Composites: Part B**, v.43, p.210–220, 2012.

MICHEL, S.A., KIESELBACH, R., MARTENS, H.J. Fatigue strength of carbon fibre composites up to the gigacycle regime (gigacycle-composites). **International Journal of Fatigue**, v. 28, p.261–270, 2006.

MIYANO, Y., NAKADA, M., CAI, H. Formulation of long-term creep and fatigue strengths of polymer composites based on accelerated testing methodology. **Journal of Composite Materials,** Vol. 42, 2008.

MIYANO, Y., NAKADA, M., KATOH, H. Accelerated testing methodology for long-term life prediction of cfrp laminates. In: 1ST BRAZILIAN CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS, BCCM1, Trabalho 164, 2012.

MONTESANTO, J., FAWAZ, Z., BOUGHERARA, H. Non-destructive assessment of the fatigue strength and damage progression of satin woven fiber reinforced polymer matrix composites. **Composites: Part B**, v.71, p.122-130, 2015.

NADERI, M., MALIGNO, A.R. Fatigue life prediction of carbon/epoxy laminates by stochastic numerical simulation. **Composite Structures**, v.94, p.1052–1059, 2012.

NIJSSEN, R.P.L. **Fatigue Life Prediction and Strength Degradation of Wind Turbine Rotor Blade Composites,** Holanda, 2007.

ODEGARD, G.M., BANDYOPADHYAY, A. Physical aging of epoxy polymers and their composites. Journal of polymer science part B: Polymer physics, v.49(24), p.1695-1716, 2011.

ORNAGHI JR., H.L., PISTOR, V., ZATTERA, A.J. Effect of the epoxycyclohexyl polyhedral oligomeric silsesquioxane content on the dynamic fragility of an epoxy resin. **Journal of non-crystalline solids**, v. 358, p. 427-432, 2012.

ORTIZ, E.C. **Avaliação do comportamento dinâmico-mecânico de compósito Carbono/epoxi/termoplástico em espectro amplo de frequências**. Dissertação de Mestrado. Instituto Tecnológico de Aeronáutica ITA, São José dos Campos, 2008.

OZTURK, A., MOORE, R.E. Tensile fatigue behavior of tightly woven carbon/carbon composites. **Composites**, v23, p.39-46, 1992.

PANNKOKE, K., WAGNER, H-J. Fatigue properties of unidirectional carbon fibre composites at cryogenic temperatures. **Cryogenics**, v31, p.248-251, 1991.

PEGORIN, F., PINGKAAWAT, K., DAYNES, S., MOURITZ, A.P. Mode II interlaminar fatigue properties of z-pinned carbon fibre reinforced epoxy composites. Composites: Part A, v.67, p.8-15, 2014.

POCHIRAJU, K.V., TANDON, G.P., SCHOEPPNER, G.A. **Long-term durability of polymeric matrix composites.** Editora Springer, Nova Iorque, 2012.

RBAC 23. Regulamentos Brasileiros da Aviação Civil, RBAC 23, ANAC.

REIS, P.N.B., FERREIRA, J.A.M., COSTA, J.D.M., RICHARDSON, M.O.W. Fatigue life evaluation for carbon/epoxy laminate composites under constant and variable block loading. **Composites Science and Technology**, v.69, p.154–160, 2009.

REZENDE, M.C., COSTA, M.L., BOTELHO, E.C. **Compósitos Estruturais Tecnologia e Prática**. Editora ArtLiber, São Paulo, 2011.

RTCA. Environmental Conditions and Test Procedures for Airborne Equipment RTCA/DO-160D, Publicado por RTCA, EUA

SHIINO, M.Y., ALDERLIESTEN, R.C., DONADON, M.V., CIOFFI, M.O.H. The relationship between pure delamination modes I and II on the crack growth rate process in cracked lap shear apecimen (CLS) of 5 hardness satin composites. **Composites part A**, v. 78, p. 350-357, 2015.

TA-144. **Termal Analysis Application Brief**, number TA-144, TA Instruments.

TABOADA, O.M., CARVALHO, R.A., SOBRAL, P.J. Análise dinâmico-mecânica: aplicações em filmes comestíveis**. Química Nova**, v. 31, n. 2, p. 384-393, 2008.

TAI, N.H., MA, C.C.M., LIN, J.M., WU, G.Y. Effects of thickness on the fatigue-behavior of quasi-isotropic carbon/epoxy composites before and after low energy impacts. **Composites Science and Technology**, v.59, p.1753-1762, 1999.

TAI, N.H., MA, C.C.M., WU, S.H. Fatigue behavior of carbon fibre/PEEK laminate composites. **Composites,** v26, p.551-559, 1995.

VALLONS, K., DUQUE, I., LOMOV, S.V., VERPOEST, I. Loading direction dependence of the tensile stiffness, strength and fatigue life of biaxial carbon/epoxy NCF composites. **Composites: Part A**, v.42, p.16–21, 2011.

VASILIEV, V.V.; E.V. MOROZOV. **Mechanics and Analysis of Composite Materials**. Editora Elsevier, 1a. Edição, Inglaterra, 2001.

VASSILOPOULOS, A.P., MANSHADI, B.D., KELLER, T. Influence of the constant life diagram formulation on the fatigue life prediction of composite materials. **International Journal of Fatigue**, v.32, p.659–669, 2010.

WANG, X., CHUNG, D.D.L. Self-monitoring of fatigue damage and dynamic strain in carbon fiber plymermatrix composite**. Composites Part B**, v. 29B, p.63-73, 1998.

WEBER, I., SCHWARTZ, P. Monitoring bending fatigue in carbon-fibre/epoxy composite strands: a comparison between mechanical and resistance techniques. **Composites Science and Technology**, v.61, p.849–853, 2001.

WILLIAMS, M.L., LANDEL, R.F., FERRY, J.D. The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. Temperature dependence and relaxation mechanisms, p.3701-3707, 1955.

XIAN, X.J., CHOY, C.L. Fatigue fracture behavior of carbon-fiber-reinforced modified bismaleimide composites**. Composites Science and Technology**, v52, p.93-98, 1994.

XUE, L-Z., LI, K-Z.,JIA, Y., ZHANG, S-Y., CHENG, J. Flexural fatigue behaviour of 2D cross-ply carbon/carbon composites at room temperatures. **Materials Science and Engineering**, V. 634, doi: 10.1016/j.msea.2015.03.029, 2015.

ZHANG, J., PENG, L., ZHAO, L., FEI, B. Fatigue delamination growth rates and thresholds of composite laminates under mixed mode loading. **International Journal of Fatigue**, v.40, p.7–15, 2012.