

KYRLA OLIVEIRA FOGAÇA

**Avaliação dos efeitos ambientais nas propriedades
do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono**

Guaratinguetá - SP
2015

KYRLA OLIVEIRA FOGAÇA

**Avaliação dos efeitos ambientais nas propriedades
do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono**

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.

Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

Guaratinguetá - SP
2015

F655a	<p>Fogaça, Kyrlla Oliveira</p> <p>Avaliação dos efeitos ambientais nas propriedades do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono./ Kyrlla Oliveira Fogaça – Guaratinguetá : [s.n], 2014.</p> <p>64 f. : il.</p> <p>Bibliografia: f. 61-64</p> <p>Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2014.</p> <p>Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho</p> <p>1. Materiais compostos 2. Fibras de carbono 3. Poliamidas I. Título</p> <p style="text-align: right;">CDU 620.1</p>
-------	--

UNESP  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**

“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”

CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

KYRLA OLIVEIRA FOGAÇA

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

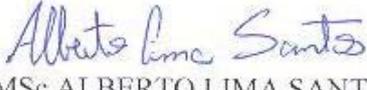
APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS


Prof. Dr. MIGUEL ANGEL RAMIREZ GIL
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. EDSON COCCHIERI BOTELHO
Orientador/UNESP-FEG


MSc NATASSIA LONA BATISTA
UNESP-FEG


MSc ALBERTO LIMA SANTOS
UNESP-FEG

Guaratinguetá – SP
2015

DADOS CURRICULARES

Kyrlla Oliveira Fogaça

NASCIMENTO 07.05.1991 – MOGI MIRIM / SP

FILIAÇÃO Francisco Carlos Fogaça
Irani da Pena Oliveira Fogaça

2010/2014 Curso de Graduação
Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista “Júlio de
Mesquita Filho” – Campus de Guaratinguetá.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a *Deus*. Agradeço pela minha vida, pelas oportunidades dadas e pelas decisões tomadas ao longo dos anos,

aos meus pais, *Francisco Carlos Fogaça* e *Irani da Penha Oliveira Fogaça* que sempre me incentivaram aos estudos e proporcionaram uma ótima educação junto com muito amor e zelo,

à minha irmã *Thayná Oliveira Fogaça* pelas alegrias, risadas juntas e companheirismo, aos meus avós *José Joaquim de Oliveira* e *Maria de Lourdes de Oliveira* e à memória de *Matilde Torres* pelos ensinamentos e cuidados,

ao meu orientador *Edson Cocchieri Botelho* por todo apoio ao longo da pesquisa contribuindo para crescimento técnico e pessoal,

à Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá FEG/UNESP e ao Departamento de Materiais e Tecnologia, no qual foi realizado esse trabalho. Às pessoas que me auxiliaram na pesquisa me acompanhando nos laboratórios como a *Natassia Batista*, *Alberto Santos*, *Ana Beatriz Moreira*, *Maria Cândida de Faria* e aos técnicos dos Laboratórios do Departamento de Materiais,

à sala da *materiais 010* pela convivência dos 5 anos na faculdade com ajuda nos estudos, pela amizade, companheirismo e churrascos,

à *República das Ursas* pelas experiências vividas, lições aprendidas e participação em eventos e festas. Grata pelo amadurecimento pessoal e criação de laços eternos de amizade,

à todos familiares e amigos que de maneira direta ou indireta, me ajudaram a dar esse passo importante na nossa vida,

À *FAPESP* pelo auxílio financeiro a partir da concessão da bolsa de Iniciação Científica com vigência (processo nº 2011/21221-0).

“Nada há como começar para ver como é árduo concluir.”

Victor Hugo

“A menos que modifiquemos a nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo.”

Albert Einstein

FOGAÇA, K.O. **Avaliação dos efeitos ambientais nas propriedades do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono**. 2015. 64 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

RESUMO

Este trabalho de graduação fez estudo do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono, desde seu processamento, a caracterização das suas principais propriedades. Além de avaliar a influência da temperatura, radiação UV, névoa salina e da umidade nestas propriedades (mecânica e viscoelástica). Para se atingir este objetivo, primeiramente o compósito foi processado a partir da moldagem por compressão a quente, utilizando variáveis conhecidas do processo e usando o método empírico para encontrar o melhor valor para outros parâmetros. O método de processamento por moldagem foi escolhido por ser comum em compósitos com o intuito de se avaliar a influência da cristalinidade das propriedades que influenciam no comportamento mecânico e viscoelástico de laminados. A partir do laminado obtido, corpos de prova foram submetidos a condicionamentos ambientais, tais como: câmara higrotérmica, ultravioleta, névoa salina e choque térmico. Em outra etapa, o efeito proveniente por estes condicionamentos foram avaliados por microscopia óptica, ultrassom, análises dinâmico mecânica e ensaios de vibração. Este projeto foi realizado no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP em Guaratinguetá, onde todos os equipamentos e técnicas para a execução deste projeto encontraram-se disponíveis. Após os ensaios comprovou-se a aplicabilidade do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono em aplicações aeronáutica com resistência as principais influências climáticas.

PALAVRAS-CHAVE: poliamida 6,6/fibra de carbono, condicionamento ambiental, ensaios mecânicos, moldagem por compressão a quente.

FOGAÇA, K.O. **Evaluation of environmental effects on the properties of the composite polyamide 6.6/carbon fiber. 2015.** 64 f. Graduation Work (Graduate in Materials Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

ABSTRACT

This graduation work done study of polyamide 6.6/composite carbon fibres, since its processing, characterization of the main properties. Besides the influence of temperature, UV radiation, salt spray and moisture on the mechanical and viscoelastic behavior. To achieve this goal, the first composite was processed from the heat compression molding using known variables of the process and using the empirical method to find the best value for other parameters. The method processing molding was chosen because it common in composites processing in order to evaluate the influence of crystallinity of the properties that influence the mechanical and viscoelastic behavior laminates. From the obtained laminate specimens were evaluated in weathering, such as: in hygrothermal chamber, UV, salt spray and thermal shock. In another step, the effect produced by these constraints were evaluated by optical microscopy, ultrasound, dynamic mechanical analysis and vibration tests. This project was conducted at the Department of Technology and Materials of UNESP in Guaratingueta, where all the equipment and techniques for the implementation of this project met available. After the tests proved the applicability of the composite polyamide 6.6/carbon fibers in aeronautical applications with resistance the main climatic influences.

KEYWORDS: polyamide 6,6/carbon fiber, environmental weathering, mechanical tests, heat compression molding.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Evolução da importância relativa dos diversos materiais.	14
Figura 2 - Uso de compósitos em aeronaves da Boeing e Airbus.	15
Figura 3 - Estrutura química básica da poliamida 6,6.	16
Figura 4 - Diagrama dos diferentes tipos de processamento de compósitos.	23
Figura 5 - Processamento onde (a, b) representam os mecanismos de escoamento do polímero fundido e (c, d) a acomodação.	24
Figura 6 - Representação da metodologia deste trabalho.	26
Figura 7 –(a) Poliamida 6,6 na forma de grânulos, (b) tecido de fibra de carbono.	26
Figura 8 – Compósito de referência (a) placa, (b) cdp.	27
Figura 9 - Parte inferior e superior do molde usado na prensa.	28
Figura 10 - Vista geral da prensa hidráulica (a) e das placas de aquecimento (b).	29
Figura 11 - Equipamentos dos condicionamentos ambientais: (a) câmara de choque térmico; (b) câmara de UV; (c) câmara do condicionamento higrotérmico; (d) câmara de névoa salina.	31
Figura 12 - Imagens com os equipamentos usados para caracterizar do compósito (a) ultrassom; (b) MEV; (c) digestão ácida; (d) FT-IR.	33
Figura 14 - Material após o teste 1: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.	37
Figura 15 - Material após o teste 2: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.	38
Figura 16 - Material após o teste 3: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.	39
Figura 17 - Material após o teste 4: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.	41
Figura 18 - Material após o teste 5: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.	42
Figura 19 - Taxas de aquecimento para o ensaio 4 (azul) e ensaio 5 (vermelho).	43
Figura 20 - Curvas de resfriamento rápido (azul) e resfriamento lento (vermelho).	44
Figura 21 - Análises de ultrassom (a) compósito de referência, (b) compósito do teste 4.	45
Figura 22 - Microscopias com aumento (a) 16x, (b) 32x do compósito após o ensaio de ILSS.	45
Figura 23 - MEV na amostra sem condicionamento com aumento de 500x, (a) mostra a orientação das fibras e (b) mostra a matriz.	46
Figura 24 - Nível de absorção de umidade em amostras de poliamida 6,6/fibras de carbono.	48
Figura 25 - MEV da amostra do condicionamento higrotérmico com ampliação de 500x.	49
Figura 26 - MEV da amostra submetida ao condicionamento por choque térmico com ampliação de 500x.	52
Figura 27 - Espectroscopia no infravermelho na amostra de referência, 400h, 600h e 1200h sobrepostas.	54
Figura 28 - MEV da amostra de UV 400 horas com ampliação de 500x.	55
Figura 29 - MEV da amostra de UV 600 horas com ampliação de 500x.	55

Figura 30 - MEV da amostra de UV 1200 horas com ampliação de 500x.	56
Figura 31 - MEV da amostra de névoa salina com ampliação de 500x.	57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades físicas das poliamidas.	17
Tabela 2 - Propriedades da fibra de carbono.	18
Tabela 3 - Parâmetros empregados no processamento por compressão a quente.	36
Tabela 4 - Resultados dos ensaios com higrotérmico.	50
Tabela 5 - Resultados dos ensaios de choque térmico.	51
Tabela 6 - Resultados dos ensaios com radiação ultravioleta.	53
Tabela 7 - Resultados dos ensaios com névoa salina.	57

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AC	Antes de Cristo
ASTM	Sociedade Americana para Testes e Materiais
CV	Grau de Cristalinidade
DMA	Análise térmica dinâmico-mecânica
DMT	Departamento de Materiais e Tecnologia
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
E	Módulo de Elasticidade ou Módulo de Young (GPa)
E'	Módulo de Armazenamento (GPa)
E''	Módulo de Perda (GPa)
EMBRAER	Empresa Brasileira de Aeronáutica
FAPESP	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
FEG	Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá
FT-IR	Espectroscopia na região do Infravermelho com transformada de Fourier
G	Módulo de Cisalhamento (GPa)
ΔH_a	Entalpia de fusão
ΔH_f	Entalpia da amostra
ILSS	Interlaminar Shear Strength (resistência ao cisalhamento interlaminar)
k e n	Constantes
m	Massa (g)
MERCOSUL	Mercado Comum do Sul
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MO	Microscopia óptica
M_t	Ganho de massa com relação ao tempo (g)
M_∞	Ganho de massa no equilíbrio (g)
P	Pressão (MPa)
ρ	Densidade (g/cm ³)
PA	Poliamida
PEI	Poli-éter-imida
T	Transmitância (%)
t	Tempo (h)
τ	Tensão máxima de ruptura do material (MPa)
δ	Tensão de cisalhamento (MPa)
Tan D	Tangente de Perda
T_g	Temperatura de transição vítrea (°C)
T_m	Temperatura de fusão cristalina (°C)
μ	Coefficiente de Poisson
UNESP	Universidade Estadual Paulista
UV	Radiação Ultravioleta
V	Volume (%)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	13
1.1	JUSTIFICATIVA.....	13
1.2	OBJETIVO.....	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	14
2.2	ESTUDO APROFUNDADO DO COMPÓSITO	15
2.2.1	Poliamida.....	15
2.2.2	Fibra de carbono.....	18
2.2.3	Compósito de poliamida 6,6 / fibra de carbono	18
2.3	CONDICIONAMENTOS AMBIENTAIS.....	19
2.4	INFLUÊNCIA DA CRISTALINIDADE.....	21
2.5	PROCESSAMENTO DE COMPÓSITOS.....	22
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	25
3.1	MATERIAIS.....	26
3.2	MOLDAGEM POR COMPRESSÃO A QUENTE	27
3.3	CONDICIONAMENTOS AMBIENTAIS.....	30
3.4	CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO	31
3.5	ENSAIO MECÂNICO, VIBRAÇÃO E TÉRMICO	33
4	RESULTADOS.....	35
4.1	RESULTADOS DOS LAMINADOS PROCESSADOS POR COMPRESSÃO A QUENTE.....	35
4.2	CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO	44
4.3	CONDICIONAMENTO AMBIENTAL	47
4.3.1	Higrotérmico	47
4.3.2	Choque térmico.....	50
4.3.3	Radiação ultravioleta	52
4.3.4	Névoa salina	56
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	58
5.1	CONCLUSÃO.....	58
5.2	PRODUÇÃO CIENTÍFICA GERADA POR ESTE TRABALHO.....	59
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	61

1 INTRODUÇÃO

1.1 Justificativa

Atualmente, existe uma grande diversidade de materiais disponíveis para uso em engenharia, atendendo às mais diversas aplicações do mercado. Desta forma, muitas das novas tecnologias necessitam de materiais com combinações não usuais de propriedades que são encontradas em ligas metálicas convencionais, cerâmicas e materiais poliméricos. Dentro desse contexto, os compósitos poliméricos apresentam-se resultado deste interesse em materiais de engenharia não convencionais atendendo a diversas necessidades do mercado (LIMA, 2008; NETO, 2006).

Os compósitos estruturais são materiais de engenharia constituídos de fibras de reforço, com orientação definida ou não, dispersas em uma matriz metálica, cerâmica ou polimérica. Devido à sua baixa massa específica (0,9 a 1,5 g/cm³), excelentes propriedades mecânicas e por conferir ao projetista a flexibilidade de produzir peças complexas com propriedades locais específicas, os compósitos vêm a cada ano conquistando mais espaço em aplicações como material de engenharia (SHACKELFORD, 2010; CALLISTER, 1991).

Os compósitos são considerados materiais recentes, pois seu reaparecimento ocorreu no século XX. Existe uma gama enorme de possibilidades de combinações entre matriz e reforço e outras tantas que ainda não foram estudadas. Esse trabalho propõe conhecer sob o ponto de vista mecânico e viscoelástico as características do compósito poliamida 6,6/fibra de carbono considerando as influências climáticas.

1.2 Objetivo

Este trabalho possui dois objetivos principais:

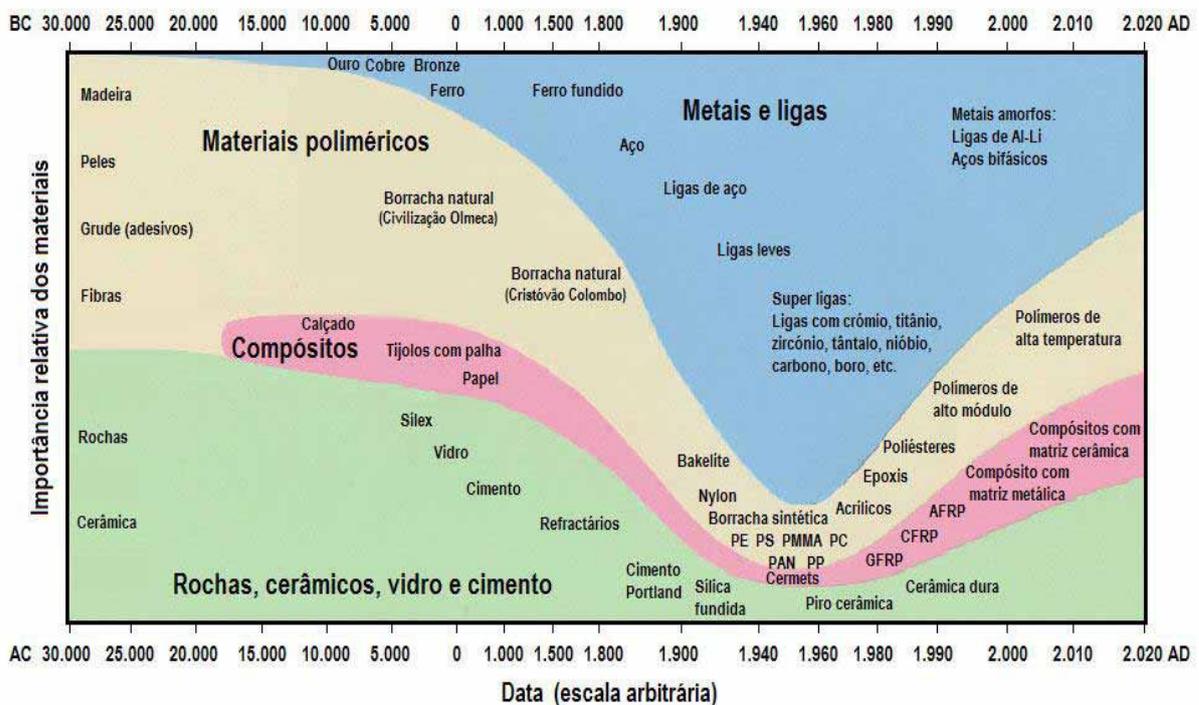
- Processamento por moldagem por compressão a quente de compósitos de poliamida 6,6/fibras de carbono com diferentes graus de cristalinidade, com posterior caracterização do compósito.
- Avaliação das propriedades mecânicas, viscoelásticas e térmicas do compósito de poliamida 6,6/fibra de carbono antes e após a realização de diversos condicionamentos ambientais, tais como: radiação ultravioleta, névoa salina, higratérmico e choque térmico.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Considerações iniciais

O estudo dos materiais se faz necessário, pois a história do homem está interligada com a evolução dos materiais, como apresentado na Figura 1. No começo da Pré-História a humanidade utilizava apenas materiais poliméricos (como madeira e pele) e cerâmicos (como rochas) (NAVARRO, 2006).

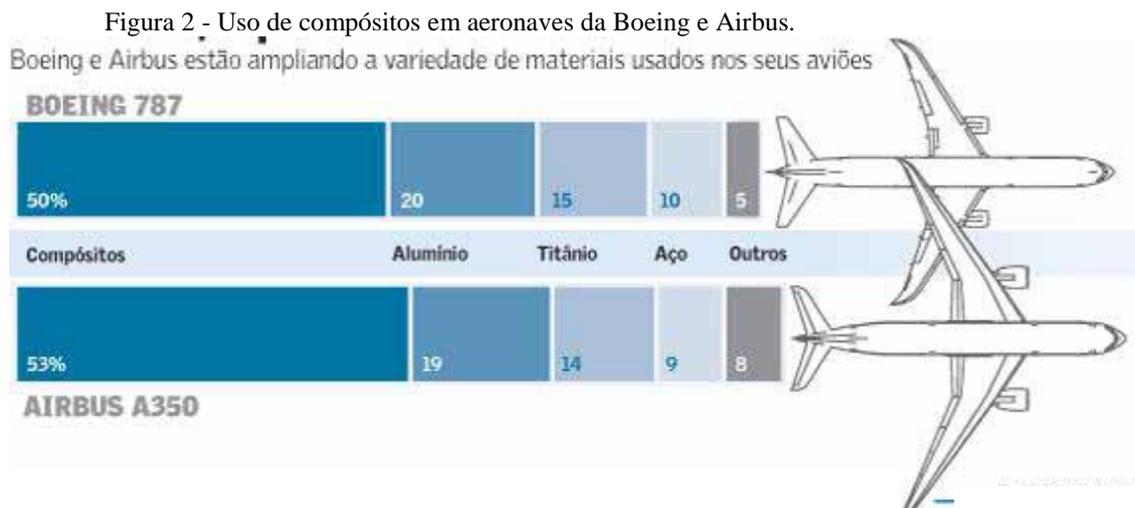
Figura 1 - Evolução da importância relativa dos diversos materiais.



Os compósitos surgiram em meados de 15000 AC com o uso de recursos naturais como tijolos e alguns papéis. Com o passar do tempo os materiais foram evoluindo e a facilidade de oferta e processamento dos metais e suas ligas durante a Revolução Industrial fez com que o uso de compósitos reduzisse entre os anos de 1800 a 1940 (CAETANO, 2011).

O resurgimento dos compósitos aconteceu no início do século XX com estruturas sintéticas leves para soluções técnicas (polímeros reforçados com fibras) e se impulsionou quando foi direcionado para aplicações automobilísticas e aeronáuticas, se tornando competitivo no mercado em relação a todos os outros materiais (VENTURA, 2009; YOUNG, 1991).

Recentemente, a indústria aeronáutica tem despertado grande interesse na utilização de compósitos termoplásticos, devido a estes serem materiais fusíveis e solúveis, podendo sofrer transformações físicas reversíveis. No setor aeronáutico, pode ser citada a sua utilização na obtenção de componentes internos e nervuras de asas em aeronaves da Boeing, portas de trens de pouso, painéis de piso, superfícies móveis como elevadores em aviões da Fokker, radome do Hércules, flapes, entre outras. Hoje, várias aeronaves civis e militares como as produzidas pela Embraer, Boeing (787 Dreamliner) e Airbus (A350) utilizam entre 15 a 30% de compósitos termoplásticos como componentes estruturais em suas aeronaves comprovando a alta procura por materiais compósitos (Figura 2). Esses materiais ainda apresentam um custo elevado de processamento quando comparados aos compósitos termorrígidos, o que torna necessário um estudo de técnicas para ampliar sua viabilidade econômica (ASHBY, 2007; RODRIGUEZ, 1996; CARTER, 1994).



Fonte: (BAKER, 2004)

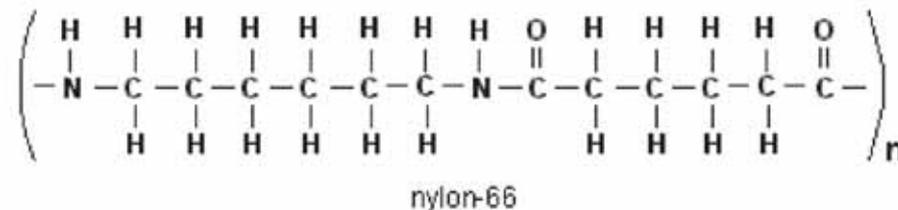
2.2 Estudo aprofundado do compósito

2.2.1 Poliamida

A partir das diversas matrizes que podem ser utilizadas na fabricação de compósitos termoplásticos, encontra-se a poliamida. Este é um polímero termoplástico semicristalino, que apresenta grande versatilidade de sua utilização. Dentre as vantagens de seu uso encontram-se: excelentes resistências à tração, ao impacto e ao rasgamento; elevada resistência a

solventes orgânicos e hidrocarbonetos; fácil processabilidade e baixo custo. A Figura 3 mostra a estrutura química básica da poliamida 6,6, utilizada neste trabalho (CAMACHO, 2001).

Figura 3 - Estrutura química básica da poliamida 6,6.



Fonte: (CAMACHO, 2001).

Os grupos amida (NH-CO) presentes na poliamida 6,6 conferem elevados valores quanto às forças de atração intermolecular devido à presença das pontes de hidrogênio. O resultado dessa diferença confere maiores valores de rigidez, estabilidade dimensional e temperatura de fusão da poliamida se comparado a outros polímeros como o polietileno (RABELLO, 2000).

De modo geral, todas as famílias de poliamida apresentam boa combinação entre tenacidade e rigidez, com baixo coeficiente de atrito e elevadas resistências térmica (as temperaturas de fusão ficam acima dos 200°C e as de deflexão térmica (em carga baixa), superiores a 160°C) e química. Estas são também inertes a quase todos os tipos de óleos e solventes (RETO).

As matrizes termoplásticas têm continuamente se mantidas como uma alternativa de aplicação em estruturas, devido à sua maior tenacidade à fratura, maior resistência ao impacto e maior tolerância a danos em relação aos termorrígidos, além de apresentarem elevados valores de resistências à oxidação, ao calor, à radiação ultravioleta, à água e a solventes (NETO, 2006).

As propriedades finais específicas de termoplásticos são influenciadas pelo grau de cristalinidade, pela interação entre as fases, pela morfologia, pela concentração de cargas e pela orientação de rede polimérica, as quais são diretamente relacionadas às condições de processamento (CALLISTER, 1991).

Quando o polímero é altamente cristalino, a sua estabilidade dimensional é também elevada. As alterações que podem ocorrer em sua dimensão são devido às mudanças de temperatura, podendo estas ser estimadas a partir do coeficiente de expansão térmica. Essas

variações são importantes para a determinação de parâmetros tais como temperaturas de fusão cristalina (T_m) e de transição vítrea (T_g) (VICENTE, 2009).

A temperatura de fusão cristalina é a energia necessária para vencer as forças intermoleculares, uma vez que durante o aquecimento ocorre o desaparecimento das regiões cristalinas, ficando o polímero no estado viscoso. Já a temperatura de transição vítrea mostra que acima de sua T_g o material fica menos rígido, tem maior mobilidade entre os grupos laterais e podem haver mudanças dimensionais assim como de suas propriedades térmicas e mecânicas (VICENTE, 2009).

A limitação de termoplásticos à base de matrizes poliamídicas consiste, principalmente, na absorção de umidade, que pode comprometer sua estabilidade dimensional, atuando esta como plastificante no processamento e diminuindo as propriedades mecânicas desta matriz polimérica. As poliamidas formam ligações de hidrogênio entre os grupos amida e carbonila, porém, a água pode ligar-se aos grupos amida, formando ligações de hidrogênio e aumentando a mobilidade das cadeias poliméricas. Este aumento da mobilidade destas cadeias favorece a redução na temperatura de transição vítrea devido ao processo de plasticização desta matriz (PAIVA, 2006).

Dentre as matrizes termoplásticas atualmente disponíveis, a poliamida é a que aceita maior número de modificações e combinações, permitindo compor extensa variedade de formulações devido às suas propriedades apresentadas na Tabela 1 (RETO).

Tabela 1 - Propriedades físicas das poliamidas.

Propriedade	Unidade	Valor
Densidade	g/cm ³	1,14
Temperatura de trabalho	°C	-30 a 120
Absorção de água	%	2
Dureza	Escala D	100
Estado (20° C)	-	Demasiado duro
Limite de contração (escala de Newton)	N/cm ²	77/84
Coefficiente de Poisson	-	0,39
Módulo de elasticidade	GPa	40 a 50
Módulo de cisalhamento	GPa	2,3 a 5,5
Massa molar média	g/mol	5000 a 20000
Ponto de fusão	°C	265
Temperatura de transição vítrea	°C	40 a 60

Fonte: (RETO)

2.2.2 Fibra de carbono

Nos compósitos poliméricos o reforço fibroso é o principal constituinte e ocupa a maior fração em volume deste material. Quando utilizado em aplicações estruturais, ele é o principal responsável pela resistência ao carregamento mecânico, portanto, possui maior influência sobre as propriedades mecânicas, quando comparado à matriz (VARELIDIS, 1999).

Neste trabalho foram utilizadas fibras de carbono que conferem altas rigidez e resistência aos componentes que as utilizam. Seu desempenho estrutural depende da disposição das fibras em uma ou mais direções que são empilhadas em uma sequência de camadas definidas no projeto do compósito. Mas depende também da matriz, que em posições e orientações premeditadas, em frações volumétricas definidas, resulta na formação de um componente de elevado desempenho estrutural (PAIVA, 2006).

As fibras de carbono se destacam em aplicações estruturais em comparação a fibra de vidro por serem mais leves, terem maior resistência à tração e à compressão e por serem biocompatíveis (LEBRÃO, 2008). A Tabela 2 apresenta as principais características para esta classe de material.

Tabela 2 - Propriedades da fibra de carbono.

Propriedades	Vidro	Carbono
Densidade (g/cm ³)	2,45	1,77
Módulo de elasticidade longitudinal (GPa)	71	224
Módulo de elasticidade transversal (GPa)	71	14
Coefficiente de poisson	0,22	0,2
Módulo de cisalhamento (GPa)	30	14
Resistência à tração longitudinal (MPa)	3500	2100
Módulo de Young (GPa)	85	230

Fonte: (LEBRÃO, 2008)

2.2.3 Compósito de poliamida 6,6 / fibra de carbono

Dentro das diversas possíveis combinações entre matriz e reforço, o material de estudo desse trabalho é uma combinação entre a matriz polimérica de poliamida 6,6 com reforço contínuo fibroso de carbono visando alto desempenho devido a suas propriedades mecânicas

como elevada rigidez e baixa massa específica. Esse material compósito apresenta grande aplicabilidade, podendo incluir o setor aeroespacial em que o projetista tem controle sobre muitas das propriedades do material (YOUNG, 1991).

Dentre as principais vantagens e limitações para a utilização deste compósito, destaca-se o alinhamento aleatório ou orientado de reforços na fase dispersa que confere diferentes propriedades mecânicas em diferentes direções constituindo um meio anisotrópico. A anisotropia inerente aos materiais compósitos possuem aspectos negativos e positivos. Negativamente, destaca-se a dificuldade de previsão do comportamento mecânico, o que é consequência dos diversos modos de falha. Positivamente, há uma gama enorme de propriedades para se explorar.

Para que os compósitos termoplásticos atendam aos requisitos de serviços exigidos no setor aeronáutico, além de serem consideradas suas elevadas propriedades mecânicas, é de fundamental importância a avaliação de sua temperatura máxima de serviço. Esta, normalmente é definida a partir do conhecimento prévio da temperatura de transição vítrea (T_g), que pode ser determinada por DMA (análise térmica dinâmico-mecânica) (DE FARIA, 2008).

Em temperaturas acima da temperatura de transição vítrea, T_g , geralmente o polímero apresenta um comportamento viscoso, isto é, há um deslocamento contínuo das cadeias poliméricas quando submetidas a uma tensão constante. Em temperaturas abaixo da T_g , a viscosidade aumenta consideravelmente (MAYER, 2003).

2.3 Condicionamentos ambientais

Sabe-se que reproduzir todos os fatores agressivos e condições atmosféricas às quais os materiais estão sujeitos, é praticamente impossível. Mas os ensaios de condicionamentos ambientais têm como objetivo simular o ambiente real, em escala laboratorial, para avaliar o comportamento dos compósitos sob essas condições, assim como selecionar o material mais adequado para sua respectiva aplicação.

As técnicas de processamento e variações cíclicas de temperatura em materiais podem gerar tensões térmicas que, por sua vez, podem resultar no aparecimento e crescimento de trincas no material, afetando seu desempenho. Essa condição é conhecida como dano por choque térmico (MARQUES, 2010).

Tradicionalmente, os testes de choque térmico têm sido realizados com intuito de avaliar comparativamente os efeitos da variação cíclica de temperatura via indicadores de dano, tais como número de ciclos térmicos para causar trincas, perda de peso, redução da resistência mecânica e redução do módulo de elasticidade (QUINTELA, 2001).

Associado a este efeito, a radiação ultravioleta é um dos fatores mais efetivos para a degradação de materiais orgânicos a partir de reações de fotooxidação. Este consiste em um fator decisivo com respeito ao tempo de vida de polímeros que são expostos as intempéries. A radiação ultravioleta causa modificações químicas irreversíveis que afetam as propriedades mecânicas de materiais orgânicos. Essa degradação pode tornar os materiais quebradiços com perda de resistência e mudança de cor (CAVICCHIOLI, 2003).

A incidência dos raios de UV pode modificar as propriedades mecânicas pelo enrijecimento do material, devido à formação de ligações cruzadas ou até a formação de fissuras e trincas como resultado da exposição solar (CAVICCHIOLI, 2003).

Quando a exposição a temperatura e umidade relativa do ar ocorre em ciclos prolongados, onde a combinação da umidade com mudança de temperatura está presente, os efeitos produzidos são irreversíveis devido à afinidade da água por grupos funcionais específicos de matrizes poliméricas de natureza polar. Nesse caso, geralmente ocorrem alterações destrutivas na interface reforço/matriz polimérica, devido à degradação das prováveis interações físico-químicas existentes entre a resina e a fibra. Como consequência desse fato, ocorre o descolamento da fibra, provocando a delaminação do compósito com consequente redução das propriedades mecânicas e termofísicas do compósito (MARQUES, 2010, CUNHA, 2006).

O grau de reticulação e distribuição de massa molar permitem que os compósitos fabricados com fibras de carbono absorvam a umidade ambiental pelo processo de difusão. O teor de umidade absorvida pode degradar as propriedades dependentes da matriz e/ou da interface fibra/matriz, principalmente, em ambientes com temperaturas elevadas em que a transferência de moléculas aumenta e, conseqüentemente, à taxa de difusão de umidade também (CUNHA, 2006; DE FARIA 2008). O condicionamento higrotérmico consegue avaliar esse teor de umidade a partir do ganho de massa por absorção de umidade.

O mecanismo mais utilizado para a modelagem da difusão é a teoria clássica descrita pela 2ª lei de Fick, a qual é baseada na hipótese de que o fluxo de umidade é proporcional ao gradiente de concentração. Para o cálculo do ganho de massa em função do tempo, o material fica totalmente exposto, no qual o conteúdo de umidade e a temperatura são constantes (DE FARIA 2008).

O condicionamento por névoa salina é um método de condicionamento normalizado com o intuito de se avaliar a influência de ambientes de elevada salinidade em materiais, muitas vezes levando a um processo acelerado de corrosão. Para tanto, uma câmara que simula um ambiente marinho severo é empregada, com concentração de sal e temperatura controlados. Em se tratando de aplicações aeronáuticas, este ensaio é de grande interesse principalmente quando é considerado voos em regiões costeiras e próximos a regiões marítimas (YUN, 2006; SOUZA).

2.4 Influência da cristalinidade

A cristalinidade em polímeros pode ser definida como um arranjo ordenado tridimensional das estruturas macromoleculares dos polímeros. Os polímeros podem apresentar estruturas com algum grau de cristalinidade, mas na prática eles não atingem 100% de cristalinidade. As regiões cristalinas dos polímeros são denominadas cristalitos; alguns destes polímeros podem apresentar uma microestrutura com esferulitos, que são arranjos esféricos, birrefringentes, de cristais interligados com regiões amorfas, e que apresentam a forma de uma cruz de Malta quando observados em microscópios ópticos com luz transmitida e polarizada. Os esferulitos aparecem em função das condições de cristalização, que têm grande influência nas propriedades dos polímeros cristalinos (AGNELLI, 2002).

Os principais fatores que afetam a cristalinidade de matrizes poliméricas são a linearidade das macromoléculas, pois estes facilitam o empacotamento, a presença de um grupo lateral volumoso e a copolimerização, pois estes dificultam o empacotamento. Logo, os polímeros lineares se cristalizam mais facilmente que os ramificados.

Sabendo que as propriedades físicas, mecânicas e termodinâmicas de termoplásticos dependem do grau de cristalinidade e da morfologia das regiões cristalinas, quanto maior a cristalinidade, mais elevadas são algumas características físico-químicas como a densidade, a temperatura de fusão cristalina (T_m), e a temperatura de transição vítrea (T_g). Entretanto, com o aumento da cristalinidade, reduzem-se propriedades como resistência ao impacto ou a alongação a ruptura.

A presença de grupos polares na molécula do polímero não é uma obrigatoriedade para ocorrer o processo de cristalização, mas a presença de grupos polares favorece a aproximação das cadeias, resultando em uma maior cristalinidade. Assim a poliamida, por apresentar grupo polar carbonila (C=O), induz a formação de ligações de hidrogênio com o

hidrogênio da amida da cadeia vizinha, aumentando as forças de interações intermoleculares, aumentando por consequência a cristalinidade e a T_m (BOTELHO, 2002; DAVIS, 1996).

O grau de cristalinidade (CV) em polímeros pode ser calculado pela relação entre a (LOURENÇO, 1990) entalpia de fusão de uma amostra 100% cristalina (ΔH_f) e o da amostra a ser analisada (ΔH_a) representada pela equação 1.

$$CV = \frac{\Delta H_a}{\Delta H_f} \cdot 100\% \quad (1)$$

O elevado grau de cristalinidade de algumas poliamidas é o resultado de sua regularidade estrutural e do grande número de grupos funcionais amida, que permitem a formação de ligações de hidrogênio, as quais aumentam a interação entre as moléculas e promovem seu ordenamento. Uma homopoliamida como a poliamida 6,6, por exemplo, que é estruturalmente regular e tem uma grande quantidade de grupos amida, apresenta uma elevada temperatura de fusão (250-265°C) e rapidamente se recristaliza quando resfriada a partir do estado fundido (BOTELHO, 2002; LOURENÇO, 1990).

Diante do exposto, foram realizados diferentes processamentos em condições pré-determinadas, com o intuito de se obter diferentes graus de cristalinidade no compósito.

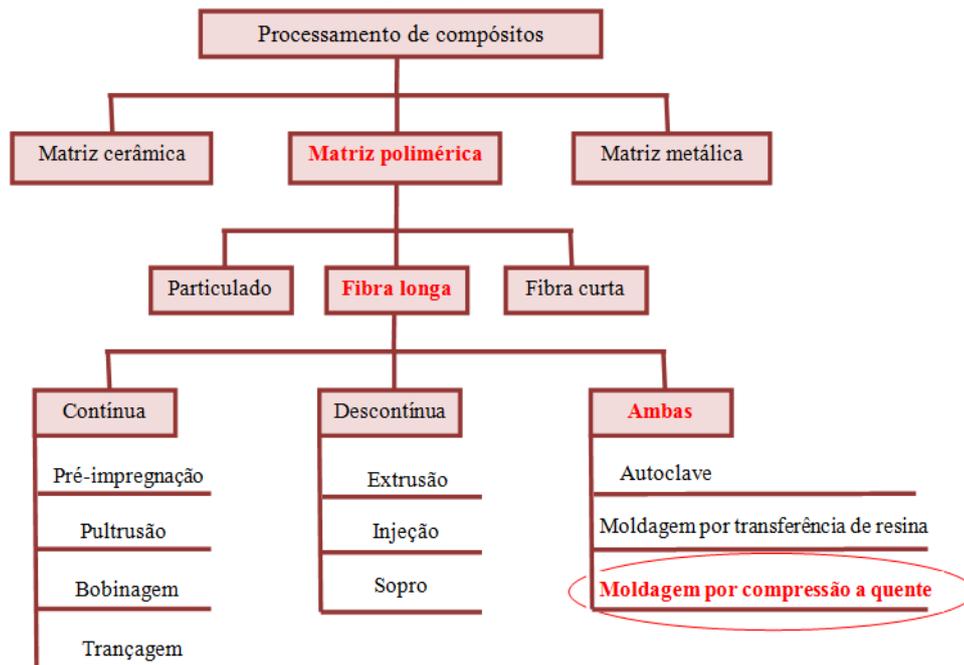
2.5 Processamento de compósitos

O conceito de processamento de compósitos estruturais é impregnar o reforço com uma determinada matriz, de forma que ao final do processo, o compósito, com geometria definida, esteja praticamente em condições de uso, ou seja, na fabricação de compósitos a necessidade de usinagem é mínima (REZENDE, 2011).

O estabelecimento do processo mais adequado para cada tipo de material é determinado pelo tipo de matéria prima, tipo de reforço (particulado, fibra longa ou curta), matriz (cerâmica, polimérica ou metálica), tipo de geometria do componente a ser obtido e principalmente para qual aplicação e esforço o material será exigido (BOTELHO, 2006; PHILLIPS, 1997).

A Figura 4 apresenta os processos de fabricação mais utilizados para a obtenção de materiais compósitos.

Figura 4 - Diagrama dos diferentes tipos de processamento de compósitos.



Fonte: (Elaborado pelo autor, 2014)

As diferenças nos processos de fabricação de compósitos poliméricos se devem aos processos de transformação físico-química a que estão sujeitas as matrizes durante a fase de moldagem. Enquanto que os termorrígidos são submetidos ao processo de cura, os termoplásticos são submetidos ao amolecimento e fusão para conformação na cavidade do molde e posterior solidificação (NETO, 2006; YUAN, 2001).

Os processos de fabricação correspondem de 50% a 60% do custo final do compósito (GOODSHALL, 2001) e por isso o assunto demanda significativa importância para estudos científicos. Neste trabalho, foi realizado o processo de moldagem por compressão a quente, um método que tem atraído o interesse das indústrias aeroespaciais e automobilística devido à elevada regularidade e ritmo de produção, associada a excelente qualidade do material final obtido. A utilização de prensas para moldagem de compósitos tem alto custo inicial, devido ao investimento imediato necessário em equipamentos do processo, porém a médio/longo prazo permite a produção de grandes volumes de produção.

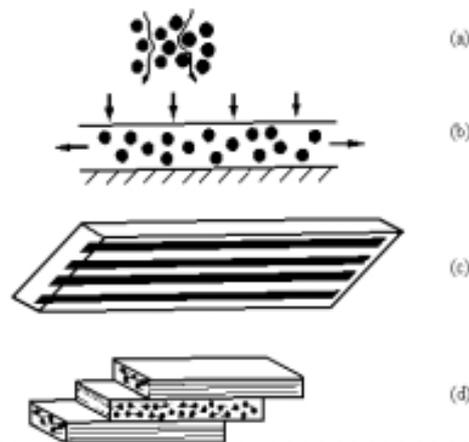
O processo de consolidação durante a produção dos compósitos envolve o aumento de pressão e temperatura que favorece as saídas de ar, voláteis para termorrígidos e o excesso de matriz polimérica do compósito. Essa etapa do processamento promove o contato e uma boa adesão entre os componentes (matriz e reforço), minimizando a quantidade de vazios no interior do compósito. Além dessas duas variáveis, outras influenciam no processo, por exemplo, as características do polímero (viscosidade), o tipo de pré-forma, geometria do

molde, permeabilidade por meio do reforço, a fração volumétrica de fibras (REZENDE, 2011; SANTANA, 2000).

O método adotado neste trabalho foi a de moldagem por compressão a quente. A moldagem pode ocorrer de forma manual ou automatizada e a prensagem pode ser efetuada em molde fechado ou aberto.

Na técnica de moldagem por compressão a quente, o polímero fundido é pressionado através do material de reforço ocorrendo (a) a percolação do polímero através do material de reforço e (b) o escoamento do polímero fundido ao longo do plano do material de reforço. Nos termoplásticos ainda ocorrem (c) o cisalhamento intralaminar ao longo da direção das fibras e (d) o deslizamento interlaminar das camadas, em diferentes orientações (NOGUEIRA, 1999; SANTANA, 2000). A Figura 5 ilustra os mecanismos de escoamento envolvidos neste processo.

Figura 5 - Processamento onde (a, b) representam os mecanismos de escoamento do polímero fundido e (c, d) a acomodação.



Fonte: (NOGUEIRA, 1999)

A capacidade de aquecimento do ferramental de moldagem é função da potência dissipada pelas resistências elétricas, da eficácia da isolação térmica do ferramental e da massa de metal, que constitui a matriz de moldagem. Ressaltando que o balanço entre aquecimento do ferramental até temperatura máxima, a dissipação de calor para o ambiente e a energia necessária para fundir o polímero termoplástico são os fatores que controlam o tempo de processamento e de exposição do polímero à temperatura máxima diminuindo, assim, a possibilidade de degradação térmica do material (NOGUEIRA, 1999).

Suas principais vantagens encontram-se na precisa localização do reforço, controle da quantidade de matriz durante o processo de consolidação e as superfícies bem acabadas da

peça a ser produzida reduzindo a usinabilidade da peça final (REZENDE, 2011). Seu método de processamento garante replicabilidade dos resultados garantindo maior confiabilidade.

2.5.1 Efeitos da moldagem por compressão a quente

As matrizes termoplásticas apresentam T_m relativamente alta ($PA=265^\circ C$) (KOHAN, 1995). Por isso, é importante estabelecer parâmetros adequados de processamento para garantir o sucesso do processamento.

Como todo tipo de processamento de compósitos, a prensagem também pode gerar falhas nos compósitos, por mecanismos intralaminares ou interlaminares (ANGÉLICO, 2009). No segundo caso destacam-se os modos de falha por delaminação em que as camadas adjacentes separam-se fisicamente devido a elevada intensidade de tensões ortogonais ao plano da lâmina.

Essas delaminações são causadas durante a deformação plástica do material, podendo ser estas um fator determinante nas propriedades mecânicas do compósito. Os tipos mais encontrados de defeitos na compressão a quente surgem devido à força de prensagem que são: a distorção da rede das fibras e o de falhas de empilhamento.

A dificuldade de previsão dos modos de falha devido a anisotropia inerente ao material reflete-se na confiabilidade dos componentes fabricados, implicando no uso de elevados coeficientes de segurança, subutilizando as potencialidades do mesmo (ANGÉLICO, 2009).

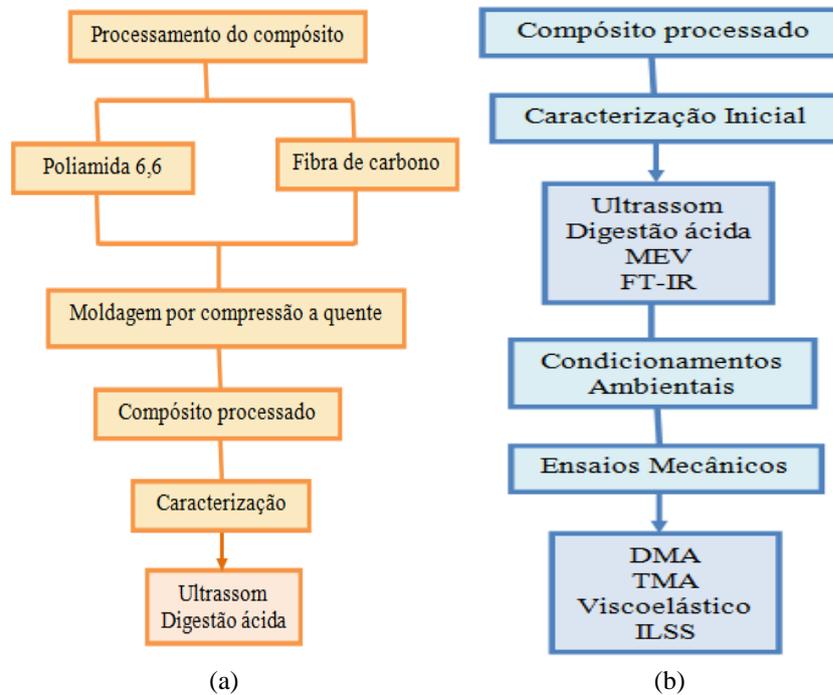
Durante a prensagem, a aplicação de um valor de pressão adequado é necessária, de forma a garantir a penetração da matriz através do reforço, favorecendo sua impregnação homogênea, pois impregnações heterogêneas podem resultar em compósitos com propriedades finais reduzidas (LORUSSO, 2010; GAO, 2001). Assim, serão considerados todos os parâmetros para o estudo da cristalinidade no processamento do compósito de poliamida 6,6/fibra de carbono.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia de ensaios e caracterização neste trabalho está representada de forma esquemática. A 1ª etapa foi o processamento do compósito Figura 6 (a) e a 2ª etapa foram os

condicionamentos ambientais seguidos de ensaios mecânicos com o compósito de referência Figura 6 (b).

Figura 6 - Representação da metodologia deste trabalho.



Fonte: (Elaborado pelo autor, 2014)

3.1 Materiais

As vantagens do uso poliamidas estão em seu baixo custo, além de serem de fácil manipulação e apresentarem boas propriedades mecânicas quando reforçadas por fibras de carbono. Neste trabalho esta matriz termoplástica foi utilizada na forma de grânulos (pellets) provenientes da Rhodia de Santo André, Figura 7 (a). Estes grânulos foram moídos em parceria com a Universidade de São Paulo em um moinho disponível na Faculdade de Engenharia de Lorena.

Como reforço, utilizou-se fibras de carbono na forma de tecido, tipo *plain weave*, com 3000 filamentos fornecidos pela empresa Hexcel Composites. Este tecido foi cortado em quadrados de 7cm acompanhando as dimensões do molde utilizado durante o processo de moldagem por compressão a quente, Figura 7 (b).

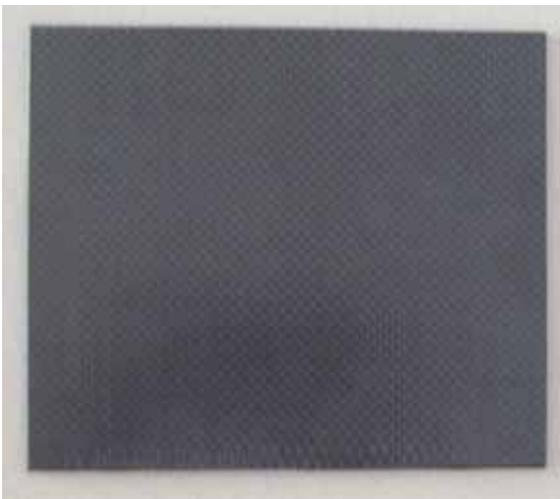
Figura 7 –(a) Poliamida 6,6 na forma de grânulos, (b) tecido de fibra de carbono.



(a) (b)
Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

Neste trabalho também foi utilizado um compósito pronto que será considerado como referência, apresentada na Figura 8 (a). Tal placa foi ensaiada nos diferentes ensaios mecânicos, Figura 8 (b), para ter uma comparação com os compósitos produzidos no decorrer deste trabalho.

Figura 8 – Compósito de referência (a) placa, (b) cdp.



(a)

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)



(b)

3.2 Moldagem por compressão a quente

No processo para a obtenção do pré-impregnado termoplástico primeiramente aplicou-se duas camadas de desmoldante, Polidesmo 55, utilizado para altas temperaturas em um molde com cavidade quadricular 7cm x7cm, como mostrada na Figura 9.

Figura 9 - Parte inferior e superior do molde usado na prensa.



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

A técnica de processamento empregada foi a moldagem por compressão a quente cuja prensa hidráulica foi adquirida a partir do projeto regular da FAPESP 2011/09062-3 com o intuito de se avaliar a influência da cristalinidade nas propriedades térmicas e mecânicas dos laminados.

A prensa, Figura 10 (a, b), modelo da Carver, encontra-se disponível no Laboratório de Metalurgia do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia da UNESP, campus de Guaratinguetá. Esta prensa contém placas com aquecimento resistivo com controle eletrônico.

Figura 10 - Vista geral da prensa hidráulica (a) e das placas de aquecimento (b).



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

A próxima etapa realizada foi o posicionamento dos tecidos de fibra de carbono no seu interior da cavidade do molde intercalando com camadas de poliamida, iniciando com uma primeira camada com fibra de carbono para depois depositar o polímero em pó. No final foi construída uma estrutura com empilhamento alternado de 15 camadas de poliamida em pó sobre 15 camadas de tecido de fibra de carbono. Então o molde foi fechado de forma a não induzir nenhuma pressão desigual sobre uma determinada região das placas.

A prensa foi ligada e programada com a temperatura adequada para ocorrer a fusão do matriz polimérica (em torno de 40 a 60°C a mais que sua T_m). A prensa foi fechada de maneira a aplicar uma pressão de pré-compactação do polímero para diminuir a presença de ar nas matérias primas. O sistema foi aquecido a uma taxa de aquecimento de 10 °C/minuto até atingir os valores máximos de temperatura programados. Quando alcançada essa temperatura, foi aplicada pressão no material mantendo por mais 1 hora naquelas condições para garantir a fusão de toda a matriz polimérica. Após esse tempo, foi acionado o sistema de resfriamento, composto de ar e água, até a temperatura ambiente com duas taxas de resfriamento diferentes, regulando a água de acordo com a necessidade. Durante a etapa de resfriamento, a pressão no sistema foi mantida a mesma. Quando o sistema chegou a temperatura ambiente, ocorreu a abertura da prensa e retirada do pré-impregnado termoplástico.

Para a determinação dos parâmetros (temperatura e pressão) mais adequados do processamento dos laminados de poliamida 6,6/fibras de carbono, foram levados em

consideração as temperaturas de processamento da matriz termoplástica poliamida 6,6 e as características do ferramental de moldagem. Os parâmetros utilizados durante este processamento foram baseados em trabalhos disponíveis em literatura segundo BOTELHO (2002) e NOGUEIRA (1999).

3.3 Condicionamentos ambientais

No condicionamento por choque térmico dos corpos de prova foi utilizado um equipamento da marca Envirotronics, modelo TSV.5-2-2-2-AC, Two zone vertical Thermal Shock, disponível no laboratório de condicionamento ambiental do DMT. Este equipamento possui duas câmaras, sendo a superior responsável por elevadas temperaturas (até 150°C) e a inferior por temperaturas baixas (até - 65°C). A comunicação entre estas câmaras é realizada a partir de um elevador vertical, permitindo a programação desejada das velocidades de subida, descida e do tempo de permanência em cada câmara. Para se determinar a resistência do compósito a variações bruscas de temperatura (-55°C a 80°C), as amostras foram submetidas ao número de 2000 ciclos, ficando condicionadas por um período não maior que 3 minutos, após a estabilização da temperatura, em cada câmara.

Para o condicionamento ultravioleta foi utilizada uma câmara de envelhecimento UV, também disponível no Laboratório de Condicionamento Ambiental da UNESP. Esse equipamento foi operado utilizando lâmpadas fluorescentes UVB com irradiância de 0,76W/m² a 313 nm, conforme especificado na norma ASTM G154, alternando entre ciclos de 8 horas de radiação UV e 4 horas de condensação. As amostras foram submetidas a um processo de envelhecimento por períodos de 400, 600 e 1200 horas e após este condicionamento, foram caracterizadas por FT-IR (espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier), disponível no Departamento de Física da Faculdade de Engenharia da UNESP, campus de Guaratinguetá.

Para o condicionamento higrotérmico dos corpos de prova, foi utilizada uma câmara de climatização computadorizada da marca Marconi, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT) da UNESP de Guaratinguetá, calibrada para manter, por monitoramento automático, o valor da temperatura com incerteza de 1%. A exposição higrotérmica em câmara de climatização é baseada na norma ASTM D 5229/D 5229 M-04 para materiais compósitos a serem submetidos a ensaios mecânicos na condição úmida. Os condicionamentos foram realizados utilizando-se 90% de umidade a 80°C.

Os corpos de prova também foram submetidos a condições salinas em uma câmara da EQUILAM, de acordo com a norma ASTM B 117-03. As amostras foram mantidas por 15 dias nesta condição, com posterior avaliação de mudanças em seu comportamento mecânico e viscoelástico.

A Figura 11 apresenta as imagens de todos os equipamentos utilizados ao longo deste trabalho para os condicionamentos ambientais.

Figura 11 - Equipamentos dos condicionamentos ambientais: (a) câmara de choque térmico; (b) câmara de UV; (c) câmara do condicionamento higrotérmico; (d) câmara de névoa salina.



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

3.4 Caracterização do compósito

A qualidade do processamento utilizado, a relação entre o teor de fibra/matriz do compósito e a composição dos grupos funcionais podem ser avaliados por técnicas de caracterização do como exemplo os ensaios de ultrassom, microscopia óptica, digestão ácida e

FT-IR, com todos os equipamentos disponíveis nos Laboratórios do Departamento de Materiais e Tecnologia e no Departamento de Física.

A análise de inspeção por ultrassom é realizada em amostras para avaliar a qualidade do processamento do compósito. O ensaio foi realizado em um equipamento modelo Reflectoscope S 80, da Automation Industries, com método pulso-eco de medição de transmissão passante de 10 MHz e cabeçotes Harisonic F-0512-P de 19,5 mm de diâmetro, utilizado em meio aquoso na varredura.

A caracterização por microscopia óptica (MO) foi realizada para investigar superficialmente a presença de vazios e/ou defeitos. Utilizou-se um microscópio óptico NIKON, modelo Epiphote 200.

Outras análises mais aprofundadas foram feitas no MEV sobre a dispersão de matriz e fibra. O equipamento usado foi o Zeiss, modelo DSM 950. Os seguintes parâmetros foram usados durante esta avaliação: varredura em baixo vácuo em atmosfera de N₂, velocidade de 8, 1500 kV, pressão igual a 55Pa, aberturas de 500 e 100 μm. Nenhuma das amostras sofreu ataque químico, somente foram limpas com acetona.

A digestão química da matriz é uma metodologia padronizada pela norma ASTM D 3171 que permite determinar o volume de fibras, matriz e vazios de um laminado. Ela consiste em um método simples para degradar a resina em um sistema de digestão a quente sem atacar fortemente as fibras.

O ataque ocorreu com 60 mL do ácido sulfúrico concentrado a uma temperatura de 150 °C da matriz polimérica. As fibras começaram a se desprender com 30 minutos de experimento e ao final de 4 horas toda matriz foi digerida restando somente fibras. Próxima etapa foi adicionar H₂O₂ (30 volumes) em quantidade suficiente para clarear a solução. Depois, as fibras foram colocadas em estufa por 2 horas a aproximadamente 200 °C para retirar qualquer umidade na estrutura para, em seguida, a massa de fibra ser pesada pelo princípio de Arquimedes.

A técnica de FT-IR é utilizada para a análise qualitativa e quantitativa de polímeros. Pode identificar os grupos funcionais específicos no polímero, assim como a concentração destes, consegue também observar com clareza as possíveis alterações na estrutura de ligações químicas dos cdp, ou seja, avaliar uma possível degradação estrutural.

A luz é refletida de modo que são recolhidos os espectros da amostra, sendo possível controlar essa operação de modo a mapear e coletar os espectros. As faixas de absorção num espectro infravermelho são frequências correspondentes às frequências de vibração do grupo funcional (TRENTINI; BOTELHO, 2002).

A Figura 12 apresenta os equipamentos usados citados para encontrar as principais características de um compósito a partir de ensaios não destrutivos e outros mais invasivos.

Figura 12 - Imagens com os equipamentos usados para caracterizar do compósito (a) ultrassom; (b) MEV; (c) digestão ácida; (d) FT-IR.



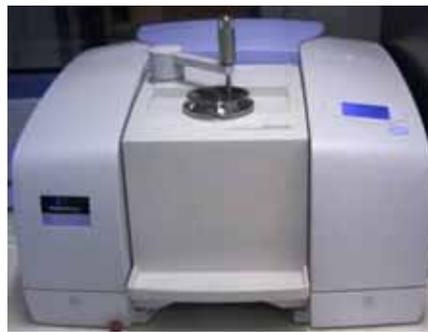
(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

3.5 Ensaio mecânico, vibração e térmico

Após os corpos de prova terem sido submetidos aos condicionamentos ambientais, estes foram avaliados a partir de ensaios mecânicos, de vibração e por análise térmica com o intuito de avaliar a influência destes condicionamentos em amostras com diferentes graus de cristalinidade.

Um dos ensaios realizados foi o de cisalhamento em três pontos (*short beam* ou ILSS) descrito na norma ASTM D2344, que é recomendado somente para avaliação e controle da qualidade dos materiais, por ser rápido na avaliação das condições de processamento dos compósitos e necessitar de pouco material de ensaio (COSTA, 200; STANDARD, 2000).

Nestes ensaios foram utilizados 5 corpos de prova com dimensões de 10,8 mm x 5,35 mm x 1,8 mm (comprimento x largura x espessura), para cada família de laminados

(diferentes condicionamentos), velocidade de aplicação de 1,5 mm/min e célula de carga de 50 kN. Muitas vezes, para matrizes termoplásticas, a falha interlaminar não ocorre devido ao caráter viscoelástico do material. Neste caso, o esforço se comporta como se fosse flexão e não cisalhamento.

Os métodos dinâmicos possuem a vantagem de empregar pequenas amostras e serem rápidos e não-destrutivos, o que possibilita o controle das propriedades viscoelásticas do material e sua variação, além da aplicação de baixas cargas. Com o auxílio de técnicas de análise térmica, como a análise térmica dinâmico-mecânica (DMA), pode-se estudar o efeito da temperatura controlada sobre um material polimérico e “prever” os efeitos da temperatura sobre as propriedades, conhecendo, por exemplo, a temperatura máxima de serviço que suporta o material (COSSOLINO, 2010).

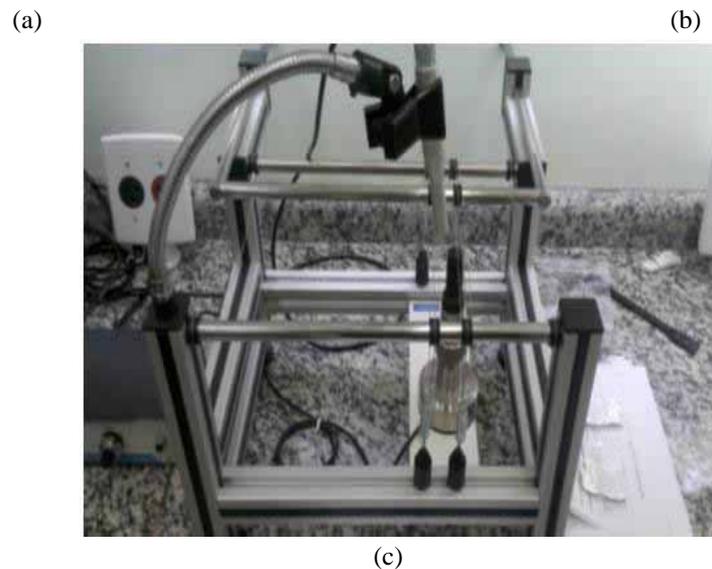
As condições em que os corpos de prova foram submetidos aos ensaios por DMA foram: 3 cdp de 60 mm x 10 mm x 1,8 mm, 1 Hz de frequência, força de 2000 N, amplitude de 10 mm, taxa de aquecimento de 3 °C/min em um intervalo de temperatura de 30 a 250 °C e outras amostras variando de 25 °C a 120°C (GIOLITO, 2004; LUCKERNBACH, 2010).

Outro método utilizado neste trabalho para a avaliação do desempenho mecânico dos laminados de poliamida 6,6/fibras de carbono foi o ensaio de vibração livre. Um dos princípios deste método consiste em calcular os módulos elásticos a partir das frequências naturais de vibração do corpo de prova e de seus parâmetros geométricos, assim o pulsador bate no lugar indicado emitindo uma vibração captada pelo microfone. Estas frequências, em conjunto com as dimensões e massa, possuem uma relação unívoca com os módulos elásticos. A caracterização não-destrutiva dos módulos elásticos e do amortecimento de materiais é baseada na técnica de excitação por impulso. A partir dos resultados provenientes das curvas obtidas por este ensaio, é possível determinar o módulo de elasticidade (E), módulo de cisalhamento (G) e coeficiente de Poisson (μ) dos corpos de prova ensaiados (ASTM E1876 – 09).

A Figura 13 apresenta os equipamentos usados para encontrar as principais propriedades a partir de ensaios destrutivos e não-destrutivos.

Figura 13 - (a) ensaio de ILSS em uma máquina universal de ensaios Instron; b) DMA da SII Nano technology Inc. modelo Exstar 6000 DMS 6100 e (c) ensaio de vibração a partir da utilização do equipamento Sonelastic.





Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

4 RESULTADOS

4.1 Resultados dos laminados processados por compressão a quente

4.1.1 Determinação dos parâmetros de processo

No total foram avaliadas 5 principais condições de processamento de moldagem a quente, variando a temperatura máxima de aquecimento, força aplicada, velocidade de resfriamento, número de camadas e proporção entre matriz e fibra.

Durante o processo de compressão a quente, o polímero termoplástico tem que estar totalmente fundido para percolar as fibras do reforço. Uma vez que a temperatura de fusão (T_m) da poliamida 6,6 é de 265°C, a temperatura programada para a realização da primeira

moldagem por compressão a quente foi de 315°C, ou seja, foi empregado um fator de segurança de 50°C. Também foi realizada uma moldagem a 325°C, ou seja, com a utilização de um fator de segurança de 60°C.

Nos testes seguintes (terceiro ao quinto), definiu-se que não havia necessidade de alcançar temperaturas tão altas e que seu excesso poderia danificar a qualidade final da matriz na prensagem, por isso, a temperatura máxima foi reduzida para 300°C, sendo esta suficiente para garantir que todo o polímero estivesse fundido.

Após esta primeira definição (temperatura de prensagem) foi avaliada a pressão necessária para o processamento efetivo do compósito.

Sabe-se que o valor da pressão pode variar de acordo com a matriz usada e como esta percola nas fibras de reforço. No primeiro teste foi usado 40% de poliamida (em volume) para 60% de fibra de carbono e uma pressão de 2,5 MPa. Neste teste foi observado que o laminado resultante apresentou-se seco, com excesso de fibras de carbono e com uma distorção do tecido do reforço. Desta forma, no segundo ensaio reduziu-se a pressão para 2,0 MPa, enquanto que a porcentagem de poliamida aumentou para 60% e a de fibra de carbono foi para 40% (sempre em volume).

A partir do terceiro teste até o quinto, foi mantida a proporção de 60% para matriz e 40% para fibra (em volume). No terceiro teste manteve-se pressão 2,0 MPa que ainda causou defeitos superficiais, assim, no quarto e quinto testes foi reduzido ainda mais a pressão para 1,5 MPa para conseguir uma prensagem mais homogênea entre todas as partes do molde; outra modificação foi a diminuição do número de camadas, nos 3 primeiros testes empregaram-se 15 camadas, como a poliamida 6,6 utilizada na pesquisa foi na forma de pó e o pó tem um volume maior que se fosse em forma de filme, ao final do empilhamento a altura do compósito ultrapassava o limite do molde, uma das possíveis causas para deformação das fibras de carbono, então diminuiu-se para 12 camadas no total.

A diferença entre os testes 4 e 5 foi a taxa de resfriamento empregada; enquanto no quarto teste foi realizado um resfriamento rápido (corrente de água e ar), no quinto teste foi realizado resfriamento lento (somente corrente de ar). A Tabela 3 apresenta os 5 testes.

Tabela 3 - Parâmetros empregados no processamento por compressão a quente.

Teste 1				
Parâmetros	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	% Poliamida/Compósito	Nº camadas
Poliamida	315	2,5	40	15

Teste 2

Parâmetros	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	% Poliamida/Compósito	Nº camadas
Poliamida	325	2,0	60	15

Teste 3

Parâmetros	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	% Poliamida/Compósito	Nº camadas
Poliamida	300	2,0	66	12

Teste 4 (rápido)

Parâmetros	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	% Poliamida/Compósito	Nº camadas
Poliamida	300	1,5	66	12

Teste 5 (lento)

Parâmetros	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	% Poliamida/Compósito	Nº camadas
Poliamida	300	1,5	66	12

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

4.1.2 Análise dos resultados

Estabelecidos os parâmetros, foram realizados primeiramente os testes 1 e 2 com diferença de 3 semanas entre estes. Os resultados do processamento são apresentados nas Figuras 14 e 15.

Figura 14 - Material após o teste 1: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.



(a)

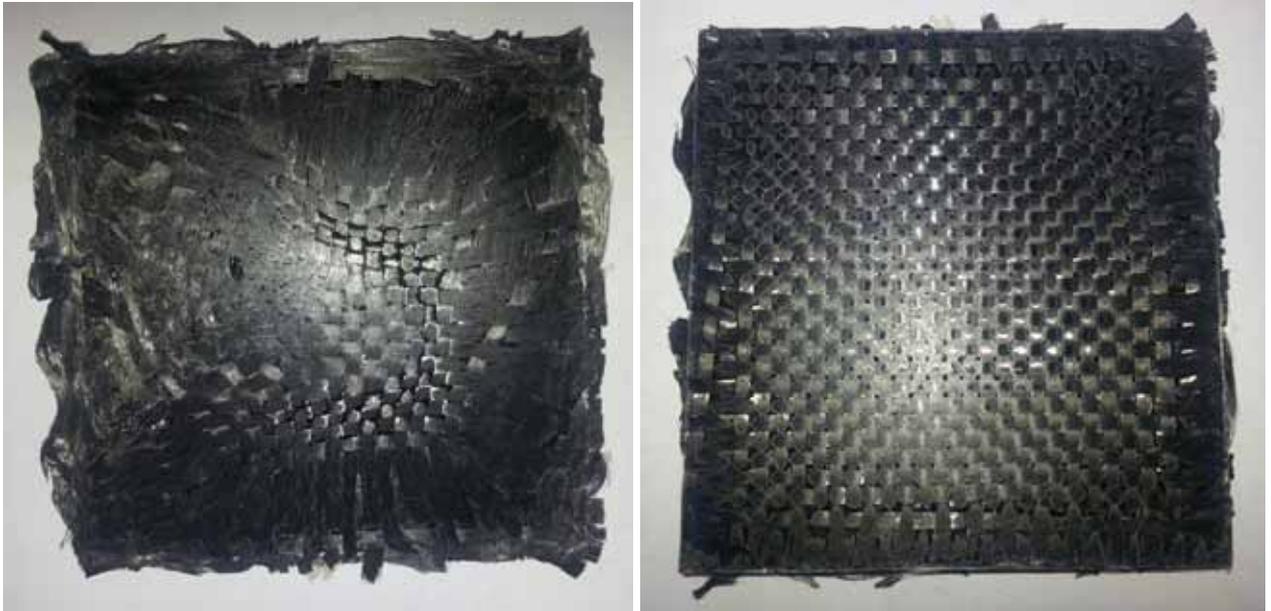
(b)



(c)

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

Figura 15 - Material após o teste 2: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.



(a)

(b)



(c)

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

A partir dos resultados encontrados pode ser observado que o laminado obtido pelo teste 1 (Figura 14 (a)) visualmente apresentou distorções nas fibras de carbono, que se deformaram criando tensões locais compressivas que se originaram de tensões externas cisalhantes.

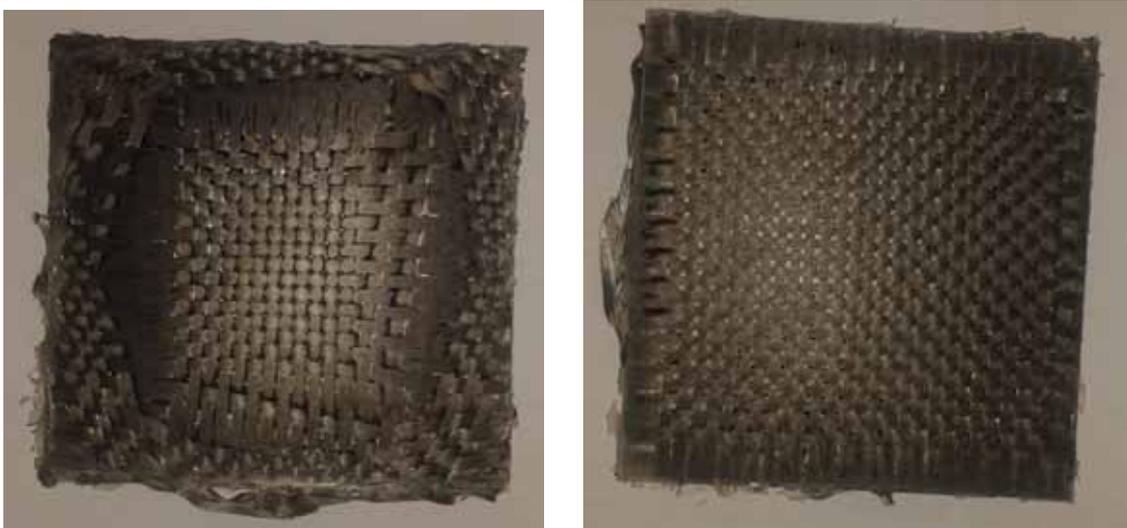
Ainda após este primeiro teste, foi observado que a matriz polimérica não penetrou eficientemente por entre as fibras de carbono, deixando algumas regiões de vazios, como observado na Figura 14 (c), e também apresentou porosidade na região inferior do laminado, Figura 14 (b). Este fato sugere que a matriz não estivesse totalmente fundida no momento em que foi aplicada a pressão ou que talvez a quantidade de poliamida utilizada neste teste tenha sido insuficiente (40% em volume).

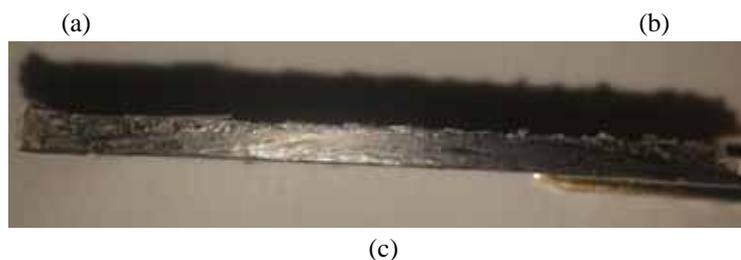
Após o ensaio 2, foi observado uma redução significativa de vazios e porosidade do compósito, Figura 15 (b) e (c), porém, o laminado ainda apresentou falhas provenientes da deformação do reforço utilizado.

O teste 3, foi realizado cerca de 4 meses depois do teste 2. Até esse ponto, muito foi estudado e discutido para justificar os cdps finalizados. O primeiro parâmetro alterado foi a temperatura, uma vez que não havia necessidade de chegar a temperaturas tão elevadas, pois após a T_m o material já estaria fundido. Desta forma, reduziu-se a temperatura para 300°C, e também o número de camadas empilhadas de 15 para 12 tentando evitar a compressão exagerada com deformação das fibras.

Complementando a mudança, acrescentou-se um excesso de 10% matriz no compósito totalizando 66% de poliamida para eventuais perdas durante a pesagem e espalhamento do pó nas camadas garantindo que a matriz percole por entre as fibras. Manteve-se pressão aplicada no molde de 1,5 MPa. Assim, como resultado obteve-se um compósito melhor compactado, a matriz percolou corretamente pelas fibras sem deixar porosidade na parte inferior, Figura 16 (b), com menos espaços vazios entre as camadas, Figura 16 (c), porém um dos lados do compósito apresentou fibras distorcidas e não bem definidas e distribuídas, Figura 16 (a).

Figura 16 - Material após o teste 3: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.





Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

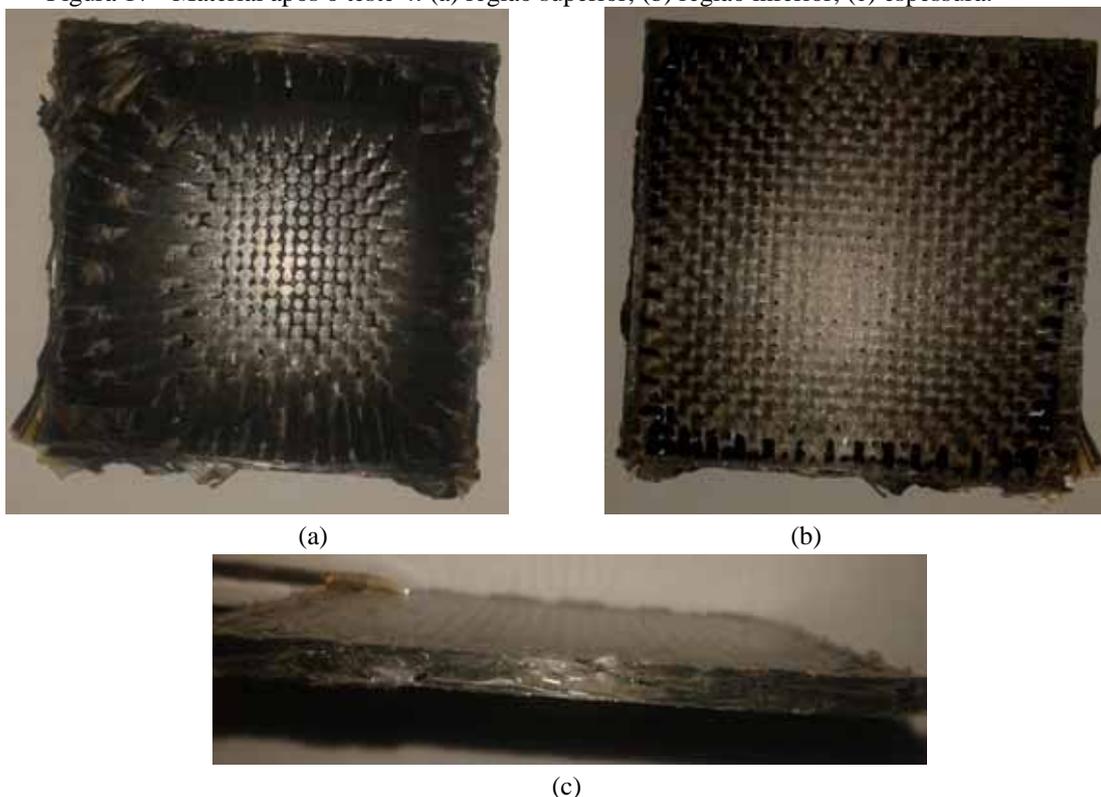
Por fim, chegou-se nos dois últimos testes realizados durante a pesquisa, sendo estes realizados com o objetivo de variar a taxa de resfriamento para avaliar a cristalinidade do material. Um ponto importante que deve ser mencionado é que apesar de ter sido acrescentado um volume mais elevado de matriz polimérica, esta durante a moldagem é perdida como efeito de borda. Após a realização de análises por digestão ácida, chegou-se a conclusão de que o volume final resultante de matriz neste processo foi em torno de 44% de matriz e 56% de fibra, ou seja, próximo ao volume encontrado nas amostras do compósito de poliamida 6,6/fibras de carbono utilizadas como referência.

O teste 4 foi realizado preservando-se os critérios que deram certo como temperatura e porcentagem de matriz no compósito, devido ao desvio das fibras nos ensaios anteriores, nesse diminuiu-se ainda mais a pressão aplicada para reduzir os efeitos negativos causados por esse parâmetro.

Alguns parâmetros da prensa podem ter influenciados as distorções nos ensaios realizados anteriormente. Por exemplo, a pressão aplicada pode ter excedido o limite tolerável e isso pode ter levado ao deslocamento das fibras ou a aplicação da pressão ser antes do momento mais adequado. Outra variável pode ter sido a elevada velocidade de aplicação da pressão o que ocasionou ao mau processamento.

Assim no 4º teste a pressão foi reduzida para 1,5 MPa aplicada de forma gradativa, a taxa de resfriamento promovida foi rápida, acionando as válvulas de ar e água. Houve uma evolução significativa nesse 4º teste, pois com os resultados anteriores não se conseguiu realizar ensaios nos cdp prensados, entretanto, nas amostras provenientes do teste 4 foi possível realizar ultrassom com resultados satisfatórios por conseguir uma maior compactação e percolação entre fibra e matriz, Figura 17 (b) e (c), apesar da existência do problema de deformação das fibras não ter sido totalmente solucionado, como visto na Figura 17 (a).

Figura 17 - Material após o teste 4: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.



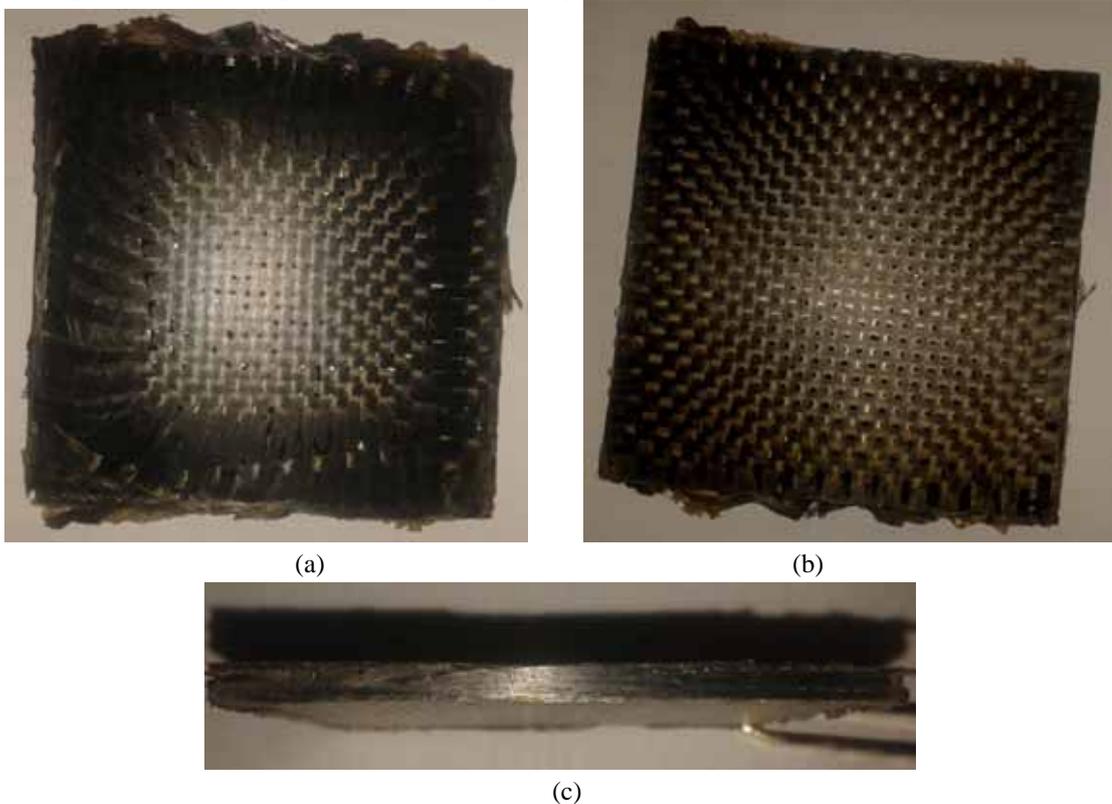
Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

No 5º teste, realizado 15 dias após o anterior, foi repetido os mesmos parâmetros do teste 4 com a diferença da taxa de resfriamento sendo anteriormente considerada rápida por envolver água e ar, nesse ensaio a prensa foi desligada e acionada somente a saída de ar caracterizando um resfriamento lento, o ar atmosférico envolvido na atenuação da temperatura no dia foi aferido em 18°C. Foram anotados os valores de tempo e temperatura para se traçar uma comparação entre os dois métodos de moldagem.

Os resultados dessa moldagem podem ser observados nas Figuras 18 (a) e (b) mostrando um melhor acabamento em ambos os lados (frente e verso), porém não se alcançou um resultado comparável com outros compósitos processados nessa mesma prensa hidráulica. O saldo positivo foi alcançado quando se analisa o condensamento das camadas na espessura do material sem lacunas vazias, Figura 18 (c), demonstrando uma compressão a quente bem sólida e consistente. Embora tenha aparecido a deformação do tecido, as amostras obtidas a

partir dos testes 4 e 5 puderam ser aproveitadas uma vez que a região central apresentou uma excelente qualidade.

Figura 18 - Material após o teste 5: (a) região superior; (b) região inferior; (c) espessura.



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

4.1.3 Análise da cristalinidade

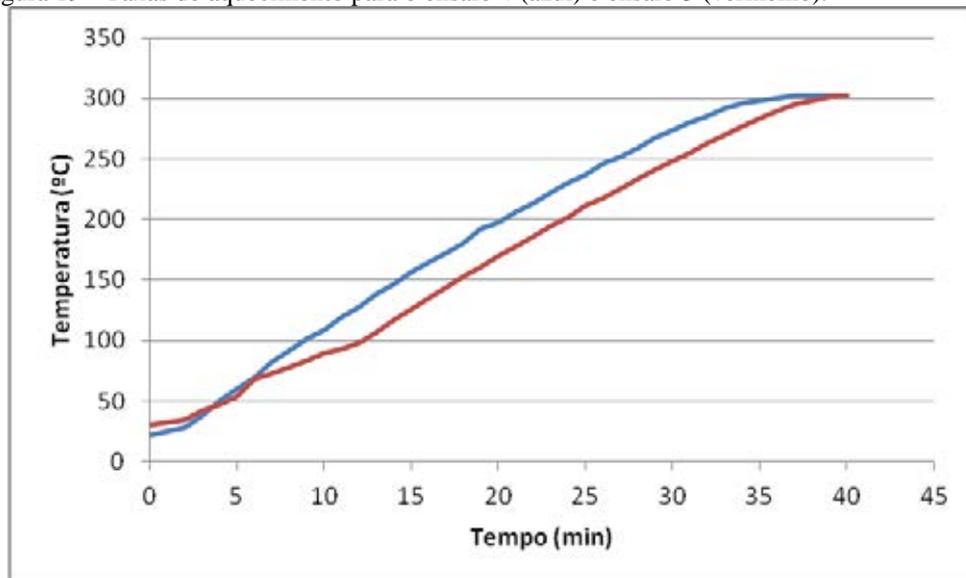
A poliamida 6,6 apresenta uma grande cristalinidade devido à sua simetria molecular (CARDOSO, 1994). A grande regularidade na estrutura cristalina da poliamida 6,6 resulta em um maior ponto de fusão quando comparado a outras poliamidas alifáticas, sendo aproximadamente 265 °C, possuindo entalpia de fusão (ΔH_a) de 64 ± 2 J/g e o valor de entalpia de fusão quando no estado 100% cristalino de (ΔH_f) de 196 J/g. Esses valores da literatura foram substituídos na equação abaixo para encontrar a taxa de cristalinidade. O valor encontrado para o grau de cristalinidade para a poliamida 6,6 inicialmente utilizado foi igual a 33%. Os processamentos 4 e 5 foram também simulados por DSC com o objetivo de se avaliar o grau de cristalinidade obtido em cada caso. Desta forma, foi observado que para a amostra de poliamida resfriada como na condição 4, sua cristalinidade foi de aproximadamente 31%, enquanto que a cristalinidade obtida para a amostra 5 foi de 43%.

$$CV = \frac{\Delta H_a}{\Delta H_f} \cdot 100\%$$

A partir dos testes 4 e 5 de moldagem por compressão a quente foram coletados dados para calcular a taxa de aquecimento e de resfriamento do processo.

A Figura 19 apresenta o gráfico com 2 curvas que ilustram a etapa de aquecimento do conjunto molde e compósito nos testes 4 e 5, os aquecimentos foram programados em situações semelhantes isso reflete em curvas similares com taxa de aquecimento de 7 °C/min.

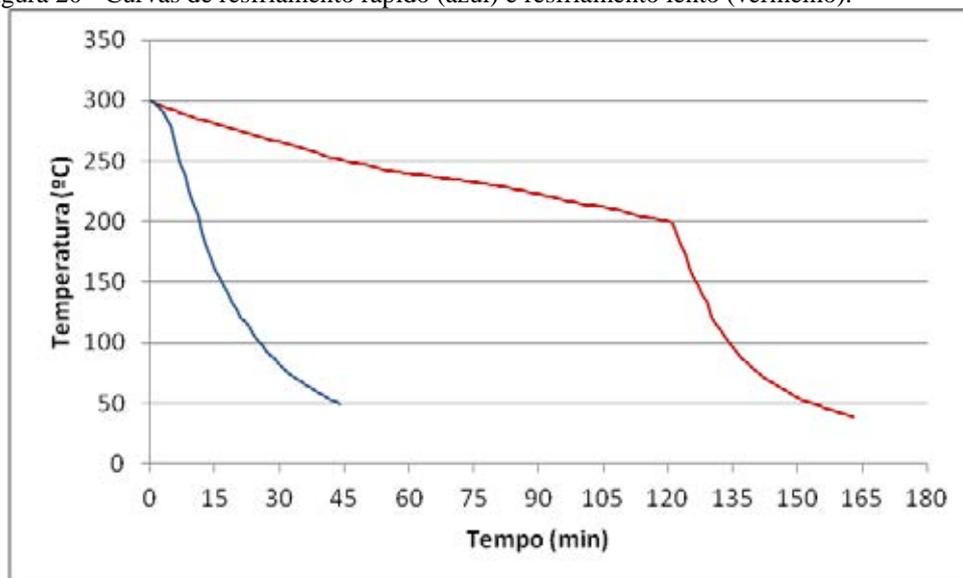
Figura 19 - Taxas de aquecimento para o ensaio 4 (azul) e ensaio 5 (vermelho).



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

A etapa de resfriamento é mostrada na Figura 20, na qual a cor vermelha apresenta a curva de resfriamento lento, somente com presença de ar. Já a cor azul é a curva de resfriamento rápido em que é liberada a saída de água e ar. Notou-se um tempo menor (em torno de 45 minutos de 300 °C para 50 °C) para o resfriamento combinando água e ar, por apresentar maiores trocas de calor. Enquanto que no resfriamento lento, somente com a temperatura atmosférica de 18°C demorou-se 2 horas para diminuir de 300 °C para 100 °C, depois disso foi forçado um resfriamento com acionamento da válvula de água e ar no conjunto por não ocorrer grandes mudanças na conformação estrutural do material e por falta de tempo maior para aguardar seu resfriamento por completo.

Figura 20 - Curvas de resfriamento rápido (azul) e resfriamento lento (vermelho).



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2014)

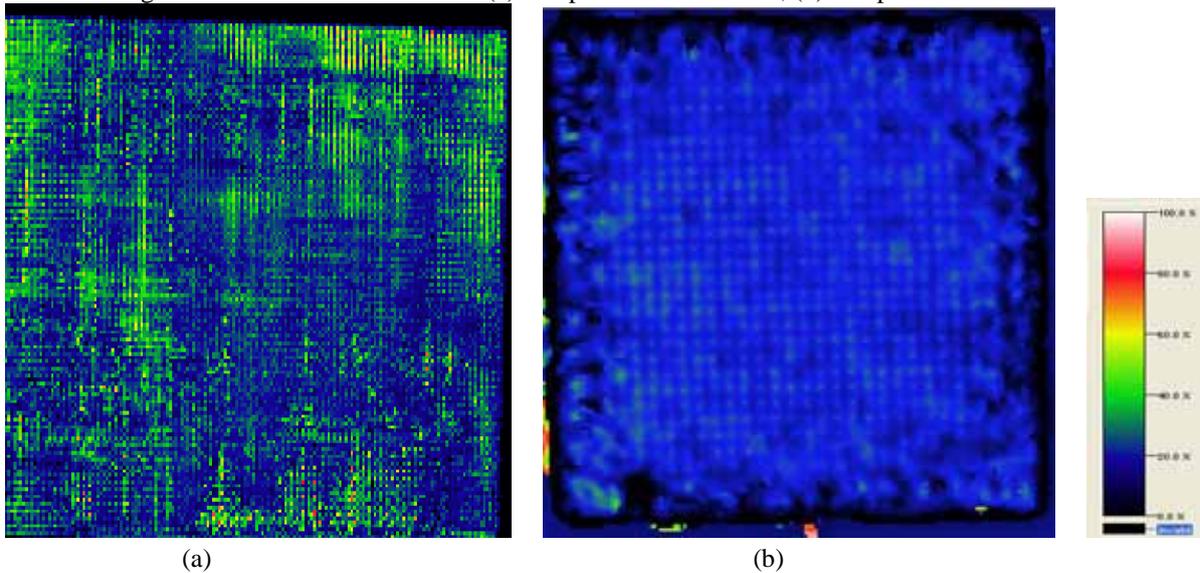
Considerando a velocidade de resfriamento, a curva em azul (rápido) apresenta taxa de resfriamento de $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, já o valor para a curva em vermelho (lento) é de aproximadamente $1,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, o que representa um resfriamento 4 vezes mais lento que o 1º caso.

4.2 Caracterização do compósito

A caracterização do material foi elaborada de modo que os ensaios foram feitos com as amostras do compósito de referência e alguns ensaios foram comparados com amostras reproduzidas do compósito processado neste trabalho.

O ensaio de ultrassom foi realizado em ambos compósitos, traçando um mapeamento das amostras após seus processamentos. A Figura 21(a) mostra o material de referência e Figura 21(b) o compósito do teste 4, há bastante semelhança nas imagens. Com a região azul prevalecendo nas 2 amostras de forma homogênea, conclui-se que foi feito processamento regular e com boa qualidade, tendo estas análises apresentado bons resultados provenientes da moldagem por compressão justificando o uso da técnica.

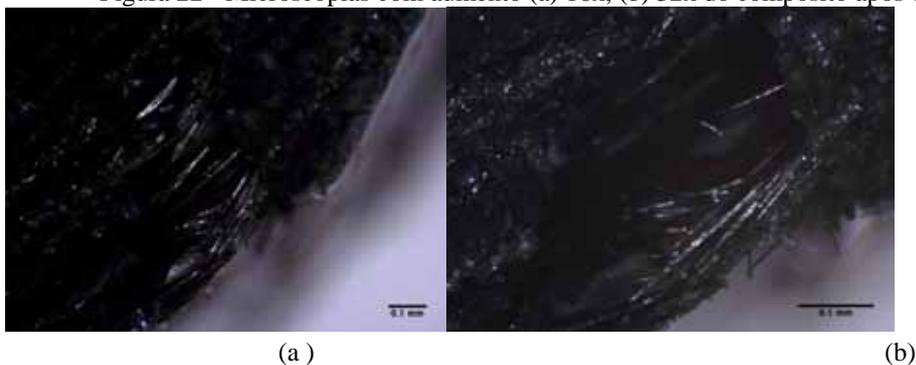
Figura 21 - Análises de ultrassom (a) compósito de referência, (b) compósito do teste 4.



Fonte: (Elaborada pelo Marcos Shiino, 2012 e 2014)

O ensaio de ILSS mostra o comportamento elástico do material quando aplicado uma força de cisalhamento até sua fratura. A partir deste resultado pode ser observada as regiões de ruptura das fibras, evidenciando fraturas múltiplas interlaminares características deste ensaio. Para mostrar o posicionamento das fibras de carbono no compósito depois da trinca foi feito microscopia óptica no microscópio Nikon, Figura 22.

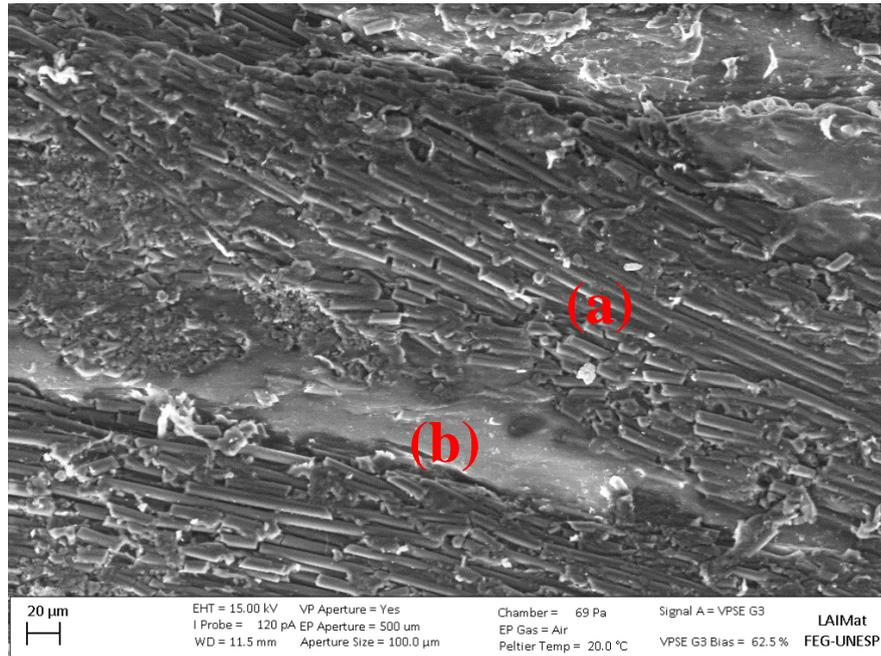
Figura 22 - Microscopias com aumento (a) 16x, (b) 32x do compósito após o ensaio de ILSS.



Fonte: (Elaborada pelo autor, 2012)

A Figura 23 apresenta a imagem obtida por MEV na amostra de referência sem nenhum condicionamento de forma a mostrar as regiões de fibras e de resina.

Figura 23 - MEV na amostra sem condicionamento com aumento de 500x, (a) mostra a orientação das fibras e (b) mostra a matriz.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

A partir da técnica de digestão ácida foi possível determinar o volume da matriz, das fibras e dos vazios do compósito expressos pela equação abaixo:

$$V_{\text{matriz}} + V_{\text{fibra}} + V_{\text{vazio}} = 100\%$$

Conhecendo-se a massa inicial do compósito (m_c) e a massa final das fibras (m_f), pode-se calcular a massa da matriz (m_m).

$$m_m = m_c - m_f$$

Os volumes das fibras e matrizes foram calculados a partir da equação abaixo e o volume de vazios é encontrado com a diferença dos componentes. Neste trabalho, foram utilizadas as densidades: $\rho_{PA} = 1,14 \frac{g}{cm^3}$, $\rho_f = 1,82 \frac{g}{cm^3}$ e $\rho_c = 1,469 \frac{g}{cm^3}$.

$$V_x = \frac{m_x \cdot \rho_c}{m_c \cdot \rho_x}$$

A partir das equações e das densidades anteriormente apresentadas foi efetuado ensaio na amostra de referência obtendo os seguintes valores:

$$V_f = 64,88\% , V_{PA} = 34,10\% , V_v = 1,02\% .$$

O outro ensaio foi realizado após o processamento do compósito pela aluna com a amostra do teste 4. Um ponto importante que deve ser mencionado é que apesar de ter sido acrescentado um volume mais elevado de matriz polimérica, esta durante a moldagem é

perdida como efeito de borda. Após a realização de análises por digestão ácida, chegou-se a conclusão de que o volume final resultante de matriz neste processo foi:

$$V_f = 56,40\% , V_{PA} = 42,10\% , V_v = 1,50\% .$$

Os valores encontrados para porcentagem de volume de fibra de carbono estão próximos, a diferença entre os números encontrado no segundo ensaio foi devido a necessidade de aumentar a proporção de poliamida em pó para melhores resultados no processamento. Segundo BOTELHO (2002), a porcentagem volumétrica mais adequada de reforços para compósitos estruturais encontra-se entre 63-64%. Logo, os valores encontrados experimentalmente se adequaram ao proposto.

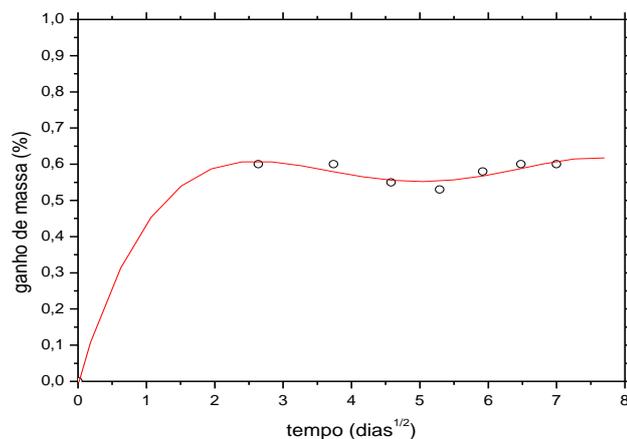
4.3 Condicionamento ambiental

Neste momento, ressalta que embora as amostras de poliamida 6,6/fibras de carbono tenham sido processadas e caracterizadas buscando dois diferentes níveis de cristalinidade, não foram observadas diferenças significativas na homogeneidade do processamento e não também na proporção entre volume de fibras e volume de matriz. Desta forma, este item irá tratar como se tivesse os mesmos resultados para as poliamidas com diferentes cristalinidades (diferença de aproximadamente 10% entre elas).

4.3.1 Higrotérmico

Com o intuito de se avaliar a resistência das amostras de poliamida 6,6/fibras de carbono quanto a absorção de umidade, estas amostras foram condicionadas em câmara higrotérmica utilizando 80% de umidade a temperatura de 90 °C. Na primeira semana, as amostras foram pesadas diariamente, depois durante 7 semanas seguintes, as pesagens foram realizadas semanalmente, sendo o comportamento de absorção de umidade apresentado na Figura 24.

Figura 24 - Nível de absorção de umidade em amostras de poliamida 6,6/fibras de carbono.

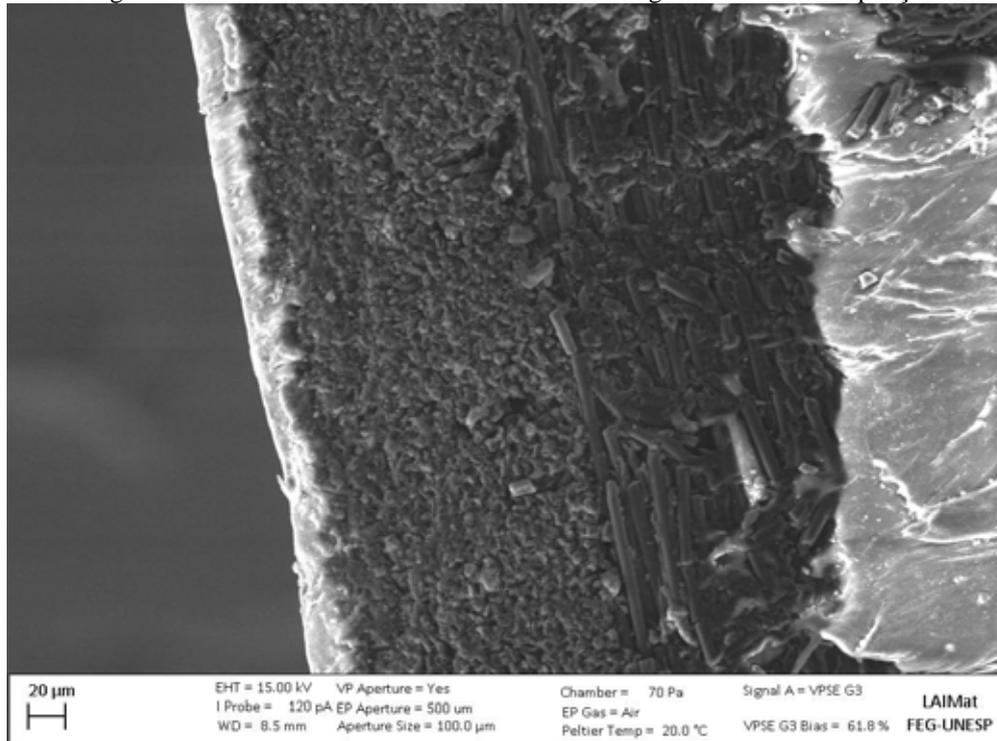


Fonte: (Elaborada pelo autor, 2013)

A análise da Figura 24 indica que a concentração de umidade nas amostras submetidas ao condicionamento higrotérmico, aumenta linearmente com o tempo na primeira semana de exposição. Nesta etapa, as amostras absorvem água muito rapidamente, alcançando um estado conhecido como pseudo-equilíbrio, mantendo a quantidade de água praticamente a mesma após período de 2 semanas, sugerindo, em princípio, um comportamento Fickiano. Primeiramente, a água permanece no compósito como água livre e tende, com o tempo, a penetrar na matriz polimérica pelo gradiente de concentração.

Com a contínua exposição, o processo de absorção de umidade se torna mais lento, se estabilizando após 15 dias, o que se atribui a esse período, o início do processo de relaxação da cadeia polimérica e o preenchimento higrotérmico dos vazios existentes. O valor máximo de absorção de umidade (saturação) foi de 0,6%. A característica de alta absorção de água é mostrada na Figura 25 através do MEV com fibras dilatadas com maior espessura.

Figura 25 - MEV da amostra do condicionamento higrotérmico com ampliação de 500x.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

A absorção preferencial de água na poliamida 6,6 ocorre em função da possibilidade de formação de ligações de hidrogênio entre as moléculas de água e os grupos oxigenados (carbonila) da cadeia polimérica.

O comportamento Fickiano pode ser interpretado pela 2ª lei de Fick:

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k \cdot t^n$$

Sendo M_t relativo ao ganho de massa com relação ao tempo t , M_∞ relativo ao ganho de massa no equilíbrio e k e n são constante. Sabendo que para sistemas fickianos, $n \cong \frac{1}{2}$, sistemas anômalos $n < \frac{1}{2}$ ou $\frac{1}{2} < n < 1$. No compósito ensaiado, encontrou-se $n = 0,43$.

Logo, com esse valor da constante n , pode-se atribuir o comportamento Fickiano do compósito cuja difusão do fluido aumenta linearmente com tempo de imersão até atingir gradualmente um nível de equilíbrio ou saturação.

Um segundo ensaio na câmara foi realizado durante 2 meses, para que após o condicionamento as amostras fossem diretas para os ensaios mecânicos (Tabela 4).

Tabela 4 - Resultados dos ensaios com higrotérmico.

	ILSS		DMA		Ensaio de vibração		
	(MPa)	$T_g E'$ (°C)	$T_g E''$ (°C)	$T_g \tan D$ (°C)	E (GPa)	G (GPa)	μ
Sem condicionamento	63,32	40,2	39,8	38,5	40,1	$2,1 \pm 0,9$	0,25
	$\pm 1,7$	$\pm 2,3$	$\pm 4,1$	$\pm 3,3$	$\pm 1,6$		
Higrotérmico	60,01	60,9	65,2	68,0	42,4	$1,7 \pm 1,5$	0,25
	$\pm 7,6$	$\pm 6,2$	$\pm 5,9$	$\pm 6,8$	$\pm 2,2$		

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2013)

No ensaio de ILSS foi medida a tensão máxima de ruptura do material (τ); no ensaio de DMA foi obtida a temperatura de transição vítrea (T_g) e no ensaio de vibração obtiveram-se os módulos de elasticidade (E) e de cisalhamento (G) e coeficiente de Poisson (μ). Estes resultados foram praticamente os mesmos para todas as 5 amostras, independente de sua cristalinidade.

A partir dos valores encontrados com o ensaio de ILSS, pode-se concluir que a redução da tensão máxima de cisalhamento (δ) observada nos laminados após estes terem sido submetidos ao condicionamento higrotérmico pode ser explicado devido ao ganho percentual de umidade durante as 8 semanas, resultando no processo de plasticização da matriz polimérica.

Já no ensaio de DMA, foi observado um significativo aumento nos valores de T_g (a 12%), devido ao início de um processo de reticulação induzido pela presença das moléculas de água, enquanto que no ensaio de vibração os valores encontrados para os módulos E e G estão dentro do esperado com o desvio padrão tendendo a zero.

Um baixo índice do desvio padrão indica que os dados tendem a estar próximos da média, enquanto que um alto desvio padrão indica que os dados estão espalhados por uma gama de valores. Para o condicionamento higrotérmico os valores do desvio padrão foram baixos para tensão de ruptura e para os parâmetros elásticos logo, pode-se concluir que esse condicionamento influencia pouco no material compósito que suportou bem a ação da água tanto no sentido de degradação química quanto a ação plastificante.

4.3.2 Choque térmico

Os resultados do condicionamento por choque térmico encontram-se apresentados na Tabela 5 mostrando a comparação entre a caracterização inicial sem condicionamento e após o choque térmico.

Tabela 5 - Resultados dos ensaios de choque térmico.

	ILSS		DMA			Ensaio de vibração	
	(MPa)	T _g E' (°C)	T _g E'' (°C)	T _g tanD (°C)	E (GPa)	G (GPa)	μ
Sem condicionamento	63,32 ±1,7	40,2 ± 2,3	39,8 ±4,1	38,5 ±3,3	40,1 ±1,6	2,1 ± 0,9	0,25
Choque térmico	67,58 ±6,2	75,4 ± 7,8	72,9 ±8,9	72,1 ±9,4	41,3 ±3,2	1,8 ± 1,1	0,25

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2013)

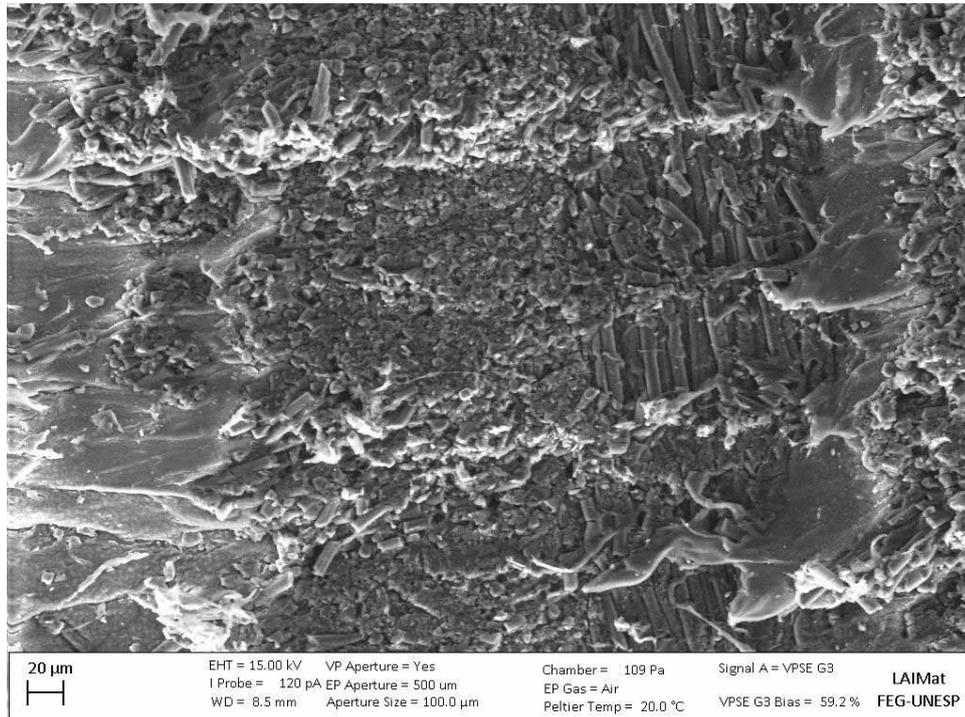
Com os resultados de ILSS, houve uma pequena variação no valor de tensão máxima de ruptura que pode ter ocorrido devido a indução de um processo de reticulação promovido pela ciclagem térmica.

Os cdps ensaiados no DMA apresentaram valores muito altos se comparado com as amostras que não passaram pelo condicionamento de choque térmico, assim, pode ser observado que quando o material ultrapassa o valor da T_g, suas propriedades térmicas ficam comprometidas quando este é exposto a variações muito grandes de temperatura.

Já os resultados provenientes do ensaio de vibração apresentaram valores dos módulos de elasticidade e cisalhamento sem alterações significativas nos valores do desvio padrão. Esses indicadores mostram que o compósito de poliamida 6,6/fibra de carbono é pouco influenciado por esse condicionamento quando mensurado os módulos elásticos, justificando a grande aplicabilidade desse compósito.

Na microscopia da amostra submetida ao condicionamento por choque térmico, Figura 26, pode-se observar que a resina apresenta-se de forma craqueada, devido às mudanças bruscas de temperatura sofridas durante os ciclos.

Figura 26 - MEV da amostra submetida ao condicionamento por choque térmico com ampliação de 500x.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

4.3.3 Radiação ultravioleta

No condicionamento por radiação ultravioleta, o material foi exposto a 3 diferentes tempos de envelhecimento sendo estes: 400 horas, 600 horas e 1200 horas. A Tabela 6 apresenta os valores dos ensaios mecânicos, dinâmico-mecânicos e ensaio de vibração comparando com o material antes do condicionamento.

Tabela 6 - Resultados dos ensaios com radiação ultravioleta.

	ILSS		DMA		Ensaio de vibração		
	(MPa)	T _g E' (°C)	T _g E'' (°C)	T _g tanD (°C)	E (GPa)	G (GPa)	μ
Sem condicionamento	63,32	40,2	39,8	38,5	40,1	2,1±0,9	0,25
	±1,7	±2,3	±4,1	±3,3	±1,6		
UV 400 h	69,91	35,1	35,3	36,6	45,4	1,9±0,5	0,25
	±5,6	±4,0	±3,8	±2,8	±1,9		
V 600 h	65,18	30,5	30,9	31,0	44,3	1,6±0,9	0,25
	±2,8	±4,7	±4,3	±3,5	±2,0		
UV 1200 h	65,97	72,2	84,4	86,3	44,1	1,7±0,8	0,25
	±4,5	±8,3	±9,7	±9,3	±2,1		

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2013)

Analisando ensaio por ensaio, algumas conclusões podem ser apresentadas. Quando comparado a tensão de cisalhamento (δ) de ruptura dos cdps, os materiais condicionados apresentaram uma leve variação que ocorreu devido ao processo de reticulação promovido pelo envelhecimento estrutural do laminado termoplástico gerado pela radiação UV.

Quanto aos valores de temperatura de transição vítrea, a radiação proveniente de 1200h de exposição apresentou valores muito elevados. Este comportamento pode estar relacionado a degradação da matriz polimérica após esta exposição. Excluindo essa faixa de exposição, os laminados quando expostos a radiação UV por períodos de 400h e 600h apresentaram números próximos entre si e quando comparados às amostras não expostas a radiação UV.

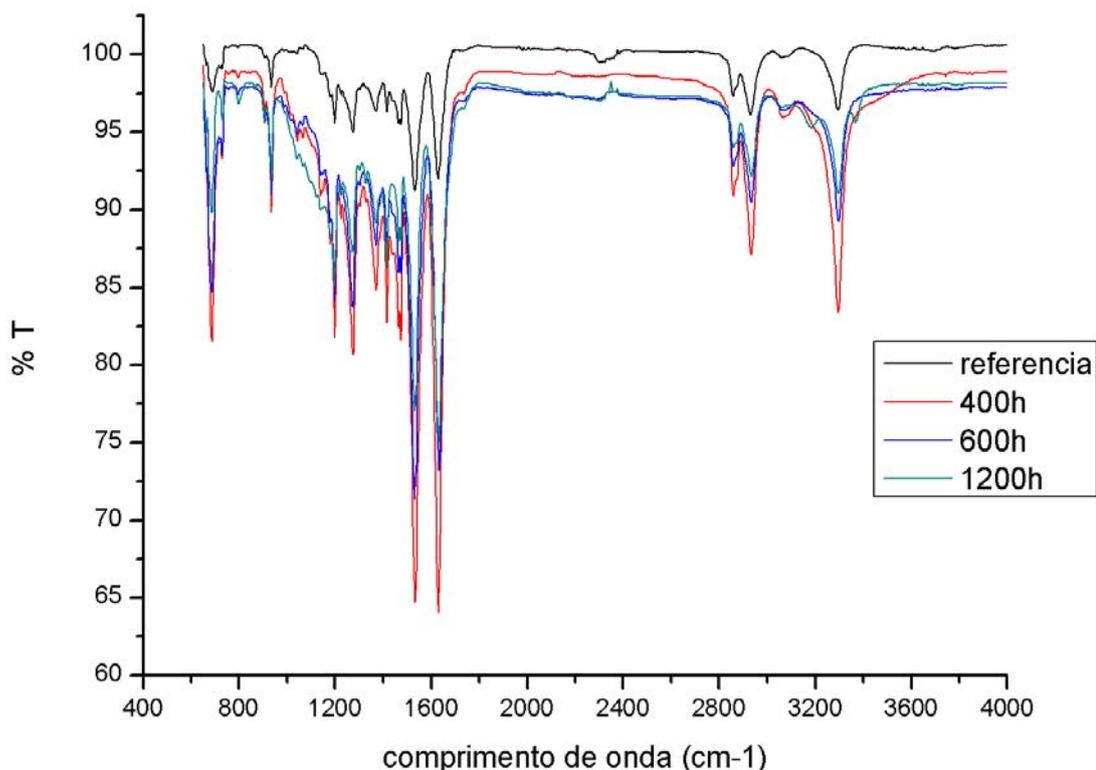
Já o ensaio de vibração, realizado no equipamento Sonelastic, mostrou pequena variação entre os valores dos módulos elásticos das amostras expostas a diferentes tempos de radiação UV. A partir desses resultados, pode se concluir que a radiação UV tem pequena influência nos elementos de módulo de elasticidade e de cisalhamento a curto prazo, pois quando exigido o material apresentou bom comportamento.

As amostras de referência que foram submetidas ao condicionamento ambiental de UV por períodos de 400, 600 e 1200 horas foram caracterizadas por FT-IR, comparando com cdp sem condicionamento a fim de avaliar sua taxa de degradação aos raios ultravioleta.

As principais absorções em poliamidas são derivadas à ligação peptídica destes compostos. Como podem ser observadas na Figura 27, essas absorções podem ser dos principais picos provenientes da banda do grupo N₂H (3400 cm⁻¹), da ligação O-H em 3000

cm^{-1} , do estiramento da carbonila amídica (1650 cm^{-1}) das deformações NH (1550 cm^{-1}), da banda do grupo C-H vinil (700 cm^{-1}) e do grupo C=O carboxilatos (1550 cm^{-1}). Já as bandas em 1135 cm^{-1} e 934 cm^{-1} têm sido atribuídas às regiões amorfas e cristalinas. A banda em 1135 cm^{-1} provavelmente deve ser atribuída à vibração complexa de grupo amida (R-CO)NH₂ e cadeia metilênica NH₂(CH₂)₂NH₂ e/ou combinação da deformação NH, estiramento O=C-N e a de 934 cm^{-1} relativa à NH.

Figura 27 - Espectroscopia no infravermelho na amostra de referência, 400h, 600h e 1200h sobrepostas.

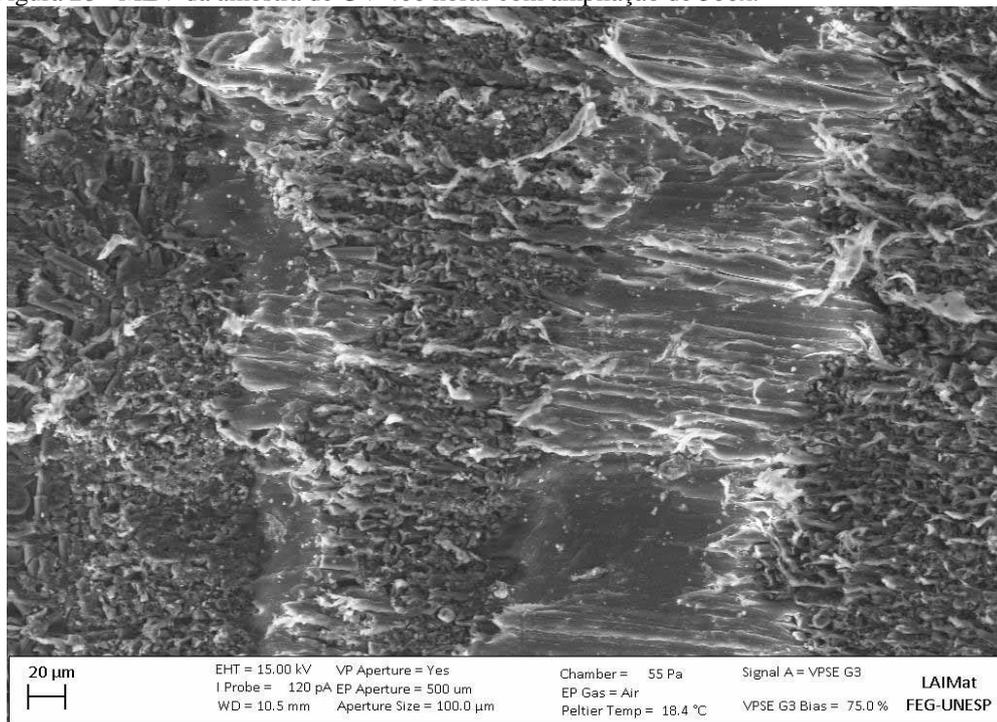


Fonte: (Elaborada por Talita, 2013)

A partir dos resultados encontrados pode ser concluído que o condicionamento por radiação UV não resultou em degradação estrutural das amostras, somente em degradação superficial observada a partir da mudança de coloração superficial, uma vez que nenhuma alteração significativa foi presenciada nos espectros de FT-IR.

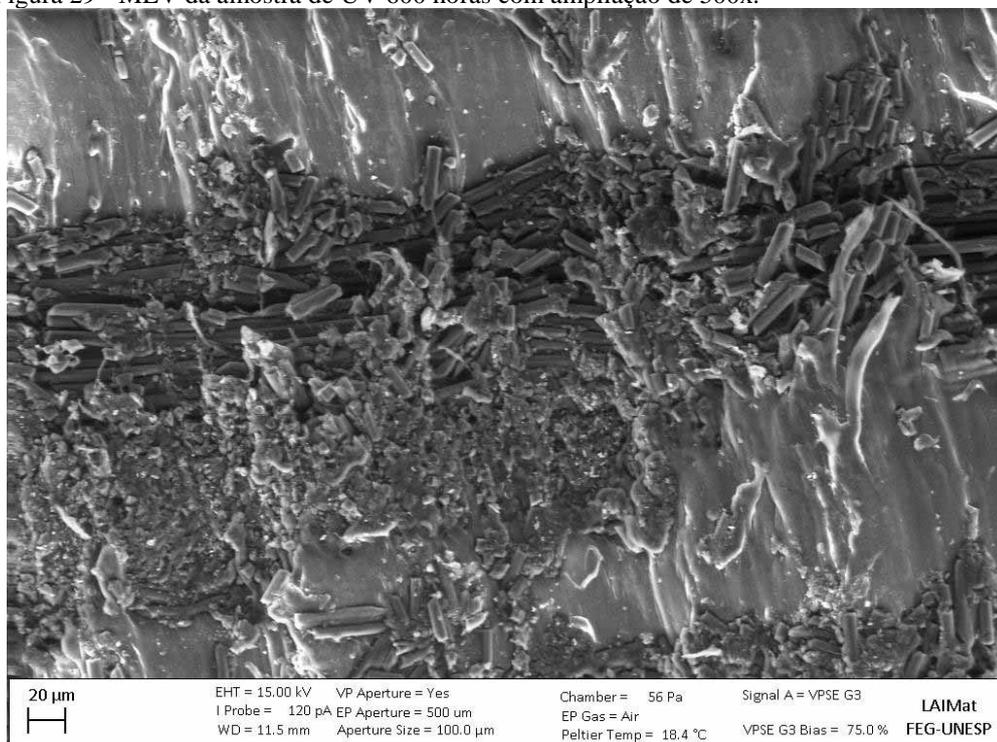
Na análise por MEV, a amostra de UV 400, Figura 28, apresentou orientação das fibras e em uma direção. UV 600 horas, Figura 29, apresentou orientação em várias direções e observou-se uma sensível alteração na morfologia superficial.

Figura 28 - MEV da amostra de UV 400 horas com ampliação de 500x.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

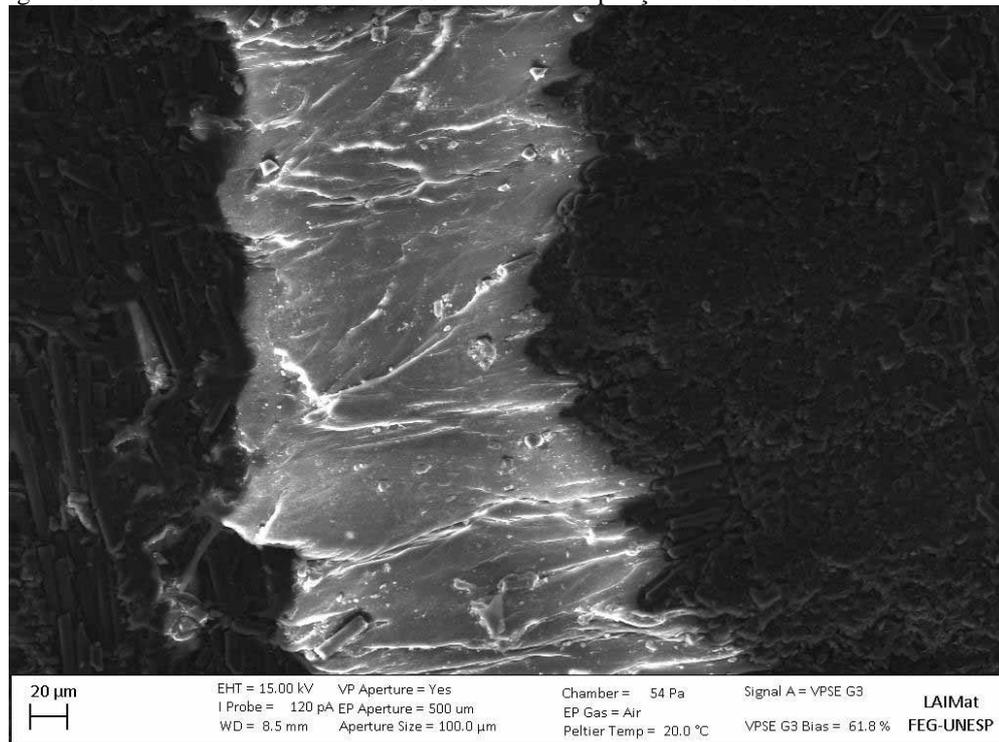
Figura 29 - MEV da amostra de UV 600 horas com ampliação de 500x.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

A região da resina, para amostra de UV 1200 horas, Figura 30, apresenta alteração da sua morfologia superficial. Esse comportamento sugere uma maior degradação do material, devido a um tempo maior de exposição à radiação UV.

Figura 30 - MEV da amostra de UV 1200 horas com ampliação de 500x.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

Comparando as imagens de MEV da referência com as amostras condicionadas é possível observar que houve uma alteração da morfologia, orientação e uniformidade dos poros das membranas do compósito.

4.3.4 Névoa salina

O condicionamento em névoa salina (salt spray) envolve salinidade que pode acelerar uma possível corrosão no material. Esse condicionamento só foi realizado uma vez durante o trabalho, devido à problemas com a máquina salt spray. Desta forma, os únicos ensaios realizados em amostras condicionadas por salt spray foram os por DMA e MEV, que apresentaram diferenças significativas entre as amostras sem condicionamento realizadas. Assim, não foi possível considerar esses valores a critério de comparação para desvio padrão. Os resultados estão na tabela 7.

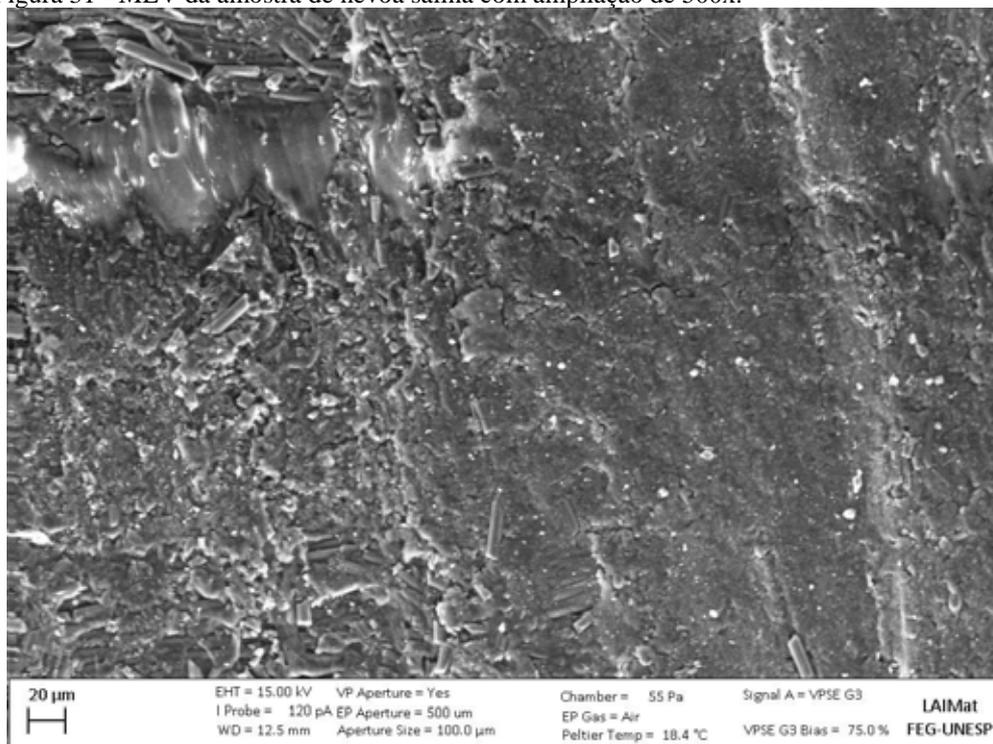
Tabela 7 - Resultados dos ensaios com névoa salina.

	DMA		
	$T_g E'$ (°C)	$T_g E''$ (°C)	$T_g \tan D$ (°C)
Sem condicionamento	40,2±2,3	39,8±4,1	38,5±3,3
Névoa Salina	113,3±1,8	111,6±5,2	105,9±2,7

Fonte: (Elaborada pelo autor, 2013)

O processo corrosivo só ocorreu superficialmente, pois por meio da análise da imagem obtida pelo MEV não foi observada esse fato no interior da amostra, Figura 31. Uma hipótese é que o aumento de absorção de umidade somado a possíveis interações entre o sal e as cadeias levaram a enrijecimento do material.

Figura 31 - MEV da amostra de névoa salina com ampliação de 500x.



Fonte: (Elaborada pelo Prof. Dr. Rogério Hein, 2013)

O compósito não apresentou uma boa resistência à corrosão após exposição à névoa salina, tornando-se necessário o emprego de um recobrimento anti corrosivo.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 Conclusão

A partir dos estudos e resultados apresentados neste trabalho, foi possível notar que os compósitos processados nos testes 1, 2 e 3 apresentaram defeitos na sua estrutura (distorções no tecido de fibra de carbono e falha de empilhamento) não podendo ser avaliados por ensaios mecânicos ou de vibração. Os testes 4 e 5 apresentaram laminados com bons resultados quanto ao processamento por compressão a quente com diminuição significativa de seus defeitos, embora tenham sido processados compósitos com cristalinidades próximas.

A caracterização do laminado revelou muitas propriedades encontradas no compósito de poliamida 6,6/fibra de carbono. A partir do ensaio de ultrassom observou-se que tanto no material de referência quanto o processado, encontrou-se distribuição homogênea, indicando um processamento regular e de boa qualidade.

A partir do ensaio de MEV foi possível visualizar a percolação resinada de poliamida na fibra de carbono. Apesar de haver algumas regiões mais compactadas do que outras.

O volume de vazios, calculado pela digestão ácida, foi relativamente pequeno (aproximadamente 1,0%). Já o volume de fibras ficou próximo comparando o compósito de referência ($V_f = 64,9\%$), o processado ($V_f = 56,4\%$) com o da literatura ($V_f = 63,0\%$).

A partir dos resultados de absorção de umidade, foi evidenciado que a amostra de poliamida 6,6/fibra de carbono apresentou um comportamento Fickiano com absorção máxima de umidade de 0,6% em massa.

Amostras do compósito de referência foram submetidas a condicionamentos ambientais de choque térmico, higrotérmico, UV e névoa salina. Em alguns casos estes apresentaram diferenças significativas em relação a análises térmicas (DMA) com o laminado não condicionado, provavelmente devido à concorrência de dois processos, plasticização e reticulação, promovidos pelos efeitos combinados de umidade, corrosão, temperatura e degradação induzida por radiação UV.

Os valores de tensão de cisalhamento ficaram entre 60 e 70 MPa, mesmo para os diferentes condicionamentos.

No ensaio de vibração, os valores para o módulo de Young (E) para o compósito ficaram entre 40 e 45 GPa. Os valores de módulo de cisalhamento (G) ficaram entre 1,6 e 2,1 GPa. Valores abaixo da variação da literatura podendo sugerir que no compósito de referência houve possível diminuição da medida de rigidez do material em função dos

condicionamentos associada à quebra de ligações nas cadeias principais, relacionado com a ação da água.

Por fim, o objetivo do trabalho foi alcançado com o processamento de 5 compósitos, entre eles 2 houveram uma sensível variação da cristalinidade. Além disso, no compósito de referência foram realizadas diferentes simulações das condições ambientais com posterior caracterização de propriedades mecânicas, térmicas e viscoelásticas.

5.2 Produção científica gerada por este trabalho

Este trabalho de graduação auxiliou significativamente na formação científica da aluna, uma vez que várias técnicas, processamento e caracterização foram aprendidos. Além disso, este projeto deu a oportunidade para a aluna participar de alguns congressos científicos que estão citados abaixo.

1. FOGAÇA, K. O.; BATISTA, N. L.; SANTOS, A. L.; BOTELHO, E. C. Effect of environmental weathering on shear and thermal properties of carbon fiber reinforced polyamide 6.6 thermoplastic composites, *Polymer Composites*, em andamento.
2. FOGAÇA, K.O., BRAVIN JUNIOR, J.C., BOTELHO, E.C., DE FARIA, M. C. M. Efeito da temperatura, umidade e radiação UV no comportamento viscoelástico de compósitos de poliamida 6,6/fibras de carbono. VIII Congresso Brasileiro e III Congresso Pan-Americano de Análise Térmica e Calorimetria, Campos do Jordão, SP. Abril, 2012.
3. FOGAÇA, K.O.; BRAVIN JUNIOR, J.C.; DE FARIA, M. C. M., BOTELHO, E.C. Influência do condicionamento higrotérmico nas propriedades mecânicas e viscoelásticas da poliamida 6,6/fibra de carbono. XIV Congresso Estudantil de Ciências e Engenharia de Materiais do MERCOSUL, Ponta Grossa, PR. Julho, 2012.
4. BRAVIN JUNIOR, J.C.; FOGAÇA, K.O.; BOTELHO, E.C. Avaliação térmica e morfológica de compósitos PEI/fibras de vidro condicionados em névoa salina. XIV Congresso Estudantil de Ciências e Engenharia de Materiais do MERCOSUL, Ponta Grossa, PR. Julho, 2012.

5. FOGAÇA, K. O.; LANDIN, C. S.; BATISTA, N. L.; BOTELHO, E. C. O comportamento viscoelástico da poliamida 6,6/fibras de carbono sob condicionamento de choque térmico. XXV Congresso de Iniciação Científica da UNESP, Guaratinguetá, SP. Setembro, 2013.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGNELLI, J. A. M. **Glossário de termos aplicados a polímeros**. Boletim Técnico, nº8, jul. 2002.

ANGÉLICO, R. A. **Avaliação de modelos de falhas progressivas para estruturas em material compósito**. Tese de mestrado, UFSCAR, São Carlos, 2009.

ASHBY, M.; SHERCLIFF, H.; CEBON, D. **Materials: Engineering, Science, Processing and Design**. First Edition. Butterworth-Heinemann, London (UK), 2007.

BAKER, A.; DUTTON, S.; KELLY, D. **Composite Materials for Aircraft Structures**. Second Edition. AIAA Education Series. Reston, Virginia, 2004.

BITTENCOURT, P. R. S. **Náilon 6 e 6,6 em blendas com lignina Kraft modificadas por ácido fórmico: caracterização e efeito de radiação UV**. Tese de doutorado, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, dez. 2008.

BOTELHO, E. C. **Compósitos aeronáuticos processados a partir de fibras de carbono impregnadas com fibra de poliamida 6,6 via processo de polimerização interfacial**. Tese de doutorado, ITA, São José dos Campos, 2002.

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C. Caracterização mecânica de compósitos de poliamida/fibra de carbono via ensaios de cisalhamento interlaminar e de mecânica da fratura. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v.12, n.3, 2002.

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C. Structural Carbon/Epoxy prepregs Properties Comparison by Thermal and Rheological Analyses **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, v.45, p.61, 2006.

CAETANO, M. J. L. Importância relativa dos materiais. **Ciência e Tecnologia da Borracha**. 2011.

CAETANO, M. J. L. Vulcanização em prensa de compressão. **Ciência e Tecnologia da Borracha**. 2012.

CALLISTER, W. D **Materials science and engineering: an introduction**. New York, NY, 1991.

CAMACHO, C.; CORREIA, D. **As poliamidas**. Universidade da Madeira, departamento de química, 2000-2001. Disponível em <<http://pt.scribd.com/doc/16744473/As-Poliamidas>>. Acesso em 5 ago. 2013.

CARDOSO, G. **Modificação da poliamida 6,6 através de aditivos macromoleculares**. Tese de mestrado, UNICAMP, Campinas, nov. 1994.

CARTER, R. O.; McCALLUM, J. B. **Polym Degrad and Stab**. v.45, p.1-10, 1994.

CAVICCHIOLI, A.; GUTZ, I. G. R. O uso de radiação ultravioleta para o pré-tratamento de amostras em análises inorgânicas. **Química Nova**, São Paulo, v. 26, n. 6 p. 913-921, 2003.

COSSOLINO, L. C.; PEREIRA, A. H. A. **Módulos elásticos**: visão geral e métodos de caracterização. Informativo Técnico-Científico ITC-ME/ATCP. out. 2010.

COSTA, M. L.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Resistência ao Cisalhamento Interlaminar de Compósitos com Resina Epóxi com Diferentes Arranjos das Fibras na Presença de Vazios. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.2, n.4, São Carlos, 2001.

CUNHA, J. A. P.; COSTA, M. L.; REZENDE, M. C. Influência de diferentes condições higrotérmicas na resistência à tração de compósitos de fibra de carbono/epóxi modificada. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v.16, n.3, 2006.

DAVIS, C. R. J. **Appl. Polym. Sci.** v.62, p.2237, 1996.

DAVIS, M. E.; BEMIE, A. O. **Practical Injection Molding**. p.217, 2001.

DE FARIA, M. C. M. **Avaliação do efeito higrotérmico nas propriedades mecânicas de compósitos de PPS/fibras contínuas**. Tese de mestrado. Universidade Estadual Paulista, UNESP, 2008.

DE OLIVEIRA, A. S. C. M. Metalurgia Física PIPE e PG-MEC. Universidade Federal do Paraná.

FACTORI, I. M. **Processamento e propriedades de compósitos de poliamida 6,6 reforçada com partículas de vidro reciclado**. Tese de mestrado, USP, São Paulo, 2009.

GAO, S. L.; KIM, J. K. **Composites: Part A**. v.32, p.775, 2001.

GIOLITO, M. I. **Fundamentos da termogravimetria análise térmica diferencial calorimétrica exploratória diferencial**. Editora: Giz. ed.1, 2004.

GOODSHALL, D.; WHITE, C.; WILKES, G. L. **Journal applied polymer science**, v.80, p.130, 2001.

KOHAN, M. I. **Nylon Plastics Handbook**. Hanser/Gardner Publications, Wilmington, DE, EUA, 1995.

LEBRÃO, G. W. Fibra de carbono. Centro Universitário do Instituto Mauá de Tecnologia. **Revista Plástico Sul**, out. 2008.

LIMA, A. M.; CARVALHO, J. V. F.; GIRÃO, T. L. **Introdução a Compósitos**. Universidade do Estado do Rio de Janeiro, nov. 2008.

LOURENÇO, V. L. **Introdução à Análise Térmica**. Relatório Técnico, EDQ-RT-017/90. Divisão de química, Instituto de Aeronáutica e Espaço, Centro Técnico Aeroespacial, 1990.

LORUSSO, L. A. **Estudo sobre a incorporação da fibra de carbono como reforço em matrizes de policarbonato**. Faculdade de Tecnologia da Zona Leste. São Paulo, 2010.

LUCKERNBACH, T. A. **DMA: Dynamic Mechanical Thermal Analysis**. Estados Unidos, 2010.

MARCZUNSKI, E. S.; ZATTERA, A. J.; NUNES R. C. R. **Estudo da influência da temperatura do molde de injeção na cristalinidade de compósitos de poli (tereftalato de etileno) reciclado**. Departamento de Engenharia Química, UCS.

MARQUES, L. S.; NARITA, N. E.; COSTA, G. G.; REZENDE, M. C. Avaliação dos Comportamentos Mecânico e Térmico de Laminados de PPS/Fibra de Carbono Processados em Autoclave sob Diferentes Ciclos de Consolidação. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.20, n.4, p.309-314, 2010.

MAYER, S. et al. Influência do Condicionamento Ambiental na Resistência à Tração de Compósitos de Carbono/Epóxi Reparados. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.13, n.3, p.147-153, 2003.

NAVARRO, R. F. A Evolução dos Materiais. Parte1: da Pré-história ao Início da Era Moderna. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.1, n.1, 2006. Disponível em: <www.dema.ufcg.edu.br/revista>. Acesso: 12 jul. 2014.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**, v.22, p.1, 2006.

NOGUEIRA, C. L. et al. Processo de obtenção de pré-impregnados poliméricos termoplásticos via moldagem por compressão a quente. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. jul./set., 1999.

PAIVA, J. M. F. et al. Avaliação da temperatura de transição vítrea de compósitos poliméricos reparados de uso aeronáutico. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v.16, n.1, jan/mar 2006.

PHILLIPS, R.; GLAUSER, T.; MANSON, J. A. E. **Polymer Composites**. v.18, p.50, 1997.

QUINTELA, M. A. et al. Análise da resistência ao choque térmico de refratários contendo carbono. **Cerâmica**, São Paulo, v.47, n.304 out./nov., 2001.

RABELLO, M. S. **Aditivação de Polímeros**. UFPB, Artliber, e.1, 2000.

RETO, M. A. S. Náilon beira os setenta anos no auge do sucesso. **Revista Plástico Moderno**. <http://www.plasticomoderno.com.br/revista/pm352/poliamiadas1.htm> acessado em 5/8/2013.

REZENDE, M. C.; COSTA, M. L.; BOTELHO, E. C. **Compósitos estruturais: tecnologia e prática**. São Paulo, Artliber Editora, ed.1, cap.4, 2011.

RODRIGUEZ, F. **Principles of Polymer Systems**. Washington D.C., e.4, 1996.

SANTANA, F. A.; NOHARA, E. L. Estudo do processamento de compósitos termoplásticos a partir de pré-impregnados PEEK/Fibra de carbono por moldagem por compressão a quente. **Revista Ciências Exatas**, Universidade de Taubaté, v.16, n.2, 2000.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais**, p.6, 2010.

STANDARD Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration, **ASTM E1876-09**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009.

STANDARD Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates. **ASTM D2344**. West Conshohocken, United States: American Society for Testing and Materials; 2006.

SONELASTIC (Impulse Excitation Technique). Disponível em: <<http://www.atcp.com.br/pt/produtos/caracterizacao-materiais/sonelastic.html>>. Acesso em: 1º dez. 2013.

ENCONTRO E EXPOSIÇÃO BRASILEIRA DE TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE III INTERFINISH LATINO AMERICANO. SOUZA, D. O. et al. **Investigação da corrosividade do ensaio de névoa salina segundo norma ISO 9227**. Disponível em: <<http://www.trabalhosfeitos.com/ensaios/Polimeros/62425105.html>>. Acesso em: 21 nov. 2014.

TRENTINI, R. S. VIDAL, D. M. **Influência da estrutura polimérica nos parâmetros de comportamento de campo dos geossintéticos**. ITA, São José dos Campos.

VARELIDIS, P. C. et al. The effect on the mechanical properties of carbon/epoxy composites of polyamide coatings on the fibers. **Composites Science and Technology**, v.59, p.1813-1823, 1999.

VENTURA, A. M. F. M.. Os Compósitos e a sua aplicação na Reabilitação de Estruturas metálicas. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**. Lisboa, v.21, n.3-4, jul., 2009.

VICENTE, J. A. **Materiais plásticos de engenharia e suas aplicações (poliamida e poliacetato)**. São Paulo: FATEC, 2009. 47 f. Monografia (tecnólogo em processos de produção) – Produção de Plásticos na FATEC ZL, Faculdade de engenharia da zona lesta, São Paulo, 2009.

YOUNG, R. J.; LOVELL, P. **In introduction to polymers**. London: Chapman & Hall, e.2 p.443, 1991.

YUAN, Q.; MAI, Y. W.; YE, L. **Journal of thermoplastic composite materials**. v.14, p.2, 2001.

YUN, X. et al. Corrosion Behavior during Cyclic Salt Spray Test of Friction Stir Welded A7075 and A6N01 Aluminum Alloys. **Journal of the Japan Institute of Metal**, v.70, n.1, p.96-105, 2006.

WASILKOSKI, C. M. **Caracterização do polietileno de baixa densidade através da técnica de análise dinâmico-mecânica e comparação com a análise por impedância dielétrica**. Curitiba, jan. 2002.