

**Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá**

**Guaratinguetá**

**2008**

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

MARIA CÂNDIDA MAGALHÃES DE FARIA

AVALIAÇÃO DO EFEITO HIGROTÉRMICO NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS DE PPS/FIBRAS  
CONTÍNUAS

Dissertação apresentada à Faculdade de  
Engenharia do Campus de Guaratinguetá,  
Universidade Estadual Paulista, para a  
obtenção do título de Mestre em Engenharia  
Mecânica na área de Projetos e Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho  
Co-orientador: Profa. Dra. Maria Odila Hilário Cioffi

Guaratinguetá

2008

F224a	<p>Faria, Maria Cândida Magalhães de</p> <p>Avaliação do efeito higrotérmico nas propriedades mecânicas de compósitos de PPS/fibras contínuas / Maria Cândida Magalhães de Faria.- Guaratinguetá : [s.n.], 2008</p> <p>166f.: il.</p> <p>Bibliografia: f. 147-157</p> <p>Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2008.</p> <p>Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho</p> <p>Co-orientador: Profa. Dra. Maria Odila Hilário Cioffi</p> <p>1. Compósitos poliméricos 2. I. Título</p> <p style="text-align: right;">CDU 620.17</p>
-------	--

## **DADOS CURRICULARES**

### **MARIA CÂNDIDA MAGALHÃES DE FARIA**

**NASCIMENTO**      11.04.1958 – GUARATINGUETÁ / SP

**FILIAÇÃO**            João Batista de Faria  
                              Maria Nadir Magalhães de Faria

1977/1982            Curso de Graduação em Engenharia Química  
                              Faculdade de Engenharia de Química de Lorena

Dedico este trabalho à memória dos meus pais, João Batista de Faria e Maria Nadir Magalhães de Faria, e ao meu querido filho Felipe que me ensinou o significado do amor incondicional.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus e ao mestre Jesus, pelo caminho que me foi aberto, pelos momentos de aprendizagem e de instrução e pela oportunidade de evoluir.

Ao meu orientador, *Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho*, meu grande mestre com o qual aprendi que os grandes vitoriosos do mundo lutaram com tenacidade para romper os limites; não nasceram fortes; tornaram-se vigorosos no fragor das batalhas travadas, meu carinho e eterno reconhecimento.

À minha co-orientadora, *Prof. Dra. Maria Odila Hilário Cioffi* pelo carinho, amizade e incentivo.

À UNESP, Campus de Guaratinguetá, que me acolheu como aluna, possibilitando-me a realização de um sonho.

Aos técnicos e demais funcionários do Departamento de Materiais e Tecnologia, pelos serviços prestados.

À Ten Cate, pelo fornecimento do material compósito estudado neste trabalho.

À *Prof. Dra. Mirabel Cerqueira Rezende*, ao engenheiro *MSc. Gustavo Garcia Costa* e aos técnicos *João Fernandes e Andreza*.

Ao meu amigo querido, *Prof. Dr. Pedro Carlos de Oliveira* e ao técnico *Francisco de Paiva Reis*, da Escola de Engenharia de Lorena-EEL/USP pelos ensaios realizados.

Aos meus Professores, alunos e amigos do programa de Pós-Graduação.

À minha professora e amiga, *Lélia Sicchierolli*, pela paciência, carinho e incentivo.

Aos meus amigos *Rogério Lago Mazur e Cesar Augusto Damato* que com carinho e dedicação não mediram esforços para que eu pudesse vencer os obstáculos e alcançar os objetivos deste trabalho, sou-lhes imensamente grata.

À amiga e companheira de jornada *Silvia Sizuka Oishi*, um rosto sempre alegre na rotina do trabalho, a minha sincera afeição.

Às alunas de iniciação científica *Anahi Pereira da Costa, Natássia Lona Batista e Fernanda Cristina Appizzato*, pela dedicação, e colaboração na parte experimental deste trabalho.

À funcionária da biblioteca e amiga querida, *Rosana Maria Pereira Maciel*, à *Maria Cristina Silva de Oliva* e *Regina Célia Galvão*, funcionárias da Pós-Graduação pela paciência, amizade e profissionalismo com que sempre me trataram.

As minhas queridas e sempre amigas *Sirlei Aparecida Brandão*, *Márcia Nezzi* e *Sônia Maria Castro Pereira da Rocha* que iluminaram e nortearam a minha trilha.

À minha tia e madrinha *Maria Rossi Magalhães*, à minha prima e amiga *Vera Lúcia Magalhães*, pelo carinho e dedicação.

Ao meu ex-marido, *Flávio Emir Quadrado*, por todo incentivo, apoio e colaboração, que tornou possível a minha dedicação integral a essa Dissertação.

À *Prof. Dra. Ana Paula Rosifini Alves Claro* pela amizade e auxílio inestimável na elaboração deste trabalho.

Aos meus queridos amigos *Prof. Dr. Ângelo*, *Cristina* e *Isabella Caporalli*, pelo carinho, amizade e incentivo.

À minha grande amiga *Marina Gonçalves Pereira*, que antes de nos deixar sempre me motivou intensamente com seu carinho, alegria e entusiasmo.

A todos aqueles que me auxiliaram direta ou indiretamente neste trabalho, muito obrigada.



Este trabalho contou com apoio das seguintes entidades

-FAPESP-atraves do contrato n° 05/54358-7

-CNPq-atraves do contrato n°134419/2005-7.

“A boa absorção ou abertura de consciência acontece somente no momento em que não nos prendemos na forma.

Aprofundarmo-nos no conteúdo real quer dizer:

‘Quem não quebra a noz, só lhe vê a casca’.  
Mas para ‘quebrar a noz’ é preciso senso e noção, base e atributos que requerem tempo para se desenvolverem convenientemente.”

Hammed

(Trecho extraído do livro “Renovando  
Atitudes”)

FARIA, M. C. M. **Avaliação do efeito higrotérmico nas propriedades mecânicas de compósitos de PPS/fibras contínuas**. 2008. 166f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

## RESUMO

O contínuo crescimento na utilização de compósitos termoplásticos em componentes estruturais na indústria aeroespacial deve-se, primordialmente, à flexibilidade de projeto, excelência de suas propriedades mecânicas e baixa massa específica, aliadas aos elevados valores de resistência mecânica e rigidez e baixa incidência de corrosão, atendendo aos severos requisitos de desempenho dessas estruturas quando em serviço. No entanto, componentes que requerem exigências estruturais, quando expostos a ambientes agressivos como elevada temperatura e umidade, podem ter suas propriedades mecânicas sensibilizadas por esses fatores ambientais, e devem ser cuidadosamente avaliados antes de serem colocados em serviço. Sendo assim, o objetivo deste trabalho é avaliar a influência do condicionamento higrotérmico (câmara climática e imersão em banho termostaticado) nas propriedades mecânicas (resistências à tração, fadiga e cisalhamento) e viscoelásticas de laminados PPS/Carbono e PPS/Vidro. Os laminados utilizados neste trabalho foram fornecidos pela empresa holandesa TenCate. Os resultados mostram que os laminados condicionados em câmara climática apresentaram absorção de umidade segundo as leis de Fick, entretanto, os laminados de PPS/Vidro submetidos ao condicionamento por imersão em banho termostaticado apresentaram um comportamento anômalo. Associado a estes resultados foi também observado que os laminados condicionados tiveram um decréscimo no valor de suas resistências ao cisalhamento, entretanto, apresentaram um aumento nos valores de temperatura de transição vítrea e resistência à tração. Os resultados obtidos a partir dos ensaios de fadiga praticamente não sofreram alteração com o condicionamento ambiental. A partir dos resultados obtidos neste trabalho, pode ser concluído que a utilização de laminados de PPS/Carbono e

PPS/Vidro em aplicações aeroespaciais é viável, sendo estes compósitos menos susceptíveis a problemas ocasionados pelo efeito ambiental.

**PALAVRAS-CHAVE:** efeito higrotérmico, compósitos termoplásticos, propriedades mecânicas.

FARIA, M. C. M. **Evaluate the hygrothermal conditioning influence on the mechanical properties behavior of PPS/carbon and PPS/glass laminates.** 2008. 166f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

### **ABSTRACT**

The continuous use of thermoplastic composites in structural components of aerospace industry is due to essentially to the project flexibility, good mechanical properties and low specific mass, allied with elevated values of mechanical strength and rigidity and low corrosion incidence, attempted to severe requirements of these structures in service. However, components that require structural demand, when exposed in aggressive atmosphere such as high temperature and moisture, can have mechanical properties sensibility for these factors, and should be carefully studied before to be available in service. This way, the purpose of this work is to evaluate the hygrothermal conditioning influence (by using hygrothermal chamber and thermostatic bath immersion) on the mechanical properties (tensile strength fatigue and interlaminar shear) and on the viscoelastic behavior of PPS/carbon and PPS/glass laminates. The laminates used in this work were supplied by TenCate Dutch Company. The results obtained shows that conditioning laminates in hygrothermal chamber presented moisture absorption according to the Fick's law, however, the PPS/glass laminates submitted to thermostatic bath immersion presented a anomalous behavior. Associated to these results, it was also observed that the conditioned laminates had a decrease of shear strength values, however, presented an increase of glass transition temperature and tensile strength values. Results obtained according to fatigue tests practically do not change with the atmosphere conditioning. According to the results obtained in this work can be concluded that the use of thermoplastic laminates in aerospace applications is viable, because these laminates are less susceptible to atmosphere effect problems.

**KEY-WORDS:** hygrothermal effect, thermoplastic laminates, mechanical properties.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1-	Etapas de execução do presente trabalho.....	26
Figura 2.1-	Vista explodida da aeronave EMB-170, apresentando os componentes fabricados em compósitos poliméricos avançados (SILVA, 2006).....	29
Figura 2.2-	Representação da reação química de obtenção do PPS (MANO, 1999) .....	34
Figura 2.3-	Tear utilizado na obtenção do tecido (BOTELHO, 2002).....	37
Figura 2.4-	Principais tipos de tecidos utilizados para materiais compósitos (COSTA, 2006) .....	38
Figura 2.5-	Detalhe do tecido 8 harness satin (BURAKOWSKI, 2001) .....	39
Figura 2.6-	Diagrama esquemático apresentando conceitos de interfase e interface de materiais compósitos (NOHARA, 2004; GUILLEMINOT, 2007).....	42
Figura 2.7-	Diferentes planos de separação de compósitos reforçados com fibras contínuas: (a) fratura intralaminar; (b) fratura interlaminar e (c) fratura translaminar (NOGUEIRA, 2004) .....	51
Figura 2.8-	Modos de falhas possíveis de ocorrer em amostras ensaiadas por cisalhamento interlaminar ILSS (BOTELHO, 2002) .....	52
Figura 2.9-	Principais modos de falhas em compósito polimérico reforçado com fibras unidirecionais submetido a uma carga de tensão longitudinal: (a) fratura frágil; (b) fratura com arrancamento de fibra e (c) fratura com deslocamento e/ou fratura da matriz (NOGUEIRA, 2004) .....	54
Figura 2.10-	Variação da tensão ao longo do tempo, responsável por falhas de fadiga: (a) Ciclo de tensões alternadas; (b) Ciclo de tensões repetidas; (c) Ciclo de tensões aleatórias (CALLISTER, 1994)....	58
Figura 2.11-	Amplitude da tensão $\sigma$ em função do logaritmo do número de ciclos até a falha por fadiga N para: (a) um material que apresenta limite de resistência à fadiga; (b) um material que não apresenta limite de resistência à fadiga (CALLISTER, 1994).....	60

Figura 3.1-	Microscópio óptico NIKON, modelo Epiphote 200 .....	66
Figura 3.2-	Ilustração de inspeção ultra-sônica por transmissão de coluna de água .....	67
Figura 3.3-	Ilustração do digestor ácido Marconi .....	68
Figura 3.4-	Equipamento de TGA utilizado (Perkin-Elmer) .....	71
Figura 3.5-	Equipamento de DSC utilizado (Perkin-Elmer) .....	72
Figura 3.6-	Câmara de Climatização Marconi modelo MA 835/UR .....	75
Figura 3.7-	Representação esquemática da difusão de água em uma dimensão .....	75
Figura 3.8-	Banho termostatzado utilizado no procedimento de imersão em água .....	76
Figura 3.9-	DMTA utilizado na caracterização dos laminados em estudo.....	78
Figura 3.10-	Tensões idealizadas para o ensaio de cisalhamento Iosipescu .....	81
Figura 3.11-	Dispositivo e ensaio Iosipescu em uma amostra PPS-C .....	82
Figura 3.12-	Geometria do corpo-de-prova para ensaios de resistência à tração .....	83
Figura 3.13-	Máquina de ensaio universal INSTRON modelo 8801 .....	84
Figura 3.14-	Estereoscópio Leika .....	87
Figura 4.1-	Imagens obtidas por microscopia óptica dos laminados estudados:(a) PPS-V; (b) PP-C .....	89
Figura 4.2-	Resultados de ultra-som obtidos para os laminados em estudo.....	90
Figura 4.3-	Curva de DSC dinâmico para uma amostra de PPS-C .....	92
Figura 4.4-	Análises termogravimétricas dos laminados: (a) PPS-C; (b) PPS-V .....	93
Figura 4.5-	Fibras de reforços obtidas após o ensaio de digestão ácida: a) PPS-C; b) PPS-V .....	95
Figura 4.6-	Resultados do ganho de massa em câmara de climatização: a) PPS-C; b) PP-V .....	98
Figura 4.7-	Resultados do ganho de massa de amostras expostas ao condicionamento em banho por imersão: a) PPS-C; b) PPS-V .....	100
Figura 4.8-	Avaliação dos parâmetros Fickianos: a) PPS-C; b) PPS-V.....	102



Figura 4.9-	Avaliação da difusividade: a) PPS-C; b) PPS-V .....	103
Figura 4.10-	Curvas representativas do ensaio de ILSS: (a) PPS-C; (b) PPS-V .....	109
Figura 4.11-	Estereofotomicrografias representativas da análise de falhas nos laminados não condicionados após ensaios de ILSS:(a) PPS-V; (b) PPS-C .....	111
Figura 4.12-	Estereofotomicrografias representativas da análise de falhas nos laminados condicionados após ensaios de ILSS:(a) PPS-V; (b) PPS-C .....	112
Figura 4.13-	Curvas representativas do ensaio de Iosipescu: (a) PPS-C;(b) PPS-V .....	114
Figura 4.14-	Estereofotomicrografias representativas da análise das falhas nos laminados não condicionados após ensaios de Iosipescu:(a) PPS-V; (b) PPS-C .....	117
Figura 4.15-	Estereofotomicrografias representativas da análise das falhas nos laminados condicionados após ensaios de Iosipescu: (a) PPS-V; (b) PPC .....	118
Figura 4.16-	Curvas DMTA do laminado PPS-C: a) condição seca; b) após condicionamento em câmara climática .....	121
Figura 4.17-	Curvas DMTA do laminado PPS-C: a) condição seca; b) após condicionamento em câmara climática .....	122
Figura 4.18-	Curvas representativas do ensaio de tração: a) PPS-C; b) PPS-V .....	126
Figura 4.19-	Comparação do limite de resistência à tração dos laminados de fibra de vidro e carbono .....	127
Figura 4.20-	Estereofotomicrografias dos laminados após serem submetidos ao ensaio de tração: a) PPS-C; b) PPS-V .....	131
Figura 4.21-	Comportamento em fadiga de laminados não climatizados: a) PPS-C; b) PPS-V .....	133
Figura 4.22-	Comportamento em fadiga dos laminados climatizados: (a) PPS-C; b) PPS-V .....	136
Figura 4.23-	Estereofotomicrografias dos laminados após serem submetidos ao ensaio de fadiga em alto ciclo: a) PPS-C; b) PPS-V .....	137
Figura 4.24-	Estereofotomicrografias dos laminados de PPS-C após serem submetidos ao ensaio de fadiga em baixo ciclo: a) não condicionados; b) condicionados .....	139
Figura 4.25-	Estereofotomicrografias dos laminados de PPS-V após serem submetidos ao ensaio de fadiga em baixo ciclo: a) não condicionados; b) condicionados .....	139

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1-	Exemplos de aplicações de compósitos termoplásticos na indústria aeronáutica (COSTA, 2005) .....	31
Tabela 2.2-	Matrizes termoplásticas com algumas propriedades típicas (NOGUEIRA, 2004).....	33
Tabela 2.3-	Principais propriedades dos polímeros PEEK, PEI e PPS (BURAKOWSKI, 2001) .....	35
Tabela 2.4-	Propriedades típicas dos reforços mais utilizados em aplicações aeronáuticas (MAYER, 2003) .....	36
Tabela 3.1-	Resumo do laminados utilizados neste trabalho .....	63
Tabela 3.2-	Resumo dos ensaios realizados após o condicionamento ambiental .....	73
Tabela 3.3-	Valores utilizados no cálculo FGM (HULL, 1987) .....	85
Tabela 4.1-	Teor volumétrico dos laminados de PPS-C e PPS-V .....	94
Tabela 4.2-	Resultados da absorção de umidade (%) .....	97
Tabela 4.3-	Coefficiente de difusão e valores de n e k para os laminados em estudo .....	104
Tabela 4.4-	Propriedades mecânicas obtidas a partir do programa FGM .....	106
Tabela 4.5-	Resultados de cisalhamento interlaminar – ILSS .....	108
Tabela 4.6-	Resultados obtidos a partir dos ensaios de cisalhamento Iosipescu .....	113
Tabela 4.7-	Avaliação viscoelástica dos laminados de PPS-C e PPS-V .....	123
Tabela 4.8-	Resultados dos ensaios de resistência à tração .....	128

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT-	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM-	American Society for Testing and Materials
CTA-	Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial
DMTA-	Análise Termo Dinâmico-Mecânica
DSC-	Calorimetria Exploratória de Varredura
EEL-	Escola de Engenharia de Lorena
HS-	Harness Satin
IAE-	Instituto de Aeronáutica e Espaço
ILSS-	Resistência ao Cisalhamento Interlaminar
PAN-	Poli Acrilo Nitrila
PEEK-	Poli Éter Éter Cetona
PEI-	Poli Éter Imida
PEKK-	Poli Éter Cetona Cetona
PPS-	Poli Sulfeto de Fenileno
PPS-C-	Compósito de poli sulfeto de fenileno reforçado com fibras de carbono
PPS-V-	Compósito de poli sulfeto de fenileno reforçado com fibras de vidro
PRFC-	Plástico Reforçado com Fibra de Carbono
PSU-	Poli Sulfona
TGA-	Análise Termogravimétrica
UNESP-	Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
USP-	Universidade de São Paulo
UV-	Ultra Violeta

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	21
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	21
1.2 OBJETIVO .....	23
1.3 MOTIVAÇÃO.....	23
1.4 METODOLOGIA UTILIZADA.....	24
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	27
2.1 COMPÓSITOS.....	27
2.2 COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS .....	29
2.2.1 Matrizes poliméricas termoplásticas .....	32
2.2.1.1 Poli sulfeto de fenileno (PPS) .....	33
2.3 TIPOS DE REFORÇO .....	36
2.3.1 Fibras de carbono .....	39
2.3.2 Fibras de vidro.....	41
2.4 INTERFASE/INTERFACE .....	41
2.5 EFEITOS AMBIENTAIS .....	43
2.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	48
2.6.1 Resistência ao cisalhamento.....	49
2.6.1.1 Ensaio de cisalhamento ILSS .....	51
2.6.1.2 Ensaio de cisalhamento Iosipescu .....	52
2.6.2 Resistência à tração .....	53
2.6.3 Comportamento de vida em fadiga.....	54
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	63
3.1 MATÉRIAS PRIMAS.....	63
3.2 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS .....	64
3.2.1 Caracterização morfológica .....	64
3.2.2 Avaliação físico- química .....	68
3.2.2.1 Digestão química da resina .....	68
3.2.2.2 Análises térmicas .....	69

3.3 CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO .....	72
3.3.1 Câmara de climatização .....	73
3.3.2 Imersão em água.....	76
3.4 ENSAIOS VISCOELÁSTICOS E MECÂNICOS.....	77
3.4.1 Análise térmica dinâmico-mecânico (DMTA) .....	77
3.4.2 Ensaio de cisalhamento.....	78
3.4.2.1 Ensaio de cisalhamento interlaminar por short-beam (ILSS) .....	78
3.4.2.2 Ensaio de cisalhamento Iosipescu.....	79
3.4.3 Ensaio de tração .....	82
3.4.4 Ensaio de fadiga.....	85
3.4.5 Estereofotomicroscopia .....	86
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	88
4.1 CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO.....	88
4.1.1 Análise morfológica .....	88
4.1.2 Análise físico-química .....	91
4.1.2.1 Calorimetria exploratória diferencial (DSC) .....	91
4.1.2.2 Análise termogravimétrica (TG) e digestão ácida.....	92
4.2 EFEITO DO CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO .....	95
4.3 MODELAMENTO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS .....	105
4.4 EFEITO DO CONDICIONAMENTO POR IMERSÃO .....	106
4.4.1 Comportamento em cisalhamento .....	106
4.4.1.1 Cisalhamento interlaminar por short- beam .....	107
4.4.1.2 Cisalhamento Iosipescu .....	112
4.5 EFEITO DO CONDICIONAMENTO EM CÂMARA CLIMÁTICA .....	119
4.5.1 Análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) .....	119
4.5.2 Tração .....	125
4.5.3 Fadiga .....	132
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	140
5.1 CONCLUSÃO FINAL.....	140
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	143
5.3 TRABALHOS TÉCNICO-CIENTÍFICOS GERADOS .....	144

5.3.1 Publicados .....	144
5.3.2 Em andamento .....	146
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	147
APÊNDICE A PROCEDIMENTO B .....	158
APÊNDICE B TABELAS DE ABSORÇÃO DE UMIDADE .....	160
APÊNDICE C TABELAS DE LIMITE DE RESISTÊNCIA À FADIGA.....	165

## CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

### 1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS

A combinação de baixa massa específica com valores elevados de resistência mecânica e rigidez que os compósitos poliméricos avançados proporcionam, permite que essa classe de materiais seja empregada nas indústrias aeronáutica e espacial em substituição aos materiais metálicos tradicionais (OFFRINGA, 2006; COSTA, 2008).

Atualmente, componentes estruturais de aeronaves para fins civil e militar, tais como: flapes, leme, carenagens, empenagens, aileron, tanques de combustível, profundor, cone de cauda entre outros, que anteriormente eram fabricados em ligas de alumínio, titânio e aços especiais estão sendo fabricados, na sua grande maioria, em estruturas laminadas de compósitos poliméricos avançados (BOTELHO, 2002; COSTA, 2006). Estes compósitos poliméricos avançados podem oferecer aos componentes estruturais elevada resistência à fadiga e à corrosão, baixa condutividade térmica, isolamentos acústico e térmico e facilidade de obtenção de geometrias complexas assegurando um maior desempenho em serviço (NAIR; WONG; GOETTLER, 1997; ROBINSON; CHARETTE; LEONARD; 1991; CÂNDIDO; REZENDE; ALMEIDA, 2000; LIU; PIGGOTT 1995).

Com a constante evolução tecnológica que o processamento e as matérias-primas precursoras dos compósitos poliméricos avançados vêm apresentando, novos espaços em aplicações não aeronáuticas estão sendo conquistados contribuindo, simultaneamente, para o crescimento do interesse industrial em desenvolver e produzir estruturas mais leves com elevados padrões da qualidade e de resistência mecânica (KAWAI et al, 1998; SCHONBERG, 2000; MALLICK, 1988).

Dentro deste conceito, nestes últimos vinte anos, muita atenção vem sendo dada à utilização de compósitos termoplásticos para aplicações estruturais, podendo ser citados o PEI (poli(éter-imida)), o PEKK (poli(éter-cetona-cetona)), o PEEK

(poli(éter-éter-cetona)) e o PPS (poli(sulfeto de fenileno)), todos reforçados com fibras de vidro, aramida ou carbono (KIRK, 1988; ROBINSON; CHARETTE; NARD, 1991; CÂNDIDO; REZENDE; ALMEIDA, 2000).

Comparativamente aos termorrígidos, estes materiais podem apresentar maior resistência ao impacto, maior temperatura de serviço, menor absorção de água, menor custo de processamento em grande escala, menor custo de transporte e estocagem, maior facilidade na execução de reparos, maiores possibilidades de integração e de reciclagem de rejeitos (MALLICK, 1988; LIU; PIGGOTT, 1995; HULL, 1987).

Devido à sua utilização como componentes primários de aeronaves, torna-se muito importante a avaliação da vida útil dos compósitos termoplásticos. Esta avaliação tradicionalmente é realizada a partir de ensaios dinâmico-mecânicos tais como fadiga e vibração. A fratura por fadiga resulta do desenvolvimento progressivo de uma trinca que pode ser gerada durante o processo de fabricação ou por algum tipo de dano causado por impacto.

Além disso, os efeitos da umidade presente na atmosfera devem ser sempre considerados nos projetos de laminados estruturais. A umidade penetra na matriz polimérica pelo processo de difusão até que a concentração de equilíbrio seja atingida, sendo esse mecanismo acentuado pelo aumento da temperatura. Neste caso, a umidade pode causar a expansão volumétrica da matriz polimérica, gerando pequenas variações dimensionais e tensões internas. A taxa de absorção de umidade no compósito pode ser aumentada por picos térmicos acima de 140°C, durante pequenos intervalos de tempo (típicos em vôos supersônicos), que favorecem o surgimento de danos na forma de trincas superficiais no laminado e microtrincas na matriz e/ou na interface fibra/matriz. Como resultado, a resistência à tração, rigidez e a resistência ao cisalhamento interlaminar dos laminados podem ser reduzidas.

Devido à constante atualização tecnológica exigida no setor aeroespacial, o presente trabalho vem com o intuito de contribuir no domínio do conhecimento dos



efeitos ambientais sobre as propriedades mecânicas de estruturas em compósitos termoplásticos. O desenvolvimento do presente trabalho contou, principalmente, com as infra-estruturas do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, Campus de Guaratinguetá, da Divisão de Materiais do IAE/CTA e da Escola de Engenharia de Lorena, EEL, USP, Campus de Lorena.

## 1.2. OBJETIVO

O objetivo principal deste trabalho foi avaliar o efeito do condicionamento ambiental em laminados de fibras de vidro/PPS e fibras de carbono/PPS a partir da exposição destes laminados em ambientes agressivos e, posteriormente, a avaliação da degradação de suas propriedades mecânicas a partir de ensaios de tração, cisalhamento, dinâmico-mecânico (DMTA) e fadiga.

## 1.3. MOTIVAÇÃO

As principais razões que justificam a execução do presente trabalho foram inúmeras, dentre as quais podem ser citadas:

- capacitação na área de avaliação do efeito ambiental em laminados termoplásticos visando à obtenção de dados que permitam a substituição de laminados termorrígidos por estes;
- avaliação das propriedades mecânicas: resistência à tração; ao cisalhamento e a fadiga de laminados de PPS reforçados com fibras de vidro e carbono;
- contribuir para o desenvolvimento de tecnologia de fabricação e utilização de materiais estratégicos.

#### 1.4. METODOLOGIA UTILIZADA

O presente trabalho foi executado de maneira sistemática, adotando as etapas relacionadas na Figura 1.1. Além deste Capítulo 1 - Introdução, o conteúdo deste trabalho está estruturado em outros 5 Capítulos e dois apêndices, como se segue:

No Capítulo 2, Revisão Bibliográfica, é apresentada uma revisão sobre o estado da arte em compósitos termoplásticos, condicionamento ambiental e as principais características dos ensaios mecânicos utilizados neste trabalho.

O Capítulo 3, Materiais e Métodos, apresenta de forma sistemática, a metodologia utilizada neste trabalho de pesquisa, dando enfoque a:

- material utilizado;
- análise da matéria-prima como recebida via ensaios de microscopia óptica, ultra-som, análises térmicas e digestão ácida;
- condicionamentos higrotérmicos utilizados sendo estes: condicionamento em câmara climática e por imersão;
- avaliação mecânica dos laminados antes e depois de condicionados via ensaios de: DMTA, tração, cisalhamento ILSS, cisalhamento Iosipescu e fadiga.
- avaliação fractográfica dos laminados após a realização dos ensaios mecânicos.

Já no Capítulo 4 é apresentada uma discussão criteriosa dos resultados obtidos por este trabalho. Parte das discussões e conclusões realizadas já foi publicada em congressos nacionais e internacionais. Alguns trabalhos técnico-científicos baseados nestes resultados estão em fase de finalização e serão enviados a revistas especializadas, em breve.

Como Capítulo 5, encontram-se as considerações finais contendo: as conclusões finais, sugestões para trabalhos futuros e produção científica gerada.

O Capítulo 6 apresenta toda a bibliografia consultada em ordem alfabética segundo a norma ABNT NBR 10520 de 2007. Por fim, nos Apêndices A, B e C encontram-se o procedimento utilizado na digestão ácida para a avaliação do teor volumétrico de fibras, os valores tabelados utilizados na avaliação do efeito ambiental tanto por condicionamento em câmara climática quanto por imersão e os valores do limite de resistência à fadiga respectivamente.

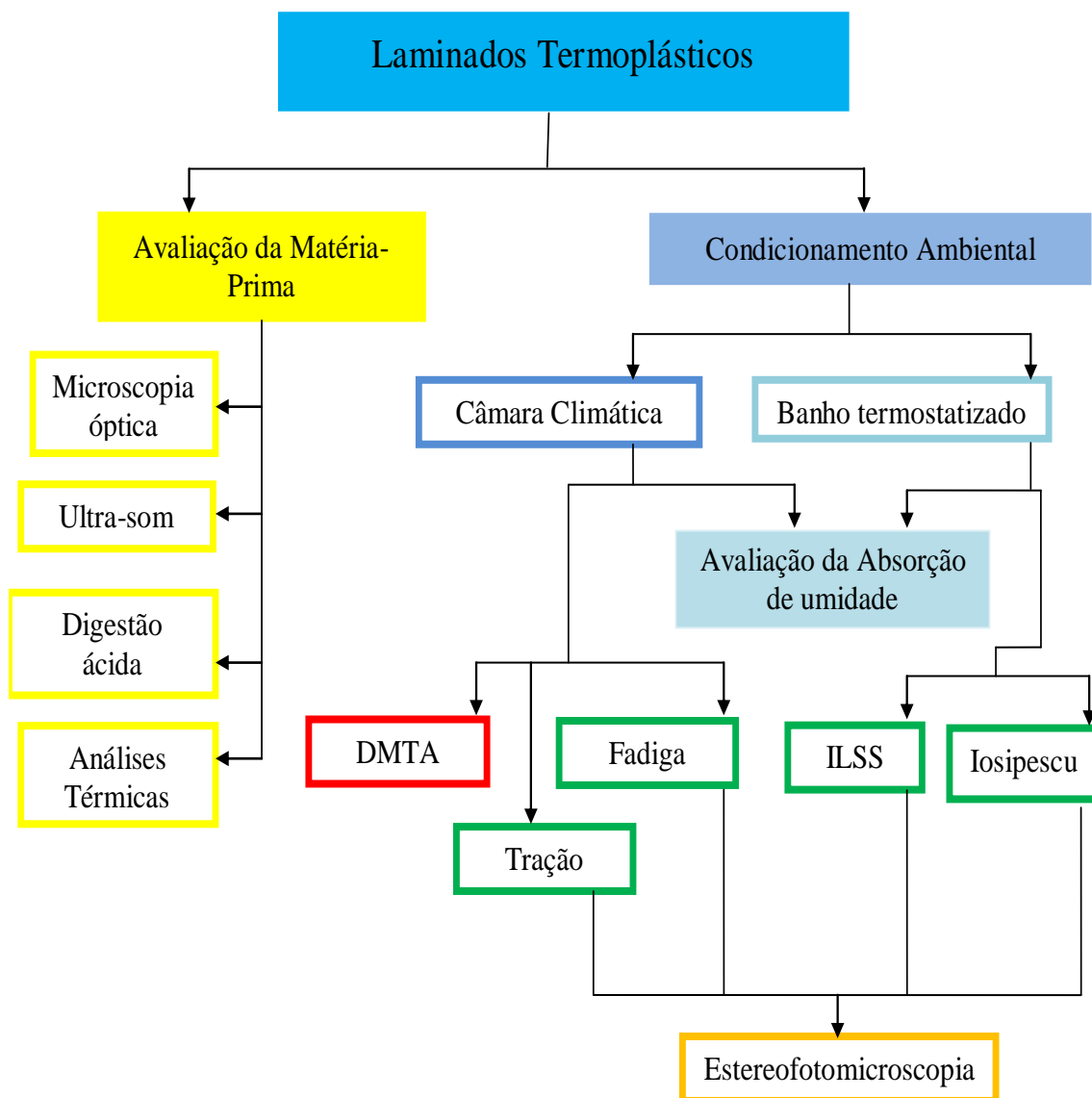


Figura 1.1. Etapas de execução do presente trabalho.

## CAPÍTULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. COMPÓSITOS

Os compósitos de engenharia são materiais estruturais, constituídos por fibras de reforço, com orientação definida ou não, dispersos em uma matriz metálica, cerâmica ou polimérica, sendo que suas propriedades variam em função de suas fases constituintes, de suas quantidades relativas e da geometria da fase dispersa, isto é, de sua forma, tamanho, distribuição e orientação (CUNHA, 2004).

Para estes materiais, tanto o reforço quanto a matriz retêm suas identidades individuais, podendo ser fisicamente identificados apresentando, porém, uma interface entre eles, o que lhes confere uma atuação em conjunto na aplicação final do compósito. Quando a combinação do reforço e da matriz polimérica confere ao compósito obtido menores valores de massa específica, associados à elevada resistência mecânica e rigidez, esses materiais são denominados compósitos poliméricos avançados. Essas características, somadas a resistência à fadiga e à corrosão, têm permitido uma ampla utilização deste tipo de material na indústria aeronáutica, atendendo às crescentes exigências em serviço das aeronaves (NOGUEIRA, 1999).

A partir de 1960, os compósitos estruturais foram introduzidos de modo definitivo na indústria aeroespacial. Com seu avanço foram criadas novas linhas para estruturas de elevado desempenho e com baixa massa específica, favorecendo o desenvolvimento de sistemas estratégicos tais como: mísseis; foguetes e aeronaves de geometrias complexas. Durante décadas, o uso dos compósitos poliméricos estruturais, também denominados avançados, foi restrito a alguns setores da indústria devido, principalmente, ao seu elevado custo. Entretanto, atualmente a aplicação de estruturas em compósitos vem crescendo dia após dia em diferentes setores da indústria moderna, representando um crescimento de 5% ao ano (REZENDE, 2000; DANIEL, ISHAI, 1994).

A utilização de compósitos avançados, principalmente os reforçados com fibras de carbono e de vidro, tem permitido uma significativa redução no peso final do componente, além de contribuir para a melhoria das resistências à corrosão e à fadiga de uma infinidade de estruturas que vem sendo utilizadas em aeronaves de última geração, plataformas marítimas de petróleo, satélites, submarinos, foguetes, veículos automotores, trens de alta velocidade, artigos esportivos como raquetes de tênis e tacos de golfe, e implantes ortopédicos, entre outras aplicações (PARDINI; LEVI, 2006).

Componentes estruturais de aeronaves para fins civil e militar, tais como: flapes, leme, carenagens, empenagens, aileron, tanques de combustível, profundor, cone de cauda entre outros, que anteriormente eram fabricados em ligas de alumínio, titânio e aços especiais, estão hoje sendo fabricados na sua grande maioria em estruturas laminadas de compósitos avançados, como pode ser observado na Figura 2.1 (LIU;PIGGOTT, 1995; KIRK, 1988; EGERTON; GRUBER, 1988; DEANS, 1987; AGEORGES; YE, 2001; COSTA, 2005).

Atualmente, a grande maioria dos compósitos poliméricos é obtida pela impregnação do reforço pelas resinas termorrígidas, as quais apresentam problemas de tensão em virtude do processamento e de sua natureza quebradiça, falta de resistência à erosão e quando aquecidas, podem ocorrer mudanças químicas e estruturais limitando sua aplicação em algumas regiões de maior temperatura de serviço (BOTELHO, 2002).

Embora os polímeros termorrígidos sejam responsáveis pela maior demanda de matrizes para compósitos avançados e possam quando necessário serem tenacificados, a utilização de matrizes termoplásticas têm continuamente evoluído como uma alternativa para aplicações estruturais, devido à maior tenacidade à fratura, maior resistência ao impacto, maior temperatura de serviço, menor absorção de umidade, maior tolerância a danos, menor custo de processamento em grande escala, menores custos de transporte e estocagem, maior facilidade na execução de reparos e maiores

possibilidades de integração e de reciclagem de rejeitos em relação aos termorrígidos tradicionalmente utilizados (COSTA, 2006).

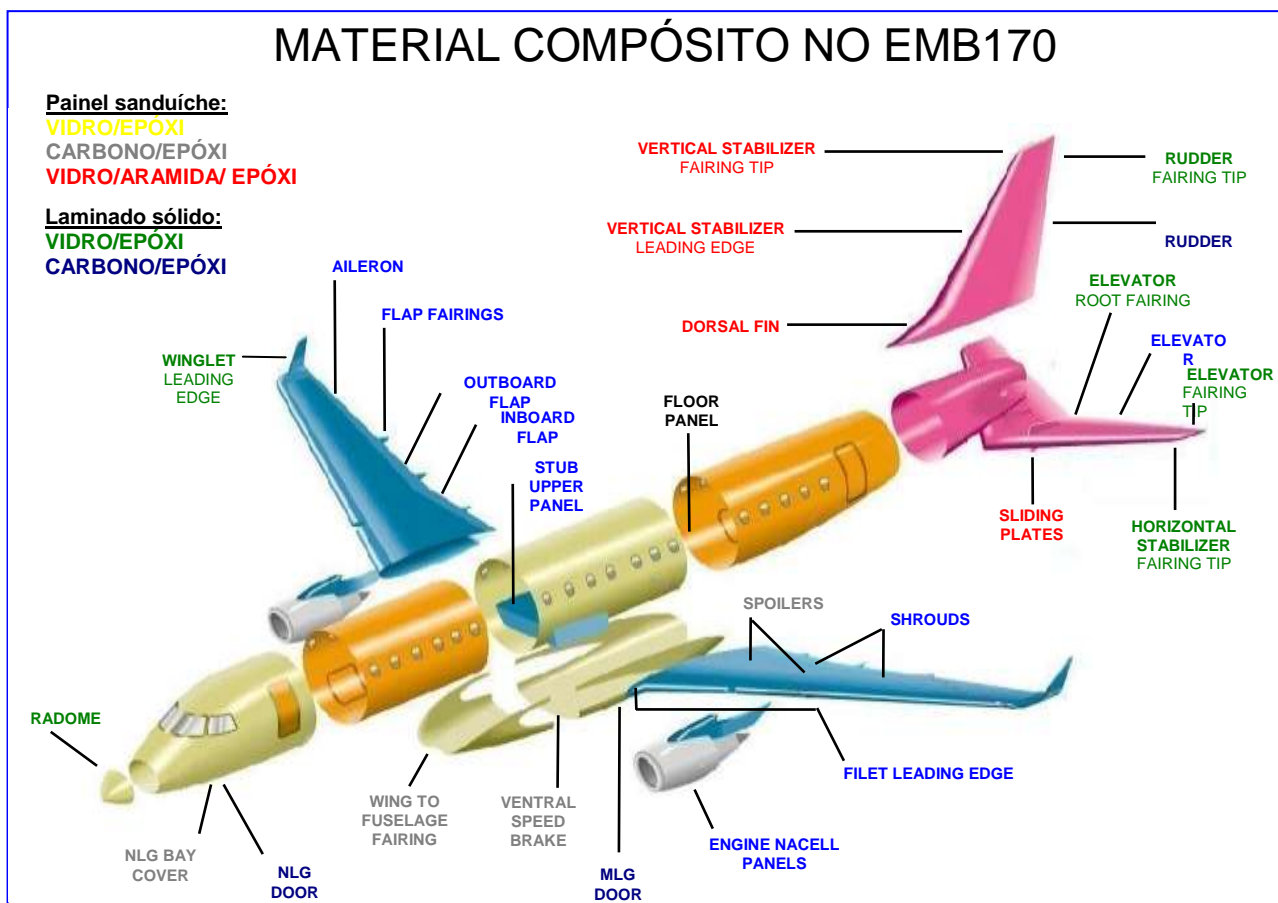


Figura 2.1. Vista explodida da aeronave EMB-170, apresentando os componentes fabricados em compósitos poliméricos avançados (SILVA, 2006).

## 2.2. COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS

Atualmente, os compósitos termoplásticos avançados vêm conquistando uma grande versatilidade de aplicações principalmente na indústria aeroespacial. Como exemplo, pode ser citado sua utilização na obtenção de componentes internos e nervuras de asas em aeronaves, produzidos pelas empresas Airbus e Boeing, portas de trens de aterrissagem, painéis de pisos e superfícies móveis, como portas em aviões da Fokker, radome do Hercules, flapes, entre outras, como pode ser constatado na Tabela 2.1.

Os compósitos termoplásticos reforçados com fibras contínuas estão sendo amplamente empregados no setor aeronáutico devido, principalmente, ao melhor desempenho quanto à fadiga, maiores valores de resistência ao impacto e ao fogo, baixa absorção de umidade, temperatura de serviço mais elevada e grande versatilidade na produção em série, exibindo propriedades mecânicas iguais ou superiores às apresentadas pelos compósitos termorrígidos que vêm sendo tradicionalmente utilizados (REZENDE, 2000; BERSEE, 2005; AGEORGES; YE, 2000; VIÑA, 2002).

Esses materiais exibem melhores resultados quando comparados aos termorrígidos quanto à processabilidade, reparos de danos e carregamento, resistência ambiental e capacidade de reprocessamento. Apresentam ainda, a possibilidade de variação no grau de cristalização, possibilitando o aumento das resistências mecânica (principalmente ao impacto e ao cisalhamento) e química em estruturas especiais (BERSEE, 2005; BOTELHO, 2002).

No setor aeronáutico, a utilização de compósitos termoplásticos é promissora na construção de fuselagens permitindo, com isto, uma redução de peso de aproximadamente 25% em relação às estruturas metálicas fabricadas com ligas de alumínio 2024-T3. Geralmente, os compósitos termoplásticos reforçados com fibras contínuas utilizam uma elevada fração volumétrica de reforço (>50%), buscando atingir os requisitos de alto desempenho mecânico exigidos em serviço (BERSEE, 2005; BOTELHO, 2002).

Além dos fatores já citados anteriormente, o entusiasmo pelo uso de termoplásticos é devido a diferentes razões das quais se destacam: o processamento pode ser mais rápido se comparado aos termorrígidos, pois não exige ciclos de cura (o processamento de compósitos termoplásticos necessita apenas de aquecimento, conformação e resfriamento); considerando as preocupações ecológicas, a maioria dos compósitos termoplásticos apresentam menor toxicidade, pois não liberam produtos químicos, como os originados durante o processo de cura de resinas termorrígidas,



além de poderem ser fundidos ou solubilizados em solventes, reciclados ou combinados com outros materiais recicláveis; os laminados termoplásticos apresentam uma vida de prateleira infinita, quando comparado aos termorrígidos, pois não precisam ser condicionados em refrigeradores (COSTA, 2006; BOTELHO, 2002; YE, 2005).

Tabela 2.1 Exemplos de aplicações de compósitos termoplásticos na indústria aeronáutica (COSTA, 2005).

Aeronave	Estrutura	Material	Fornecedor
Airbus 340-500/600	Nervura da asa	Carbono/PEEK Carbono/PEI	ICI Ten Cate
	Painel Pilone do motor	Carbono/PPS com malha de bronze	Ten Cate
	Nervuras e perfis do caixão da asa, painéis de acesso da asa, bordo de ataque e nervuras do bordo de ataque.	Não informado	Ten Cate
A 380	Nervuras e reforçadores das empenagens horizontal e vertical e da asa, peças de interior, painéis de fuselagem do nariz, molduras de janelas, vigas do piso, etc.	Não informado	Ten Cate
	Painéis de acesso	Carbono/PPS	Phillips 66 Company
Boeing 737, 747, 767 e 777	Peças de interior	Não informado	Ten Cate
Northrop F-5	Porta do trem de pouso	Carbono/PEEK	ICI
Mc Donnell Douglas F-18	Painel da asa	Carbono/PEEK	ICI
Lockheed Hercules C-130	Painel ventral	Carbono/PEEK	ICI
Dornier Do328	Nervura do flap	Carbono/PEI	Ten Cate
Westland Lynx	Porta de acesso	Carbono/PEEK	ICI
Fokker F-50	Painel de proteção de gelo	Aramida/PEI	Ten Cate ICI
	Porta do trem de pouso	Carbono/PEI Carbono/PEEK	
	Painéis de piso	Vidro/PEI Carbono/PEI	

### 2.2.1. Matrizes poliméricas termoplásticas

Os polímeros termoplásticos são sólidos à temperatura ambiente, fundem-se ou amolecem-se quando aquecidos acima da temperatura de fusão e se solidificam novamente quando são resfriados. Em geral, apresentam cadeias lineares ou ramificadas, geralmente não possuem ligações cruzadas como os termorrígidos, e podem ser reciclados repetidamente com a aplicação de calor. A maioria dos termoplásticos apresenta comportamento dúctil quando comparados aos termorrígidos. Componentes em compósitos termoplásticos podem ser produzidos nas mais complexas formas a partir dos processos de moldagem por injeção, extrusão e termoformagem (NOGUEIRA, 2002; MANO; MENDES, 1999; CANEVAROLO, 2002).

Algumas matrizes termoplásticas denominadas semi-cristalinas possuem, sob certas condições, cadeias poliméricas alinhadas em uma configuração cristalina regular de baixa energia, conferindo ao material uma melhora significativa em suas propriedades mecânicas a temperaturas elevadas (acima de 100°C), incluindo resistência à fluência e uma maior facilidade de manipulação (NOGUEIRA; MARLET; REZENDE, 1999; BERSEE; BEUKERS, 2003). Essa característica semicristalina proporciona grande interesse para a obtenção de peças estruturais, devido à sua resistência a produtos químicos e à sua transcristalinidade em compósitos com fibras de carbono, permitindo uma melhor adesão fibra/matriz e, conseqüentemente, melhores propriedades mecânicas (BOTELHO, 2002).

Em se tratando de matrizes termoplásticas, o entendimento da cristalinidade é importante, pois as propriedades mecânicas de um mesmo polímero com diferentes graus de cristalinidade podem ser diferentes quando comparados entre si. As regiões melhor ordenadas da matriz polimérica são mais rígidas e resistentes, devido ao empacotamento das cadeias poliméricas, o que resulta em uma maior densidade, quando comparadas com as regiões amorfas do mesmo polímero (JAMES, 2005). Em função destes dados os compósitos termoplásticos foram inicialmente desenvolvidos

para a indústria aeroespacial em aplicações de defesa, utilizando matrizes poliméricas resistentes a elevadas temperaturas tais como: poliamidas, poliimidas, PEEK (poli (éter-éter-cetona)), PEI (poli (éter-imida)), PPS (poli (sulfeto de fenileno)), PSU (polisulfona), dentre outros (NOGUEIRA, 2000; BOTELHO, 2001; BOTELHO, 2002). A Tabela 2.2 apresenta os tipos de matrizes termoplásticas mais utilizadas em aplicações de elevado desempenho, com algumas de suas propriedades mais importantes à temperatura ambiente.

Tabela 2.2 Matrizes termoplásticas com algumas propriedades típicas (NOGUEIRA, 2004).

Matriz	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Módulo de elasticidade em tração (GPa)	Resistência à tração (MPa)
Poli(acetal)	1,4	3,5	70
Poliamida 6/6	1,1	1,3-3,5	55-90
Poli(carbonato)	1,2	2,1-3,5	55-70
Poli(etileno)	0,9-1,0	0,7-1,4	20-35
Poli(propileno)	0,9	---	29-38
Poli(éster)	1,3-1,4	2,1-2,8	55-60
PEEK	1,3-1,4	3,5-4,4	100
PPS	1,3-1,4	3,5	78

#### 2.2.1.1. Poli (sulfeto de fenileno) (PPS)

O poli (sulfeto de fenileno) (PPS) foi obtido no final do século XIX, como evidenciado nos estudos de Friedel e Crafts, sendo recente a sua utilização na indústria. Entre os anos de 1940 e 1950, diversas tentativas para a produção desse material falharam. Apenas em 1967, Edmonds e Hill da empresa Phillips Petroleum Company estabeleceram um método de obtenção do PPS por meio da síntese do para-dicloro-benzeno e sulfeto de sódio. O desenvolvimento desse processo marcou o início

da sua comercialização em escala industrial, a partir de 1972 (WIEBECK; HARADA, 2005).

O poli (sulfeto de fenileno) é um polímero termoplástico, semicristalino, composto por uma série de anéis aromáticos alternados com átomos de enxofre e com elevadas temperaturas de transição vítrea (90°C) e de fusão (280°C), quando comparado a outros termoplásticos convencionalmente utilizados (QUINTELIER, 2006; PERNG, 2000; JANG; KIM, 1996). Esta matriz polimérica é proveniente da polimerização por condensação do para-dicloro-benzeno com o sulfeto de sódio, em solventes polares, como apresentado na Figura 2.2 (WIEBECK; HARADA, 2005; LAGE, 1999).

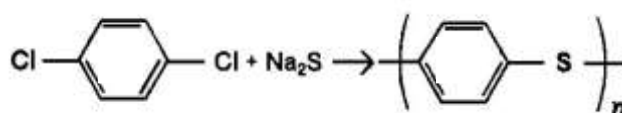


Figura 2.2 Representação da reação química de obtenção do PPS (MANO, 1999).

Este material apresenta um custo elevado, porém, a estabilidade da estrutura molecular lhe confere características especiais, tais como excelente resistência química e baixa degradação térmica. Quando misturado com fibras de vidro, de carbono ou outros tipos de reforços fibrosos, torna-se um plástico de engenharia de alto desempenho, tendo um conjunto de características dentre as quais se destacam: boa estabilidade térmica quando submetido por períodos prolongados de tempo a temperatura de até 200°C; resistência a uma grande variedade de produtos químicos, solventes e corrosivos, mesmo em temperaturas elevadas; auto-extinguível (possuindo classificação de flamabilidade UL94V-0) sem que seja necessária aditivação para este fim; boa estabilidade dimensional; boas características dielétricas e isolantes – que permanecem constantes em uma grande faixa de condições (WIEBECK; HARADA, 2005; ARICI, 2005; PERNG, 2000). Em relação ao desempenho mecânico da matriz

PPS destacam-se: elevado módulo de flexão; elevados valores de resistências à fluência e à tração; elevada resiliência e, em combustão forçada, queima com baixa geração de fumaça. Esta matriz polimérica também apresenta baixa absorção de umidade (de 0,01 a 0,05%) (WIEBECK; HARADA, 2005; ARICI, 2005; PERNG, 2000).

O PPS é um material frágil que apresenta como principal desvantagem a sua baixa tenacidade à fratura (0,1 – 0,2 kJ/m<sup>2</sup>) (QUINTELIER, 2000). Atualmente, o emprego desta matriz polimérica vai desde o setor eletro-eletrônico, passando pelo automobilístico, de eletrodomésticos, petroquímico e de utensílios de cozinha (LAGE, 1999). A Tabela 2.3 resume algumas das principais propriedades do PPS.

Tabela 2.3 Principais propriedades dos polímeros PEEK, PEI e PPS (BURAKOWSKI, 2001).

Propriedades Físicas	PEEK	PEI	PPS
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	1,31	1,35	1,43
Absorção de umidade (%)	0,13	0,24	0,03
Dureza Rockwell M	99	110	93
Dureza Rockwell R	130	120	130
Dureza Shore	85	86	86
Propriedades Mecânicas	PEEK	PEI	PPS
Resistência à tração (MPa)	90	100	69
Módulo de Elasticidade (GPa)	3,6	3,6	3,7
Elongação (%)	39,2	44,9	4,1
Módulo de Flexão (GPa)	4,0	4,5	5,1
Resistência ao Impacto Izod (J/cm)	0,74	0,67	0,31
Propriedades Térmicas	PEEK	PEI	PPS
Temp. de Deflexão a 1,8 MPa (°C)	170	200	130
Temp. de Fusão (°C)	340	---	280
Temp. máx. de serviço ar (°C)	220	200	140
Temp. Processamento (°C)	370	360	350
Temp. Transição Vítreia (°C)	143	220	88

### 2.3. TIPOS DE REFORÇO

Em compósitos termoplásticos de alto desempenho os reforços mais utilizados são constituídos de fibras de vidro, carbono e aramida, as quais apresentam melhores propriedades mecânicas e maior resistência à umidade que os reforços naturais. As principais características destes reforços encontram-se apresentadas na Tabela 2.4.

Tabela 2.4 Propriedades típicas dos reforços mais utilizados em aplicações aeronáuticas (MAYER, 2003).

Fibra	Tipo	(d)* g/cm <sup>3</sup>	Resistência à tração(MPa)	Módulo (GPa)	Temp. Serviço (°C)	Benefício
Vidro	E	2,59	3447	72	650	Resistência e custo
	S2	2,46	4585	87	650	Alta resistência
Carbono	Carbonizada**	1,66	3102-5860	227-448	800	Rigidez
	Grafitizada***	1,80	1723-2413	379-965	1830	Rigidez superior
Aramida	Kevlar 29	1,44	3609	83	900	Res. ao impacto, baixo peso
	Kevlar 49	1,44	3609-4136	124	900	Res. à tração e ao impacto, baixo peso
	Kevlar 149	1,44	3447	172	900	Res. à tração e ao impacto, rigidez e baixo peso
UHMW PE#	Spectra	0,97	2758	151	230	Peso extremamente baixo, resistência. ao impacto
Boro	-	2,49	3447	400	3500	Resistência e rigidez à alta temp.

\*massa específica, \*\* fibra tratada em torno de 1000°C, \*\*\*fibra tratada acima de 1700°C, #polietileno de ultra-alta massa molar.

Em aplicações estruturais, os reforços contínuos podem ser utilizados na forma de fitas unidirecionais ou tecidos. Os tecidos são projetados para atender a requisitos de resistência, espessura, porosidade, deformação e durabilidade. Essas propriedades podem variar conforme o tipo de tecido utilizado, os espaçamentos dos fios, a matéria-prima, a estrutura do filamento, a massa específica linear e fatores de torção da trama e do urdume (COSTA, 2006; LI, 2006).

As formas mais simples e comuns de reforço têxtil para compósitos são os tecidos que consistem de estruturas clássicas bi-direcionais (COSTA, 2006; RIJSWIJK; BERSEE, 2007). A construção (tecelagem) é importante para definir algumas propriedades do tecido e, principalmente, do compósito resultante. Uma grande variedade de tecidos pode ser obtida usando um tear convencional. Neste caso, os tecidos são produzidos em teares cujas mechas de fibras se entrecruzam em posições mutuamente perpendiculares e alternadas, obedecendo a um determinado padrão. Uma orientação bi-direcional é então estabelecida, onde o urdume, que se estende pelo comprimento do tecido, e a trama são as direções principais como apresentado na Figura 2.3 (BOTELHO, 2002).

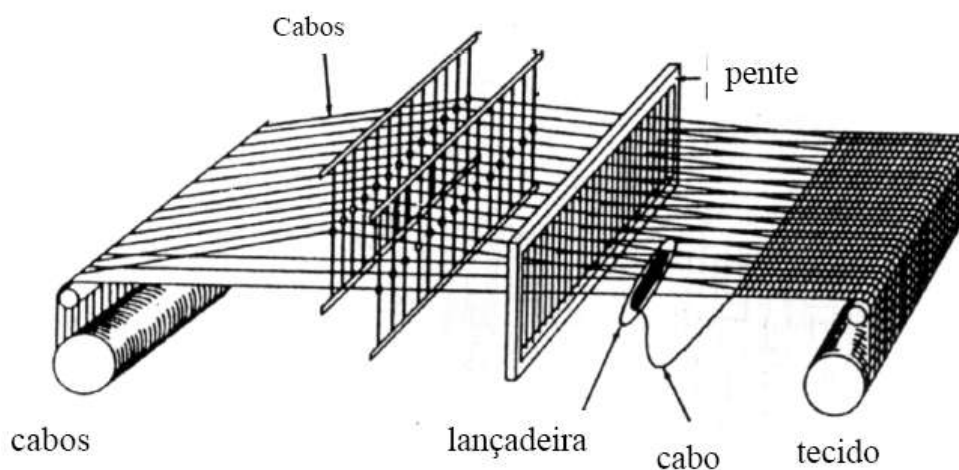


Figura 2.3 Tear utilizado na obtenção do tecido (BOTELHO, 2002).

A estrutura bi-direcional dos tecidos é caracterizada pelo espaçamento entre mechas adjacentes, tamanhos das mechas, porcentagem de fibras em cada direção, e pelo grau de empacotamento das mechas (PARDINI, 2000).

Há basicamente três tipos de padrões de tela que dão origem a tecidos mais complexos: tecido tipo plano, tipo Satin e tipo diagonal. Tecidos do tipo HS (harness satin), como os utilizados nesse trabalho, apresentam uma melhor capacidade de dobramento ajustando-se mais às superfícies de contorno e baixa porosidade, porém, apresentam uma maior assimetria quando comparados as outras configurações, como o

Plain Weave. A Figura 2.4 apresenta os principais tipos de tecidos utilizados na manufatura de compósitos estruturais.

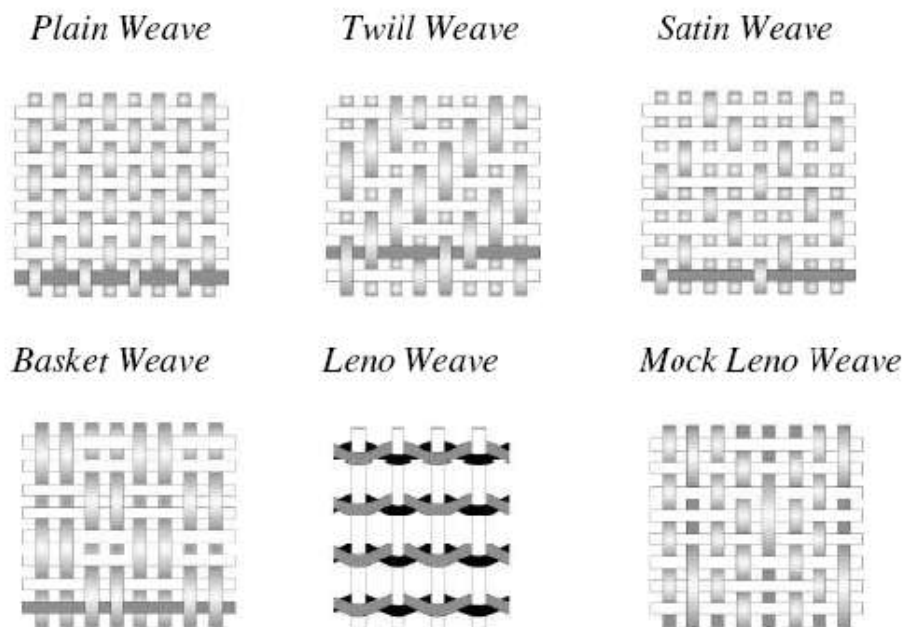


Figura 2.4 Principais tipos de tecidos utilizados para materiais compósitos (COSTA, 2006).

Devido ao reduzido número de cruzamentos entre trama e urdume, o tecido tipo Satin apresenta melhores características de deformação em cisalhamento (BERGSMANN, 1995).

A nomenclatura de tecidos tipo Satin é acompanhada pelo número de tramas que o urdume atravessará antes de cruzar sobre ela. Conforme o catálogo do fornecedor Ten Cate, o tipo 8H Satin significa que o urdume passará por 7 tramas e cruzará na oitava. Pode-se também estabelecer uma relação entre as propriedades do tecido com o número e o formato dos fios. Uma concentração maior de fios em um tecido o torna menos maleável, por outro lado, uma concentração muito baixa de fios e, por conseguinte, maior espaçamento entre eles, pode facilitar seus deslocamentos por cisalhamento, mudando localmente a distância entre fios (COSTA, 2006; BARKER, 2005). A Figura 2.5 apresenta exemplos de dois tipos de configurações para o tecido 8HS.



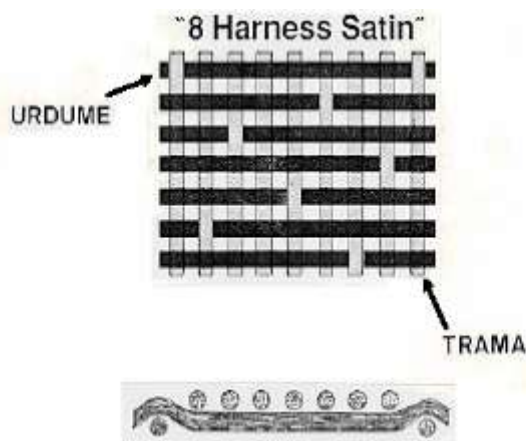


Figura 2.5 Detalhe do tecido 8 harness satin (BURAKOWSKI, 2001).

### 2.3.1. Fibras de carbono

Vários tipos de fibras de carbono vêm sendo utilizados nos últimos 40 anos como reforço para materiais compósitos com aplicações estruturais, demonstrando uma combinação única de vantagens de desempenho dinâmico e estático nas exigências de uso.

As fibras de carbono constituem o tipo de reforço mais empregado para compósitos avançados de matriz polimérica, se destacando dentre as outras fibras, por apresentarem elevada rigidez, excelente estabilidade térmica a elevadas temperaturas, baixa massa específica, baixo coeficiente de expansão térmica e elevada resistência à corrosão, características essas que combinadas tornam os compósitos de fibra de carbono um atraente substituto para vários metais, ligas especiais e outros materiais convencionalmente utilizados em engenharia (BURAKOWSKI, 2001; BARKER, 2005). Estas características de desempenho oferecem um grau de versatilidade no projeto e na fabricação de estruturas em compósitos que não se encontram disponível em outros materiais.

A motivação para o desenvolvimento da tecnologia para a obtenção de fibras de carbono possibilitou aos compósitos estruturais a combinação de baixa massa específica ( $<2,0 \text{ g/cm}^3$ ) aliada a maiores valores de tenacidade à fratura ( $\sim 10$

MPa.m<sup>1/2</sup>) para compósitos PRFC (plástico reforçado com fibras de carbono). Atualmente, as fibras de carbono produzidas comercialmente são obtidas pela decomposição térmica de vários precursores orgânicos. Os materiais precursores mais utilizados são a poliacrilonitrila (PAN), celulose (*rayon*) e o piche (BOTELHO, 2002).

Segundo Pardini, (2000) as fibras de carbono podem ser classificadas quanto ao módulo de elasticidade e quanto à resistência à tração. De acordo com o seu módulo de elasticidade, as fibras de carbono estão disponíveis em quatro tipos gerais:

- Ultra-alto módulo: fibras com módulo de elasticidade maior que 500 GPa;
- Alto módulo: fibras com módulo de elasticidade maior que 350 GPa. Essas fibras são utilizadas principalmente nos setores aeronáutico, espaço e defesa;
- Módulo intermediário: fibras com módulo de elasticidade de, aproximadamente, 200 GPa. Essas fibras são utilizadas no setor de recreação;
- Baixo módulo de elasticidade: fibras com módulo de elasticidade menor que 150 GPa, tendo baixo valor de resistência à tração. Essas fibras não têm aplicações estruturais, mas são usadas, por exemplo, no isolamento de fornos.

Considerando a resistência à tração, as fibras de carbono são classificadas em dois tipos:

- Ultra-alta resistência: fibras com resistência à tração maior que 5,0 GPa e razão resistência/rigidez entre  $2 - 3 \times 10^{-2}$ .
- Alta resistência: fibras com resistência à tração maior que 2,5 GPa e resistência/rigidez entre  $1,5 - 2 \times 10^{-2}$ .

### 2.3.2. Fibras de vidro

Os principais trabalhos sobre a produção de fios de fibras de vidro surgiram no início do século XIX, mas somente a partir de 1939 estas fibras começaram a ser comercializadas destinando-se, principalmente, à fabricação de produtos para isolamento térmica e como reforço em materiais compósitos. Os vidros são materiais que se solidificam no estado amorfo, obtidos a partir da fusão de óxidos ou seus derivados – principalmente a sílica ( $\text{SiO}_2$ ) – com outros ingredientes, a uma temperatura de aproximadamente  $1260^\circ\text{C}$ , que pode variar de acordo com a composição que se deseja trabalhar. Os produtos comercializados são em sua maioria confeccionados com fios constituídos pela aglutinação de fibras contínuas ou descontínuas (WIEBECK, HARADA, 2005).

Compósitos reforçados com fibras de vidro encontram diversas aplicações, como por exemplo, na construção civil, indústria automotiva, aeronáutica, elétrica/eletrônica, eletrodomésticos, artesanato e produtos de consumo. Dentre as principais vantagens da fibra de vidro encontram-se: baixo custo, elevadas resistências à tração e a ataques químicos, excelentes propriedades de isolamento e possibilidade de aumento de resistência mecânica por meio da manipulação dos seus constituintes. As fibras de vidro apresentam como principais desvantagens: baixo módulo de elasticidade; baixa massa específica ( $2,5\text{g/cm}^3$ ), baixa resistência à fadiga e alta dureza (WIEBECK, H; HARADA, J; 2005).

### 2.4. INTERFACE/INTERFASE

O principal desafio na tecnologia do processamento de materiais compósitos de alto desempenho encontra-se na obtenção de uma adequada interface/interfase entre o reforço e a matriz (ARAÚJO, 2006). A interface entre a fibra e a matriz pode ser definida como a superfície limite entre esses componentes, através da qual ocorre uma descontinuidade de alguns parâmetros. Na prática, uma região interfacial possui uma

espessura limitada. A interface é um plano hipotético de espessura “zero” que une o reforço e a matriz por um determinado mecanismo de adesão. A interfase, para materiais compósitos pode ser definida como a região formada do resultado da interação entre a fibra e a matriz, com morfologias e/ou composições químicas significativamente distintas, quando comparadas aos cernes da fibra e da matriz (NOHARA, 2004; GUILLEMINOT, 2007).

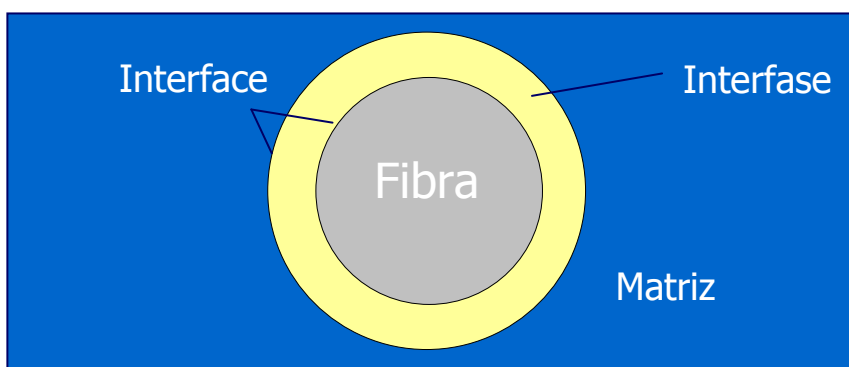


Figura 2.6 Diagrama esquemático apresentando conceitos de interfase e interface de materiais compósitos (NOHARA, 2004; GUILLEMINOT, 2007).

A região da interfase pode ser considerada como sendo uma zona de difusão, de nucleação, de reação química ou qualquer combinação entre esses parâmetros (NOHARA, 2004; GUILLEMINOT, 2007). A adesão fibra/matriz pode ser atribuída a cinco mecanismos principais que podem ocorrer na interface: adsorção e molhamento; interdifusão; atração eletrostática; ligação química e adesão mecânica. Muito freqüentemente, as interações físicas e químicas entre a fibra e a matriz conduzem a um gradiente de estruturas. A adesão em um compósito polimérico pode-se dar por encaixe mecânico de cadeias da matriz polimérica em rugosidades existentes na superfície da fibra, atração eletrostática, forças de van der Waals ou formação de ligações químicas mais fortes (BURAKOWSKI; REZENDE, 2001).

Uma interface fibra/matriz forte aumenta a integridade dos compósitos e transfere a carga eficientemente às fibras, através da matriz, resultando em um compósito mais resistente (BURAKOWSKI; REZENDE, 2001). Em geral, em

compósitos se a ligação é fraca, o material não suporta grandes cargas de cisalhamento, compressão, flexão e tração, pois a transferência de energia entre matriz e fibra não é eficiente. Se a adesão interfacial é muito forte, não é permitido um desvio adequado da trinca e a ocorrência de mecanismos de absorção de energia, promovendo a formação de um compósito com comportamento frágil ao impacto e com menor resistência à fratura. Portanto, durante a utilização dos compósitos, ou seja, em condições de serviço, se a adesão é fraca rapidamente ocorre descolamento na interface fibra-matriz, entretanto, se a adesão é muito forte ocorrem mais facilmente falhas frágeis na matriz/reforço. Uma ligação interfacial adequada favorece a transferência de carga, resultando em cisão intralaminar e/ou em delaminação interlaminar adequada, de modo que o compósito seja capaz de absorver uma maior quantidade de energia de impacto e também consiga dissipar parte da energia. O balanceamento adequado de propriedades na interface/interfase permite a ocorrência de mecanismos adicionais de dissipação de energia que impedem ou dificultam a propagação das trincas, resultando em um aumento da energia de fratura dos compósitos (NOGUEIRA, 2002; ANIFANTIS, 1997).

## 2.5. EFEITOS AMBIENTAIS

As aeronaves operam em uma grande variedade de condições ambientais tais como: ar frio e seco, em condições quentes e úmidas, elevada ou baixa taxa de radiação ultravioleta, etc. Ao mesmo tempo, as aeronaves comerciais são usadas por períodos de até 30 anos. Portanto, é importante que os materiais utilizados na construção de aeronaves mantenham suas propriedades durante todo o seu período de vida, mesmo nos ambientes mais severos (BOTELHO; PARDINI; REZENDE, 2007).

As propriedades mecânicas dos compósitos de matriz polimérica podem ser degradadas por uma variedade de efeitos físicos e químicos; portanto, é importante entender tanto o material quanto o ambiente operacional a que este se encontra exposto. Efeitos tais como umidade, temperatura, radiação UV, entre outros, presentes

na atmosfera devem ser sempre considerados nos projetos de laminados estruturais. A umidade, por exemplo, penetra na matriz polimérica pelo processo de difusão até que a concentração de equilíbrio seja atingida, sendo esse mecanismo acentuado pelo aumento da temperatura. Neste caso, a umidade pode causar a expansão volumétrica da matriz polimérica, gerando pequenas variações dimensionais e tensões internas. A taxa de absorção de umidade no compósito pode ser aumentada por picos térmicos acima de 140°C, durante pequenos intervalos de tempo (típicos em vôos supersônicos), que favorecem o surgimento de danos na forma de trincas superficiais no laminado, microtrincas na matriz e/ou na interface fibra/resina. Como resultado, a resistência à tração, rigidez e a resistência ao cisalhamento interlaminar dos laminados geralmente são reduzidas (BOTELHO, 2002; BISMARCK; HOFMEIER; DÖRNER, 2007).

Os materiais utilizados nas diferentes partes de uma aeronave experimentam diferentes condições ambientais. Um conjunto de condições ou perfis de vôos precisa ser previamente definido para cada parte específica da aeronave. Vários componentes de uma aeronave encontram-se sujeitos a uma grande variedade de produtos químicos, incluindo combustível, aditivos, fluidos hidráulicos, fluidos descongelantes, tintas e removedores, detergentes e sistemas de lavagens. Estes produtos químicos e fatores ambientais podem alterar significativamente as propriedades mecânicas do material compósito. O ambiente operacional afeta diferentemente a matriz, a fibra e a interface fibra/matriz do laminado. Portanto, é necessário avaliar os efeitos potenciais em cada um desses componentes com testes mecânicos apropriados antes de certificar o material para uso (WANG; HAHN, 2007; XIANG; JONES, 1996).

Para os compósitos com matrizes poliméricas, a matriz do compósito absorve a umidade do ar, principalmente a elevadas temperaturas, onde o processo de difusão é intensificado. A polaridade da matriz tem grande influência na absorção de umidade pelo compósito. Quanto maior for a polaridade da matriz maior será a sua capacidade de absorção de água. Além das interações polares entre moléculas de água e a matriz, a configuração espacial da molécula do polímero utilizada como matriz polimérica

também influencia no processo de absorção de umidade pelo material. Diferentes configurações geométricas espaciais podem resultar em uma estrutura mais aberta, o que favorece a absorção de umidade pela cadeia polimérica, pois a água pode se alojar nos interstícios da estrutura da molécula. Conseqüentemente, polímeros com um arranjo cristalino bem empacotado são mais eficientes na resistência à umidade que aquele com menor grau de empacotamento. Embora a natureza da matriz seja o fator dominante no processo de absorção, o tipo de fibra, a orientação das fibras, a seqüência de empilhamento das camadas e o tipo de acabamento do laminado podem influenciar no processo de difusão da umidade do compósito, ocorrendo este bem lentamente em temperaturas ambientes, mas saturando o material para uma concentração de equilíbrio de umidade que dependerá das condições operacionais de uma aeronave (CUNHA; COSTA; REZENDE, 2006; YANN et al., 2006).

Os efeitos ambientais causados pela temperatura e umidade relativa do ar podem ser reversíveis quando o período de exposição é de curta duração. Porém, quando a exposição 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 conseqüência desse fato, ocorre o descolamento da fibra, provocando a delaminação do compósito com a conseqüente redução das propriedades mecânicas e termofísicas do material compósito (CUNHA; COSTA; REZENDE, 2006; ZENASNI et al., 2006).

As características físico-químicas de determinadas matrizes poliméricas, tais como o grau de reticulação e distribuição de massa molar, permitem que os compósitos fabricados com fibras de vidro e 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. A movimentação das moléculas de água é o fator

responsável pelo mecanismo da difusão de umidade de uma região de elevada concentração para outra de baixa concentração. Com a elevação da temperatura essa transferência de moléculas aumenta e, conseqüentemente, a taxa de difusão de umidade também (CÂNDIDO, 2001; BOTELHO, 2003).

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. Uma expressão para o cálculo do ganho de massa como função do tempo para o material totalmente exposto, em que o conteúdo de umidade e a temperatura são constantes é proposta por (MAYER, 2003; RAZERA, 2006). O mecanismo de difusão de água em matrizes poliméricas é resultado da movimentação randômica das moléculas e pode, teoricamente, ser classificada em três categorias:

- I. Difusão Fickiana em que a taxa de difusão é menor que a mobilidade dos segmentos de cadeia. Neste caso o equilíbrio de sorção é rapidamente estabilizado, sendo dependente do tempo somente até um certo limite;

- II. No outro extremo em que a taxa de difusão e mobilidade são maiores quando comparados a processos de relaxação das cadeias. Neste caso, o processo de sorção é fortemente dependente da cinética de intumescimento da matriz polimérica;

- III. Difusão anômala, que ocorre quando a mobilidade de permeação da água e relaxação dos segmentos das cadeias são comparáveis. Quando a difusão é analisada com os polímeros no estado vítreo ou em regiões próximas à temperatura de transição vítrea, em que os segmentos têm pouca mobilidade, este comportamento pode ser encontrado (BOTELHO, 2008).

Para avaliar em qual o caso se enquadra o material sob análise, pode-se considerar a curva de sorção versus tempo representada pela equação 2.1

$$M_T/M_\infty = kt^n \quad (2.1)$$



Sendo  $M_T$  relativo ao ganho de massa com relação ao tempo  $t$ ,  $M_\infty$  relativo ao ganho de massa no equilíbrio e  $k$  e  $n$  são constante. Para sistemas fickianos,  $n \sim 1/2$ , sistemas anômalos  $1/2 < n < 1$  ou  $n < 1/2$  e se o comportamento segue o caso II,  $n \geq 1$  (RAZERA, 2006; BOTELHO, 2008).

Um dos efeitos mais acentuados da absorção de umidade em um compósito polimérico é a plasticização da matriz polimérica, levando geralmente a uma redução da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) da matriz e mudanças nas propriedades mecânicas, tais como o módulo de elasticidade. A temperatura de transição vítrea é uma propriedade muito importante do material, pois define a temperatura de utilização para um determinado componente. Como esperado, a degradação nas propriedades da matriz polimérica afeta, principalmente, as propriedades do compósito dominadas pela matriz a elevadas temperaturas (CHAWLA, 1998; KAW, 1997; BOUKHOULDA; ADDA-BEDIA; MADANI, 2006).

O efeito de tensão super imposto em uma condição quente/úmido também pode produzir um maior detrimento nas propriedades mecânicas do compósito quando comparado a cada um destes fatores avaliados separadamente. O nível de umidade obtido tende a aumentar com o aumento do nível de tensão imposta e, geralmente, este comportamento segue o modelamento da lei de Fick. O maior efeito encontra-se no valor de difusividade que aumenta com o aumento da tensão aplicada. O valor de equilíbrio de umidade também é proporcional ao nível de tensão. O dano induzido na tensão na forma de microtrincas aumenta o nível de equilíbrio de umidade absorvida. A umidade presente dentro dessas microtrincas tem um efeito significativamente diferente da umidade absorvida pela matriz. As relaxações viscoelásticas dentro da matriz polimérica podem ocorrer a níveis de tensões mantidas que podem alterar as propriedades de difusão (CÂNDIDO 2001; BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

## 2.6. PROPRIEDADES MECÂNICAS

A avaliação das propriedades mecânicas de materiais compósitos e detalhes estruturais deve ser conduzida de maneira que satisfaçam os seguintes objetivos: caracterização de materiais ou processos; desenvolvimento de projeto permissível; qualificação de materiais para determinadas aplicações; controle de qualidade; avaliação da resistência e durabilidade sob cargas cíclicas ou estáticas; avaliação da influência do dano ou da degradação na resistência residual. Os compósitos poliméricos laminados são frequentemente obtidos ao mesmo tempo em que o componente é manufaturado e, portanto, possuem uma grande variedade de propriedades, as quais são dependentes da fibra, resinas, empilhamento, fração volumétrica, etc. Assim, os requisitos de testes geralmente são mais exigentes do que para outros materiais convencionais (BOTELHO, 2002; PAIVA; MAYER; REZENDE, 2005).

O comportamento mecânico dos compósitos poliméricos é caracterizado pela resposta que estes materiais apresentam quando submetidos às tensões ou deformações. Assim, em função dos polímeros possuírem uma estrutura molecular peculiar, quando comparados a outros materiais, como as cerâmicas e os metais, o seu comportamento mecânico é único. Podem ser mencionados além da composição química, os seguintes fatores estruturais que tem relação direta com as propriedades mecânicas dos polímeros: massa molar; ramificações e ligações cruzadas; cristalinidade, incluindo a morfologia cristalina; copolimerização, incluindo tipo de copolímero; orientação molecular, reforços e outros aditivos (BOTELHO, 2002; MORAIS, 2006).

As condições do processamento das amostras poliméricas, tratamentos térmicos eventuais e os seus formatos, apesar de serem consideradas variáveis externas, poderão provocar alterações significativas estruturais e, conseqüentemente, interferir no comportamento mecânico dos polímeros e, por conseqüência, dos compósitos obtidos a partir dessas matrizes (COSTA, 2006). As principais variáveis externas que afetam o

comportamento mecânico dos compósitos obtidos de matrizes poliméricas são: tempo ou velocidade de deformação (ou velocidade de aplicação da tensão); nível de sollicitação mecânica; tipo de sollicitação; natureza da atmosfera vizinha, abrangendo umidade e outros agentes quimicamente agressivos (BOTELHO, 2006).

Os componentes aeroespaciais fabricados com compósitos poliméricos apresentam severos requisitos em serviço e podem sofrer danos mecânicos os quais podem ocorrer durante o processo de fabricação, manuseio, transporte, estocagem e manutenção. Os compósitos são susceptíveis a danos mecânicos quando sujeitos a esforços de compressão, tensão, flexão e cisalhamento que podem levar a delaminação interlaminar. Em qualquer um desses casos, o aumento de carga externa favorece a propagação da delaminação na intercamada levando a falha catastrófica do componente. Portanto, é necessária a utilização de materiais com maior tolerância ao dano e a realização de uma avaliação mecânica adequada dos materiais antes de empregá-los em estruturas aeroespaciais (PAIVA; JANE, 2005; KONTOU, 2006).

#### 2.6.1. Resistência ao cisalhamento

Quando os compósitos poliméricos são utilizados na fabricação de componentes estruturais, a determinação da resistência ao cisalhamento é um parâmetro particularmente importante ao projeto dessas estruturas (BOTELHO, 2002).

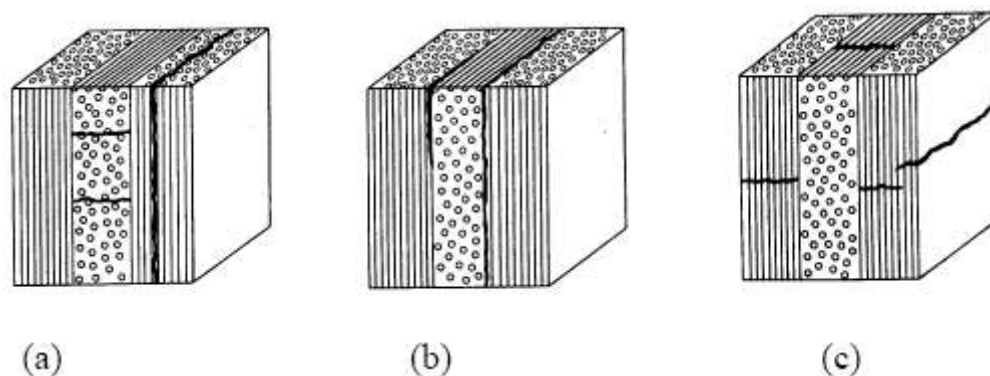
Ao contrário dos metais, que são isotrópicos, apresentando uma variação estreita de propriedades, uma quantidade numerosa de testes deve ser conduzida para os compósitos, que são anisotrópicos e têm uma variação inerente de propriedades mecânicas, principalmente, devido às condições de processamento e às matérias-primas utilizadas. Em compósitos é evidente que a fratura interlaminar constitui no principal processo de falha, muitas vezes limitando a vida útil de um determinado componente. Esse fato despertou, desde o começo da década de 70, uma grande atenção da comunidade científica para a caracterização dos compósitos. Dessa forma, a resistência ao cisalhamento interlaminar em compósitos é uma propriedade

particularmente importante no projeto de estruturas, quando esses materiais são utilizados em sua fabricação (BOTELHO, 2002; BOTELHO; PARDINI; REZENDE, 2006).

Entre os testes atualmente disponíveis, os mais utilizados são: o ensaio de cisalhamento em três pontos (*short beam*), cisalhamento em quatro pontos, tração axial de um laminado [ $\pm 45$ ]s, ensaio de cisalhamento de duplo entalhe e ensaio de cisalhamento Iosipescu. Outros métodos de ensaio de cisalhamento em compósitos têm sido utilizados podendo-se citar: torção de tubos de paredes finas ou barras retangulares, torção de anéis e cisalhamento em trilho triplo (BOTELHO, 2002).

A anisotropia do material compósito aumenta a concentração de tensões e o tempo necessário para que essa tensão atinja um estado uniforme. Além desse problema, é necessário ser levada em consideração a dificuldade da definição da geometria do corpo-de-prova e do dispositivo de fixação para um ensaio confiável de cisalhamento. Entre os ensaios de cisalhamento citados, dois são utilizados com mais frequência: o ensaio de cisalhamento em três pontos (*short beam*) e o de cisalhamento Iosipescu, uma vez que utilizam pouco material e dispositivos simples de ensaio, quando comparados aos outros métodos, permitindo avaliar quantitativamente diferenças entre materiais (NOGUEIRA, 2004).

A determinação das propriedades de cisalhamento em materiais compósitos é uma tarefa muito difícil, devido à natureza anisotrópica dos compósitos e de sua resposta não linear sob esforços cisalhantes. Este ensaio deve fornecer uma região de cisalhamento puro e uniforme, ser reprodutível, não necessitar de um equipamento especial de ensaios e fornecer uma resposta de tensão/deformação confiável. Os tipos de danos estão diretamente relacionados com a orientação das fibras e a direção de aplicação do carregamento (NOGUEIRA, 2004). Em compósitos reforçados com fibras contínuas, as fraturas podem ser divididas em três tipos básicos: interlaminar, intralaminar e translaminar como apresentados na Figura 2. 7.



Figuras 2.7 Diferentes planos de separação de compósitos reforçados com fibras contínuas: (a) fratura intralaminar; (b) fratura interlaminar e (c) fratura translaminar (NOGUEIRA, 2004).

#### 2.6.1.1. Ensaio de cisalhamento ILSS

O ensaio de cisalhamento em três pontos (*short beam* ou ILSS) 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.

O dispositivo de ensaio utiliza o sistema de fixação do ensaio de flexão de três pontos, sendo a carga aplicada por um cilindro superior, com uma razão vão/espessura ( $v/e$ ) recomendada de 4:1 para compósitos reforçados com fibras contínuas (BOTELHO, 2002).

No caso das tensões de cisalhamento, a falha ocorre por cisalhamento interlaminar das camadas ao longo do plano horizontal. Particularmente, para o caso da falha interlaminar, a fratura tende a ocorrer na região rica em resina entre as lâminas e assim permanece plana. 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 interlaminar. Devido à dificuldade na obtenção do módulo de cisalhamento a partir da utilização do ensaio ILSS, esse não é adequado para a geração de dados para projetos estruturais.

Entretanto, este método apresenta resultados de tensão de cisalhamento confiáveis e repetitivos, além de utilizar corpos-de-prova com dimensões reduzidas. Os modos de falha podem variar, mas para o resultado ser significativo, este deve ser cisalhante ou apresentar uma deformação plástica com evidência de falha por delaminação, como apresentado na Figura 2.8.

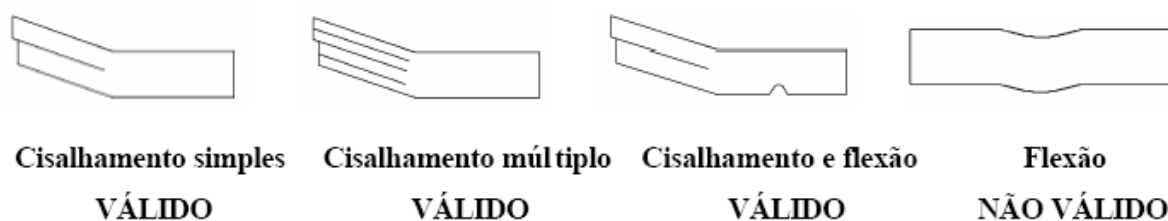


Figura 2.8 Modos de falhas possíveis de ocorrer em amostras ensaiadas por cisalhamento interlaminar ILSS (BOTELHO, 2002).

#### 2.6.1.2. Ensaio de cisalhamento Iosipescu

O teste de cisalhamento em compósitos é freqüentemente um motivo de divergência. Muitos procedimentos diferentes de testes foram utilizados e somente agora alguns estão ganhando aceitação (BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

O ensaio de cisalhamento Iosipescu foi desenvolvido na década de 60 para materiais metálicos e, posteriormente, foi adaptado para a determinação do comportamento tensão/deformação em cisalhamento de compósitos poliméricos estruturais. O método Iosipescu determina as propriedades de cisalhamento de materiais compósitos reforçados com fibras de alto módulo, que podem ser contínuas ou descontínuas. Esse ensaio consiste em uma das melhores escolhas para caracterizar as propriedades de cisalhamento, pois induz um estado de tensão de cisalhamento pura, e as deformações são avaliadas por medidores de deformação, gerando valores para os módulos e tensões de cisalhamento. O ensaio também permite a determinação de propriedades de cisalhamento nas três direções do plano do material sendo, portanto, possível a caracterização intra, inter e trans-laminar do compósito (WIEBECK; HARADA, 2005).

### 2.6.2. Resistência à tração

Entre os diversos tipos de ensaio disponíveis para a avaliação das propriedades mecânicas dos materiais, o mais amplamente utilizado é o ensaio de tração, por ser um tipo de ensaio relativamente simples e de realização rápida além de fornecer informações importantes e primordiais para o projeto e a fabricação de peças e componentes (CHAWLA, 1998; KAW, 1997; BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).

A caracterização do modo de falha de um material compósito é muito complicada devido ao número e diversidade de mecanismos de fratura exibidos pelos compósitos. Por definição e constituição, os laminados reforçados com fibras contínuas são heterogêneos onde cada lâmina já é individualmente anisotrópica. Portanto, a fratura de um componente em compósito é muito diferente da fratura de um componente metálico (CHAWLA, 1998; KAW, 1997).

Em relação ao metal, o material compósito apresenta diferenças de propagação de trinca pela matriz, rompimento de fibras e delaminação, as quais, normalmente, se combinam e produzem a falha total do componente (NOGUEIRA, 2004).

A partir dos resultados obtidos em ensaios de tração registrados em curva tensão-deformação, podem ser obtidas variáveis tais como: módulo de elasticidade em tração, tensão e deformação no ponto de escoamento, tensão máxima, tensão e deformação na ruptura, etc. Entretanto, em compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas, o valor de tração longitudinal depende, principalmente, das propriedades mecânicas da fibra utilizada, enquanto que o valor da resistência à tração transversa depende, principalmente, das características da matriz e da interface, podendo esse ensaio ser utilizado para a avaliação da interface fibra/matriz (BOTELHO, 2002).

A Figura 2.9 apresenta os principais modos de falha que podem ocorrer em compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas unidirecionais, submetidos a ensaio de tração.

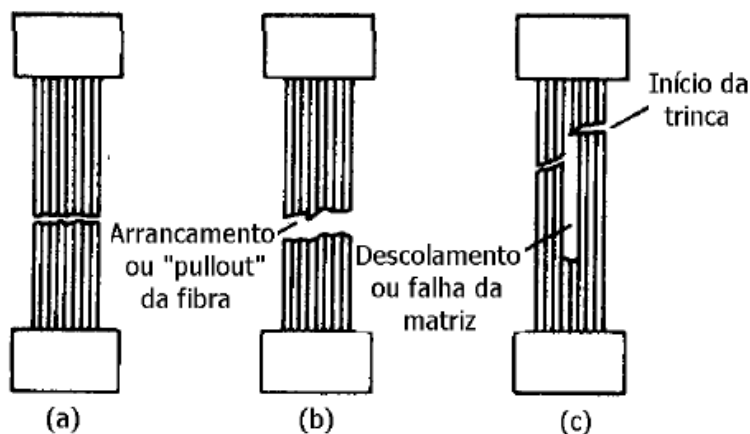


Figura 2.9 Principais modos de falhas em compósito polimérico reforçado com fibras unidirecionais submetido a uma carga de tensão longitudinal: (a) fratura frágil; (b) fratura com arrancamento de fibra e (c) fratura com deslocamento e/ou fratura da matriz (NOGUEIRA, 2004).

### 2.6.3. Comportamento de vida em fadiga

Fadiga é o fenômeno pelo qual um material submetido a um carregamento cíclico, por um determinado período, é caracterizado por uma falha através do processo acumulativo do dano, ou seja, com o surgimento de microtrincas a uma tensão inferior ao seu limite de escoamento. Sob certas condições normais de carregamento, as trincas de fadiga se iniciam em defeitos superficiais ou internos do material, tais como: riscos, mudanças bruscas de seção, rugosidade superficial, inclusões, contornos de grãos fragilizados, interfaces, vazios, etc (SILVA, 2006; SALEKEEN, JONES, 2007).

Os materiais, quando submetidos a tensões flutuantes ou repetidas, isto é, quando sob a ação de esforços cíclicos, rompem-se a tensões inferiores àquelas determinadas nos ensaios estáticos de tração e compressão. A ruptura que ocorre nessas condições dinâmicas de aplicação de esforços por fadiga ocorre após um tempo considerável do material em serviços (ZHANG, HARTWIG, 2002; BAKER; DUTTON; KELLY, 2004).



No caso específico dos metais, a falha por fadiga é causada pelo início e crescimento de uma trinca dominante na estrutura, que geralmente se forma e se propaga ao longo de uma banda de deslizamento existente na superfície livre do material envolvendo sempre uma interface, onde normalmente ocorre a máxima tensão e desacelera quando ela se aproxima de barreiras microestruturais, tais como: uma inclusão não metálica, partículas de segunda fase (dura), ou contornos de grãos, onde a trinca pode ficar temporariamente ou permanentemente estacionada nas barreiras microestruturais, dependendo do nível de tensão aplicada. Portanto, a resistência à fadiga dos metais pode ser definida como sendo a resistência que o metal oferece à nucleação e à propagação de trinca (SILVA, 2006; PASTOUKHOV; VOORWALD, 1995).

À medida que o desenvolvimento tecnológico incorporou novos componentes e equipamentos, como, por exemplo, nas indústrias automobilística e aeroespacial, submetidos continuamente a esforços dinâmicos e vibrações, o fenômeno de fadiga passou a representar a causa de mais de 90% das falhas em serviço. A falha por fadiga é particularmente imprevisível, pois acontece sem que haja qualquer aviso prévio; sendo de natureza frágil, mesmo em materiais dúcteis, no sentido de que existe pouca, quando alguma deformação plástica generalizada associada com a falha. O processo ocorre pela iniciação e propagação de trincas e, em geral, a superfície de fratura é perpendicular à direção de uma tensão de tração aplicada (GASSAN, 2001; BRYAN, 2003; CALLISTER, 1994; SALEKEEN, JONES, 2007).

Estruturas de compósitos em serviço são geralmente submetidas a cargas de fadiga. Danos por fadiga causam uma redução gradual nas propriedades mecânicas dos compósitos, tais como resistência e dureza. A fadiga em compósitos reforçados com fibras contínuas consiste em um fenômeno muito complexo. Devido à degradação das propriedades durante o carregamento cíclico, as tensões são continuamente redistribuídas à estrutura do compósito, portanto, o comportamento em fadiga para este material ocorre de forma diferente quando comparado aos materiais metálicos (TAI, MA, WU, 1995; BAKER; DUTTON; KELLY, 2004; BATHIAS, 2006).

Materiais compósitos cobrem uma enorme gama de materiais e, obviamente, é difícil estabelecer um comportamento em fadiga que inclua todos eles. A maioria dos pesquisadores e engenheiros costuma comparar, de forma cuidadosa, a fadiga dos materiais compósitos com a fadiga dos metais (VINÃ, 2002; BAKER; DUTTON; KELLY, 2004; BATHIAS, 2006; SALEKEEN, JONES, 2007).

Geralmente, o mecanismo de fadiga em compósitos fibrosos apresenta quatro estágios: nucleação do dano local, devido à carga cíclica, geralmente em locais de elevada intensidade de tensões; nucleação de microtrincas; propagação estável da trinca, novamente devido à carga cíclica e propagação local da trinca que depende da orientação da fibra, da ductilidade da matriz e da força de adesão interfacial entre fibra/matriz (ZHANG, HARTWIG, 2002; BRYAN, 2003; BAKER, DUTTON, KELLY, 2004).

Fadiga em metais tem sido estudada intensamente por mais de 150 anos, desde o trabalho pioneiro de Whöeler. Atualmente, o comportamento em fadiga em metais é abordado utilizando-se alguns conceitos já pré-estabelecidos dentro do comportamento dos mesmos em baixo ciclo, mega ciclo, giga ciclo e propagação de trinca. Entretanto, para compósitos avançados, situações como fadiga em giga ciclo, por exemplo, é pouco conhecida. As curvas de  $\sigma$ - $N$  normalmente são mais estudadas entre  $10^3$  e  $10^6$  ciclos. É importante destacar que a tolerância ao dano nestes materiais não ocorre da mesma forma que nos metais, devido aos graus de anisotropia tornarem tal estudo extremamente complexo (KAW, 1997; CHAWLA, KUMAR, 1998; BRYAN, 2003;).

Materiais compósitos de desempenho elevado, reforçados por fibras longas de carbono, vidro, boro ou aramida apresentam boa resistência à fadiga. A substituição de ligas de alumínio por compósitos de fibras de carbono e vidro aplicados em lâminas de hélices de helicópteros resultou na melhoria da durabilidade de tais componentes. A resistência dos compósitos pode variar de acordo com o tipo de fibra, da resina e da configuração do compósito. Dentro deste conceito, compósitos obtidos a partir de fibras de carbono apresentam valores de resistência à fadiga acima dos valores

encontrados para laminados processados a partir de fibras de vidro (GASSAN, 2201; BRYAN, 2003).

Atualmente, várias investigações vêm sendo relatadas com o intuito de se prever o comportamento e a vida em fadiga de laminados termoplásticos. O dano em fadiga resulta em uma mudança de resistência, rigidez e outras propriedades mecânicas para este tipo de laminado, onde os fenômenos de danos sob várias cargas são significativamente diferentes; por exemplo, formação de trinca devido à ruptura da fibra e a propagação da trinca da matriz a uma elevada carga de tração, resulta em uma falha catastrófica. O crescimento da trinca também depende do nível de tensão aplicada que afeta o dano geral significativamente. Se a ruptura da fibra ocorre a uma tensão baixa devido a defeitos, o dano tende a levar a separação interfacial ao invés de trinca da matriz. Conseqüentemente, quando um compósito contém muitas fibras enfraquecidas a ruptura da fibra ocorre antes da falha do compósito. Vários modelos de degradação de resistência residual vêm sendo propostos para prever a vida útil em fadiga dos laminados com base em matriz polimérica (TAI; MA; WU, 1995; GASSAN, 2001; ZHANG, HARTWIG, 2002).

A tensão aplicada em fadiga pode ser de natureza axial (tração-compressão), de flexão (dobramento) ou torcional (torção). Em geral, são possíveis três modalidades diferentes de tensão oscilante-tempo, as quais estão representadas esquematicamente na Figura 2.10 (a) como uma dependência regular e senoidal em relação ao tempo, onde a amplitude é simétrica em torno de um nível médio de tensão zero, por exemplo, alternando entre uma tensão máxima de tração ( $\sigma_{m\acute{a}x}$ ) e uma tensão mínima de compressão ( $\sigma_{m\acute{i}n}$ ) de igual magnitude. Este fenômeno é conhecido por ciclos de tensões alternadas. Outro tipo de esforço em fadiga, conhecido por ciclos de tensões repetidas, encontra-se ilustrado na Figura 2.10 (b) onde os valores máximos e mínimos são assimétricos em relação ao nível zero de tensão (CALLISTER, 1994). O nível de tensão pode ainda variar aleatoriamente em amplitude e freqüência, como exemplificado na Figura 2.10 (c).

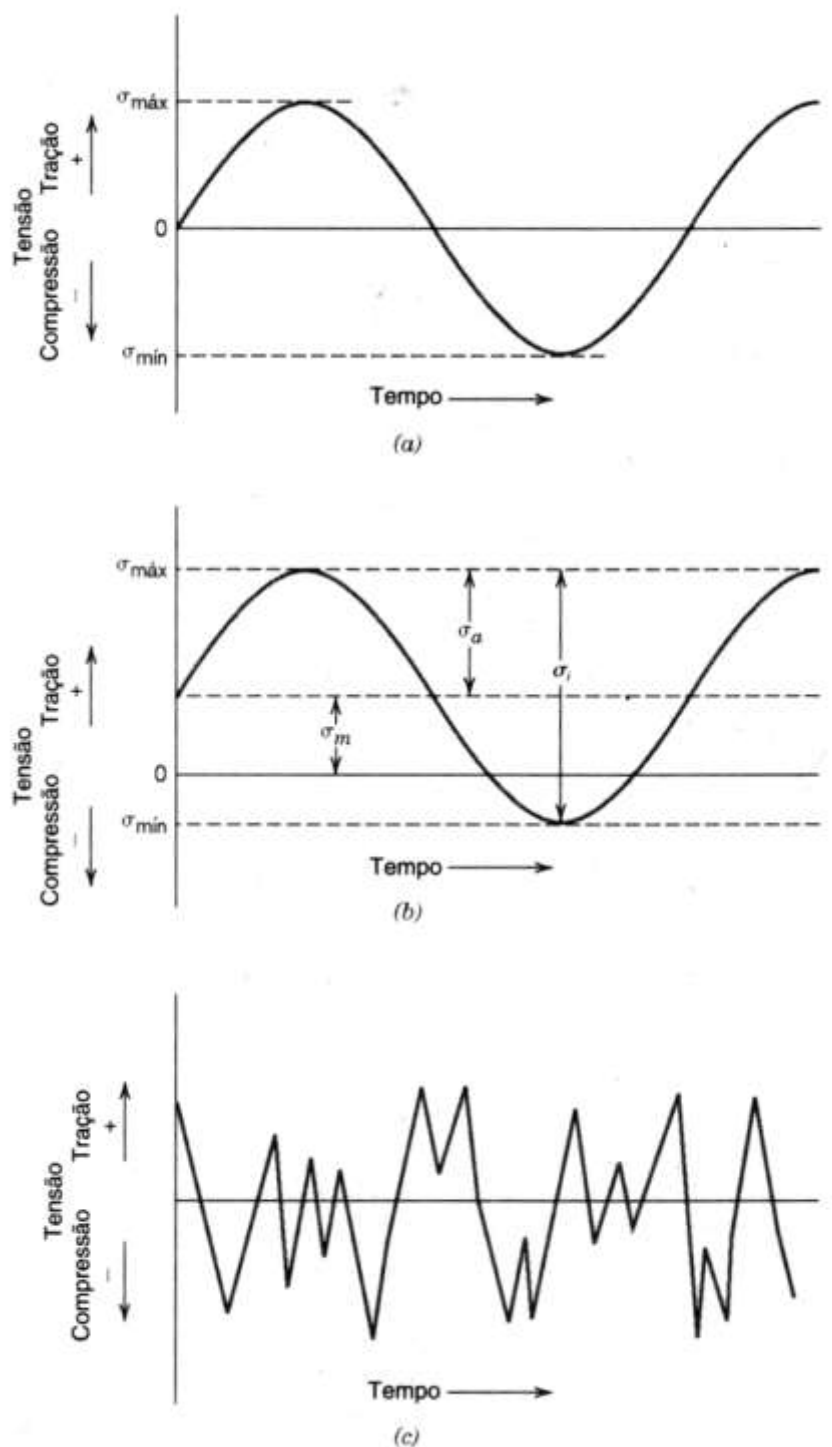


Figura 2.10 Variação da tensão ao longo do tempo, responsável por falhas de fadiga: (a) Ciclo de tensões alternadas; (b) Ciclo de tensões repetidas; (c) Ciclo de tensões aleatórias (CALLISTER, 1994).

As propriedades de fadiga dos materiais, assim como ocorre com outras características mecânicas, podem ser determinadas a partir de ensaios de simulação em

laboratório. Em um ensaio de fadiga, uma série de carregamentos é iniciado submetendo um corpo-de-prova a um ciclo de tensões, a uma amplitude de tensão máxima relativamente grande ( $\sigma_{m\acute{a}x}$ ), geralmente da ordem de dois terços do limite estático de resistência à tração; onde o número de ciclos é centralizado até a falha ocorrer. Os resultados encontrados são plotados na forma de uma tensão  $\sigma$  em função do logaritmo do número de ciclos  $N$  até a falha. Dois tipos de comportamento  $\sigma$ - $N$  distintos são observados, os quais estão representados na Figura 2.11. Como esses gráficos indicam, quanto maior a magnitude da tensão, menor o número de ciclos que o material é capaz de suportar antes de falhar. Para alguns materiais, a curva  $\sigma$ - $N$  (Figura 2.11 (a)) se torna horizontal para valores de  $N$  mais elevados; ou existe um nível de tensão limitante, chamado de limite de resistência à fadiga (algumas vezes também chamado de limite de durabilidade), abaixo do qual a falha por fadiga não irá ocorrer. Esse limite de resistência à fadiga representa o maior valor de tensão oscilante que não irá causar a falha após um número considerado como infinito de ciclos (acima de  $10^6$  ciclos) (CALLISTER, 1994; BRYAN, 2003).

Existem ainda materiais que não possuem um limite de resistência à fadiga, no sentido de que a curva  $\sigma$ - $N$  continua a sua tendência decrescente para maiores valores de  $N$  (Figura 2.11 (b)). Dessa forma a fadiga irá ocorrer, independente da magnitude da tensão. Para esses materiais, a resposta da fadiga é especificada como uma resistência definida como sendo o nível de tensão no qual a falha irá ocorrer para um dado número específico de ciclos (CALLISTER, 1994; BRYAN, 2003).

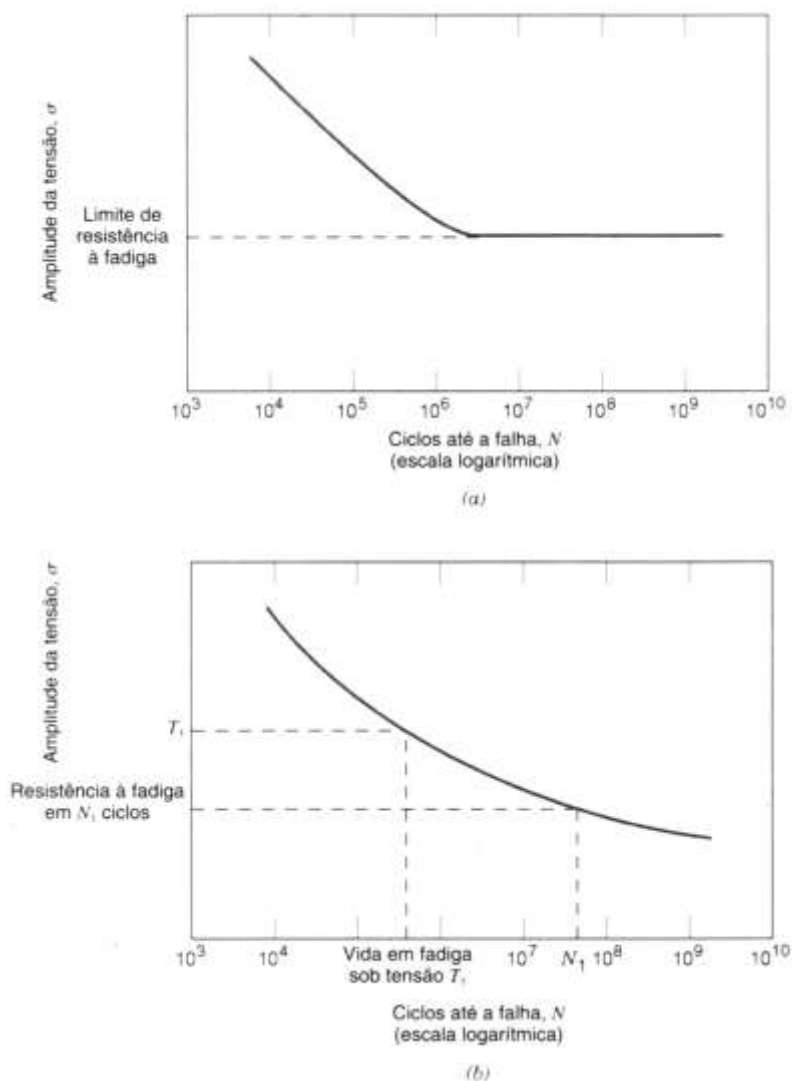


Figura 2.11 Amplitude da tensão  $\sigma$  em função do logaritmo do número de ciclos até a falha por fadiga  $N$  para: (a) um material que apresenta limite de resistência à fadiga; (b) um material que não apresenta limite de resistência à fadiga (CALLISTER, 1994).

Outro importante parâmetro que deve ser avaliado no estudo do comportamento em fadiga de um material é a sua vida em fadiga  $N_f$ . Este é o número de ciclos necessários para causar a falha em um nível de tensão específico, conforme apresentado no gráfico  $\sigma$ - $N$  (Figura 2.11(b)).

Muitas vezes, é encontrada uma dispersão considerável nos dados de fadiga, isto é, uma variação no valor de  $N$  medido para vários corpos-de-prova testados sob o mesmo nível de tensão. Isso pode levar a incertezas significativas de projeto quando a

vida em fadiga e/ou o limite de resistência à fadiga estiverem sendo considerados. Este fato pode se agravar ainda mais no estudo da resistência em fadiga de materiais compósitos, devido à complexidade gerada pela existência de três elementos: matriz, reforço e a interface entre eles. A dispersão dos valores encontrados é uma consequência da sensibilidade da fadiga a uma variedade de parâmetros do ensaio e do material que são impossíveis de serem controlados de maneira precisa. Esses parâmetros incluem a fabricação do corpo-de-prova, além da preparação da superfície, do alinhamento do corpo-de-prova no equipamento, a tensão média e a frequência dos testes e da anisotropia do laminado (BRYAN, 2003).

Muitos estudos foram realizados para entender os mecanismos de danos por fadiga dos compósitos estruturais. Além de manter a resistência estática em serviço, os compósitos estruturais são requeridos para manter um nível de resistência sob condições de tensões oscilantes, como experimentadas em serviço. A habilidade para manter resistência sob tensões cíclicas é chamada de resistência à fadiga. Em uma asa ou cauda de uma aeronave as tensões cíclicas são geralmente variáveis dentro do limite do projeto; no entanto em fuselagens, onde as tensões principais resultam de pressurização interna, os ciclos de tensão são aproximadamente valores de picos constantes. Estes dois tipos de carga são chamados, respectivamente, de espectro e amplitude constante. Em testes para resistência à fadiga há duas formas básicas de avaliação: o primeiro é simplesmente utilizado para avaliar a falha (ou para um certo nível de degradação de rigidez) em vários níveis de tensão (curva  $\sigma-N$ ). A segunda forma consiste no estudo da taxa de crescimento da falha como uma função de ciclos em vários níveis de tensão (BEKER, DUTTON, KELLY, 2004).

As propriedades de fadiga tração-tração de compósitos que possuem elevadas frações volumétricas de fibra são dominadas pelas propriedades de fadiga das fibras. No entanto, a razão rigidez fibra/matriz é também importante já que a matriz é sensível à fadiga. Se a razão rigidez fibra/matriz não for suficientemente alta a deformação na matriz se torna crítica. Visto que a matriz cicla abaixo do seu limite de deformação por um número dado de ciclos, não se espera experimentar trinca por fadiga. Acima desse

nível de deformação a microtrinca na matriz ocorrerá. Além disso, as tensões residuais que resultam das expansões térmicas mal combinadas e a razão de Poisson entre a fibra e a matriz são super impostas nas tensões externas que atrapalham o estado de tensão na matriz (GASSAN, 2001; ZHANG, HARTWIG, 2002; VINÃ, 2002; BAKER, DUTTON, KELLY, 2004; BATHIAS, 2006; SALEKEEN, JONES, 2007).



## CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1. MATÉRIAS-PRIMAS

Os compósitos laminados de PPS com fibras de carbono e PPS com fibras de vidro, foram fornecidos pela empresa holandesa Ten Cate Advanced Composites. As especificações dos materiais encontram-se apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Resumo dos laminados utilizados neste trabalho.

Laminados	PPS/Carbono	PPS/Vidro
Código	PPS-C	PPS-V
Espessura nominal (mm)	1,86	1,92
Tipo de Tecido	5HS	8HS
Construção	[(0/90)] <sub>3s</sub>	[(0/90)] <sub>4s</sub>
Dimensões (mm)	480 x 480	480 x 480

Após a obtenção dos laminados termoplásticos, o presente trabalho foi dividido em três etapas:

1 – Caracterização das matérias-primas como recebidas: os laminados PPS-C e PPS-V foram caracterizados por ensaios morfológicos, químicos e por análises térmicas (DSC e TGA) objetivando avaliar a qualidade dos compósitos em estudo;

2 – Condicionamento ambiental dos compósitos em estudo: dois tipos de condicionamentos foram utilizados em ambos os laminados: condicionamento em câmara climática e por imersão em água. Em ambos os casos foram avaliados os comportamentos de absorção de umidade e da difusividade no interior dos laminados;

3 – Avaliação do desempenho mecânico dos laminados termoplásticos: os laminados antes e após serem submetidos aos condicionamentos higrotérmicos, foram avaliados quanto aos seus desempenhos viscoelástico (DMTA) e mecânico (tração,

cisalhamento e fadiga). Neste trabalho, foi definido como  $0^\circ$  a orientação da trama e  $90^\circ$  a do urdume de ambos os compósitos. Dentro desta definição, todos os ensaios mecânicos foram realizados a  $0^\circ$ . A seguir são apresentadas as metodologias utilizadas nos ensaios realizados neste trabalho.

## 3.2. CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

Regiões dos laminados de PPS-C e PPS-V foram selecionadas com o intuito de avaliar a qualidade do material em estudo antes da realização do condicionamento higrotérmico e dos ensaios mecânicos. A seguir são apresentados os ensaios realizados com este intuito.

### 3.2.1. Caracterização morfológica

A excelente qualidade de fabricação que se exige dos laminados estruturais aeronáuticos é assegurada pela avaliação da quantidade de porosidade, bolsas de resina, pela presença mínima de vazios, trincas e delaminações que podem ser geradas durante o seu processamento.

Um nível de até 2% de vazios é tipicamente considerado aceitável. Entretanto, o nível aceitável pode ser diferente dependendo do material, aplicação e tipo de carregamento. Os tipos de discontinuidades aceitáveis dependem da aplicação do produto. Em alguns casos, a aceitação é fundamentada em normas estabelecidas pelo fornecedor e/ou pelo cliente (FRANCO, 2003).

Desta forma, antes da realização do condicionamento higrotérmico e dos ensaios mecânicos, os laminados em estudo foram caracterizados como recebidos por ensaios de ultra-som e microscopia óptica.

O exame microestrutural do compósito fornece informações a respeito da morfologia da fibra, orientação e número de camadas, distribuição das fibras, tamanho

e distribuição das falhas que podem ocorrer na etapa de fabricação, tais como vazios, porosidades, objetos estranhos, desalinhamento de fibras, rugas nas camadas, bolsas de resina, além de danos estruturais causados por delaminações e microtrincas.

As amostras utilizadas para as análises por microscopia óptica foram seccionadas dos laminados e embutidas a frio, em moldes de PVC, com resina acrílica para que a temperatura não degradasse a matriz polimérica termoplástica ou causasse eventuais problemas na interface dos compósitos em estudo.

Após a etapa de embutimento foi realizado o lixamento em lixadeira rotativa com sistema de água, utilizando lixas com cinco diferentes gramaturas: 220, 320, 400, 600 e 1000. A cada troca de lixa a direção do lixamento é alterada em 90°, prosseguindo até o desaparecimento das estrias provocadas pelo processo anterior. Depois de encerrado o processo de lixamento, as amostras foram lavadas em água corrente e submetida a um processo de limpeza utilizando um sistema de ultra-som, com o intuito de remover impurezas e resíduos que eventualmente persistam nas amostras após o processo de lavagem. Após o lixamento, as amostras foram polidas em uma politriz, utilizando alumina e em seguida foram novamente submetidas à limpeza via ultra-som.

A caracterização microscópica foi realizada utilizando-se um microscópio óptico NIKON, modelo Epiphote 200, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, Guaratinguetá, ilustrado na Figura 3.1.



Figura 3.1. Microscópio óptico NIKON, modelo Epiphote 200.

A partir deste procedimento experimental, foi possível avaliar a espessura, compactação e homogeneidade dos constituintes dos compósitos estudados.

Objetivando confirmar os resultados obtidos via microscopia óptica, neste trabalho também foram realizadas análises por ultra-som, tipo C-Scan. Atualmente, a técnica de ultra-som mais utilizada para a avaliação morfológica de laminados sólidos é a de transmissão por coluna de água. Neste caso, o equipamento possui um emissor ultra-sônico, por meio do qual os sinais sônicos são emitidos através de uma coluna de água de diâmetro variável entre 3 e 6 mm, dependendo da frequência utilizada. Esse equipamento possui um receptor especular conectado ao emissor, onde são coletados os níveis de energia originados da colimação de jatos de água com o material.

Um fator muito importante a ser considerado na operação de inspeção é o alinhamento dos jatos de água do equipamento utilizado. Esses são ajustados de forma

manual ou mecânica até formar um disco de água laminar perpendicular à linha dos jatos. Durante a operação de varredura, os dados de atenuação são registrados em um sistema de aquisição de dados do equipamento, na forma de níveis de voltagem e impressos em um gráfico de diferentes cores que identificam as áreas com descontinuidades no laminado.

A Figura 3.2 ilustra o equipamento de inspeção por ultra-som modelo Reflectoscope S 80, da Automation Industries, com método de medição de transmissão passante de 5 MHz e cabeçotes Harisonic F-0512-P de 19,5 mm de diâmetro, utilizado na varredura dos laminados recebidos. Estas análises por ultra-som foram realizadas na EMBRAER (Empresa Brasileira de Aeronáutica) e as amostras foram comparadas aos padrões de compósitos poliméricos termorrígidos (epóxi/vidro; epóxi/carbono) atualmente existentes na empresa (EMBRAER ZRC 4502 LSP2).

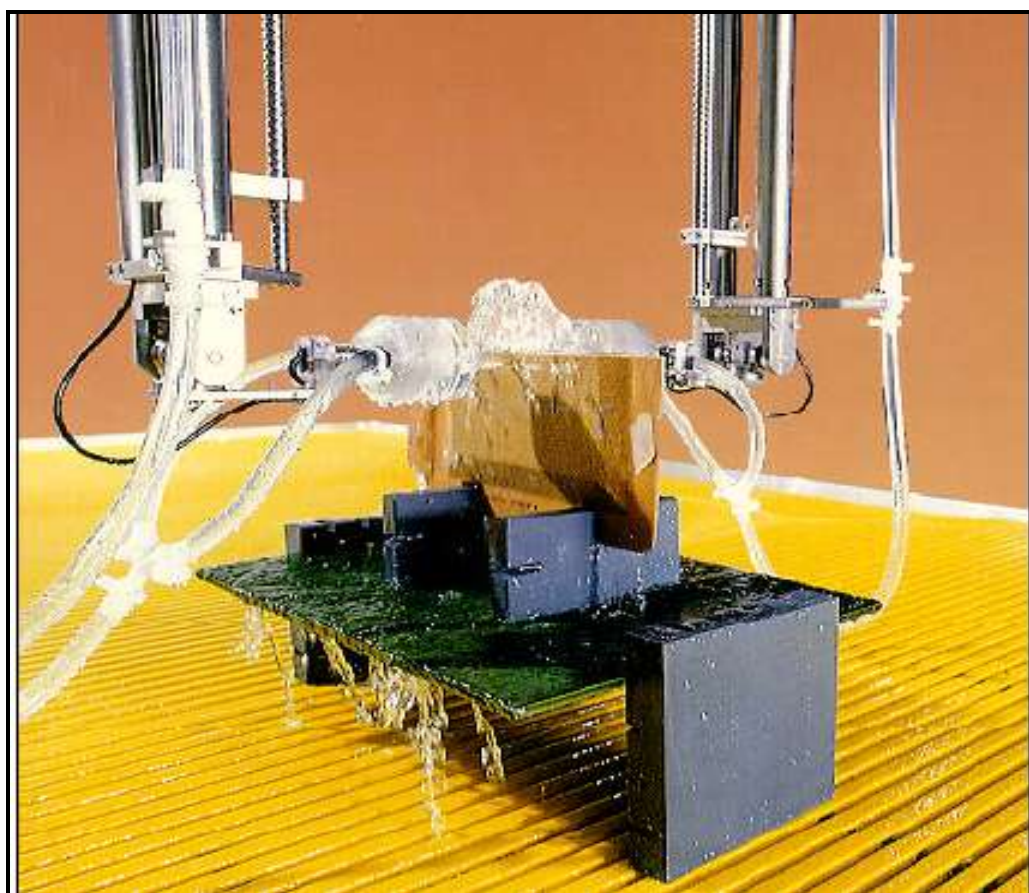


Figura 3.2 Ilustração de inspeção ultra-sônica por transmissão de coluna de água.

### 3.2.2. Avaliação Físico-Química

#### 3.2.2.1. Digestão química da resina

O volume de fibras dos compósitos termoplásticos foi determinado via digestão ácida da matriz polimérica em um meio líquido previamente selecionado, de modo que o ataque consumisse a matriz polimérica restando apenas o reforço. A digestão química da matriz é um método padronizado pela norma ASTM D 3171 que permite determinar o conteúdo de fibras de um laminado. Este consiste em um método simples para degradar a resina em um sistema de digestão a quente sem atacar fortemente as fibras. Neste trabalho, o ácido sulfúrico concentrado foi utilizado como reagente para o processo de digestão dos laminados, especificado pelo Procedimento B da norma anteriormente citada.

O teste de digestão ácida foi realizado em 6 amostras de cada laminado (PPS-C e PPS-V) utilizando-se uma balança analítica de 0,0001g de precisão da marca Micronal e um digestor ácido Marconi, como ilustra a Figura 3.3.



Figura 3.3 Ilustração do digestor ácido Marconi.

Após a digestão da matriz, os resíduos foram filtrados, lavados, secados e pesados e os conteúdos de fibra e resina foram determinados. A fração volumétrica de

fibras e resina foi calculada a partir da massa de fibras obtidas após o ensaio de digestão ácida e dos valores teóricos das massas específicas dos constituintes.

### 3.2.2.2. Análises térmicas

As análises térmicas envolvem um grupo de técnicas que permite avaliar determinadas propriedades físicas e químicas de materiais, quando estes são submetidos a um programa controlado de temperatura e/ou tempo.

Dentro deste conceito, as análises mais utilizadas na área de caracterização de polímeros são: calorimetria exploratória diferencial (DSC), termogravimetria (TGA) e análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA).

Estas análises são aplicadas a uma grande variedade de materiais e para o desenvolvimento de uma enorme variabilidade de estudos. Deve ser notado que, em muitos casos, o uso de uma única técnica de análise térmica pode não fornecer informações suficientes sobre um dado sistema.

Informações adicionais são exigidas e são conseguidas, associando os resultados obtidos entre duas ou mais técnicas termoanalíticas. Em muitas situações, para soluções de problemas, é necessário associar os resultados de análise térmica aos resultados obtidos por outras técnicas convencionais físico-químicas e analíticas.

Neste trabalho foram utilizadas as análises de DSC e TGA para caracterizar a matéria-prima como recebida e o DMTA, esta última com o intuito de se avaliar a influência do condicionamento higrotérmico sobre as propriedades viscoelásticas dos laminados em estudo. As duas primeiras serão apresentadas a seguir.

## Termogravimetria

A termogravimetria é a técnica na qual a variação de massa de uma amostra é medida em função da temperatura ou tempo. A técnica de termogravimetria é utilizada principalmente para determinar a temperatura de início de degradação de amostras poliméricas e dos compósitos destes polímeros reforçados com tecidos. Atualmente, esta técnica também vem sendo utilizada para se determinar o conteúdo volumétrico de fibra e matriz de compósitos estruturais.

Neste trabalho, as análises termogravimétricas foram realizadas utilizando-se um analisador térmico da Perkin Elmer, modelo 7HT Series Thermal Analysis System (Figura 3.4) disponível na Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço/CTA. Para todas as análises foi utilizada uma massa de aproximadamente 15 mg, razão de aquecimento de 10 °C/min sob fluxo constante de nitrogênio (20 mL/min) e em uma faixa de temperatura compreendida entre 30 e 1000°C. Todas as análises foram realizadas no modo dinâmico.

No presente trabalho esta técnica foi utilizada para se determinar as temperaturas de início de decomposição, perda de frações de baixa massa molar (água, solventes), assim como para avaliar o conteúdo volumétrico do reforço.





Figura 3.4 Equipamento de TGA utilizado (Perkin-Elmer).

#### Calorimetria exploratória diferencial

A calorimetria exploratória diferencial permite acompanhar e medir o fluxo de calor de uma amostra em função da temperatura e/ou do tempo. Esse fluxo ocorre devido às transformações físicas ou químicas causadas pelo aquecimento ou resfriamento do material estudado, resultando em uma curva de fluxo de calor (J/g) com a temperatura ou o tempo, onde cada ponto é proporcional ao calor específico da amostra. As transformações são indicadas por picos cujas áreas correspondem à entalpia do processo e a posição à temperatura do mesmo.

Neste trabalho, as análises de DSC foram realizadas em um equipamento da Perkin Elmer, modelo Pyris (Figura 3.5), disponível na Divisão de Materiais/IAE/CTA. Para todas as análises foi utilizada uma massa de aproximadamente 10 mg, razão de aquecimento de 10 °C/min, sob fluxo constante de nitrogênio (20 mL/min) e em uma faixa de temperatura compreendida entre 40 e 300°C.

As análises térmicas por calorimetria exploratória diferencial foram realizadas com o intuito de se conhecer a temperatura e a entalpia de fusão da matriz utilizada nos laminados em estudo, fornecendo subsídios para o estabelecimento dos parâmetros a serem utilizados tanto nos experimentos higrotérmicos quanto nos ensaios dinâmico-mecânicos



Figura 3.5 Equipamento de DSC utilizado (Perkin-Elmer).

### 3.3. CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO

Como dito anteriormente, neste trabalho foram realizados dois tipos de condicionamentos higrotérmico: um utilizando uma câmara climática e outro utilizando banhos por imersão em água. A Tabela 3.2 apresenta os ensaios feitos após a realização de ambos os condicionamentos. Devido ao número reduzido de amostras cedidas pela empresa TenCate, foi necessário a realização de um planejamento de experimentos, otimizando a quantidade de ensaios a serem realizados.

Tabela 3.2 Resumo dos ensaios realizados após o condicionamento ambiental.

Ensaio	Não climatizado	Câmara	Imersão
DMTA	Sim	Sim	Não
Tração	Sim	Sim	Não
Fadiga	Sim	Sim	Não
ILSS	Sim	Não	Sim
Iosipescu	Sim	Não	Sim
Ganho de Massa	Não	Sim	Sim
Difusividade	Não	Sim	Sim

A seguir são detalhados ambos os ensaios.

### 3.3.1. Câmara de climatização

O condicionamento em câmara climática é um teste gravimétrico que controla a alteração do ganho de umidade no compósito em função do tempo, pela medida da mudança de massa em amostras de acompanhamento (controle) completamente expostas à condição ambiental de testes, até que essas alcancem o estado efetivo de equilíbrio de umidade (saturação) na estrutura do compósito.

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.

Para avaliar o efeito do condicionamento ambiental nos compósitos poliméricos estudados, cinco amostras de acompanhamento, e amostras para ensaios de resistências à tração, à fadiga, e para análise termodinâmico-mecânica de cada família dos laminados (PPS-C e PPS-V) foram submetidas a este condicionamento.

As amostras de acompanhamento e os corpos-de-prova foram expostos à temperatura de 80°C, onde o teor de umidade relativo selecionado foi de 90% por um

período de oito semanas (período para se atingir a saturação de umidade). Estes parâmetros foram programados em uma câmara de condicionamento higrotérmico Marconi modelo MA 835/UR disponível no Laboratório de Condicionamento Ambiental do Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT), da UNESP, Guaratinguetá calibrada para manter, por monitoramento automático, o valor da temperatura com incerteza de 1%.

Antes de iniciar a climatização, todos os corpos-de-prova e amostras de controle foram secos em uma estufa a vácuo da marca Quimis modelo Q819V2 pertencente ao Laboratório de Cerâmica do DMT, por períodos médios de quarenta e oito horas na temperatura de 60°C. Após esse período de secagem as amostras de acompanhamento foram rapidamente removidas da estufa e pesadas em uma balança analítica Mettler Toledo, com precisão da ordem de  $10^{-4}$  g, pertencente ao Laboratório de Compósitos do DMT, enquanto que os corpos-de-prova a serem disponibilizados para os ensaios mecânicos permaneceram na estufa. Este procedimento foi realizado com base na norma ASTM C 562-85 e a operação foi repetida várias vezes até que a massa seca dos laminados ficasse constante com precisão de  $\pm 0,002$ g. Em seguida, esses corpos-de-prova e amostras de acompanhamento foram transferidos para a câmara de climatização, ilustrada na Figura 3.6, e iniciado o condicionamento.

A cada semana todas as amostras de acompanhamento eram removidas da câmara com o auxílio de uma pinça, por pequenos intervalos de tempo e pesadas três vezes para acompanhar o ganho de massa ao longo do tempo. Após esta etapa, as amostras de controle retornaram imediatamente à câmara climática. O efeito do tempo desta remoção sobre a determinação do ganho de massa foi desprezado.

A partir dos dados de ganho de massa obtidos, foi possível construir um gráfico de ganho de massa médio em função do número de dias em que as amostras de acompanhamento e os corpos-de-prova permaneceram dentro da câmara climática.



Figura 3.6 Câmara de Climatização Marconi modelo MA 835/UR.

Para avaliar se o sistema de absorção de umidade respeita ou não as leis de Fick, foram levantadas curvas de sorção versus tempo representada pela equação 2.1, apresentada no Capítulo 2, Revisão Bibliográfica.

A Figura 3.7 apresenta, de forma esquemática, uma amostra exposta à umidade.

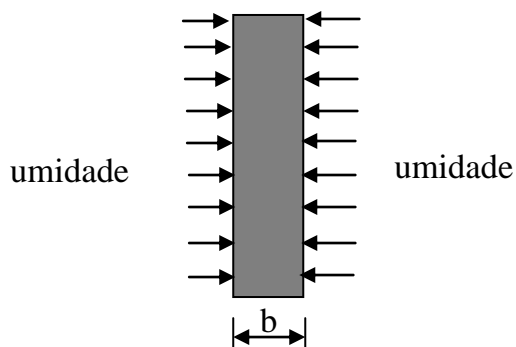


Figura 3.7. Representação esquemática da difusão de água em uma dimensão.

Para uma amostra de espessura “b”, exposta em um ambiente úmido, como apresentado na Figura 3.7, o coeficiente da difusão D pode ser obtido a partir da equação 3.1:

$$M_T/M_\infty = 4/b (D/\pi)^{0,5} t^{0,5} \quad (3.1)$$

O estudo de difusividade foi realizado tanto para o laminado PPS-C quanto para o PPS-V.

### 3.3.2. Imersão em água

A exposição higrotérmica em um banho aquecido foi realizada de forma análoga à exposição em câmara climática. Neste procedimento, amostras de acompanhamento com massa conhecida, foram mergulhadas em água a 80°C até atingirem a saturação de umidade. Com o intuito de levantar a curva de absorção de umidade em função do ganho de massa, as amostras de acompanhamento foram pesadas semanalmente, por um período de 8 semanas (período para se atingir a saturação de umidade). Esta análise foi realizada utilizando-se um banho termostatizado Tecnal modelo TCM 58 como ilustrado na Figura 3.8.



Figura 3.8 Banho termostatizado utilizado no procedimento de imersão em água.

Todos os cálculos realizados e curvas levantadas para as amostras climatizadas em câmara, também foram feitos no condicionamento por imersão. Os valores de ganho de massa, das constantes de Fick e de difusividade foram comparados para ambos os condicionamentos.

### 3.4. ENSAIOS VISCOELÁSTICOS E MECÂNICOS

#### 3.4.1. Análise térmica dinâmico-mecânica

Com o auxílio de técnicas dinâmico-mecânicas, tais como DMTA, pode-se estudar o efeito da temperatura sobre um material polimérico. A capacidade de “prever” os efeitos da temperatura sobre as propriedades mecânicas tem se tornado cada vez mais importante na área de polímeros e compósitos poliméricos, principalmente, devido ao grande crescimento na substituição dos metais por essa classe de materiais. Dessa forma, as vantagens da utilização destas técnicas de monitoramento residem no conhecimento do comportamento polimérico desses materiais, apoiando o controle do processamento a ser utilizado, que por sua vez, influencia nas propriedades mecânicas e nas características morfológicas do produto final (COSTA, 2003).

Para que os compósitos poliméricos atendam aos requisitos de serviço do setor aeronáutico, além das elevadas propriedades mecânicas (tração, compressão, cisalhamento, etc), é importante que seja verificada a sua temperatura máxima de serviço, baseando-se no conhecimento da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), que pode ser determinada por análise térmica dinâmico-mecânica. Em geral, a temperatura de transição vítrea está relacionada à região de transição vítrea para uma ampla variedade de polímeros termoplásticos e termorrígidos (PAIVA et al., 2006).

A análise térmica dinâmico-mecânica é capaz de fornecer importantes informações a respeito do comportamento viscoelástico dos materiais, desmembrando o módulo em dois componentes, ou seja, um componente elástico (relacionado ao

módulo de armazenamento,  $E'$ ) e outro viscoso (relacionado à dissipação de energia,  $E''$ ).

Neste trabalho foi utilizado um DMTA da *TA Instruments*, modelo 2980, disponível na Escola de Engenharia Química da USP, campus de Lorena EEL-USP, operando em modo de varredura por flexão, faixa de temperatura de 20 até 250°C, com razão de aquecimento de 3°C/min e amplitude de oscilação de 10  $\mu\text{m}$  (Figura 3.9).



Figura 3.9 DMTA utilizado para a caracterização dos laminados em estudo.

Os ensaios de DMTA foram utilizados com o intuito de se avaliar o efeito higrotérmico nas propriedades viscoelásticas e na transição vítrea dos laminados PPS-C e PPS-V. Entretanto, como dito anteriormente, estes ensaios foram realizados somente nas amostras expostas ao condicionamento em câmara climática.

### 3.4.2. Ensaios de cisalhamento

#### 3.4.2.1. Ensaios de cisalhamento interlaminar por *short-beam* (ILSS)

Conforme descrito anteriormente, o método de cisalhamento em três pontos é o de mais simples realização, requer uma pequena quantidade de material, fornecendo



valores comparativos confiáveis de resistência ao cisalhamento interlaminar. Por este motivo, este método foi adotado para a avaliação dos materiais em estudo.

O método de cisalhamento em três pontos descrito na norma ASTM D2344 estabelece para compósitos reforçados com fibras contínuas uma razão vão/espessura igual a 4 e razão comprimento/espessura igual a 6. Dessa forma, foram utilizados no mínimo 8 corpos-de-prova com dimensões de 18 mm x 6,35 mm x 1,8 mm (comprimento x largura x espessura), para cada família de laminados.

Como dito anteriormente, estes ensaios foram realizados para amostras não climatizadas e climatizadas por imersão, utilizando-se uma máquina universal de ensaios INSTRON, com célula de carga de 50 kN, acoplada a um computador que processa graficamente as curvas de carga versus deslocamento, disponível na AMR/IAE/CTA. A resistência ao cisalhamento interlaminar foi calculada de acordo com a equação 3.2 abaixo:

$$R = 3\sigma_{\text{máx}}/4le \quad (3.2)$$

onde: R= resistência ao cisalhamento interlaminar, em kgf/mm<sup>2</sup>

$\sigma_{\text{máx}}$ =carga máxima de ruptura, em kgf

l = largura do corpo-de-prova, em mm

e = espessura do corpo-de-prova, em mm

#### 3.4.2.2. Ensaios de cisalhamento Iosipescu

Quando se deseja a obtenção do módulo de cisalhamento (G) com precisão, um dos métodos mais utilizados é a partir do ensaio de cisalhamento Iosipescu, normalizado pela ASTM D 5379. Este ensaio induz um cisalhamento puro entre dois entalhes que são realizados em corpos-de-prova com medidas de 80 mm x 20 mm x 3-4 mm, como apresentado na Figura 3.10. A geometria do corpo-de-prova para ensaio de cisalhamento consiste basicamente de uma pequena viga com dois entalhes de 90°

usinados no centro da peça. A aplicação de dois pares de forças gera dois momentos contrários, e um estado de tensão de cisalhamento uniforme é gerado na seção entre os entalhes. A tensão de cisalhamento tem valor máximo no plano dos entalhes, sendo expressa pela equação 3.3.

$$\tau = \frac{P}{d.t} \quad (3.3)$$

onde P = carga (N), d = largura entre os entalhes, e t = espessura do corpo-de-prova (m).

Para a obtenção do módulo de cisalhamento são colados extensômetros do tipo roseta, como apresentado na Figura 3.11. Estes extensômetros são acoplados a um “notebook” com um software adequado para a aquisição de dados de deformação que são convertidos no módulo de cisalhamento.

Desta forma, estes ensaios foram realizados para amostras não climatizadas e climatizadas por imersão, utilizando-se uma máquina universal de ensaios INSTRON, com célula de carga de 50 kN, acoplada a um computador que processa graficamente as curvas de carga versus deslocamento, disponível na AMR/IAE/CTA. Para amostras não condicionadas e condicionadas foram obtidos valores de resistências ao cisalhamento, entretanto, o módulo de cisalhamento foi obtido apenas para as amostras não condicionadas, pois a presença de umidade nos laminados ocasionam problemas na colagem do extensômetro entre as regiões de entalhe.

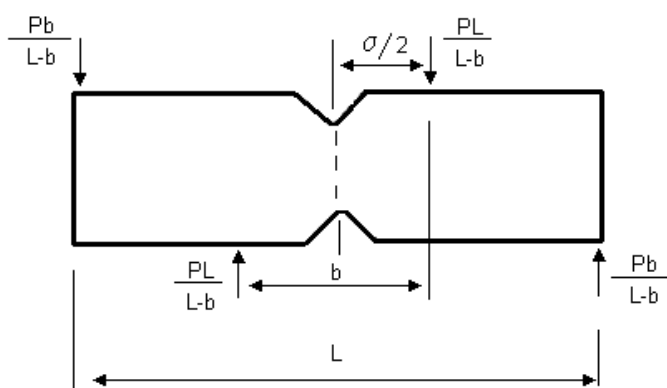


Diagrama de força

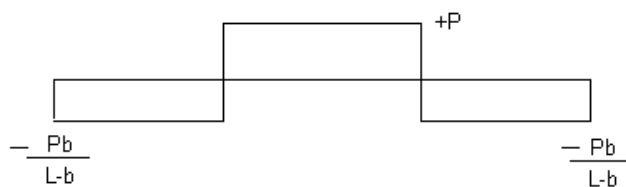


Diagrama de tensão

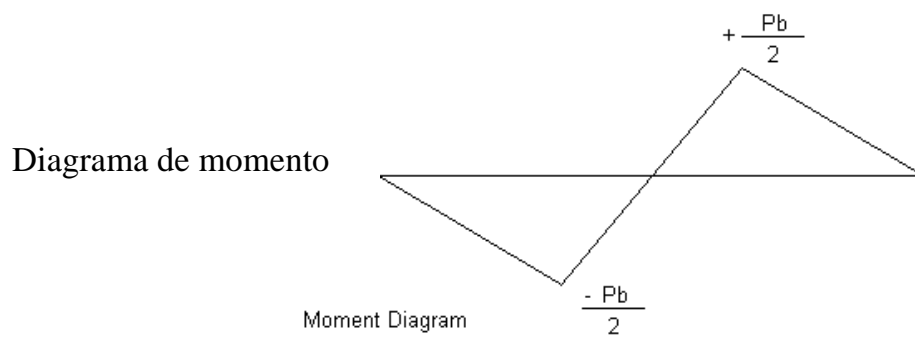


Diagrama de momento

Moment Diagram

Figura 3.10. Tensões idealizadas para o ensaio de cisalhamento Iosipescu.

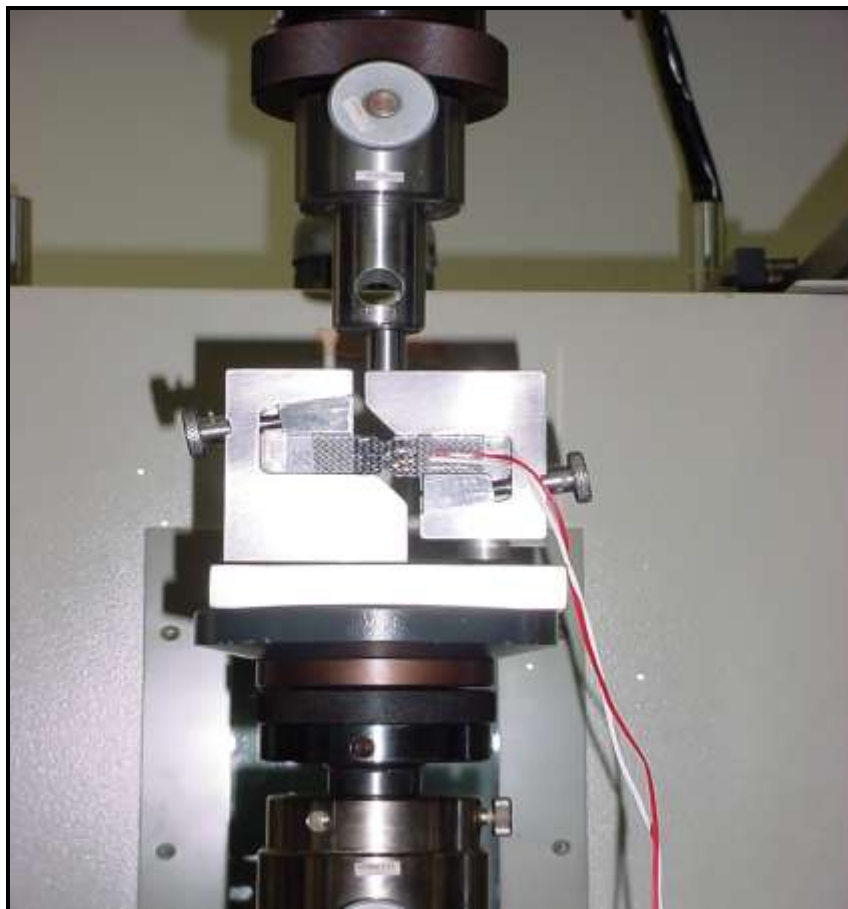
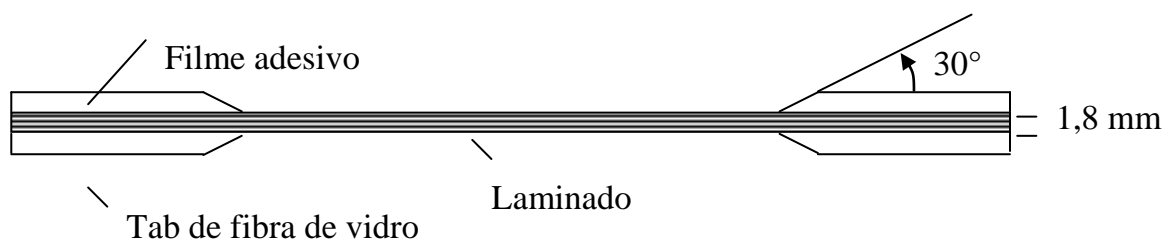


Figura 3.11. Dispositivo e ensaio Iosipescu em uma amostra PPS-C.

### 3.4.3. Ensaio de tração

Os corpos-de-prova utilizados nos ensaios de resistências à tração longitudinal foram padronizados segundo a norma ASTM D 3039/D 3039 M-00, com dimensões de 120 mm de comprimento, 25 mm de largura e 1,8 mm de espessura (Figura 3.12). “Tabs” de 40 mm x 25 mm foram colados com filme adesivo a base de resina epóxi para reduzir a concentração de tensões na interface de colagem, distribuir homogeneamente as forças de agarramento na fixação do corpo-de-prova na máquina de ensaio e proteger a superfície do laminado contra danos. Os “tabs” são obtidos a partir de laminados de vidro/epóxi que, devido ao baixo módulo de elasticidade do compósito, deformam-se elasticamente distribuindo tensões por uma grande área e absorvendo energia.

Vista Lateral



Vista de Topo

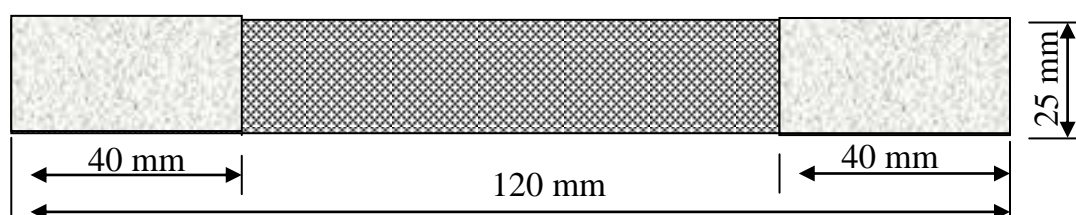


Figura 3.12. Geometria do corpo-de-prova para ensaios de resistência à tração.

Os ensaios de resistência à tração foram realizados em um equipamento INSTRON, modelo 8801 com célula de carga de 10 kN, à temperatura ambiente e velocidade de 2 mm/min, no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, UNESP, Guaratinguetá, conforme ilustra a Figura 3.13. Estes ensaios foram realizados para amostras não climatizadas e climatizadas na câmara higrotérmica. Para a obtenção do módulo de elasticidade para ambas as condições, foi utilizado um extensômetro na forma de grampo.

Com o objetivo de avaliar a confiabilidade dos valores do módulo de elasticidade obtidos nos ensaios de tração, foram realizados cálculos a partir da utilização de um programa conhecido como FGM (Fabric Geometry Model). Este programa opera a partir da alimentação de dados da matriz, do reforço e da disposição espacial dos reforços contínuos, predizendo os valores das principais constantes elásticas com grande rapidez e precisão. Entretanto, para que este programa trabalhe

com eficiência, é necessário que o material sob análise seja transversalmente isotrópico, ou seja:  $C_{22} = 2C_{44} + C_{23}$ .



Figura 3.13 Máquina de ensaio universal INSTRON modelo 8801.

A Tabela 3.3 apresenta os valores utilizados para as fibras e para a matriz polimérica para a obtenção dos valores teóricos do módulo de elasticidade.

Tabela 3.3. Valores utilizados no cálculo FGM (HULL, 1987).

Propriedade	PPS	Fibras de carbono	Fibras de vidro
$E_x$ (GPa)	3,8	220	72
$E_y$ (GPa)	3,8	20	70
$G_{12}$ (GPa)	1,8	14,8	28,8
$\nu_{12}$	0,28	0,20	0,14
Volume (%)	**	**	**
Orientação (°)	-----	0/90	0/90

\*\* Definido experimentalmente

#### 3.4.4. Ensaio de fadiga

As amostras dos compósitos poliméricos estudados nas condições ambiente e climatizados em câmara climática foram submetidos a ensaios de fadiga do tipo tração-tração. A carga inicial para a execução desse ensaio foi baseada na resistência à tração do compósito utilizando cargas a partir de 75% da carga de ruptura. Cada ensaio foi realizado aplicando-se uma carga máxima diferente que forneceu um determinado número de ciclos.

Para a realização dos ensaios de fadiga foram utilizados 14 corpos-de-prova na condição seco ambiente e 12 corpos-de-prova para os ensaios com o material climatizado. Este método de ensaio foi realizado à temperatura ambiente, utilizando uma frequência de 10 Hz e razão entre as tensões máximas e mínimas (R) de 0,1 em um equipamento de ensaios universal INSTRON, modelo 8801 disponível no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, UNESP, Guaratinguetá, como ilustrado na Figura 3.13. O procedimento deste ensaio foi baseado na norma ASTM D 3479-96 e a geometria dos corpos-de-prova foram as mesmas apresentadas nos ensaios de tração.

### 3.4.5. Estereofotomicroscopia

No presente trabalho, a técnica de estereofotomicroscopia foi utilizada para se observar a superfície e as fraturas dos compósitos poliméricos após os ensaios mecânicos. Esta técnica é geralmente utilizada quando não se necessitam de grandes ampliações para se verificar o tipo de fratura, apresentando as seguintes vantagens: é de rápida execução, não necessita de preparação prévia de amostras, permite a observação direta em peças e/ou corpos-de-prova ensaiados, bem como permite o registro das imagens quando o estereoscópio encontra-se acoplado à câmara e/ou microcomputador com software específico.

Neste trabalho foi utilizado um estereoscópio da marca Leica permitindo aumentos de 6 a 66 vezes. Este estereoscópio encontrava-se acoplado a um microcomputador com software de captação e registro de imagens, conforme apresenta a Figura 3.14.

Os laminados submetidos aos ensaios de cisalhamento, tração e fadiga foram avaliados a partir deste ensaio com o objetivo de se elucidar o mecanismo de fratura ocasionado em cada caso.





Figura 3.14. Estereoscópio Leika.

## CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO

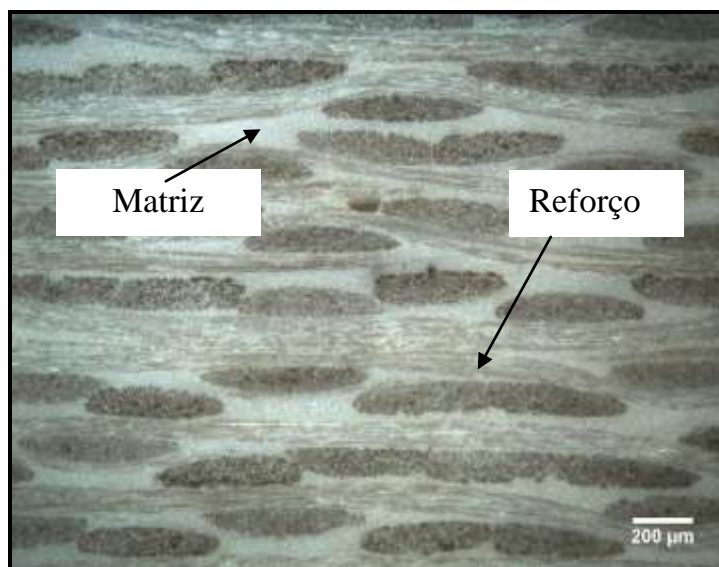
#### 4.1.1. Análise morfológica

A análise microestrutural dos compósitos foi realizada pela técnica de microscopia óptica utilizando amostras polidas dos laminados de PPS-C e PPS-V, previamente embutidas a frio em resina acrílica. A fotomicrografia apresentada na Figura 4.1 é representativa do padrão de qualidade obtido após a compactação das camadas dos laminados, antes da realização dos ensaios de condicionamento ambiental, por análises térmicas e mecânicas.

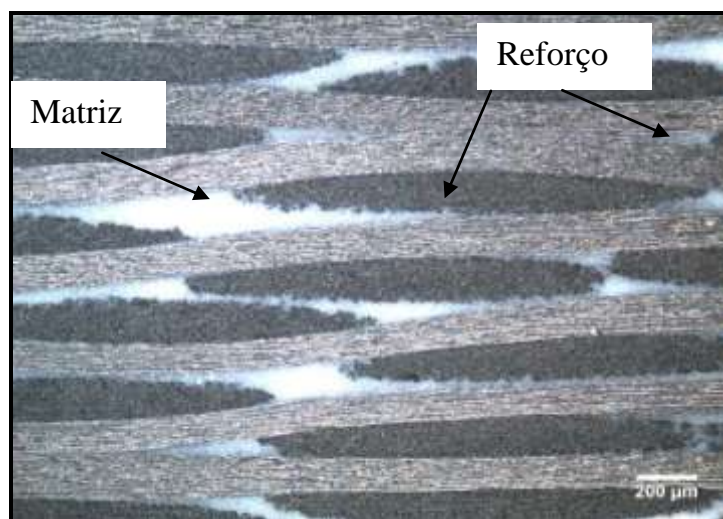
A partir da análise da Figura 4.1 observa-se que as camadas de compósitos termoplásticos apresentam-se bem compactadas, gerando materiais mais homogêneos e com uma menor quantidade de regiões ricas em matriz entre as camadas de tecido, com boa infiltração da matriz polimérica no reforço e uma adequada interface entre a matriz e o reforço. Estas características são desejadas, pois estão diretamente relacionadas com melhores propriedades mecânicas e físicas dos materiais processados.

Desta forma, as fotomicrografias obtidas dos laminados confirmam que o processo de moldagem utilizado produziu um compósito adequado, apresentando poucos vazios ou defeitos intrínsecos ao processo de fabricação que poderiam interferir nos resultados obtidos a partir dos ensaios mecânicos.

Apesar da presença de alguns vazios, como os apresentados por intermédio de regiões circulares ou triangulares com coloração escura (Figura 4.1 a), poucas regiões com defeitos foram observadas. Esta pequena quantidade de porosidade não foi suficiente para ocasionar uma variação significativa nos valores de resistência mecânica destes laminados, como será apresentado ao longo deste trabalho.



(a)



(b)

Figura 4.1. Imagens obtidas por microscopia óptica dos laminados estudados:  
(a) PPS-V; (b) PPS-C.

O padrão de qualidade dos compósitos termoplásticos foi também certificado utilizando-se a técnica de varredura por ultra-som de transmissão por coluna de água, com o objetivo de verificar a homogeneidade dos laminados como recebidos.

Para a realização deste teste, primeiramente o equipamento de ultra-som foi calibrado com uma amostra conhecida de um compósito termorrígido de fibras de vidro/epóxi e fibras de carbono/epóxi e, em seguida, as amostras dos compósitos

termoplásticos foram submetidas a esta análise. A inspeção por ultra-som, tipo C-scan, foi realizada em duas amostras de cada laminado. Os laminados foram rigorosamente posicionados no equipamento de varredura na mesma orientação (mantendo a trama do reforço a  $0^\circ$  e o urdume a  $90^\circ$ ).

A Figura 4.2 apresenta os resultados obtidos das amostras de PPS-C e PPS-V após estas serem submetidas ao ensaio de ultra-som. A partir destes resultados, foi observado que tanto os compósitos PPS-C quanto os PPS-V apresentaram uma boa homogeneidade no que diz respeito à distribuição da matriz polimérica, possíveis delaminações e/ou conteúdo de vazios, como pode ser constatado pelo nível homogêneo de atenuação (presença de uma coloração parecida ao longo de praticamente toda a amostra). Este fato permite concluir que ambas as amostras apresentaram uma boa compactação das camadas, contendo uma baixa quantidade de poros e delaminações. Estes resultados concordam com os obtidos por microscopia óptica.

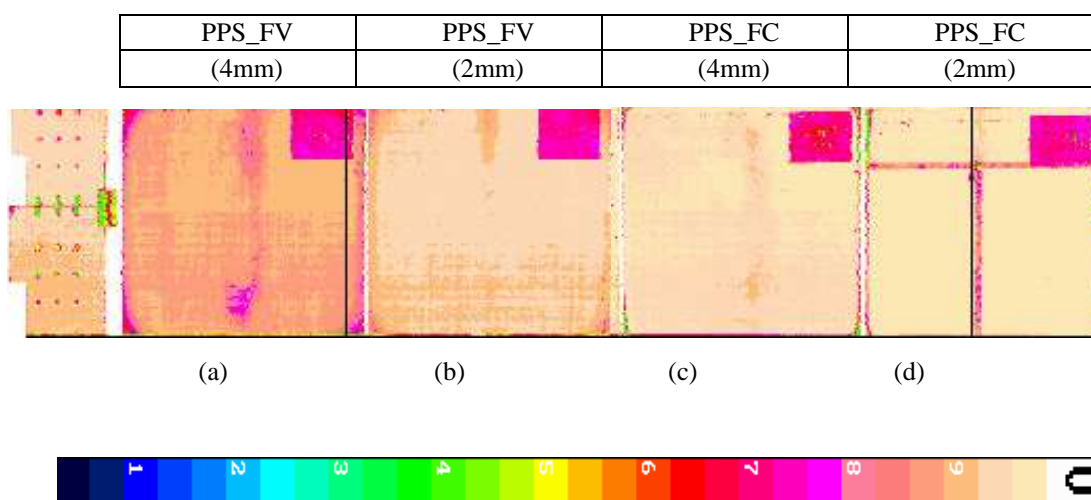


Figura 4.2 Resultados de ultra-som obtidos para os laminados em estudo.

Com o objetivo de evitar a presença de efeitos de borda (excesso ou falta de matriz nas regiões de borda dos laminados), 10 milímetros da borda de todas as amostras foram cortados, antes de serem realizados os cortes para a obtenção dos corpos-de-prova a serem disponibilizados para os ensaios mecânicos e viscoelásticos.

## 4.1.2. Análise físico-química

### 4.1.2.1. Calorimetria exploratória diferencial

A Figura 4.3 apresenta os resultados obtidos a partir das análises dinâmicas realizadas com a utilização da técnica de calorimetria exploratória diferencial, conduzidas em laminados de PPS-C como recebidos. Um comportamento análogo foi observado para amostras de PPS-V. Como esperado, em ambos os casos o PPS apresenta temperatura de fusão no aquecimento em aproximadamente 280°C (reação endotérmica, representada pelo pico para cima na curva).

A partir das análises de DSC também foi possível avaliar os valores de entalpia de fusão, sendo estes, para ambos os laminados (PPS-V e PPS-C), próximos a 20 J/g. Os resultados obtidos a partir desta análise mostram que a presença de diferentes tipos de reforços não induz a diferentes graus de cristalinidade (que também pode ser avaliado a partir do estudo da temperatura de fusão e não só a partir da temperatura de cristalização (COSTA, 2006). Desta forma, ambos os reforços apresentaram comportamentos próximos no que diz respeito a agirem como nucleadores de cristalitos.

Como o desempenho mecânico de laminados obtidos com matriz termoplástica encontra-se diretamente relacionado não só com o tipo de reforço, mas também, com o grau de cristalinidade da matriz, este estudo torna-se necessário. Desta forma, a partir da avaliação por DSC pode ser constatado que possíveis variações entre o desempenho mecânico dos laminados PPS-V e PPS-C não poderão ser atribuídas a diferenças de cristalinidade ou a possíveis efeitos de transcristalinidade entre a matriz e o reforço empregado.

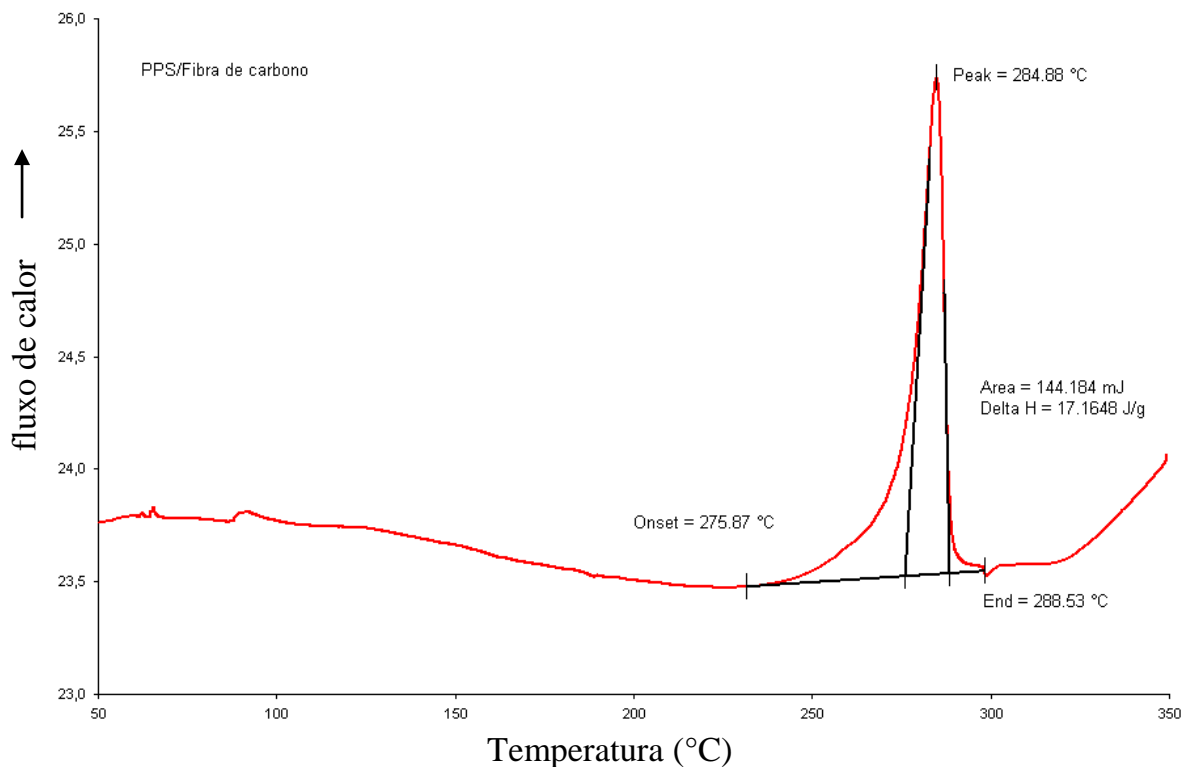
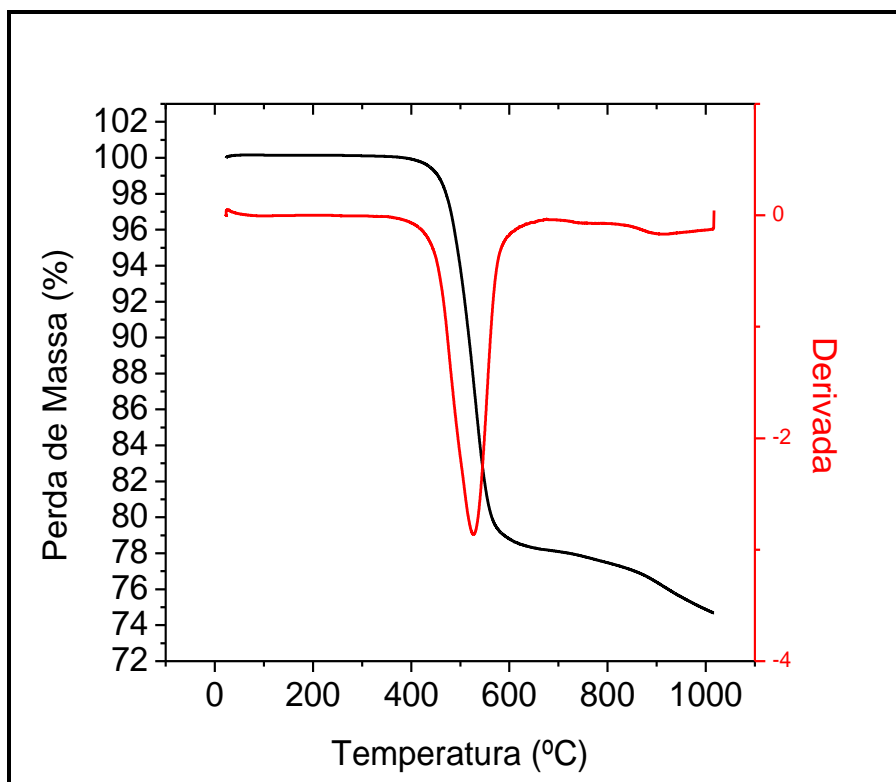


Figura 4.3. Curva de DSC dinâmico para uma amostra de PPS-C.

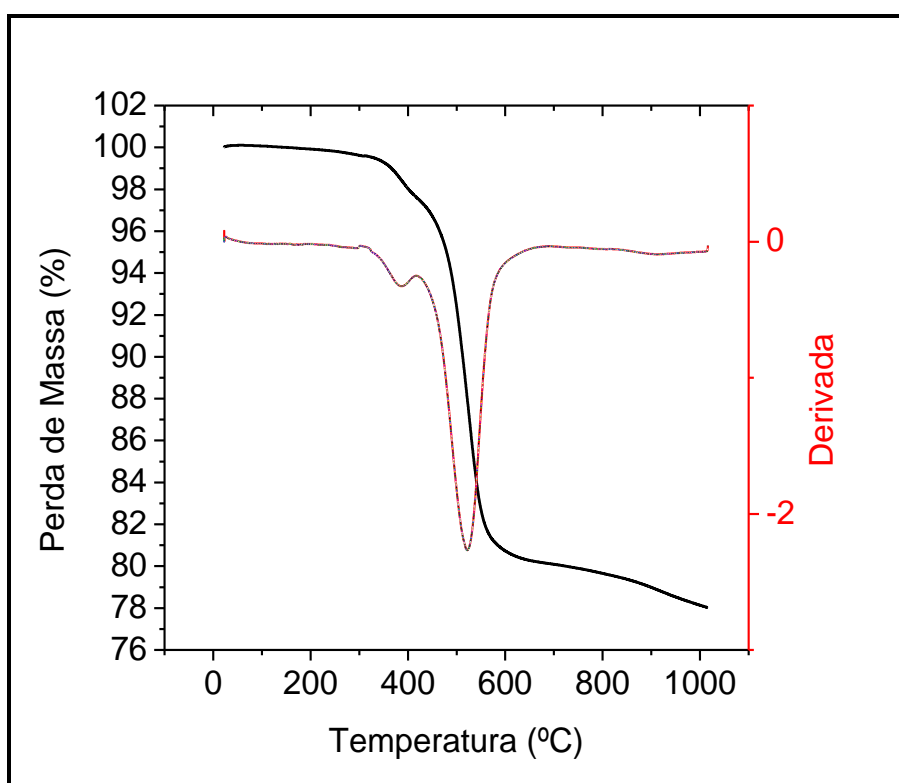
#### 4.1.2.2. Análise termogravimétrica e digestão ácida

A Figura 4.4 apresenta as curvas termogravimétricas sob atmosfera inerte de nitrogênio para os compósitos PPS-C e PPS-V, respectivamente. Os resultados das análises termogravimétricas dinâmicas, tanto para as amostras de PPS-C quanto para as amostras de PPS-V, apresentam uma ligeira perda de massa, próxima a 0,5%, quando analisadas até 100°C, devido à presença de umidade nas amostras.

Ainda a partir da Figura 4.4 pode ser constatado que ambos os compósitos começam a se degradarem em temperaturas próximas a 380°C, sendo esta degradação mais intensa a aproximadamente, 450°C (como observado a partir das curvas de DTG, em ambas as amostras). Tanto para o PPS-C quanto para o PPS-V, a degradação da matriz polimérica ocorre até temperaturas próximas a 650°C, levando a diferentes teores de resíduos, sendo estes: 74% para PPS-C e 78% para PPS-V.



(a)



(b)

Figura 4.4. Análises termogravimétricas dos laminados: (a) PPS-C; (b) PPS-V.

Os ensaios de análise termogravimétrica também foram realizados com o intuito de determinar o conteúdo volumétrico do reforço e da matriz nos laminados estudados. A obtenção destes valores é importante principalmente para a realização dos cálculos teóricos do módulo de elasticidade do compósito. Para esta finalidade, primeiramente foram obtidos dados de literatura a respeito dos teores residuais que a matriz de PPS apresenta quando avaliada a partir de ensaios de TGA em atmosfera inerte (COSTA, 2006). Desta forma, dos valores residuais encontrados a partir dos ensaios de TGA foram descontados as contribuições provenientes do resíduo da matriz, sendo obtido apenas as contribuições em massa do reforço. A Tabela 4.1 apresenta os resultados encontrados, sendo constatado que o teor volumétrico do reforço no laminado PPS-V foi aproximadamente 4% superior ao conteúdo volumétrico de fibras apresentado no laminado PPS-C. Este fato pode ser explicado pelos diferentes valores de diâmetros das fibras utilizadas (vidro: aproximadamente 18  $\mu\text{m}$  e carbono: aproximadamente 15  $\mu\text{m}$ ) e por variáveis no processo de fabricação de ambos os laminados.

Tabela 4.1. Teor volumétrico dos laminados de PPS-C e PPS-V.

Fibra	Massa específica ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )		Teor volumétrico (%) de fibra		Início da degradação $^{\circ}\text{C}$
	PPS	Fibra	Digestão ácida	TGA	
Carbono	1,43	1,9	61 $\pm$ 6	59	380
Vidro		2,5	53 $\pm$ 1	63	380

Como apresentado anteriormente, ensaios de digestão ácida também foram realizados com o intuito de confirmar as frações volumétricas obtidas para os reforços e a matriz utilizados nos laminados PPS-C e PPS-V, sendo que a Figura 4.5 apresenta as fibras obtidas após a realização deste ensaio. Como esperado, após a realização da análise, toda a matriz foi digerida pelo ácido.



Como pode ser observado, a partir da Tabela 4.1, o conteúdo de fibras obtido por ambos os ensaios, digestão ácida e TGA, apresentaram variações sendo estas mais significativas em fibras de vidro. Esta diferença pode ser atribuída à dificuldade experimental na transferência da fibra resultante do processo de digestão ácida tanto do recipiente utilizado durante a digestão para o processo de filtração a vácuo quanto do funil de filtração para o vidro relógio, utilizado para a secagem final do reforço encontrado. Este processo resultou em perdas significativas do reforço de fibras de vidro, prejudicando a avaliação final do laminado. Devido a este fato, pode ser concluído que a análise realizada por TGA é mais precisa e confiável para a obtenção do teor volumétrico do reforço e da matriz.

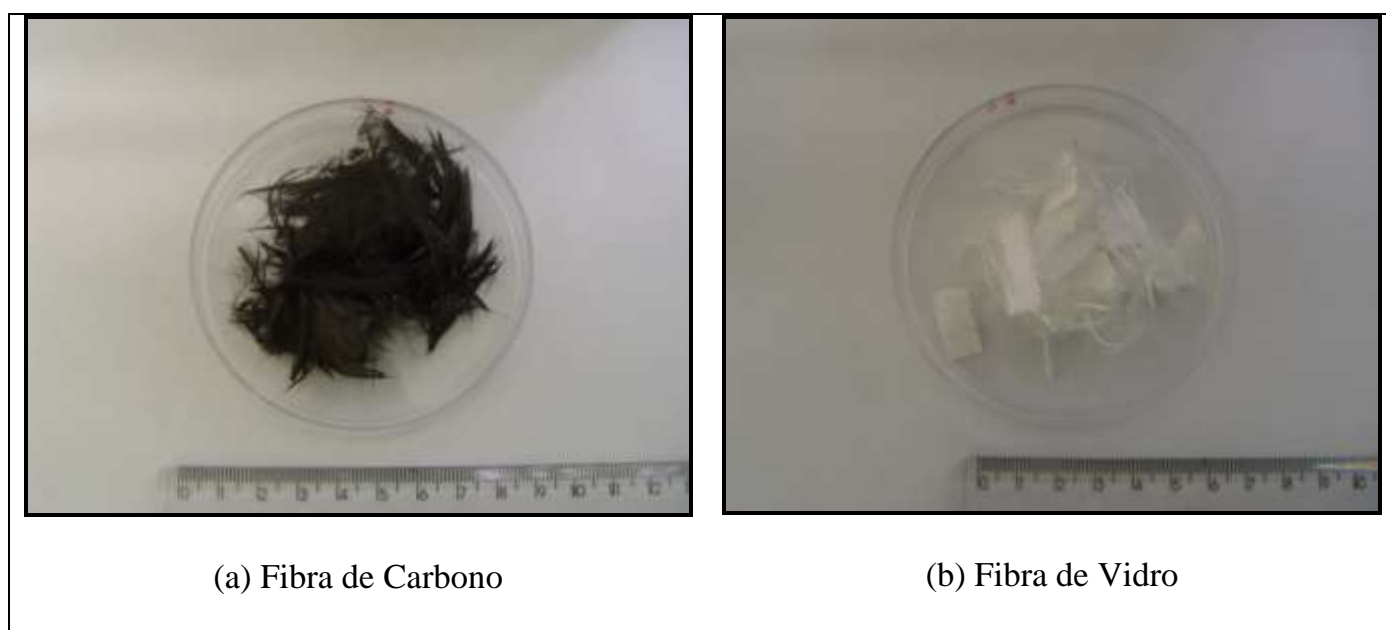


Figura 4.5. Fibras de reforços obtidas após o ensaio de digestão ácida:  
a) PPS-C; b) PPS-V.

#### 4.2. EFEITO DO CONDICIONAMENTO HIGROTÉRMICO

Os efeitos da umidade e temperatura devem ser sempre considerados nos projetos de laminados para aplicação estrutural. Como descrito no Capítulo 2 - Revisão Bibliográfica; a umidade penetra na matriz polimérica pelo processo de

difusão até que o equilíbrio seja atingido, sendo esse mecanismo acentuado pelo aumento da temperatura.

De acordo com as considerações normalmente encontradas em literatura, a umidade absorvida nos compósitos de matriz polimérica pode reduzir a resistência mecânica e a rigidez do laminado, decorrentes do efeito da plasticização da matriz com o enfraquecimento da interface fibra/matriz. Essas reduções nas propriedades mecânicas são particularmente significativas em temperaturas elevadas. Assim, a presença de umidade no compósito pode causar mudanças significativas nas características físico-químicas da matriz. Em uma resina epóxi decréscimos no módulo de elasticidade e redução na temperatura de transição vítrea são evidências do mecanismo de plasticização da matriz (CÂNDIDO, 2001; COSTA, 2002; MAYER, 2003). Nesse caso, quando se deseja utilizar as propriedades do material por um longo período de tempo torna-se necessário considerar a ação desse mecanismo de degradação da matriz polimérica.

A Tabela 4.2 apresenta os valores de ganho de massa de todos os laminados estudados em função do tempo de exposição tanto em câmara climática quanto em banho termostatizado. Como já apresentado no item Materiais e Métodos, o cálculo da absorção de umidade em cada compósito exposto à climatização é definido como o ganho médio de massa expresso pela equação 4.1, conforme descrito na norma ASTM D 5229/D 5229- 04.

$$\% \text{umidade} = \frac{(\text{massa da amostra úmida} - \text{massa da amostra seca})}{(\text{massa da amostra seca})} \times 100(\%)$$

(4.1)

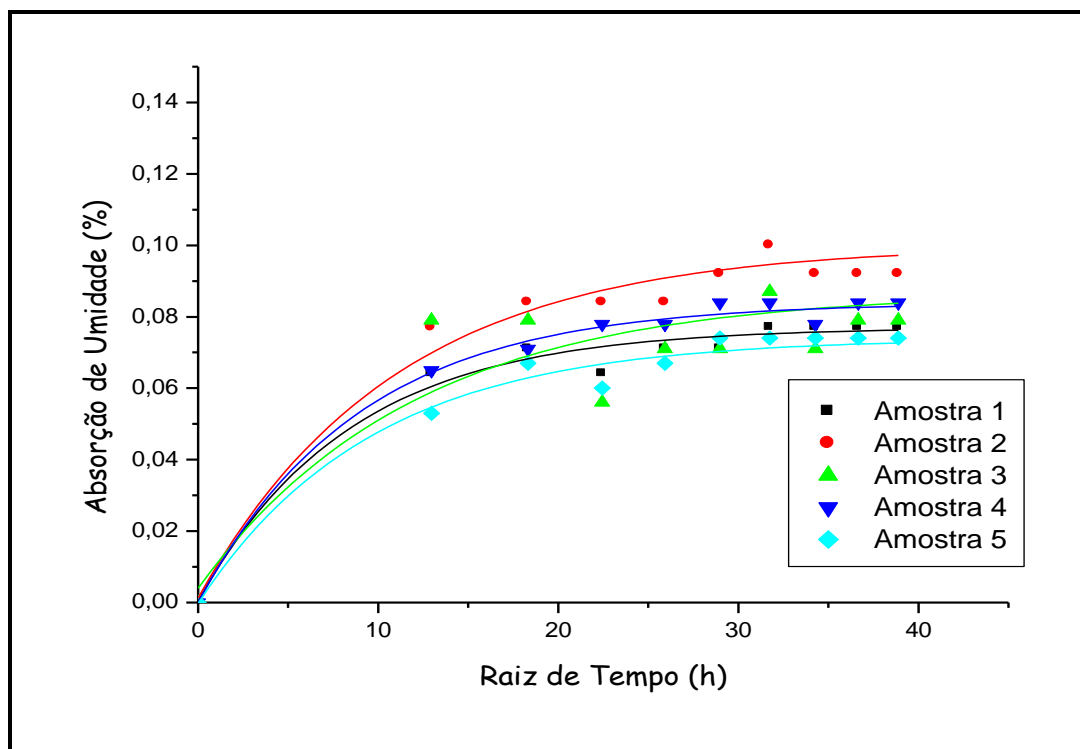
A análise dos dados apresentados na Tabela 4.2 indica que a concentração de umidade nas amostras de controle dos laminados dos compósitos PPS-C e PPS-V nos dois tipos de condicionamentos higrotérmicos, aumenta linearmente com o tempo na primeira semana de exposição. Nesta etapa, as amostras absorvem água muito rapidamente, alcançando um estado conhecido como pseudo-equilíbrio, mantendo a quantidade de água praticamente a mesma depois de um determinado período de

tempo, sugerindo, em princípio, um comportamento Fickiano. 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 e muitos autores atribuem a esse período, o início do processo de relaxação da cadeia polimérica e o preenchimento higrotérmico dos vazios existentes (CUNHA, 2006; CÂNDIDO, 2001; MAYER, 2003; COSTA, 2002).

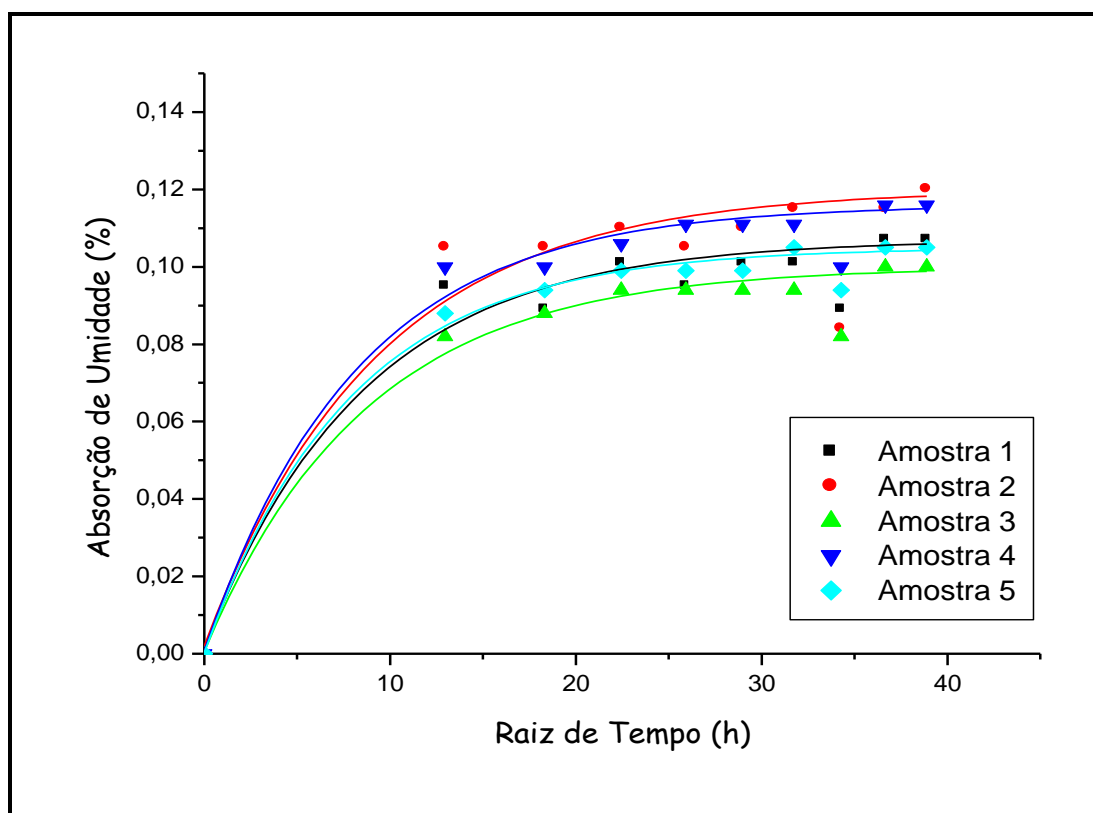
Tabela 4.2. Resultados de ganho de massa (%).

Laminados	Tempo em semanas	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	5 <sup>a</sup>	6 <sup>a</sup>	7 <sup>a</sup>	8 <sup>a</sup>	Média
PPS-C	Câmara	0,068	0,075	0,068	0,074	0,078	0,084	0,078	0,081	0,070
	Imersão	0,395	0,245	0,272	0,358	0,361	0,337	0,341	0,416	0,340
PPS-V	Câmara	0,094	0,095	0,102	0,101	0,103	0,105	0,090	0,108	0,100
	Imersão	0,588	0,645	0,644	0,713	0,710	0,784	0,695	0,799	0,624

A análise dos dados disponíveis na Tabela 4.2 associada ao comportamento das curvas apresentadas na Figura 4.6 permite ainda concluir que, quando condicionadas em câmara climática, as amostras dos laminados de PPS-V apresentam um ganho de massa mais significativo quando comparadas as amostras de PPS-C (aproximadamente 30% maior), até o início da estabilização (5<sup>a</sup> semana de exposição). Como ambos os laminados são constituídos da mesma matriz polimérica, pode ser evidenciado que a variação na absorção de umidade encontra-se relacionada com as diferentes características apresentadas pelo tipo e configuração do reforço utilizado nos compósitos, tais como: tipo e gramatura do tecido, natureza das fibras, presença de tratamentos superficiais, etc.



(a)

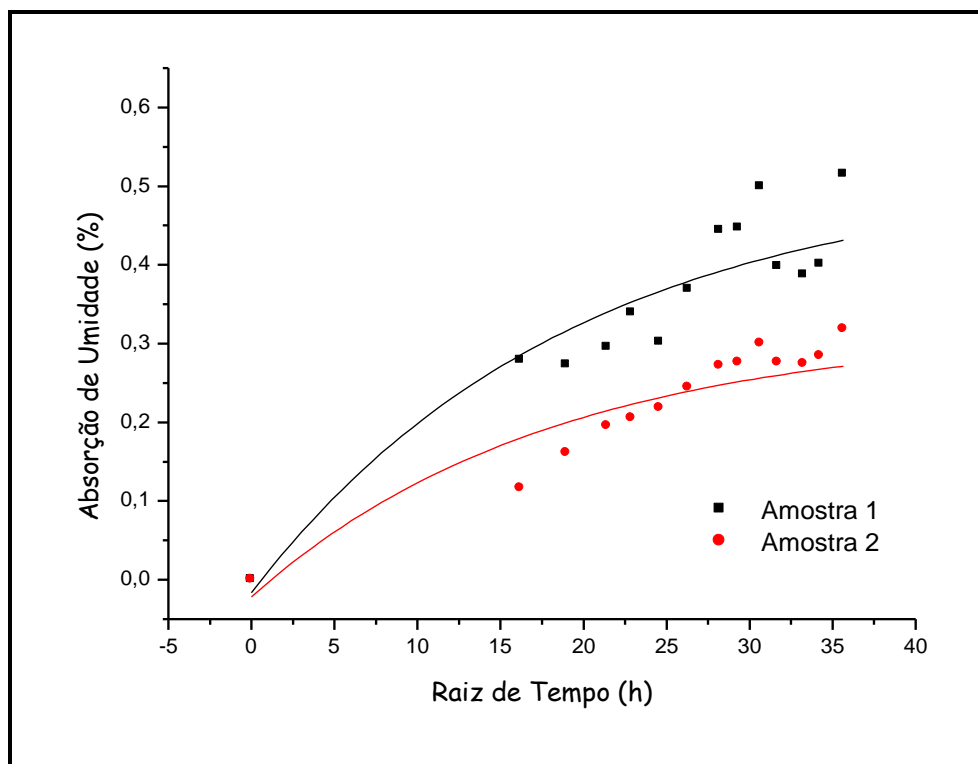


(b)

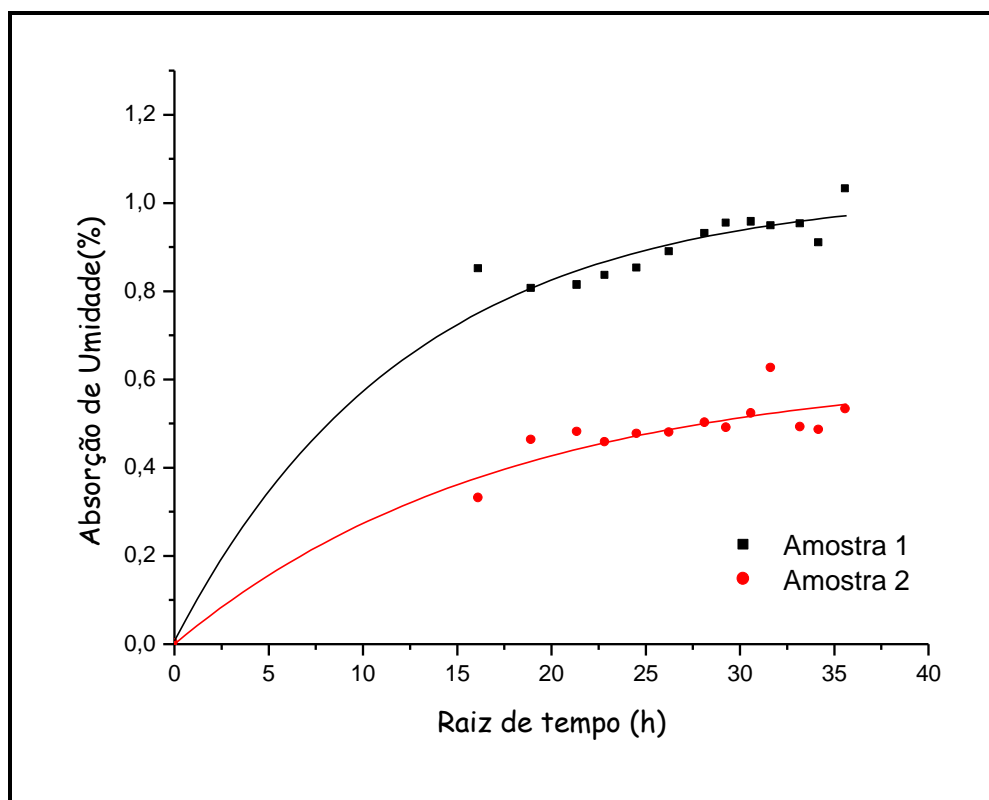
Figura 4.6. Resultados do ganho de massa em câmara de climatização:  
a) PPS-C; b) PPS-V.

A Tabela 4.2 e a Figura 4.7 apresentam os resultados obtidos a partir do ganho de massa das amostras de PPS-C e PPS-V condicionados em banho termostatizado. Como pode ser observado, o ganho de umidade é mais acentuado em amostras condicionadas por imersão quando comparado ao ganho proveniente das amostras submetidas ao condicionamento em câmara climática. Este fato pode ser explicado devido à existência de diferentes gradientes de fluxo de umidade para o interior das amostras, ocasionados pelos diferentes teores de umidade a que estas amostras foram submetidas. Desta forma, o condicionamento em banho termostatizado favorece uma maior taxa de difusão de umidade nos laminados, pois a movimentação das moléculas de água é o fator responsável pelo mecanismo da difusão de umidade de uma região de alta concentração para outra de baixa concentração.

Associado ao processo de sorção de umidade da matriz polimérica, outros mecanismos devem ser levados em consideração tais como a capilaridade e o transporte através de microtrincas e vazios. O mecanismo de capilaridade envolve o fluxo de água ao longo da interface/matriz seguido pela difusão através da interface até a matriz polimérica. O transporte de umidade por meio de microtrincas envolve tanto o fluxo como o armazenamento de água nos vazios e em outras formas de microdefeitos. Como o fluxo de água é proporcional ao gradiente de concentração, amostras expostas a ambientes com maiores teores de umidade podem apresentar maiores valores de absorção de umidade. Dependendo do caso, esta difusão pode ainda gerar a entrada de umidade para regiões de volume livre, muitas vezes, resultando em um processo de *inchamento* da matriz polimérica.



(a)



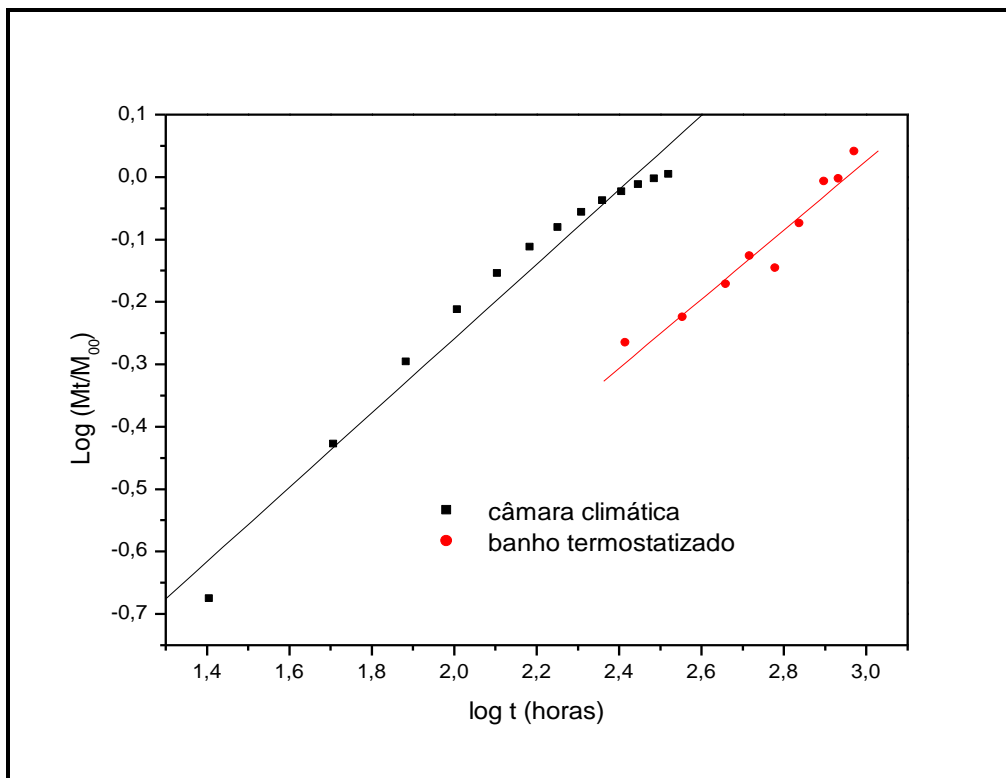
(b)

Figura 4.7. Resultados do ganho de massa de amostras expostas ao condicionamento em banho por imersão: a) PPS-C; b) PPS-V.

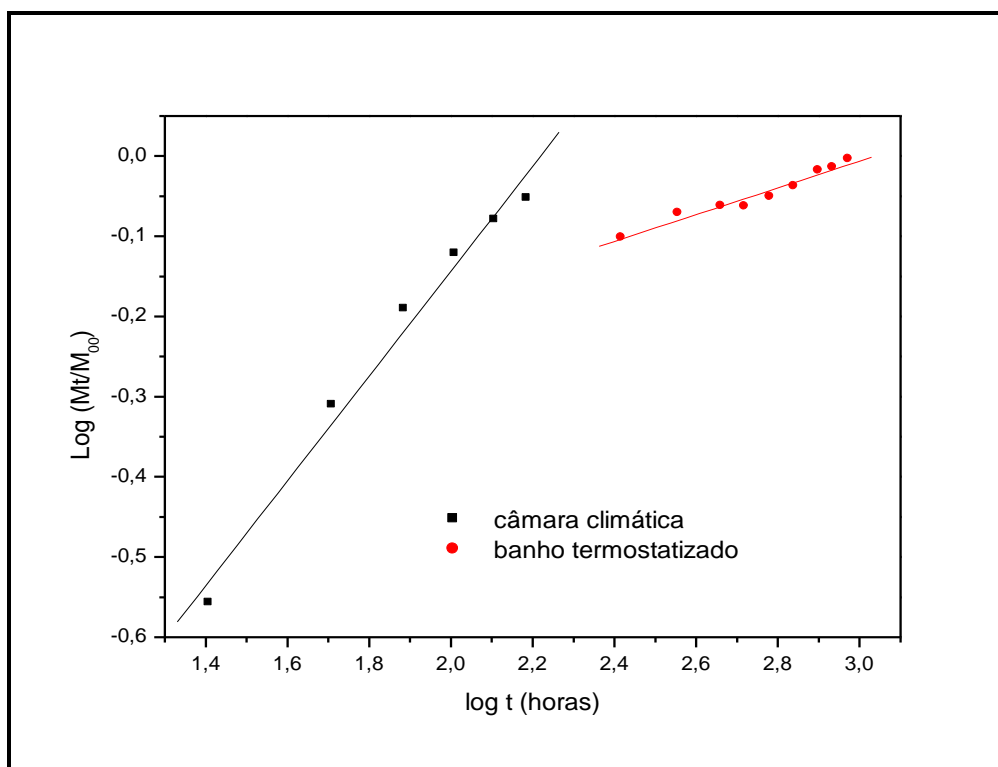
Entretanto, quando comparados com matrizes termorrígidas tais como a matriz epoxídica, pode ser constatado que mesmo utilizando elevados valores de temperatura e umidade, os laminados de PPS absorvem um baixo conteúdo de umidade. Este comportamento ocorre devido a diferenças entre a polaridade de matrizes epoxídicas e o PPS. Quanto maior for a polaridade da matriz maior será a sua capacidade de absorção de água. As matrizes epóxi, por exemplo, que curam por meio de grupos hidroxilas e amínicos, possuem em sua estrutura tridimensional grupos fortemente polares (OH) que podem facilmente se ligar a moléculas de água por meio de ligações de hidrogênio. Porém, matrizes de PPS apresentam um caráter bem menos polar, como apresentado anteriormente, levando a uma menor absorção de umidade.

As Figuras 4.8 e 4.9 apresentam os gráficos obtidos utilizando as equações 2.1 (Figura 4.8) e 3.1 (Figura 4.9) e pontos a partir dos quais se fez regressão linear para a obtenção dos valores de  $n$ ,  $k$  e  $D$  para os laminados estudados. A partir dos resultados destas Figuras, foi obtida a Tabela 4.3.

Como pode ser observado a partir da Tabela 4.3 e da Figura 4.8, as amostras de PPS-C condicionadas tanto em câmara climática quanto em banhos termostatizados apresentaram comportamento Fickiano, pois mostraram valores de  $n$  próximos a 0,5 (neste trabalho foi aceita uma variação de  $\pm 0,15$ , baseando-se em outros trabalhos descritos em literatura (ABOT, 2005). Entretanto, a partir deste primeiro teste, a amostra de PPS-C condicionada em banho termostatizado apresentou um comportamento de sorção qualificado como anômalo, ou seja, quando  $n < 0,5$ . Segundo a literatura, amostras que apresentam valores de  $n < 0,5$  devem ser novamente avaliadas a partir de um segundo teste, considerando que a região de maior ganho de umidade deve ser avaliada a partir do gráfico de ganho de massa  $\times t^{1/2}$  (Figura 4.7). Quando o comportamento apresenta um perfil linear significa que trata-se de um sistema com comportamento Fickiano.



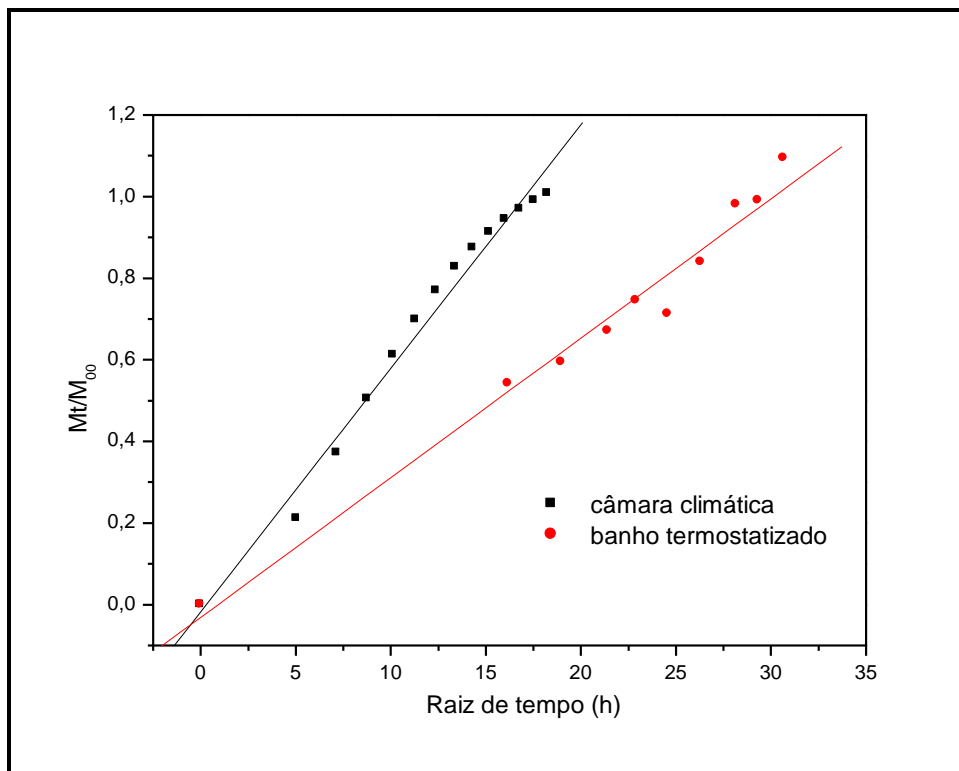
(a)



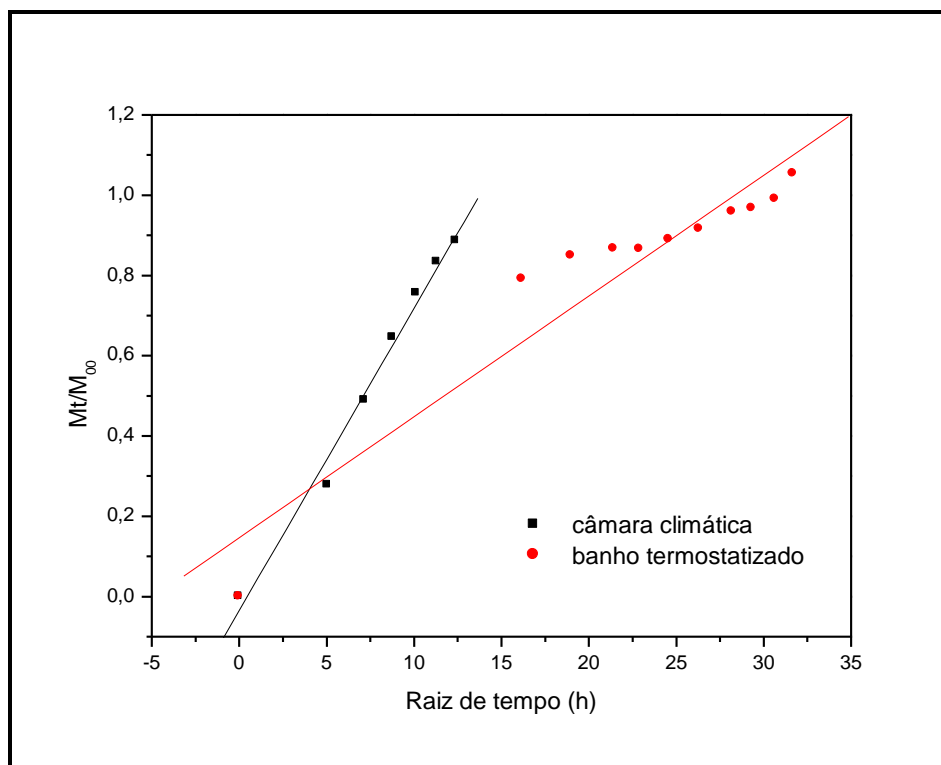
(b)

Figura 4.8. Avaliação dos parâmetros Fickianos: a) PPS-C; b) PPS-V.





(a)



(b)

Figura 4.9. Avaliação da Difusividade: a) PPS-C; b) PPS-V.

Tabela 4.3. Coeficiente de difusão e valores de n e k para os laminados em estudo.

Laminados	Condicionamento	N	k (g/g.h <sup>2</sup> )	D x 10 <sup>7</sup> (cm <sup>2</sup> /min)
PPS-C	Câmara	0,59	1,45	1,28
	Imersão	0,55	1,64	1,40
PPS-V	Câmara	0,64	0,03	6,85
	Imersão	0,17	0,51	1,09

Como pode ser observado a partir da Figura 4.7, mesmo utilizando este segundo critério, a amostra ainda apresenta um comportamento típico anômalo. Este fato pode ser atribuído, provavelmente, a uma sobreposição de interações envolvendo os mecanismos de sorção, difusão e capilaridade em regiões interfaciais entre a fibra e a matriz de PPS. Estas interações foram mais significativas em amostras de fibras de vidro submetidas a valores mais elevados de umidade (condicionamento em banho termostatizado) devido, provavelmente, à presença de grupos silano.

A Figura 4.8 e a Tabela 4.3 apresentam os valores de difusividade para as amostras de PPS-C e PPS-V, submetidas a ambos os condicionamentos higrotérmicos. Como pode ser observado, amostras de PPS-C submetidas ao condicionamento em câmara climática apresentaram valores de coeficiente de difusividade menos elevados, quando comparados aos valores encontrados para amostras condicionadas em banho termostatizado. Desta forma, foi confirmado que o condicionamento em banho termostatizado favorece uma maior taxa de difusão de umidade nos laminados.

Quando os laminados de PPS-C e PPS-V, são comparados observa-se que os laminados reforçados com fibras de carbono apresentam um menor coeficiente de difusão. Este fato encontra-se provavelmente relacionado à presença de grupos silanos na superfície das fibras de vidro, proporcionando a estes laminados um comportamento mais higroscópico. Entretanto, não foi possível estabelecer uma relação para as amostras de PPS-V climatizadas em câmara climática e em banho por

imersão, devido a estes dois condicionamentos resultarem em diferentes mecanismos de absorção de umidade, sendo estes fickiano e anômalo, respectivamente.

Comparando-se os valores experimentais encontrados para o coeficiente de difusividade de laminados PPS-C com os disponíveis em literatura para os compósitos de resina epóxi/fibras de carbono, foi observado que estes laminados termoplásticos apresentam valores na ordem de três vezes menor (os valores para resina epóxi variam de  $5 \times 10^{-7}$  a  $35 \times 10^{-7}$   $\text{cm}^2/\text{min}$  (LI, 2005; ABOT, 2005). Estes dados, não só confirmam que os laminados termoplásticos obtidos a partir de matriz PPS absorvem menos umidade que os tradicionais laminados processados com resina epóxi, mas também validam os métodos de análise utilizados neste trabalho.

#### 4.3. MODELAMENTO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Como apresentado no Capítulo 3 - Materiais e Métodos, com o intuito de confirmar os resultados experimentais obtidos a partir dos ensaios de resistência à tração e ao cisalhamento Iosipescu, neste trabalho foi utilizado um programa conhecido com FGM, desenvolvido pela Universidade da Califórnia, disponível gratuitamente.

Este programa considera o laminado como sendo um material ortotrópico e, especificamente para os laminados PPS-C e PPS-V analisados neste trabalho, transversalmente isotrópicos. Devido à existência de limitações na rotina de alimentação dos dados deste programa, o reforço foi considerado como sendo plain weave e não do tipo HS. Este fato pode ocasionar pequenas imprecisões nos valores calculados, entretanto, outros autores vêm observando que, na maioria dos casos, estas imprecisões não resultam em desvios maiores que 5%, portanto, são aceitáveis para o foco deste trabalho (PARDINI, 2000).

A Tabela 4.4 apresenta as propriedades mecânicas calculadas para os laminados PPS-C e PPS-V. Durante os cálculos foram considerados os valores de conteúdo

volumétrico de fibras encontrados experimentalmente a partir dos ensaios de TGA. A partir da comparação dos valores calculados, espera-se compreender melhor o efeito higrotérmico e possíveis problemas nas interfaces entre fibra/matriz dos laminados PPS-C e PPS-V.

Tabela 4.4. Propriedades Mecânicas obtidas a partir do programa FGM.

Propriedade	PPS-C	PPS-V
Conteúdo volumétrico de fibra (%)	59	63
$E_x$ (GPa)	64,3	25,6
$E_y$ (GPa)	64,3	25,6
$G_{12}$ (GPa)	3,86	6,03
$G_{13}$ (GPa)	2,92	5,86
$\nu_{12}$	0,21	0,26

#### 4.4. EFEITO DO CONDICIONAMENTO POR IMERSÃO

##### 4.4.1. Comportamento em cisalhamento

A influência do condicionamento ambiental na resistência mecânica de compósitos poliméricos pode ser determinada pela adesão fibra/matriz. O ambiente úmido e o efeito da temperatura sobre a resistência na interface dos laminados afetam as propriedades mecânicas, sendo determinantes para a durabilidade do compósito. O interesse técnico – científico pelas propriedades da interface fibra/matriz do compósito existe desde quando os compósitos se tornaram efetivamente uma realidade em aplicações estruturais. Neste trabalho de pesquisa, dois métodos foram utilizados para se avaliar o efeito ambiental na resistência ao cisalhamento de compósitos PPS-C e PPS-V. Os resultados obtidos a partir destes métodos são apresentados a seguir.

#### 4.4.1.1. Cisalhamento interlaminar por “short-beam”

Atualmente, vários métodos de investigação encontram-se disponíveis para fornecer informações sobre a interface fibra/matriz (BOTELHO, 2002). Como descrito no Capítulo 3 – Materiais e Métodos, o ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento interlaminar, padronizado pela norma ASTM D2344, é um dos métodos mais utilizados para laminados poliméricos. Assim, foram realizadas medidas da resistência ao cisalhamento interlaminar dos corpos-de-prova das duas famílias de laminados (PPS-C e PPS-V), tanto em amostras mantidas na condição seca quanto para as submetidas ao condicionamento por imersão em banho termostaticado.

A Figura 4.10 e a Tabela 4.5 apresentam os resultados obtidos a partir do ensaio de cisalhamento interlaminar por *short-beam* (ensaio em três pontos ou ILSS) obtidos para os laminados PPS-C e PPS-V. A partir da Figura 4.10 pode ser observado um aumento gradativo da resistência ao cisalhamento até este atingir um valor crítico onde ocorre o cisalhamento entre as camadas do compósito. Em ambos os casos é possível observar um comportamento similar entre as curvas obtidas dos laminados climatizados e não climatizados.

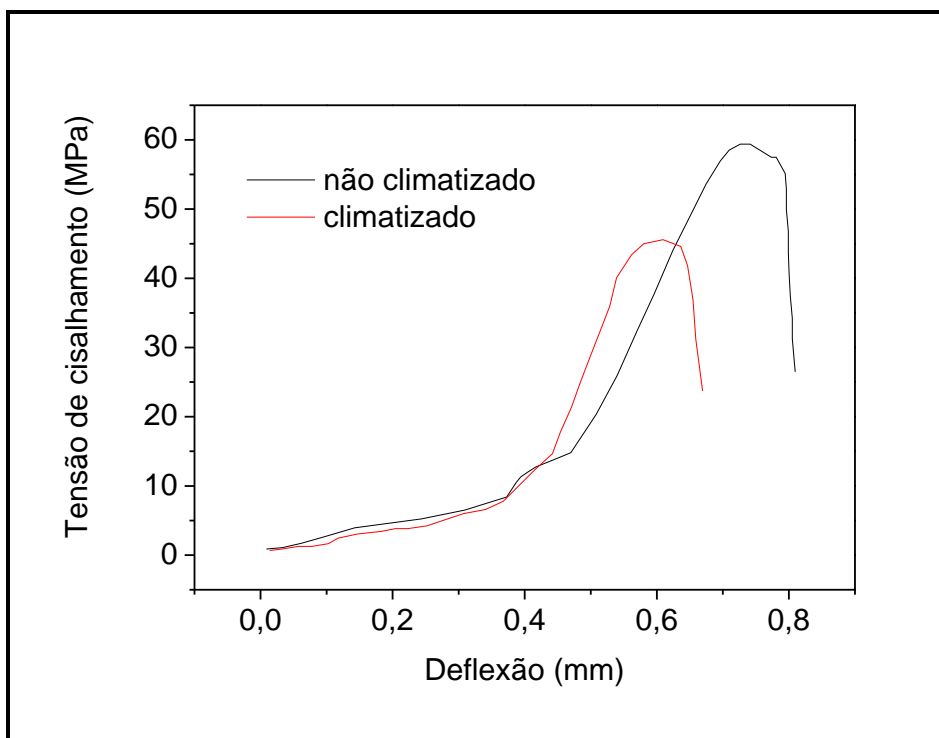
A partir dos resultados de ILSS encontrados, também pode ser observado que, tanto para o laminado de PPS-C quanto para o de PPS-V, ocorreu uma diminuição da resistência ao cisalhamento interlaminar em amostras expostas por períodos prolongados ao condicionamento higrotérmico (redução de aproximadamente 45% em ambos os casos). Esta diminuição na resistência dos laminados encontra-se relacionada com a forma com que a água foi absorvida pelo compósito e como as moléculas de água se ligaram à cadeia polimérica e/ou migraram para a interface. A influência do condicionamento higrotérmico sobre as propriedades de cisalhamento interlaminar também pode ser comprovada pela maior dispersão dos valores de resistência encontrados em amostras submetidas ao condicionamento, apresentando valores mais

elevados de desvios-padrão quando comparadas a amostras não condicionadas (Tabela 4.5).

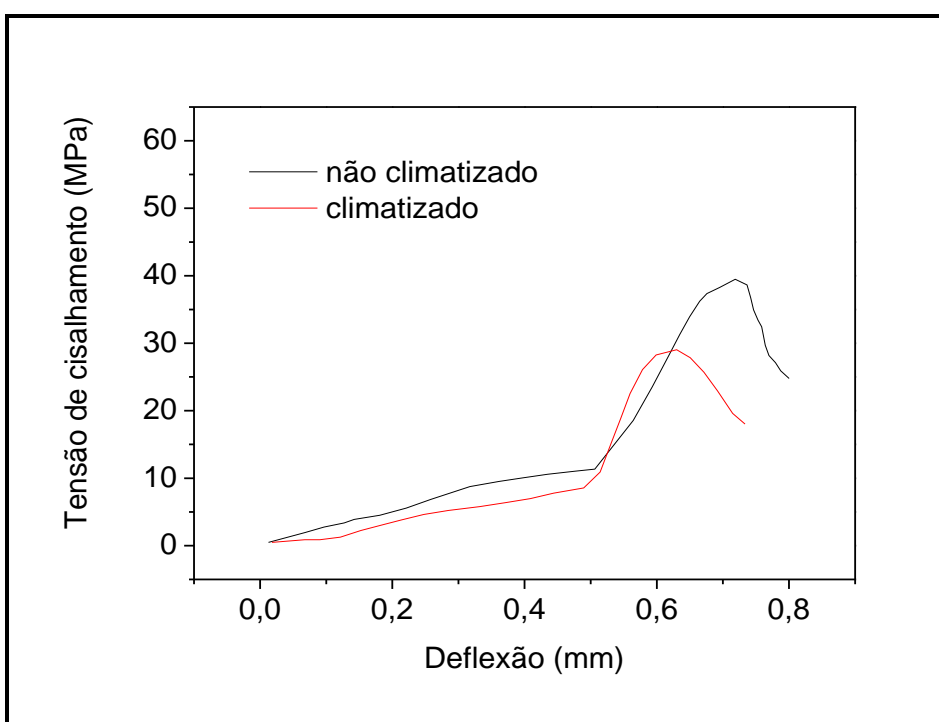
Tabela 4.5. Resultados de cisalhamento Interlaminar – ILSS.

Laminados	Condição	ILSS (MPa)
PPS-C	Seca	77,9±2,6
	Úmida	50,1±8,2
PPS-V	Seca	39,9±0,8
	Úmida	24,0±7,9

Comparando-se os resultados obtidos nestes ensaios com os resultados encontrados em outros trabalhos, observa-se que o condicionamento higrotérmico afeta, de maneira mais significativa, a resistência ao cisalhamento interlaminar dos laminados PPS-C e PPS-V, quando comparados a laminados obtidos a partir de matriz termorrígida (CÂNDIDO, 2001). Este fato, associado com os resultados anteriores onde foi concluído que a matriz PPS não sofre um efeito tão significativo de absorção de umidade quando comparado as matrizes termorrígidas tradicionalmente utilizadas na área aeroespacial, sugere que a interface da fibra com um sistema epóxi é mais resistente aos danos causados pelo processo de difusão de umidade.



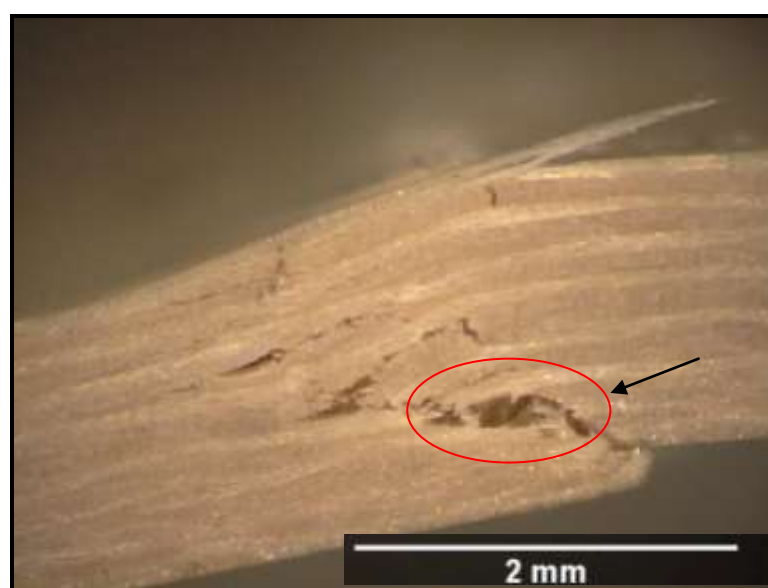
(a)



(b)

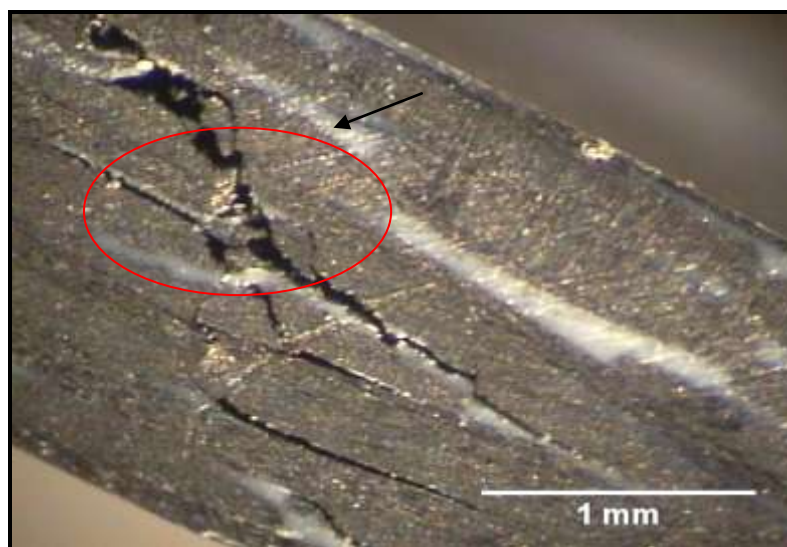
Figura 4.10. Curvas representativas do ensaio de ILSS: (a) PPS-C; (b) PPS-V.

A Figura 4.11 apresenta as estereofotomicrografias dos laminados PPS-V e PPS-C na condição seca, após serem submetidos ao ensaio de ILSS. Como pode ser observado, ambas as amostras apresentaram fraturas interlaminares múltiplas, características de um processo de delaminação. A partir destes resultados, este ensaio pode ser considerado válido, pois satisfaz os requerimentos de falha interlaminar. A Figura 4.12 apresenta as fotomicrografias dos laminados PPS-V e PPS-C condicionados e ensaiados por ILSS. Como pode ser observado, os resultados neste caso foram similares aos resultados obtidos de amostras não condicionadas. Este fato leva a conclusão de que, apesar de parte da umidade provavelmente migrar para regiões interfaciais, o mecanismo de falha por cisalhamento para todos os laminados avaliados foi o mesmo.



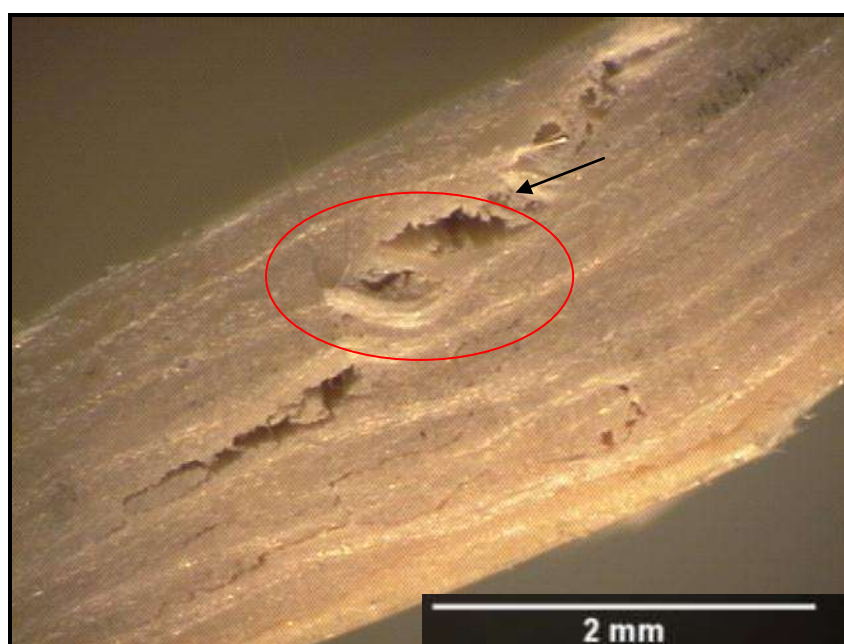
(a)



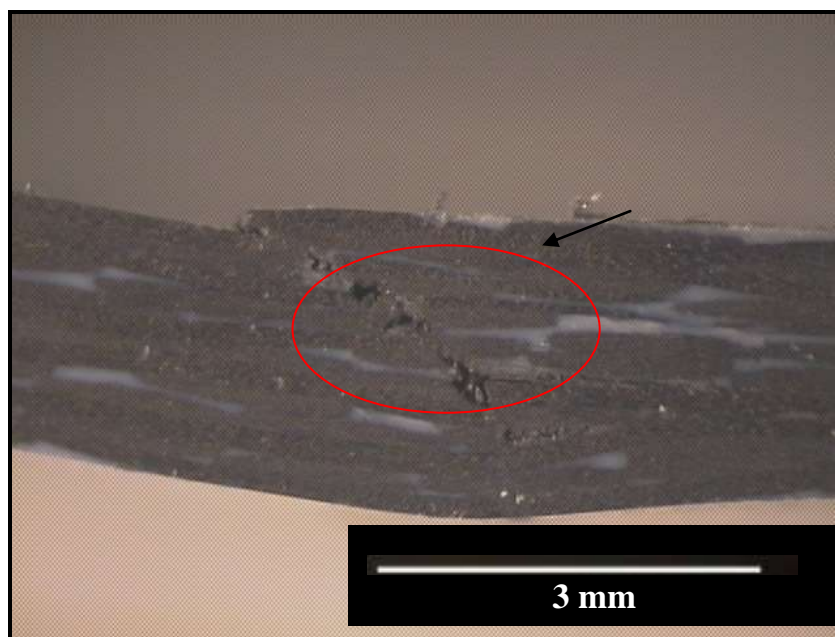


(b)

Figura 4.11 Estereofotomicrografias representativas da análise de falhas nos laminados não condicionados após ensaios de ILSS: (a) PPS-V; (b) PPS-C.



(a)



(b)

Figura 4.12 Estereofotomicrografias representativas da análise de falhas nos laminados condicionados após ensaios de ILSS: (a) PPS-V; (b) PPS-C.

#### 4.4.1.2. Cisalhamento Iosipescu

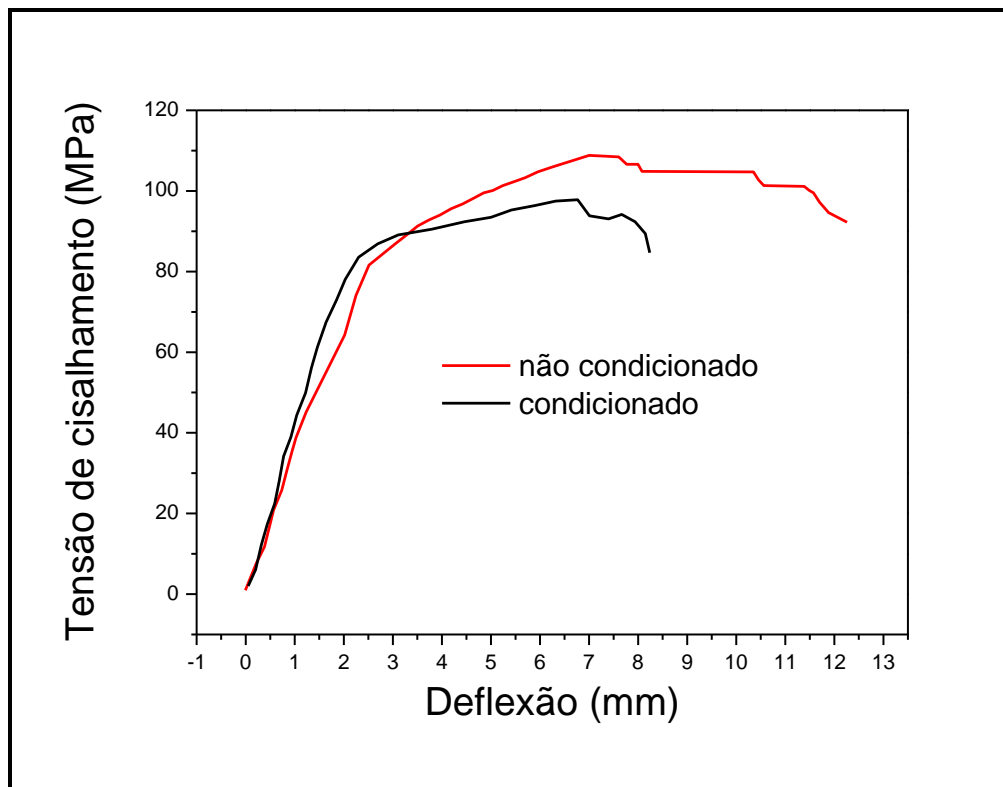
Com o intuito de confirmar os resultados obtidos via ensaios de cisalhamento interlaminar por ILSS, amostras de PPS-C e PPS-V condicionadas e não condicionadas foram também avaliadas por ensaios de cisalhamento Iosipescu.

A Figura 4.13 e a Tabela 4.6 apresentam os resultados obtidos a partir do ensaio de cisalhamento Iosipescu para os compósitos estudados. A partir da análise das curvas apresentadas na Figura 4.13, pode-se observar que os laminados apresentam comportamentos semelhantes de deformação plástica antes de falhar. Todos os compósitos apresentaram um crescimento monotônico da tensão e um desvio na região elástica. Ao atingir o valor máximo de tensão de cisalhamento, não houve uma redução abrupta de carga como esperado para tal ensaio, ou seja, houve um decaimento suave até a conclusão do ensaio. Este comportamento é característico de uma fratura dúctil, provavelmente, devido à natureza viscoelástica da matriz

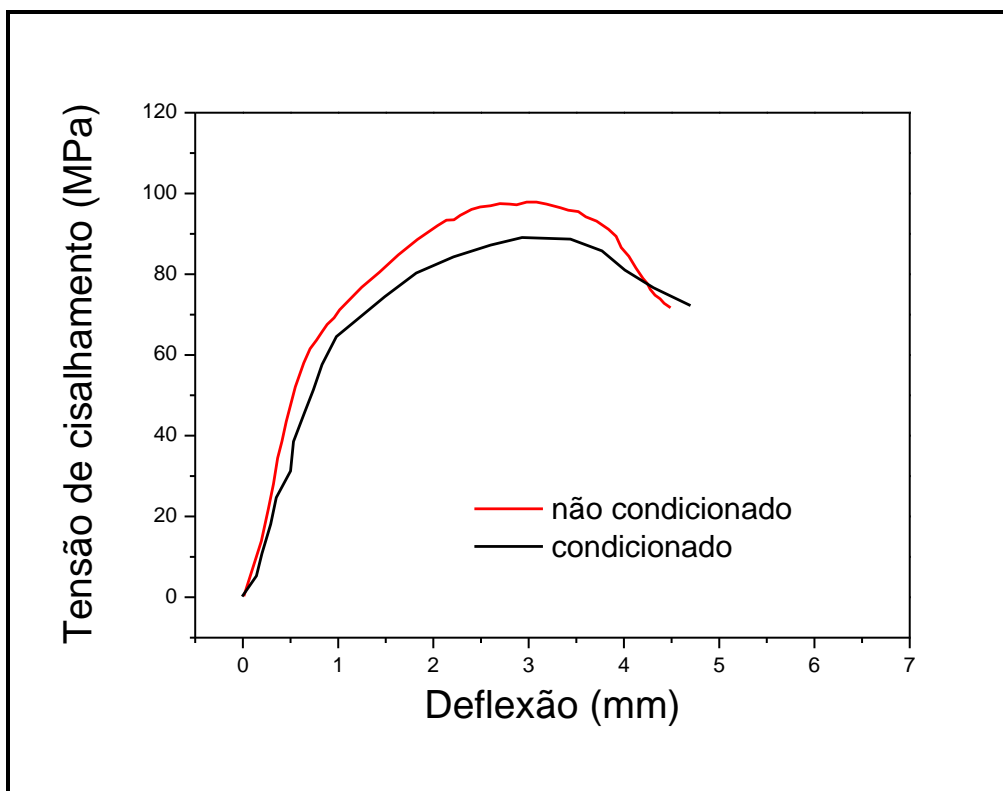
termoplástica utilizada. Os valores médios obtidos das resistências máximas ao cisalhamento foram de  $97,4 \pm 2,9$  MPa e  $109,2 \pm 0,4$  MPa para os compósitos não condicionados reforçados com fibras de vidro e de carbono, respectivamente (Tabela 4.6). As tensões encontradas, quando comparadas a valores de outros compósitos tradicionalmente utilizados pela indústria aeroespacial, mostram-se superiores (88,3 MPa e 93,2 MPa para compósitos de resina epóxi com fibras de vidro e carbono, respectivamente ) (BOTELHO, 2006).

Tabela 4.6- Resultados obtidos a partir dos ensaios de cisalhamento Iosipescu.

Laminados	Condição	Iosipescu (MPa)	Módulo (GPa)
PPS-C	Seca	$109,2 \pm 0,4$	$4,9 \pm 0,7$
	Úmida	$102,7 \pm 3,0$	
PPS-V	Seca	$97,4 \pm 2,9$	$13,7 \pm 0,7$
	Úmida	$73,4 \pm 9,6$	



(a)



(b)

Figura 4.13. Curvas representativas do ensaio de Iosipescu: (a) PPS-C; (b) PPS-V.

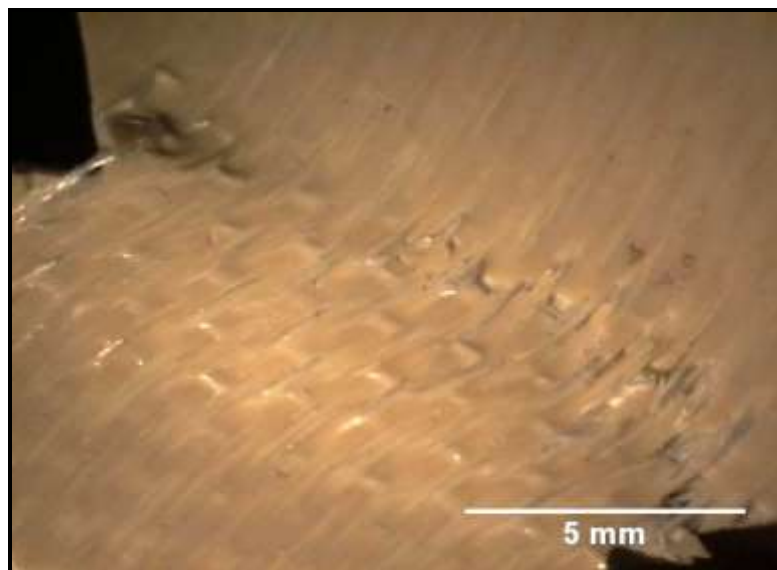
Como dito anteriormente, a influência do condicionamento ambiental na resistência mecânica de laminados de fibras contínuas/PPS pode ser determinada pela qualidade de adesão fibra/matriz. Uma vez enfraquecida a resistência da interface pelo ataque do ambiente úmido, as propriedades mecânicas transversais, tais como cisalhamento e compressão sofrem degradação, sendo determinantes para a durabilidade do compósito.

A partir dos resultados disponíveis na Tabela 4.6 pode ser observado que as amostras de PPS-C e PPS-V apresentam uma redução nos valores de resistência ao cisalhamento de, aproximadamente, 7% e 24%, respectivamente. Este comportamento é concordante com os resultados obtidos via cisalhamento ILSS, onde também foi observada uma queda acentuada de propriedades mecânicas após o condicionamento higrotérmico. Desta forma, o efeito da plasticização pode ser observado em ambos os ensaios de cisalhamento, sendo este atribuído ao rompimento das interações de van der Waals entre as cadeias poliméricas. O fenômeno de plasticização diminui, ainda, as tensões residuais e aumenta a viscoelasticidade do polímero. Como o PPS apresentou uma baixa absorção de umidade, conclui-se que parte da umidade absorvida pelo compósito tende ainda a se segregar para a interface fibra/matriz, resultando em um enfraquecimento das ligações na interface e, conseqüentemente, favorecendo o cisalhamento do polímero. Este efeito da umidade pode ser também evidenciado pelos maiores valores de desvios-padrão observados em amostras climatizadas, como ocorreu nos ensaios de ILSS.

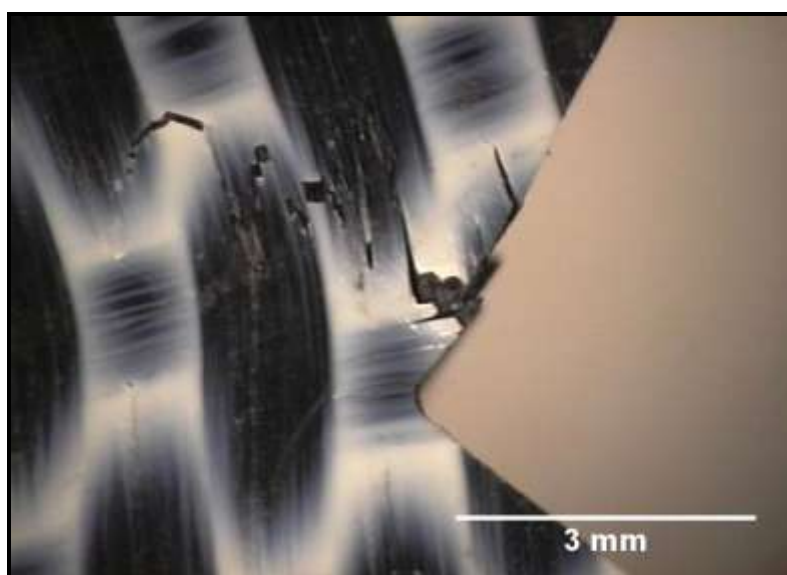
Devido às dificuldades experimentais para avaliar o módulo de cisalhamento dos laminados PPS-C e PPS-V condicionados, esta propriedade foi apenas obtida para as amostras não condicionadas. Como pode ser observado a partir da comparação das Tabelas 4.4 e 4.6, os valores experimentais do módulo de cisalhamento para os laminados PPS-C e PPS-V foram próximos aos valores teóricos encontrados, (Tabela 4.4) apresentando uma diminuição de apenas 5% e 7%, respectivamente. Diferenças entre resultados experimentais e teóricos são esperadas uma vez que os cálculos teóricos utilizados geralmente não levam em consideração eventuais problemas de

desalinhamento de fibras, vazios, microdelaminações e interações interfaciais da matriz com o reforço. Devido à pequena diferença encontrada entre os valores teóricos e experimentais do módulo de cisalhamento, o ensaio de Iosipescu foi considerado como adequado para a avaliação do cisalhamento de laminados termoplásticos.

As Figuras 4.14 e 4.15 apresentam as estereofotomicrografias dos laminados de PPS-V e PPS-C não-condicionados e condicionados, após a realização dos ensaios de cisalhamento Iosipescu. Durante o carregamento, a região de duplo entalhe gera uma distribuição de tensões uniforme que é absorvida pelo compósito até um valor crítico no qual começa o processo de deformação do tecido de reforço (tensão transversal). Devido à natureza viscoelástica da matriz termoplástica, o laminado se deforma sem apresentar uma falha frágil durante os ensaios de Iosipescu, entretanto, falhas nas direções  $0^\circ$  e  $90^\circ$  são induzidas pelo laminado, devido à presença do reforço na forma de tecido.

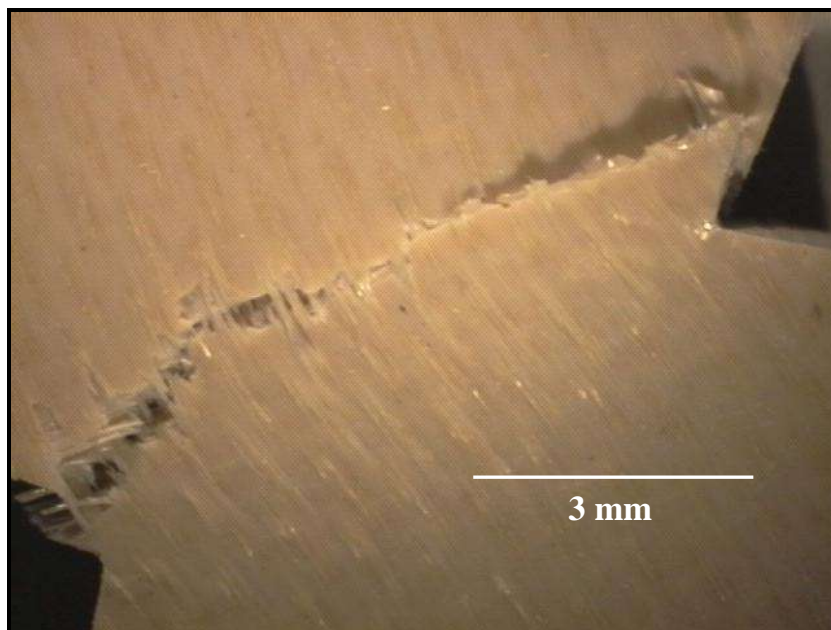


(a)

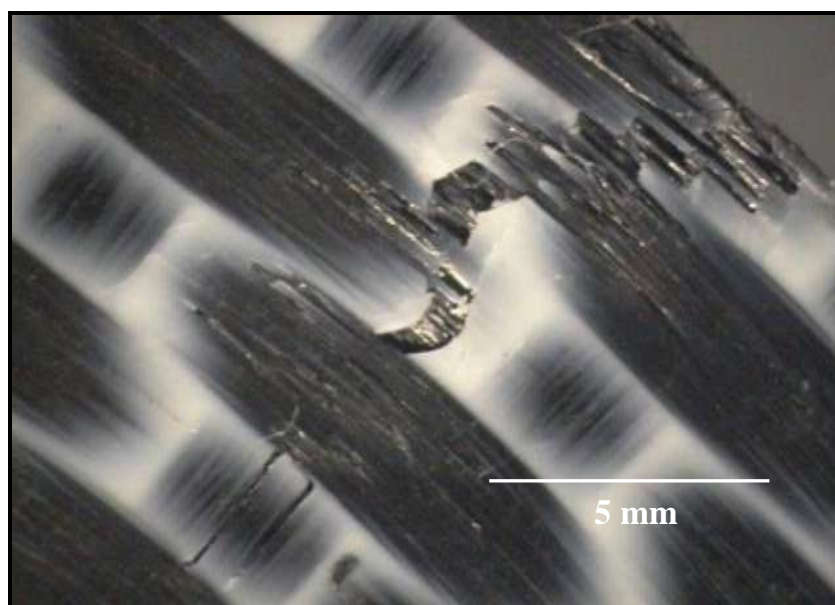


(b)

Figura 4.14 Estereofotomicrografias representativas da análise das falhas nos laminados não condicionados após ensaios de Iosipescu: (a) PPS-V; (b) PPS-C.



(a)



(b)

Figura 4.15 Estereofotomicrografias representativas da análise das falhas nos laminados condicionados após ensaios de Iosipescu: (a) PPS-V; (b) PPS-C.



## 4.5. EFEITO DO CONDICIONAMENTO EM CÂMARA CLIMÁTICA

### 4.5.1. Análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA)

Os ensaios dinâmico-mecânicos têm encontrado uma aplicação cada vez mais intensa na investigação do comportamento viscoelástico de polímeros, sistemas poliméricos monofásico e polifásicos abrangendo blendas poliméricas, copolímeros e compósitos, e especialmente na determinação das suas temperaturas de transição vítrea ( $T_g$ ). A versatilidade da técnica de DMTA encontra-se relacionada à grande sensibilidade aos processos macroscópicos, microscópicos e de relaxação molecular das cadeias poliméricas, além de ser um método de análise não-destrutivo (COSTA, 1998; COSTA, 2002; BOTELHO, 1998; NOGUEIRA, 2004; COSTA, 2005).

A técnica de DMTA apresenta sensibilidade de aproximadamente três ordens de grandeza superior à de uma técnica de análise térmica convencional como, por exemplo, DSC. Esta característica é particularmente interessante para a determinação de  $T_g$  em compósitos, pois devido aos vários componentes presentes neste tipo de material torna-se difícil ou imprecisa a determinação da sua  $T_g$  utilizando-se, por exemplo, a técnica de calorimetria exploratória diferencial (BOTELHO, 1998).

As Figuras 4.16 (a) e (b); 4.17 (a) e (b) apresentam curvas representativas de DMTA das amostras de PPS-C e PPS-V respectivamente, antes e após a climatização em câmara higrotérmica. Como pode ser observado, os valores do módulo de perda ( $E''$ ) aumentaram para todas as amostras analisadas durante a transição vítrea, mostrando a necessidade de uma maior quantidade de energia para permitir que as cadeias poliméricas da fase amorfa adquiram maior mobilidade.

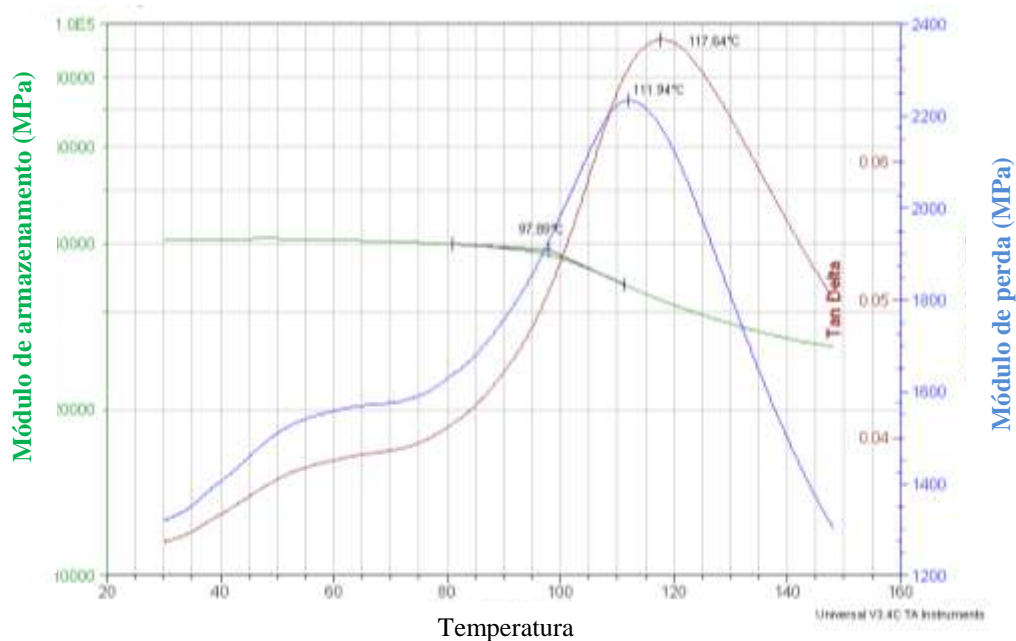
Para todas as amostras foi constatado que o módulo de perda ( $E''$ ) apresentam picos máximos em temperaturas um pouco menores do que os picos máximos atribuídos para o atrito interno ( $\tan \delta = E''/E'$ ). O máximo de dissipação de calor por

unidade de deformação ocorre na temperatura em que  $E''$  é máximo. Esta temperatura, a 1 Hz de frequência, está mais próxima ao valor de temperatura de transição vítrea determinada por outros métodos, como DSC. Desta maneira, pode-se utilizar o módulo de perda  $E''$  para se determinar a temperatura e/ou a região de transição vítrea dos materiais poliméricos.

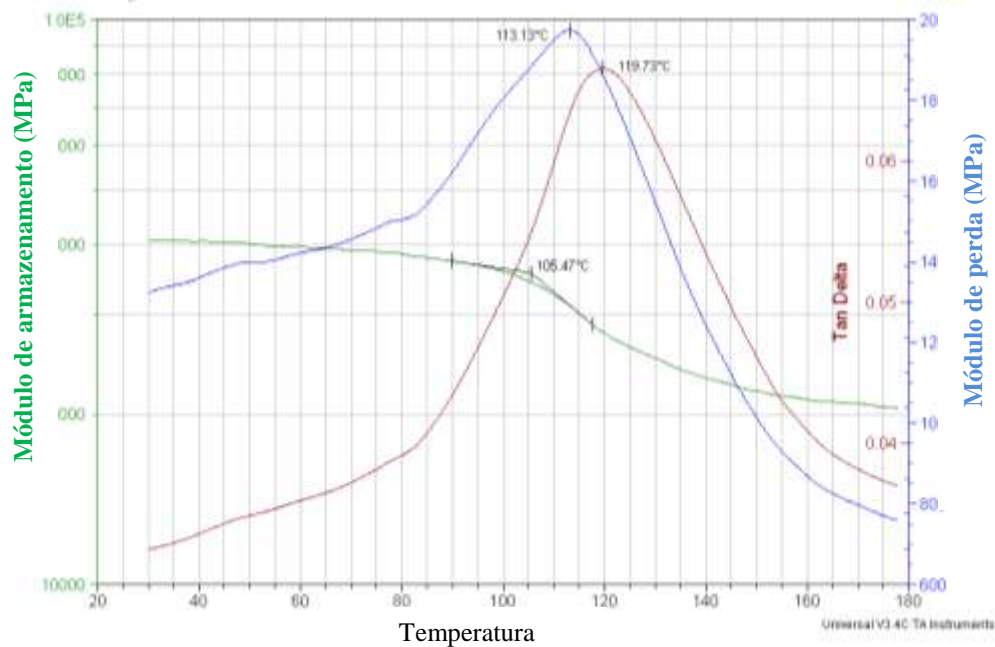
A Tabela 4.7 apresenta os valores de transição vítrea obtidos a partir de 3 amostras para cada situação apresentada nas Figuras 4.16 e 4.17. A partir desta Tabela e das Figuras 4.16 e 4.17, pode ser observado que a temperatura de transição vítrea nas amostras de PPS-C e PPS-V foram 113,5°C e 110,2°C, (obtidos no máximo de  $E''$ ) respectivamente, sendo estas 30% superiores aos valores encontrados em literatura (COSTA, 2006). Este fato sugere a presença de agentes tenacificantes ou outros constituintes presentes na formulação da matriz polimérica, não informados pelo fornecedor das amostras de compósitos. A diferença existente entre as temperaturas de transição vítrea dos laminados de PPS-C e PPS-V pode ser explicada pela existência de diferentes mecanismos nas interfaces entre a fibra de vidro/PPS e fibra de carbono/PPS, fato este também constatado pelos diferentes valores encontrados de dissipação de energia ( $\tan \delta$ ) durante a transição vítrea (Tabela 4.7). Este aumento dos valores da temperatura de transição vítrea, associados às variações dos valores dos módulos de perda e armazenamento no início da análise de DMTA, quando comparadas amostras climatizadas e não climatizadas, também sugere a presença de uma possível reticulação da matriz polimérica, induzida pela temperatura e umidade. Entretanto, novas análises são necessárias para confirmar esta reticulação.

A partir da análise da Figura 4.16 e da Tabela 4.7, observa-se que após o condicionamento em câmara higrotérmica não ocorre um deslocamento considerável da temperatura de transição vítrea para as amostras de PPS-C. Este resultado permite concluir que, devido à baixa absorção de umidade associado com o tipo de reforço utilizado neste laminado (PPS-C), não ocorreu um efeito de plasticização significativo na matriz de PPS. Entretanto, os resultados associados à energia de dissipação ( $\tan \delta$ ) sugerem que possíveis migrações de umidade para a interface fibra/matriz devem ter

ocorrido. Estes dados foram confirmados pelos ensaios de tração, cisalhamento e fadiga realizados.

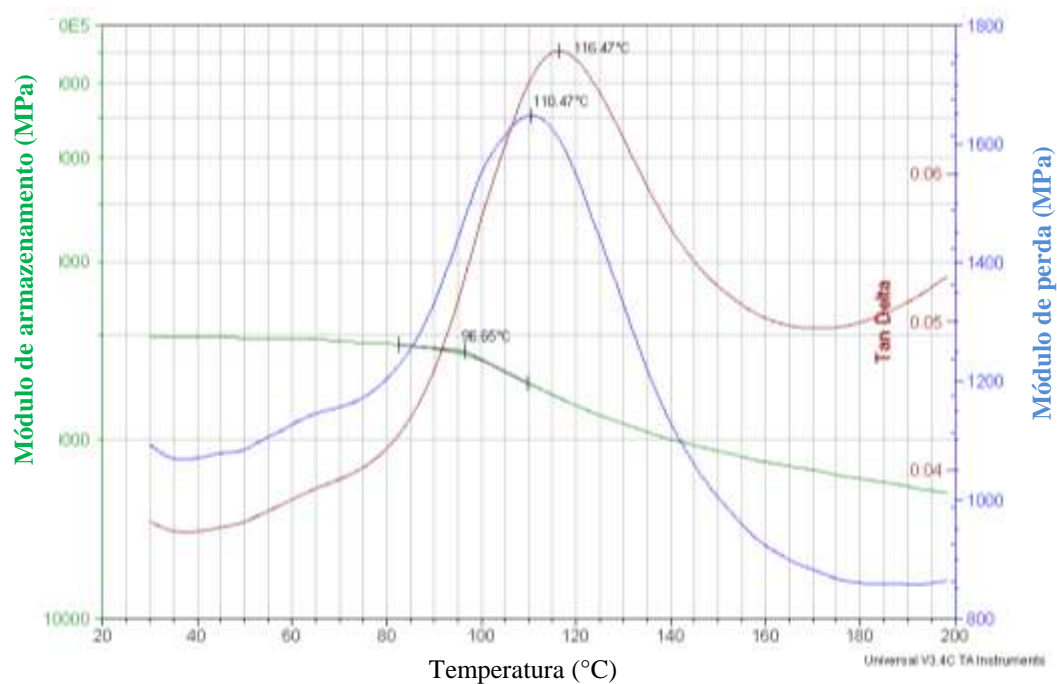


(a)

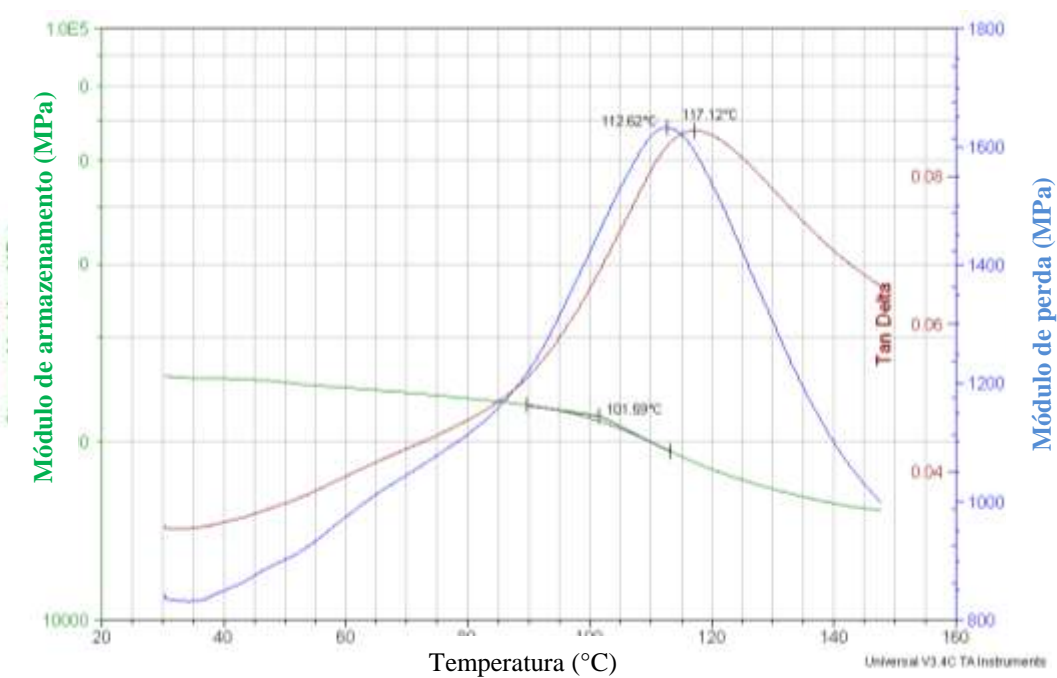


(b)

Figura 4.16. Curvas DMTA do laminado PPS-C: a) condição seca; b) após condicionamento em câmara climática.



(a)



(b)

Figura 4.17. Curvas DMTA do laminado PPS-V: a) condição seca; b) após condicionamento em câmara climática.

Tabela 4.7. Avaliação viscoelástica dos laminados de PPS-C e PPS-V.

Propriedade	PPS-C (antes do cond.)	PPS-C (após o cond.)	PPS -V(antes do cond.)	PPS-V (após o cond.)
E'' a 40°C (GPa)	1,55 ± 0,05	1,50 ± 0,10	1,05 ± 0,05	0,85 ± 0,10
E'' na T <sub>g</sub> (GPa)	2,35 ± 0,15	1,90 ± 0,20	1,68 ± 0,03	1,62 ± 0,02
Tan δ na T <sub>g</sub>	0,059 ± 0,003	0,065 ± 0,002	0,068 ± 0,004	0,082 ± 0,003
T <sub>g</sub> (°C)	113,5 ± 1,5	113,0 ± 0,5	110,3 ± 0,2	112,6 ± 0,2

A Figura 4.17 associada aos dados apresentados na Tabela 4.7, mostram que o efeito da umidade sobre as amostras de PPS-V foram mais significativos do que os efeitos relacionados ao laminado PPS-C. Após o condicionamento em câmara climática, pode ser observado que tanto a temperatura de transição vítrea quanto a de E'' energia de dissipação aumentaram. Estes dados revelam que as moléculas de água ocasionam um efeito oposto ou concorrente ao processo de plasticização sobre o sistema, provocando um aumento da T<sub>g</sub>, proporcionando um “sistema modificado” e, conseqüentemente, um aumento da sua temperatura de serviço. Como dito anteriormente, este efeito pode ser resultante de um eventual processo de reticulação da matriz polimérica, sendo este efeito mais significativo em compósitos de fibras de vidro. Além disso, parte das moléculas de água provavelmente se alojou na interface entre a fibra e a matriz, resultando em aumento da energia de dissipação. Estes resultados explicam os dados obtidos nos ensaios mecânicos.

A Tabela 4.7 permite ainda a avaliação dos valores do módulo de armazenamento (E'), antes e após o condicionamento ambiental para os laminados de PPS-C e PPS-V. Vale lembrar que, os valores de módulos determinados por DMTA diferem dos obtidos por ensaios mecânicos convencionais, devido às características próprias do equipamento DMTA, que, a princípio é utilizado na caracterização de materiais poliméricos sem reforço que apresenta rigidez inferior a dos compósitos reforçados com fibras contínuas (inferior a 10 GPa).

Inicialmente, é constatado que em temperaturas próximas a 40°C, os laminados de PPS-C e PPS-V apresentam valores de  $E''$  próximos a 1,6 GPa e 1,1 GPa, respectivamente. Ambas as amostras apresentam valores próximos de desvios padrão em ambos os casos, sendo este próximo a 0,1 GPa. Como pode ser observado por intermédio da Tabela 4.7, após a realização do condicionamento higrotérmico, estes valores apresentam uma ligeira diminuição nas amostras de PPS-V, indicando a ocorrência de plasticização da matriz polimérica e/ou migração de moléculas de água para regiões interfaciais entre a matriz e o reforço já a estas temperaturas.

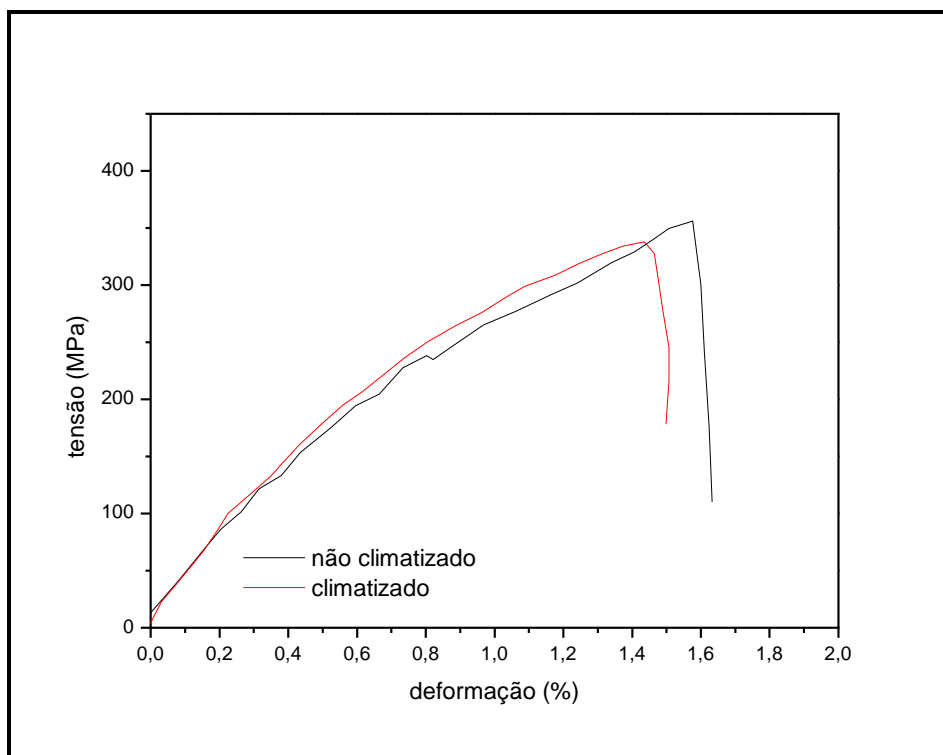
Um comportamento análogo foi observado para valores de  $E''$  em temperaturas próximas à transição vítrea. Neste caso, os laminados de PPS-C e PPS-V apresentaram valores de  $2,35 \pm 0,15$  GPa e  $1,68 \pm 0,03$  GPa, respectivamente, na condição não climatizada, com um decréscimo de 3% na condição climatizada. Devido à pequena diminuição nos valores de  $E''$  encontrados para as condições secas e climatizadas, pode ser concluído que, embora tenha ocorrido possíveis efeitos de plasticização e reticulação na matriz polimérica e migração de umidade para regiões interfaciais, estes não foram suficiente para resultar em grandes alterações no desempenho mecânico dos laminados submetidos ao condicionamento ambiental.

Nas Figuras 4.16 e 4.17 também se pode verificar que os laminados PPS-C e PPS-V durante a varredura no DMTA apresentam decréscimo no módulo de armazenamento  $E'$  até temperaturas próximas a 160°C, sendo este mais intenso em regiões próximas à transição vítrea da matriz polimérica. Na realidade, no intervalo de temperatura de  $T_g$ , o polímero passa a apresentar movimentos difusionais envolvendo movimentos rotacionais de segmentos da cadeia e translacionais dos finais da cadeia, mas não envolvendo a movimentação das moléculas como um todo. Este fenômeno provoca a diminuição no módulo de armazenamento ( $E'$ ) pela metade, podendo, em alguns casos, chegar a 3 ordens de grandeza. Devido a estas escalas de grandeza, neste trabalho não foi possível verificar mudanças significativas dos valores  $E'$  entre os laminados climatizados e não climatizados.

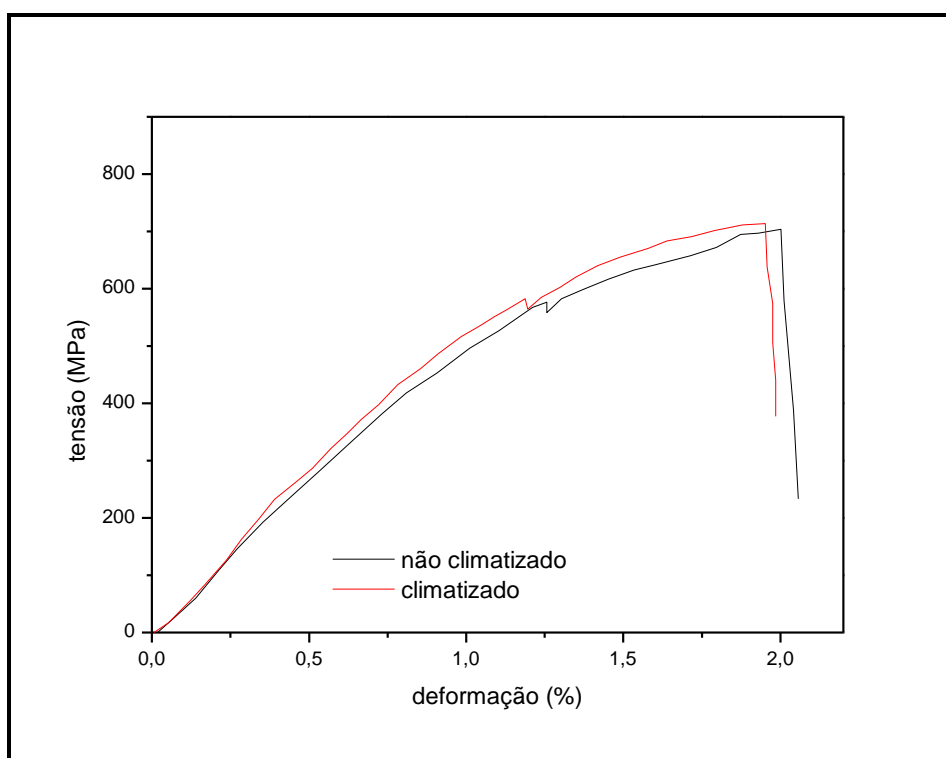
#### 4.5.2. Limite de resistência à tração

Nos compósitos avaliados, o módulo elástico foi determinado assumindo que os componentes do material (fibra e matriz) comportam-se elasticamente até o início do rompimento da matriz e, a contribuição axial resultante da tração transversa (fibras alinhadas a  $90^\circ$ ) foi negligenciada.

A Figura 4.18 apresenta curvas características de tensão x deformação obtidas dos laminados de PPS-V e PPS-C, climatizados e não climatizados. Como pode ser evidenciado, as amostras climatizadas e não-climatizadas apresentaram um comportamento similar, sendo observada uma fratura frágil em todos os casos analisados. Assim como ocorreu na análise de cisalhamento Iosipescu, também durante os ensaios de tração tanto os laminados PPS-C quanto os PPS-V apresentaram um crescimento monotônico da tensão e um desvio na região elástica. Entretanto, ao atingir o valor máximo de tensão de ruptura, houve uma redução abrupta de carga como esperado para tal ensaio, ou seja, ocorreu uma fratura catastrófica característica de materiais frágeis. Este comportamento se deve à maior contribuição do reforço para resistir aos esforços de tração.



(a)



(b)

Figura 4.18. Curvas representativas do ensaio de tração: a) PPS-V; b) PPS-C.



A Figura 4.19 apresenta uma comparação entre os resultados obtidos do módulo de elasticidade entre amostras de fibra de PPS-C e PPS-V, ambas não climatizadas. Assim como ocorreu com as amostras analisadas por cisalhamento Iosipescu não foi possível a obtenção do módulo de elasticidade em amostras climatizadas devido às dificuldades experimentais.

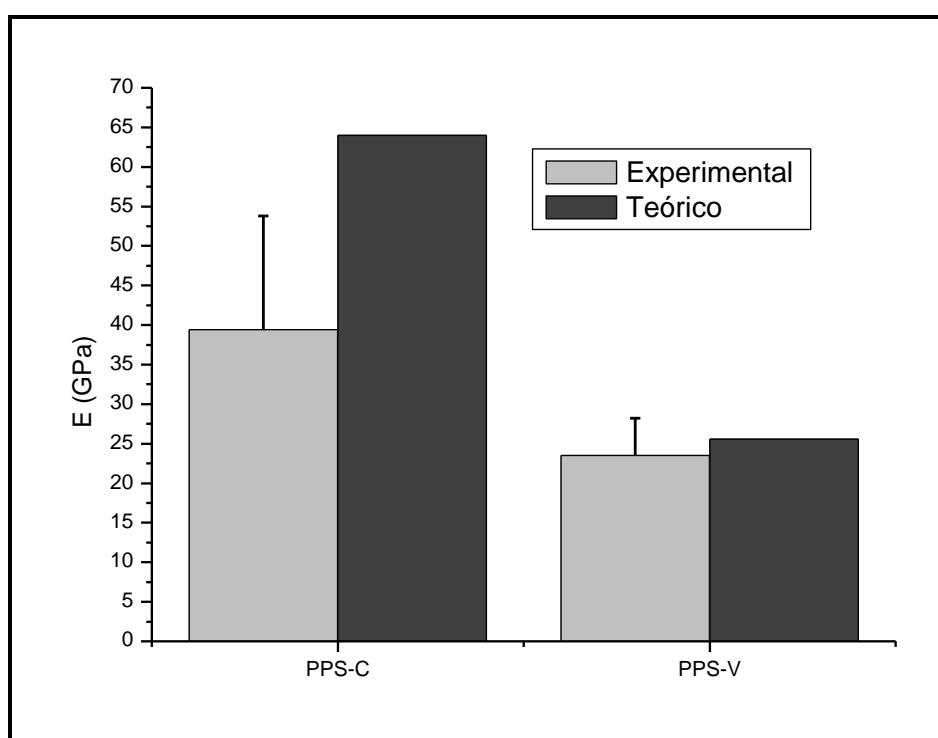


Figura 4.19. Comparação do limite de resistência à tração dos laminados de fibras de vidro e carbono.

A partir dos resultados encontrados, pode ser constatado que as amostras de PPS-V apresentaram resultados próximos aos obtidos nos cálculos teóricos, com uma diferença de apenas 6%, entretanto, as amostras de PPS-C apresentaram valores abaixo dos encontrados via cálculos teóricos, com uma diferença de, aproximadamente, 30%. Diferenças entre valores teóricos e experimentais são esperadas, uma vez que os cálculos teóricos não consideram eventuais problemas na interface entre fibra/matriz, desalinhamento de fibras, porosidades, delaminações, etc.

Apesar do módulo de elasticidade não ter sido obtido para amostras climatizadas de PPS-C e PPS-V, os valores encontrados para as amostras secas

encontram-se próximos aos dados teóricos, portanto, os ensaios realizados de tração são válidos.

A Tabela 4.8 apresenta os resultados obtidos de resistência à tração para os laminados PPS-C e PPS-V. O maior e o menor valor medido também estão incluídos para caracterizar a dispersão de dados. Este parâmetro estatístico em medidas da resistência é fundamental para indicar se o processo de fabricação do compósito é consistente ou não. Além disso, tem uma função crítica tanto na definição de valores de resistência a serem disponibilizados para a fabricação de peças quanto para verificar a influência do efeito higrotérmico ao longo do laminado.

Tabela 4.8 - Resultados dos ensaios de resistência à tração.

Laminados	Condição	Máximo (MPa)	Mínimo (MPa)	Média (MPa)
PPS-C	Sem climatização	826,8	740,9	791,8±45,0
	Climatização em câmara	860,5	767,9	821,8±48,1
PPS-V	Sem climatização	340,1	333,9	337,4±3,2
	Climatização em câmara	355,3	350,4	353,0±2,4

A partir dos resultados apresentados na Tabela 4.8 pode ser constatado que o efeito higrotérmico aumentou a resistência à tração em 12% e 5% para os laminados PPS-C e PPS-V, respectivamente. Desta forma, fica evidente que a saturação de umidade foi favorável aos laminados obtidos com a matriz de PPS. Neste caso, as moléculas de água podem ter formado um maior número de ligações tipo pontes de hidrogênio e de van der Waals e, com uma menor probabilidade de ocorrência, até mesmo ligações de natureza covalente. A incorporação das moléculas de água no compósito pode diminuir a rigidez da matriz, aumentando, conseqüentemente, a sua tenacidade. Este comportamento pode ter sido provocado, principalmente, pela expansão do volume da matriz polimérica e pela ocorrência de um maior

distanciamento das cadeias moleculares. Desta forma, a água assume a função de um agente tenacificante, modificando algumas das propriedades mecânicas do compósito e melhorando a transferência de tensões dentro e fora do plano do laminado. O tipo de fibra e de tecido utilizado favorece o melhor desempenho do laminado ajudando, também, na redução da dispersão de dados dos resultados. Isto sugere que, neste caso em particular, o mecanismo de plasticização tenha favorecido a tenacificação da matriz. Porém, vale ressaltar que em determinados compósitos termoplásticos, a difusão de água no laminado pode acarretar no envelhecimento do material, ou seja, a degradação de suas propriedades mecânicas (CÂNDIDO, 2001).

A Figura 4.20 apresenta estereofotomicrografias das amostras de PPS-C e PPS-V após serem submetidas ao ensaio de tração. Ambas as imagens são provenientes de amostras não condicionadas, uma vez que as condicionadas apresentaram uma fratura similar.

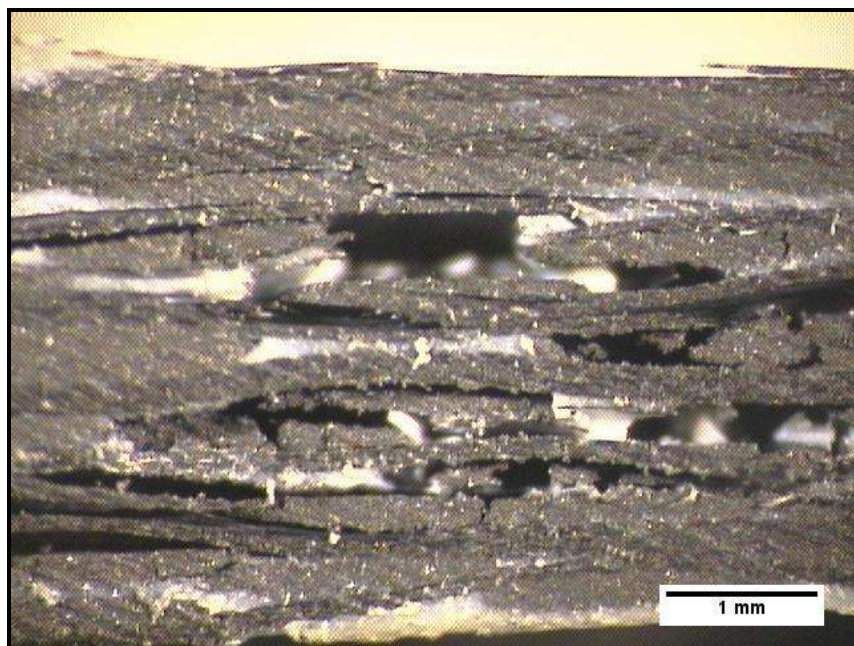
Devido à construção anisotrópica dos laminados, o processo de fratura dos compósitos PPS-C e PPS-V em tração é muito complexo. Diferentes mecanismos de falhas podem ocorrer influenciados por quatro fatores principais, que são: as características das fibras, o comportamento da matriz polimérica, o ângulo de laminação ou tipo de tecido utilizado e as propriedades da interface fibra/matriz.

O processo de fratura do compósito pode ser iniciado por diferentes tipos de mecanismos de falhas. A falha catastrófica pode ocorrer ao nível estrutural como resultado da perda total da rigidez do laminado sob a ação de determinada carga crítica na forma de trinca translaminar, “splitting” da matriz e delaminação interlaminar. Esta trinca na matriz é o primeiro modo de falha que ocorre no laminado.

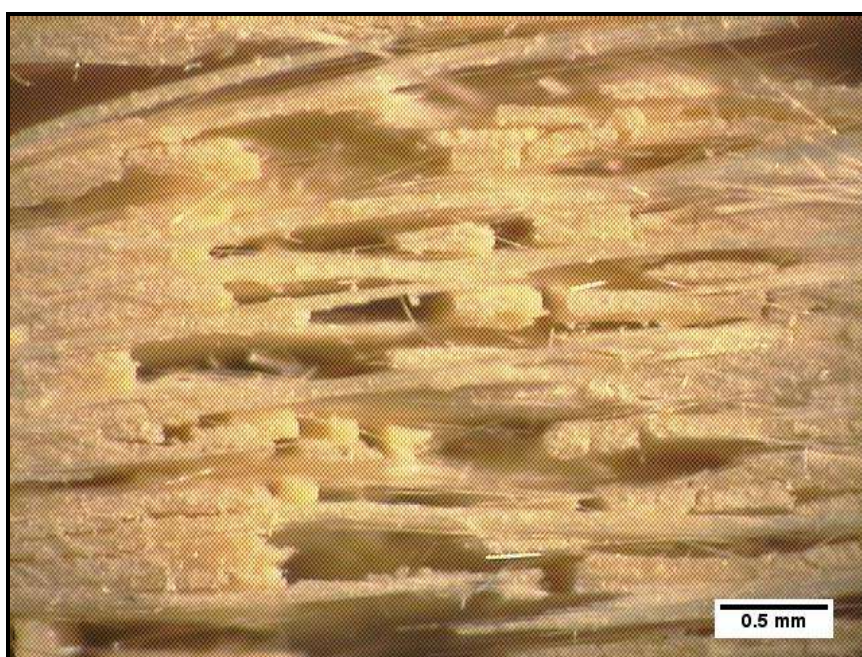
Por meio desta análise, determina-se que a falha, tanto nas amostras condicionadas quanto nas amostras não condicionadas, ocorre na matriz, uma vez que a interface fibra/matriz permanece intacta, indicando a forte adesão interfacial existente nestes laminados. Deste modo, é determinado que a falha se propague pela

matriz e, sendo esta a responsável pela resistência ao carregamento aplicado, a degradação da matriz pela umidade está diretamente relacionada com a queda na resistência à tração transversal das amostras condicionadas em comparação com as amostras não condicionadas. O condicionamento então degrada a interface fibra/resina do material, que pelos ensaios de cisalhamento interlaminar é comprovada boa e resistente.

A delaminação então é revelada pelos fragmentos das camadas superficiais que se separam durante o processo de fratura do laminado. Isto está relacionado com a presença de gradientes de tensões interlaminares especialmente na direção da espessura do laminado, que se manifestam na interface das camadas dos tecidos devido à diferença no coeficiente de Poisson.



(a)



(b)

Figura 4.20 Estereofotomicrografias dos laminados após serem submetidos ao ensaio de tração: a) PPS-C; b) PPS-V.

#### 4.5.4. Comportamento de vida em fadiga

O dano por fadiga em materiais compósitos depende de muitos outros danos mecânicos, tais como: ruptura da fibra, trinca da matriz, delaminações, etc. As combinações destes mecanismos de danos podem afetar algumas das propriedades mecânicas dos compósitos, tais como resistência e rigidez. Dos quatro principais modelos de danos observados nos compósitos poliméricos, tais como a trinca da matriz, separação da fibra/matriz, delaminações e fratura da fibra, a literatura relata que tipicamente a trinca da matriz e a delaminação ocorrem primeiramente, ao passo que a separação fibra/matriz e fraturas da fibra iniciam-se durante os primeiros estágios de vida em fadiga, e acumulam-se rapidamente em direção ao fim, levando à falha final do laminado (GASSAN, 2001). Associado a este fato, é observado que a rigidez de um laminado é reduzida durante o processo de acumulação de danos nos compósitos laminados, onde a mudança de rigidez é usada como um parâmetro não destrutivo em fadiga.

Como apresentado anteriormente, a partir dos resultados de resistência à tração dos laminados de PPS-C e PPS-V, foram levantadas curvas S-N. A Figura 4.21 apresenta os resultados obtidos de resistência à fadiga de dois laminados reforçados com fibras de carbono e vidro, ambos com matriz PPS. Para todos os gráficos, foram realizadas três medidas para cada carga em fadiga, sendo apresentado neste trabalho apenas o valor médio. A partir deste gráfico pode-se concluir que o laminado termoplástico PPS-C apresentou uma resistência à fadiga superior, quando comparado ao laminado reforçado com fibras de vidro (PPS-V). Este comportamento foi superior tanto a baixos ciclos (abaixo de  $10^5$  ciclos), quanto a altos ciclos (acima de  $10^5$ ).

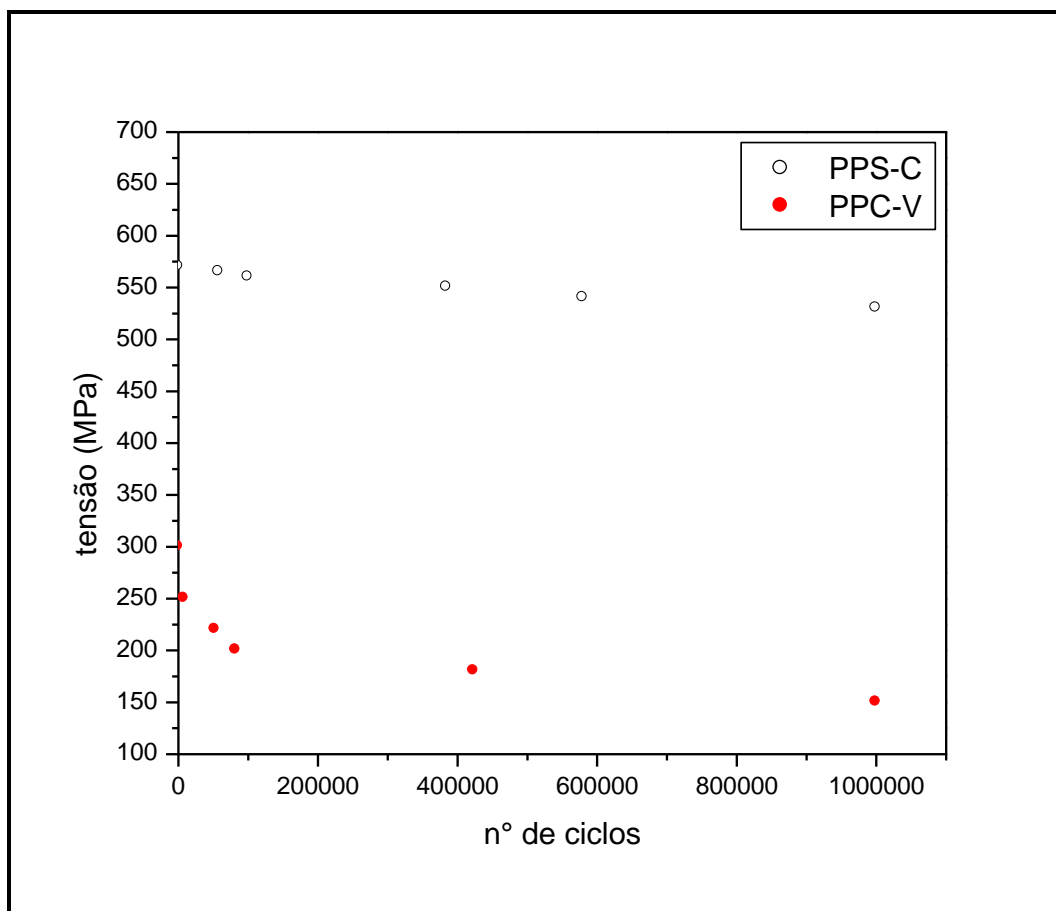


Figura 4.21. Comportamento de vida em fadiga de laminados não climatizados de PPS-C e PPS-V.

As Figuras 4.22 (a) e (b) apresentam a comparação da vida em fadiga de amostras de PPS-C e PPS-V climatizadas e não climatizadas. Assim como ocorreu nos ensaios de tração, estas amostras foram climatizadas apenas em câmara climática. A partir destes gráficos, primeiramente pode-se concluir que o compósito termoplástico de fibra de carbono apresentou em sua vida em fadiga, tensões aproximadamente duas vezes superiores aos do compósito de fibra de vidro, devido à maior resistência das fibras de carbono.

A partir da Figura 4.22 (a), pode ser observado que o condicionamento higrotérmico não alterou de forma significativa a vida em fadiga de laminados PPS-C. Nesta avaliação, foi observado apenas decréscimos de valores de até 4% da tensão de resistência à ruptura, quando analisado ciclo por ciclo. Estes decréscimos foram mais pronunciados em ensaios realizados a baixos ciclos. Este fato se deve à baixa absorção

de umidade da matriz PPS associada ao compromisso estrutural da fibra de carbono durante os ensaios de tração-tração em fadiga. Neste caso, apesar da água assumir a função de um agente tenacificante, modificando algumas das propriedades mecânicas do compósito e melhorando a transferência de tensões dentro e fora do plano do laminado, também a interface sofreu um processo de degradação, portanto, a tenacificação da matriz polimérica foi compensada por uma diminuição da resistência ao cisalhamento interlaminar. Desta forma, estes resultados podem ser considerados como a somatória dos resultados obtidos a partir dos ensaios de cisalhamento interlaminar (que apresentou um decréscimo de valores quando considerados os laminados condicionados com os não-condicionados) e a partir dos ensaios de resistência à tração (valores mais elevados para os laminados condicionados).

Este efeito também ocorreu para laminados PPS-V condicionados e submetidos ao ensaio de fadiga, como pode ser constatado na Figura 4.22 (b). Entretanto, como já apresentado anteriormente, laminados de PPS-V condicionados apresentaram uma maior absorção de umidade, plastificando ainda mais a matriz polimérica levando, em conseqüência, a um maior efeito tenacificante. Esta maior tenacificação da matriz resultou em maiores valores de carga de ruptura em fadiga, como pode ser evidenciado na Figura 4.22 (b).

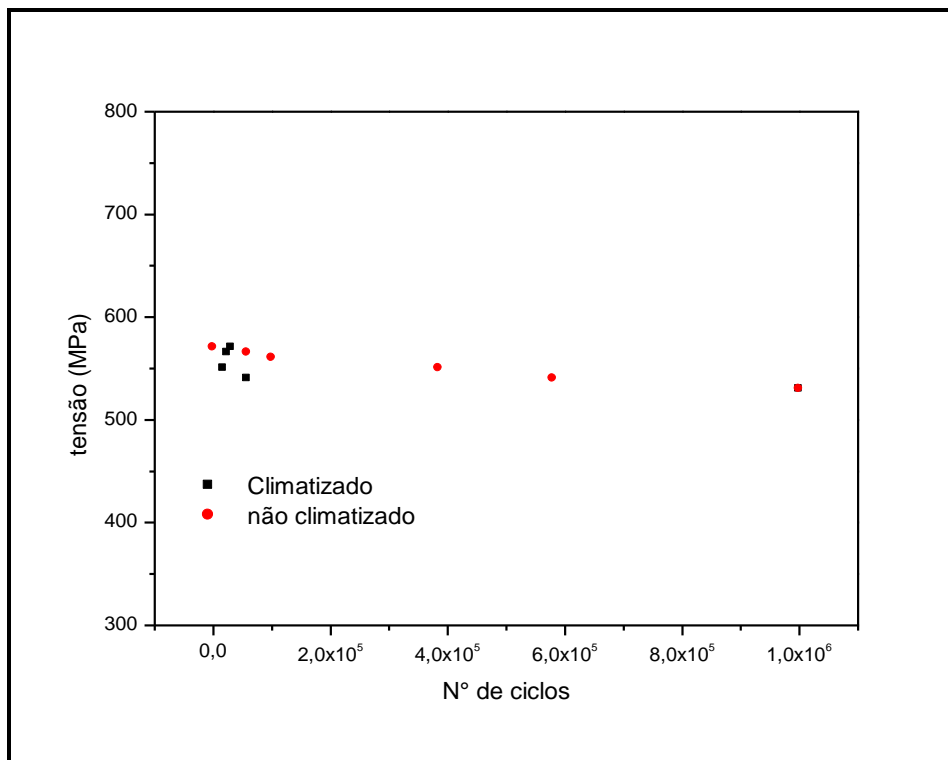
Devido ao laminado PPS-V absorver um baixo conteúdo de umidade, amostras climatizadas de PPS-V apresentaram aumentos da carga de ruptura de, no máximo, 15%. Estes aumentos foram mais significativos em ensaios realizados em alto ciclos, diferenciando-se das características observadas para os laminados de PPS-C. Este fato se deve, provavelmente, à existência de grupos silanos nas superfícies das fibras de vidro que não só resultaram em um maior efeito plastificante da matriz mas também, mantiveram a integridade estrutural da interface durante os ensaios dinâmicos. Desta forma, neste caso em particular, os efeitos observados nos ensaios de resistência à tração sobrepuseram os efeitos obtidos a partir do cisalhamento interlaminar das camadas do compósito.



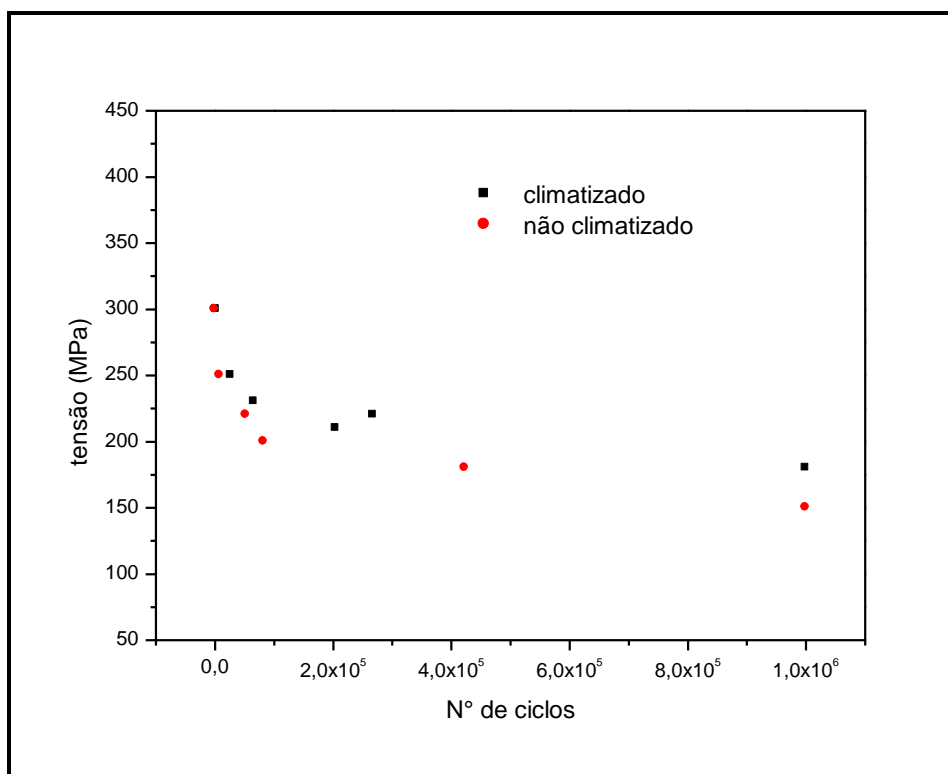
As Figuras 4.23, 4.24 e 4.25 apresentam estereofotomicrografias dos laminados PPS-C e PPS-V analisados em alto ciclo (Figura 4.23) e em baixos ciclos (Figuras 4.24 e 4.25). A partir da Figura 4.24, pode ser concluído que embora as amostras de PPS-C e PPS-V tenham sido submetidas a um milhão de ciclos, não foi possível observar problemas inerentes de delaminações e/ou trincas. Tanto em regiões próximas aos “tabs” quanto em regiões centrais das amostras analisadas é observada a existência de uma boa interface entre a matriz e o reforço. Este mesmo comportamento é observado para ambos os laminados após serem submetidos aos condicionamentos higrotérmicos.

Quando analisados após ensaios de baixa carga (Figuras 4.24 e 4.25) pode ser inicialmente observado que os aspectos fractográficos para os laminados submetidos e não submetidos ao condicionamento higrotérmico são similares. Em ambos os casos é constatada a ocorrência de delaminação nas camadas a  $90^\circ$  localizadas no plano de simetria. Os modos de fratura destes corpos-de-prova são consistentes apresentando uma seção perpendicular à carga aplicada e a outra em forma de uma aresta da camada de  $45^\circ$  (observada principalmente para as amostras de PPS-V). A topografia do modo de fratura é de aparência regular e o tipo de fratura é translaminar, tendo na vizinhança o “splitting” da matriz com poucas perdas de fibras das camadas superficiais.

A partir das Figuras 4.24 e 4.25 pode ainda ser observado que em ambos os laminados (PPS-C e PPS-V), o tecido continua com sua configuração em regiões de até 3 mm da região do dano. Este fato comprova que, embora a falha ocorra principalmente de forma translaminar, esta ocorre em regiões determinadas não comprometendo a integridade do tecido ao longo de todo o compósito.



(a)

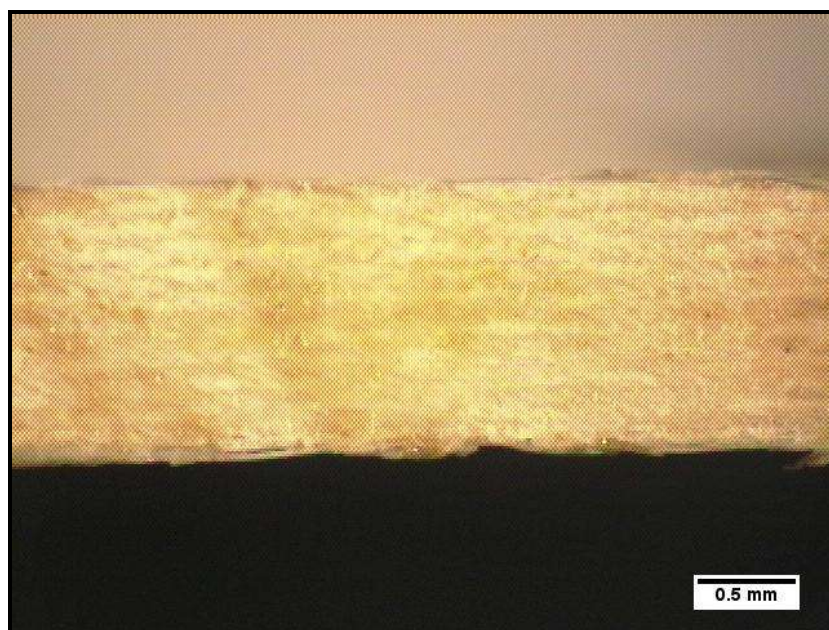


(b)

Figura 4.22. Comportamento de vida em fadiga dos laminados não-climatizados e climatizados: (a) PPS-C; b) PPS-V.

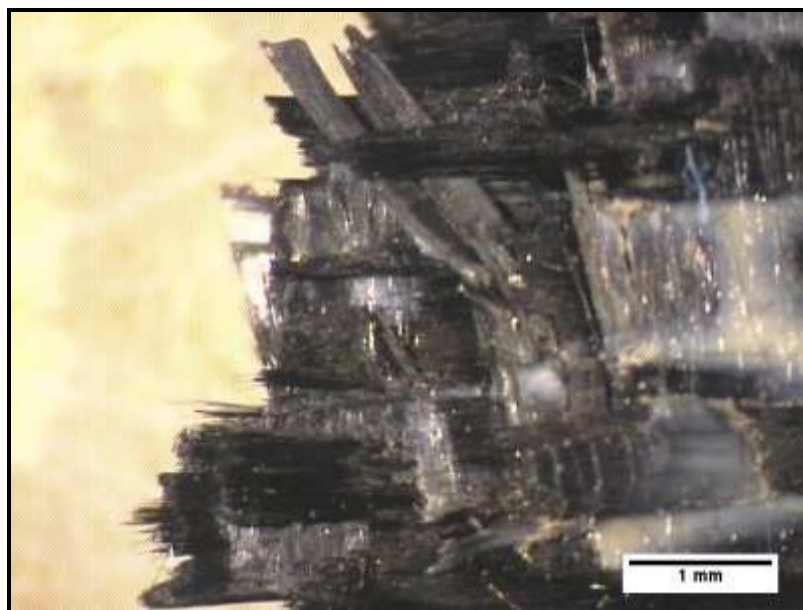


(a)

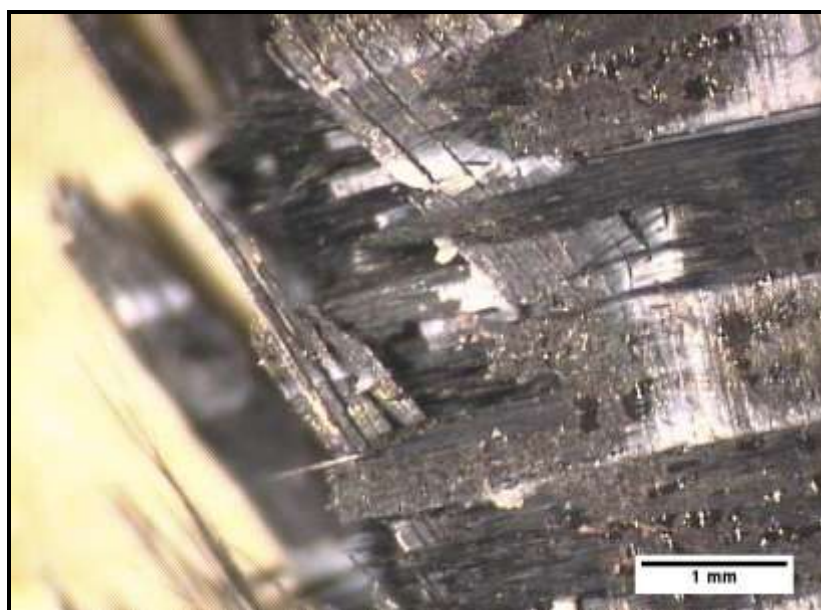


(b)

Figura 4.23 Estereofotomicrografias dos laminados após serem submetidos ao ensaio de fadiga em alto ciclo: a) PPS-C; b) PPS-V.

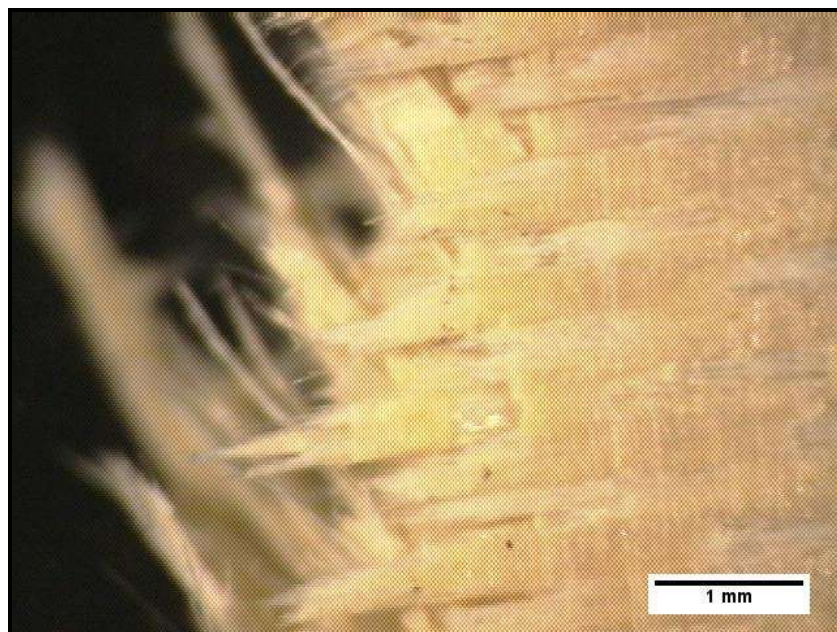


(a)

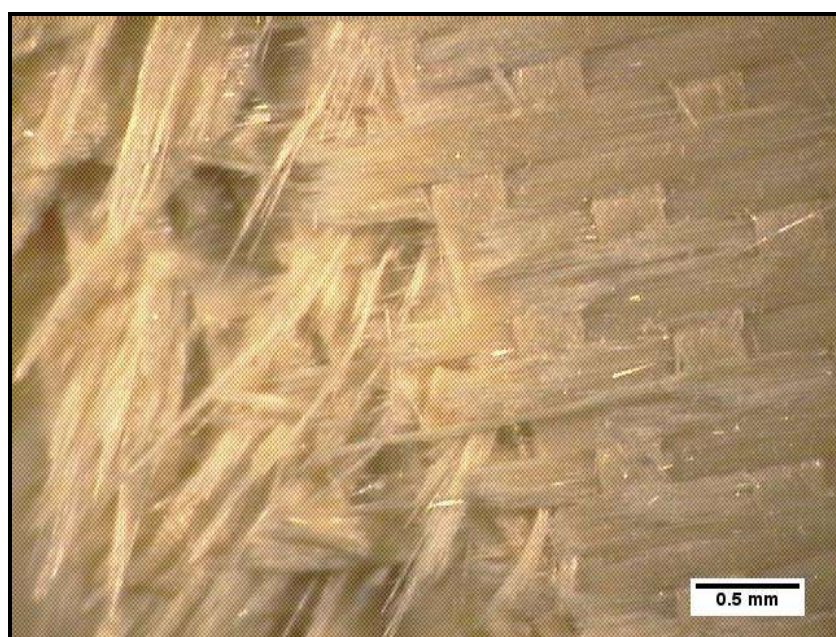


(b)

Figura 4.24. Estereofotomicrografias dos laminados de PPS-C após serem submetidos ao ensaio de fadiga em baixo ciclo ( $\leq 10^5$ )  
a) não condicionado; b) condicionado.



(a)



(b)

Figura 4.25 Estereofotomicrografias dos laminados de PPS-V após serem submetidos ao ensaio de fadiga em baixo ciclo ( $\leq 10^5$ ):  
a) não condicionado; b) condicionado.

## CAPÍTULO 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 5.1. CONCLUSÕES

A análise global dos resultados obtidos por intermédio deste trabalho permite concluir que:

- A partir da análise dos resultados preliminares de ultra-som e microscopia óptica realizados nos laminados de PPS-C e PPS-V pode-se concluir que o material fornecido pela empresa Ten Cate possui uma boa homogeneidade e boa adesão fibra/matriz, não sendo encontrada a presença de descontinuidades do tipo vazios ou delaminações que pudessem comprometer as respostas obtidas a partir dos ensaios mecânicos realizados.
- Os resultados obtidos a partir dos ensaios de digestão ácida e de TGA estão de acordo com as especificações do fabricante quanto ao teor volumétrico de fibras. Entretanto, durante o desenvolvimento deste trabalho, foram encontradas diferenças nos teores do reforço quando comparadas as duas metodologias utilizadas. Estas diferenças são atribuídas à dificuldade experimental na transferência da fibra resultante do processo de digestão ácida tanto do recipiente utilizado durante a digestão para o processo de filtração a vácuo, quanto do funil de filtração para o vidro relógio, utilizado para a secagem final do reforço encontrado, resultando, por sua vez, em perdas do reforço de fibras de vidro e de carbono, prejudicando a avaliação final do laminado.
- Quando comparados a compósitos obtidos a partir de matriz termorrígida, ambos os laminados avaliados neste trabalho apresentaram menores valores de absorção de umidade. Este fato se deve à menor polaridade desta matriz termoplástica.

Entretanto, laminados de PPS obtidos com fibras de vidro apresentaram teores de absorção de umidade mais elevados quando comparados com os laminados obtidos a partir de fibras de carbono, evidenciando a contribuição da natureza do reforço no processo de sorção em laminados termoplásticos.

- O condicionamento em câmara de climatização e em banho termostaticado apresentaram diferentes mecanismos de absorção de umidade. Todas as amostras (PPS-C e PPS-V) submetidas ao condicionamento em câmara climática apresentaram comportamento Fickiano ao passo que amostras de PPS-V apresentaram comportamento anômalo. Dentro deste conceito, a partir da análise dos resultados obtidos, conclui-se que o condicionamento em banho termostaticado favorece uma maior taxa de difusão de umidade nos laminados.

- A influência da umidade absorvida na degradação das propriedades de cisalhamento interlaminar pode ser observada nos resultados obtidos a partir de ensaios de cisalhamento ILSS, onde constatou-se que a resistência ao cisalhamento teve uma redução média de 45% após o condicionamento higrotérmico. O mesmo efeito deletério da umidade no ensaio de cisalhamento do tipo Iosipescu foi observado. Esta diminuição na resistência interlaminar encontra-se relacionada com a forma com que a água foi absorvida pelo compósito e como as moléculas de água se ligaram à cadeia polimérica e/ou migraram para a interface, associado ao efeito de plasticização da matriz polimérica.

- A partir dos resultados dinâmico-mecânicos obtidos, foi constatado que o efeito de absorção de umidade para as amostras de PPS-V foi mais significativo do que os efeitos relacionados ao laminado PPS-C. Após o condicionamento em câmara climática, pode ser observado que tanto a temperatura de transição vítrea quanto a energia de dissipação aumentaram. Estes dados revelam que as moléculas de água provavelmente ocasionam um efeito de reticulação, concorrendo com o efeito

plastificante sobre o sistema, provocando um aumento da  $T_g$ , proporcionando um “sistema modificado” e, conseqüentemente, o aumento da sua temperatura de serviço. Além disso, parte das moléculas de água provavelmente se alojaram na interface entre a fibra e a matriz, resultando em aumento da energia de dissipação. Estes resultados explicam os dados obtidos nos ensaios mecânicos.

- Os ensaios de tração constataram que o efeito higrotérmico aumentou a resistência à tração para os laminados PPS-C e PPS-V devido, provavelmente, a incorporação das moléculas de água no compósito diminuírem a rigidez da matriz, aumentando, conseqüentemente, a sua tenacidade. Este comportamento pode ser provocado, principalmente, pela expansão do volume da matriz polimérica e pela ocorrência de um maior distanciamento das cadeias moleculares. Desta forma, a água assume a função de um agente tenacificante, modificando algumas das propriedades mecânicas do compósito e melhorando a transferência de tensões dentro e fora do plano do laminado.

A partir dos ensaios de fadiga, pode ser constatado que os laminados de PPS-C apresentaram valores de resistência superiores quando comparados aos laminados de PPS-V. Quando comparados os laminados PPS-C e PPS-V condicionados e não condicionados, foi observado que o condicionamento higrotérmico não alterou de forma significativa o comportamento de vida em fadiga. Nesta avaliação, foi observado pequenos decréscimos de valores da tensão de resistência à ruptura para os laminados de PPS-C e pequenos aumentos para os laminados PPS-V. Este fato se deve à baixa absorção de umidade da matriz PPS associada ao compromisso estrutural destas fibras durante os ensaios de tração-tração em fadiga. Esta diferença de comportamento em fadiga dos laminados de PPS-C e PPS-V se deve, provavelmente, à complexidade dos mecanismos que estão ocorrendo durante o ensaio, ora sobrepondo efeitos de tração, ora sobrepondo efeitos de cisalhamento.

- Baseando-se nas conclusões acima, pode ser concluído que a utilização de laminados de PPS reforçados tanto com fibras de carbono quanto com fibras de vidro



em aplicações aeronáuticas é viável, podendo substituir, em alguns casos, laminados obtidos a partir de resina epóxi. Portanto, vislumbra-se na sua utilização ganhos de custos e tempo de fabricação para a produção de peças quando comparado com processos tradicionais de produção de compósitos, assim como um melhor desempenho mecânico aliado a uma menor absorção de umidade.

## 5.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliação da energia de ativação a partir do condicionamento dos laminados a diferentes temperaturas;
- Utilização de equações que levam em consideração as três direções possíveis para a absorção de umidade ( $D_x$ ,  $D_y$  e  $D_z$ );
- Condicionamento dos laminados em soluções e névoa salina com o intuito de homologar estes materiais para aplicações petroquímicas;
- Obtenção dos módulos de cisalhamento e tensão longitudinal dos laminados condicionados de PPS/Carbono e PPS/Vidro utilizando um sistema de estensimetria a laser;
- Estudo do crescimento de trincas por fadiga dos laminados termoplásticos, dando maior credibilidade às conclusões obtidas neste trabalho;
- Avaliação do desempenho destes laminados termoplásticos quando submetidos a ensaios de impacto.
- Realizar novos estudos por DMTA objetivando avaliar de forma mais criteriosa a possibilidade de reticulação da matriz PPS após condicionamento higrotérmico.

### 5.3. TRABALHOS TÉCNICO-CIENTÍFICOS GERADOS

#### 5.3.1. Publicados

Rogério Lago Mazur, Maria Cândida Magalhães de Faria, Maria Odila Cioffi, Edson Cocchieri Botelho, Mirabel Cerqueira Rezende, “**Evaluation of tensile properties of continuous fiber reinforced PPS composites used in aerospace application**” World Polymer Congress –Macro, Rio de Janeiro - RJ, 2006.

M.C.M. Faria, E.C. Botelho, M.O. Cioffi, V.A. Guimarães, L. C. Pardini, M. C. Rezende, “**Determinação do módulo de elasticidade de compósitos de fibras de vidro /PPS por ensaios de tração e vibração livre**”, Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais – CBECIMAT”, Foz do Iguaçu - PR, 2006.

Anahi Pereira da Costa, Luiz Cláudio Pardini, Maria Cândida Magalhães de Faria, Edson Cocchieri Botelho, Rogério L. Mazur, “**Determination of shear strength of fabric carbon fiber/PPS composites using iosipescu shear test**”, The polymer processing society 23 annual meeting PPS–23, Salvador – BA, 2007.

Maria C. M. Faria, Edson C. Botelho, Maria O. Cioffi , Mirabel C. Rezende. “**Avaliação da resistência à fadiga de compósitos de fibras de vidro/PPS**”. 9º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2007, Campina Grande – PB, 2007.

Maria C. M. Faria, Edson C. Botelho, Maria O. Cioffi , Mirabel C. Rezende, “**Fatigue strength evaluation of carbon fiber/PPS composites**”, 4<sup>th</sup> International conference on science and technology of composites materials, Rio de Janeiro - RJ, 2007.

Maria C. M. Faria, Edson C. Botelho, Anahi Pereira da Costa, Luiz Cláudio Pardini. **Influence of the hygrothermal conditioning on the shear stress in carbon**

**fiber/PPS thermoplastic composites. In: 4<sup>th</sup> International conference on science and technology of composite materials, 2007, Rio de Janeiro.**

Faria, Maria Cândida Magalhães de, Costa A. P., Botelho, E. C., Pardini, L. C., **Estudo da resistência ao cisalhamento Iosipescu de compósitos de fibra de vidro/PPS. In: XVIII Congresso de iniciação científica da UNESP, 2006, Bauru.**

### 5.3.2. Em andamento

Maria C. M. Faria, Edson C. Botelho, Mirabel C. Rezende. **“Efeito Higrotérmico nas Propriedades Mecânicas de Laminados de PPS/Fibras de Vidro”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, 2008, a ser submetido.

Maria C. M. Faria, Edson C. Botelho. **“Hygrothermal Behavior on Mechanical Properties of Woven Fabric Carbon-PPS Composites”**, Journal of Materials Science, 2008, a ser submetido.

## CAPÍTULO 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA

ABOT, J.L.; YASMIN, A.; DANIEL, I.M. Hygroscopic Behavior of Woven Fabric Carbon-Epoxy Composites. **Journal of reinforced plastics and composites**, v.24, n.2, 2005.

AGEORGES, C.; YE, L. Resistance welding of thermosetting composite/thermoplastic composite joints. **Composites: Part A**, v.32, p. 1603-1612, 2001.

ANIFANTIS, N.K.; KAKAVAS, P.A.; PAPANICOLAOU, G.C. Thermal Stress Concentration Due To Imperfect Adhesion In Fiber-Reinforced Composites. **Composites Science and Technology**, v.57, p.687-696, 1997

ARAÚJO, E. et al. Fiberglass Wastes/Polyester Resin Composites: Mechanical Properties and Water Sorption. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.16, n°4, p. 332-335, 2006.

ARICI, A., SINMAZÇELIK, T., ÇAPAN, L., Influence of Annealing on the Performance of Short Glass Fiber-Reinforced Polyphenylene Sulfide (PPS) Composites. **Journal of Composites Materials**, v.39, n° 1, 2005.

BAKER, A.; DUTTON, S; KELLY, D. **Composite materials for aircraft structures**. Second edition. Blacksburg, Virginia: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004. 599p.

BATHIAS, C. An engineering point of view about fatigue of polymer matrix composite materials. **International Journal of Fatigue**, v.28, p 1094-1099, 2006.

BERGMANN, H. W. Materials and Structures concepts for new space transportation systems. **Sampe Quarterly**, [S.l.], p. 51- 67, oct. 1990.

BERSEE, H. E. N.; BEUKERS, A. Consolidation of thermoplastic composites. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, v.16, p. 433-455, 2003.

BERSEE, H. E. N.; LAAN, T. VAN DER; TOOREN, M. J. L. VAN, BEUKERS, A., Manufacturing of a Thermoplastic Composite Structural Aircraft Component., 2005.

BISMARCK, A.; HOFMEIER, M.; DÖRNER, G. Effect of hot water immersion on the performance of carbon reinforced unidirectional poly(ether ketone) (PEEK) composites: Stress rupture under end-loaded bending. **Composites: Part A**, v.38, p. 407-426, 2007.

BOTELHO, E.C., **Estudo Reológico de Resinas Fenólicas e Furfurílica na Obtenção de Materiais Carbonosos.** (Mestrado em Ciências) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 163, f, 1998.

BOTELHO, E. C., NOGUEIRA, C.L., REZENDE, M.C. Monitoring of Nylon 6,6/ Carbon Fiber Composites Processing by X-ray Diffraction and Thermal Analysis. **Journal of Applied Polymer Science**, vol. 86, 3114-3119 2002.

BOTELHO, E. C.; SCHERBAKOFF, N.; REZENDE, M. C. Study of polyamide 6/6 synthesis carried out by interfacial polymerization on carbon fibre. **Society of Chemical Industry . Poly Int** 51: 1261-1267, 2002.

BOTELHO, E. C., **Compósitos Aeronáuticos Processados a Partir de Fibra de Carbono Impregnada com Poliamida 6/6 Via Processo de Polimerização Interfacial.** Tese de Doutorado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 308 f., 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**, vol. 12, nº 3, p. 153-163, 2002.

BOTELHO, E. C.; FIGIEL, L.; REZENDE, M. C.; LAUKE, B. Mechanical behavior of carbon fiber reinforced polyamide composites. **Composites Science and Technology**, v.63, p. 1843-1855, 2003.

BOTELHO, E. C.; COSTA, M.L.; PARDINI, L.C.; REZENDE, M.C. Processing and Hygrothermal effects on viscoelastic behavior of glass fiber/epoxy composites. **Journal of Materials Science**, v.40, 3615-362, 2005.

BOTELHO, E. C.; PARDINI, L. C.; REZENDE, M. C. Hygrothermal effects on the shear properties of carbon fiber/epoxy composites. **Journal Materials Science.**, v.41, p. 7111-7118, 2006.

BOTELHO, E. C., PARDINI, L. C., REZENDE, M. C., Evaluation of Hygrothermal Effects on the Shear Properties of Carall Composites. **Materials Science and Engineering A** 292-301, 2007

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C.; PARDINI, L.C., Hygrothermal Effects Evaluation Using the Iosipescu Shear Test for Glare Laminates. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Science and Engineering**, v.30, p.21-29, 2008.

BOUKHOULDA, B. F.; ADDA-BEDIA, E.; MADANI, K. The effect of fiber orientation angle in composite materials on moisture absorption and material degradation after hygrothermal ageing. **Composite Structures**, v.74, p. 406-418, 2006.

BRYAN, H. **Fatigue in Composites**. First edition. Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited, 2003. 742p.

BURAKOWSKI, L., **Estudo da Interface de Compósitos Termoplásticos Estruturais Processados a Partir de Fibras de Carbono com Superfícies Modificadas**. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 189 f., 2001.

BURAKOWSKI, L. REZENDE, M. C. Modificação da Rugosidade de Fibras de Carbono por Método Químico para Aplicação em Compósitos Poliméricos. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 11, nº 2, p. 51-57, 2001.

CALLISTER, W. D. **Material science and engineering**. 3.ed. New York: John Wiley & Sons, 1994.

CÂNDIDO, G. M.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Processamento de Laminados de Compósitos Poliméricos Avançados com Bordas Moldadas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol.10, nº 1, p. 31-41, 2000.

CÂNDIDO, G. M. **Influência do Condicionamento Ambiental na Resistência à Delaminação de Borda Livre em Compósitos Avançados..** Tese de Doutorado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 234 f., 2001.

CANEVAROLO, S. V. JR. **Ciência dos Polímeros**. [s/n]. São Paulo: Artliber Editora Ltda, 2002. 183p.

CANEVAROLO, S. V. JR. **Técnicas de Caracterização de Polímeros** [s/n]. São Paulo: Artliber Editora Ltda, 2004. 448p.

CHAWLA, K. K. **Composite materials: science and engineering**. 2ª edição. New York: Springer, 1998. 483p.

CHEN, Z.R.; YE, L.; KRUCKENBERG, T. A micromechanical compaction model for woven fabric performs. Part I: Single layer. **Composites Science and Technology** 66 (2006) 3254- 3262.

CIOFFI, M.O.H., **Análise do Comportamento Mecânico dos Compósitos Fibra de Carbono/ Resina Epóxi Exposto à Água do Mar**. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – UNESP, Guaratinguetá, 103f., 1996



COSTA, M. L., **Estabelecimento de Parâmetros de Processamento de Compósitos Estruturais Via Análises Térmica e Viscosimétrica.** (Mestrado em Ciências) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 142, f., 1998.

COSTA, G.G., **Avaliação da Influência dos Ciclos Térmicos nas Propriedades dos Compósitos Termoplásticos de PPS e PEI com Fibras de Carbono e de Vidro Conformados por Prensagem a Quente.** (Mestrado em Ciências) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 156, f, 2006.

COSTA, G.G.; BOTELHO, E. C.; REZENDE, M.C.; COSTA, M. L. Avaliação do ciclo térmico de conformação por compressão de peças em poli(sulfeto de fenileno) reforçado com fibras contínuas de carbono. **Polímeros**, v.18, p. 81-86, 2008.

COSTA, M. L.; REZENDE, M. C.; BOTELHO, E. C. Estabelecimento de Ciclo de Cura de Pré-impregnados Aeronáuticos. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 15, n° 3, p. 224-231, 2005.

COSTA, M. L.; BOTELHO, E. C.; PAIVA, J.M.F; REZENDE, M. C. Characterization of Cure of Carbon/Epoxy Prepreg Used in Aerospace Field. **Materials Research**, Vol. 8, No. 3, 317-322, 2005.

CUNHA, J.A.P., **Estudo do Comportamento Mecânico de Compósitos Poliméricos Termorrígidos em Atmosfera Salina e Condicionamento Higrotérmico.** (Mestrado em Ciências) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 116 f., 2003.

CUNHA, J.A.P.; COSTA, L. M.; REZENDE, C.M.; Influência de Diferentes Condições Higrotérmicas na Resistência à Tração de Compósitos de Fibra de

Carbono/Epóxi Modificada. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol.16, nº3, p.193-201,2006.

DANIEL, I. M.; ISHAI, O., **Engineering Mechanics of Composite Materials**, New York: Oxford, 1994.

DEANS, F. S., Automotive Thermoplastics: Their use and Applications, **32<sup>rd</sup> International SAMPE Symposium**, pp. 570-575, april/1987

DURAI PRABHAKARAN, R. T.; BABU, B. J. C.; AGRAWAL, V. P. Quality modeling and analysis of polymer composite products. **Polymer Composites**, v.27, p. 329-340, 2006.

EGERTON, M. W.; GRUBER, M. B. Thermoplastic Filament Winding Demonstrating Economics and Properties Via In-Situ Consolidation, **33<sup>rd</sup> International SAMPE Symposium**, pp. 35-46, march/1988

FRANCO, L.A.L., **Análise Fractográfica de Compósitos Poliméricos Estruturais**. (Mestrado em Ciências) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 169 f., 2003.

GASSAN, J.; DIETZ, T. Fatigue behavior of cross-ply glass-fiber composites based on epoxy resins of different toughnesses. **Composites Science and Technology** 61 (2001) 157-163.

GUILLEMINOT, J. et al., A micromechanical analysis of a local failure criterion for particle-reinforced composites. **Composites Science and Technology** 67 (2007) 2384-2389.

HULL, D. **An Introduction to Composite Materials**, Cambridge University Press; 3<sup>a</sup> edição, p. 246, 1987.

JANG, J.; KIM, H. S., Performance Improvement of Glass Fiber-Poly(Phenylene Sulfide) Composite. **Journal of Applied Polymer Science**, v.60, 2297-2306, 1996.

KAWAI, M., MORISHITA, M.; TOMURA, S.; TAKAMIDA, K., Inelastic Behavior and Strength of Fiber-Metal Hybrid Composite: GLARE, *Int. Journal Mechanical Science*, v.40, p 183-198, 1998.

KIRK, G. E. The Composite Aeroengineer, Reinforced Composites, 3<sup>th</sup> - *International Conference*, Universidade de Liverpool, Inglaterra, p. 1-2, 1988.

KONTOU, E.; KALLIMANIS, A. Thermo-visco-plastic behaviour of fibre-reinforced polymer composites. **Composites Science and Technology**, v.66, 1588-1596, 2006.

LAGE, L. G.; KAWANO, Y., Estudos Sobre a Cinética de Decomposição Térmica do Poli(Sulfeto de Fenileno). **Polímeros: Ciências e Tecnologia**, 1999.

LI, H. et al. Stress transfer and damage evolution of fiber-reinforced polymer-matrix composites. **Materials Science and Engineering A**, p.178 - 184, 2006.

LIU, K., PIGGOTT, M. R. Shear strength of polymers and fibre composites: 1. Thermoplastic and thermoset polymers, *Composites*, v.26, p.829-840, 1995.

LOPES, P. E.; SOUSA, J. A. Modificação nas Características da Interface/Interfase em Compósitos de Polipropileno/Fibras de Vidro com Compatibilizantes PP-g-MAH e sua Influência nas Propriedades Mecânicas . **Polímeros: Ciências e Tecnologia**, 1999.

LUCAS, E. F.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. **Caracterização de Polímeros**. Rio de Janeiro: e-papers, 2001. 366p.

MALLICK, P. K., Fiber-reinforced composites: Materials, manufacturing and design., New York: Marcel Dekker Inc., 1988.

MAYER, S., **Influência do Condicionamento Ambiental na Resistência à Tração de Laminados de Compósitos Poliméricos Reparados.** Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 218 f., 2003.

MAYER, S.; CÂNDIDO, G. M.; REZENDE, M C. Influência do Condicionamento Ambiental na Resistência à Tração de Laminados de Compósitos Poliméricos Reparados. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.13, n° 3, p. 147-153, 2003.

MORAIS, A. B. Prediction of the longitudinal tensile strength of polymer matrix composites. **Composite Science and Technology**, v.66, p. 2990-2996, 2006.

NAIR, S. V.; WONG, S. C.; GOETTLER, L. A. Fracture Resistance of Polyblends and Polyblend Matrix Composites, Part I – Unreinforced and fibre-reinforced nylon 6,6/ABS polyblends, *Journal of Materials Science*, v.32,p.5335 –5346, 1997.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C., **Compósitos Estruturais – Ciência e Tecnologia.** 1ª edição. São Paulo: Edgard Blücher Ltda., 2006.313.

NOGUEIRA, C. L.; MARLET, J. M. F.; REZENDE, M.C.; Processo de Obtenção de Pré-impregnados Poliméricos Termoplásticos Via Moldagem por Compressão a Quente. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**,1999.

NOGUEIRA, C. L., **Obtenção e Caracterização de Compósitos Termoplásticos Avançados à Base de Matrizes de Polipropileno Reforçados**

**com Fibra de Carbono.** Tese de Doutorado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 256 f., 2004.

NOHARA, L. B. et al. Síntese de um Poli (Ácido Âmico) para Aplicação como Interface em Compósitos Termoplásticos de Alto Desempenho. . **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v 14, n° 2, p. 122-128, 2004.

OFFRINGA, A. R. Thermoplastic Composites – rapid processing applications, Industrial Reporting, **Composites: Part A**,v 27,p. 329-336, 1996.

PAIVA, J.M.F.; MAYER, S.; CÂNDIDO, G.M.; REZENDE, M.C.; Avaliação da Temperatura de Transição Vítreia de Compósitos Poliméricos Reparados de Uso Aeronáutico. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.16, n° 1, p. 79-87, 2006.

PAIVA, J. M. F.; MAYER, S.; REZENDE, M.C. Evaluation of mechanical properties of four different carbon/epoxy composites used in aeronautical field. **Materials Research**, v.8, n°1, p. 91-97, 2005.

PARDINI, L. C., Preformas para Compósitos Estruturais. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol 10, n° 2, p. 100-109, 2000.

PERNG, L. H., Thermal Decomposition Characteristics of Poly(Phenylene Sulfide) By Stepwise Py-GC/MS and TG/MS Tecchniques. **Polymer Degradation and Stability**, v.69, 323-332, 2000.

RAZERA, I. A. T., **Fibras Lignocelulósicas como Agente de Reforço de Compósitos de Matriz Fenólica e Lignofenólica.** Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, São Carlos, 167 f., 2006.

REZENDE, M.C., BOTELHO, E. C., O Uso de Compósitos Estruturais na Indústria Aeroespacial. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.10, n° 2, p. 2000.

RIJSWIJK, K. van; BERSEE, H. E. N. Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites – An overview. **Composites: Part A**, v.38, p. 666-681, 2007.

ROBINSON, M. J.; CHARETTE, R. O.; LEONARD, B. G. Advanced Composite Structures for Launch Vehicles, *Sampe Quarterly*, p 26 – 37, 1991.

SALEKEEN, S.; JONES, D.L., Fatigue response of thick section fiberglass/epoxy composites. **Composites Structures**, v.79, 119-124, 2007.

SCHONBERG, W. P., Protecting spacecraft against orbital debris impact damage using composite materials, *Composites Part A*, v.31, p 869-878, 2000.

SUWANWATANA, W.; YARLAGADDA, S.; GILLESPIE; J. W. Jr. Hysteresis heating based induction bonding of thermoplastic composites. **Composites Science and Technology**, v.66, 1713-1723, 2006.

TAY, N. H.; MA, C. C. M.; WU, S. H. Fatigue behavior of carbon fibre/PEEK laminate composites. **Composites**, v.26, 551-559, 1995

VIÑA, J. et al. A Comparison Between the Static and Fatigue Properties of Glass-Fiber and Carbon-Fiber Reinforced Polyetherimide Composites After Prolonged Aging. **Polymer Composites**, v.23, nº 4, aug 2002.

WANG, Y.; HAHN, T. H. AFM Characterization of interfacial properties of carbon fiber reinforced polymer composites subjected to hygrothermal treatments. **Composites Science and Technology**, v.67, 92-101, 2007.

WIEBECK, H; HARADA, J; **Plásticos de Engenharia – Tecnologia e Aplicação**. Artiliber, 1ª ed., p.350, 2005.

XIANG, Z. D.; JONES, F.R. Thermal-spike-enhanced moisture absorption by polymer-matrix carbon-fibre composites. **Composites Science and Technology**, v.57, p. 451-461, 1997.

YANN, R.; DAMIEN, D.; RACHID, E. G.; PATRICK, F. Anisotropy of hygrothermal damage in fiber/polymer composites: Effective elasticity measures and estimates. **Mechanics of Materials**, v.38, p. 1143-1158, 2006.

YE, L. et al. De-consolidation and re-consolidation in CF/PPS thermoplastic matrix composites. **Composites : Part A**, v.36, 915-922, 2005.

ZENASNI, R.; BACHIR, A. S.; VIÑA, I.; ARGÜELLES, A.; VIÑA, J. Effect of hygrothermomechanical aging on the interlaminar fracture behavior of woven fabric Fiber/PEI composite materials. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, v.19, p. 385-398, 2006.

ZHANG, Z., HARTWIG, G. Relation of damping and fatigue damage of unidirectional fibre composites. **International Journal of Fatigue**, v. 24, 713-718, 2002.

# APÊNDICE A



## PROCEDIMENTO B

Matrizes de resinas fenólicas e poliimida ( digestão em ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio ).

Pesar cada espécime em balança analítica (0,0001 g ).

Transferir cada cdp para um erlenmayer de 250 mL.

Adicionar de 20 a 25 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado (Obs.: não use menos de 20 mL.)

Levar o copo à chapa quente até que o ácido fumegue.

Quando a solução se tornar escura, adicione a solução de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 50%, cuidadosamente, deixando escorrer devagar; pela parede do copo. (Use luvas de borracha ). O volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> deve ser de uns 60 mL.

Aquecer por mais 5 minutos.

Quando a oxidação da resina ( matriz ) for completa, a solução torna-se clara e as fibras flutuam.

Se após os 5 minutos a solução não clarear, adicionar mais H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, com cuidado.

Remova o becker da chapa e deixe esfriar.

Filtrar a vácuo, em cadinho de fundo poroso, previamente preparado.

Lavar três vezes com H<sub>2</sub>O destilada e uma vez com acetona. Levar o cadinho à estufa a 100°C por uma hora.

Esfriar em dessecador e pesar. (0,0001g).

# APÊNDICE B

## TABELAS DE ABSORÇÃO DE UMIDADE

### Climatização em câmara PPS/fibra de carbono

$M_t/M_\infty$	$\log M_t/M_\infty$	tempo (h)	$\log t$ (h)	$t^{1/2}$
0,0119	-1,926159	0		0
0,2104	-0,676983	25,6271	1,4087	5,062324
0,3721	-0,429303	51,2542	1,7097	7,159207
0,5038	-0,297769	76,8814	1,8858	8,768202
0,6110	-0,21399	102,5085	2,0108	10,12465
0,6982	-0,156021	128,1356	2,1077	11,3197
0,7692	-0,113945	153,7627	2,1869	12,40011
0,8271	-0,082425	179,3898	2,2538	13,39365
0,8742	-0,058375	205,0170	2,3118	14,31841
0,9127	-0,039671	230,6441	2,3629	15,18697
0,9438	-0,025101	256,2712	2,4087	16,00847
0,9693	-0,013533	281,8983	2,4501	16,78983
0,9900	-0,004349	307,5254	2,4879	17,5364
1,0069	0,0029835	333,1525	2,5226	18,25247

**Climatização em câmara PPS/fibra de vidro**

$M_t/M_\infty$	$\log M_t/M_\infty$	tempo (h)	$\log t$ (h)	$t^{1/2}$
0,0000		0,0000		0,0000
0,2771	-0,557396	25,6271	1,4087	5,0623
0,4889	-0,310754	51,2542	1,7097	7,1592
0,6448	-0,190576	76,8814	1,8858	8,7682
0,7558	-0,121601	102,5085	2,0108	10,1246
0,8329	-0,079411	128,1356	2,1077	11,3197
0,8856	-0,05278	153,7627	2,1869	12,4001

### Climatização em banho por imersão PPS/fibra de carbono

$M_t/M_\infty$	$\log M_t/M_\infty$	tempo (h)	$\log t$ (h)	$t^{1/2}$
0,0000		0		0
0,5408	-0,2670	262,07	2,4184	16,18858
0,5942	-0,2261	360,2	2,5565	18,97894
0,6709	-0,1734	459	2,6618	21,42429
0,7448	-0,1280	524,43	2,7197	22,90044
0,7119	-0,1476	604,48	2,7814	24,58617
0,8393	-0,0761	692,08	2,8402	26,30741
0,9803	-0,0086	794,62	2,9002	28,189
0,9899	-0,0044	860,55	2,9348	29,33513
1,0939	0,0390	940,48	2,9733	30,66725

### Climatização em banho por imersão PPS/fibra de vidro

$M_t/M_\infty$	$\log M_t/M_\infty$	tempo (h)	$\log t$ (h)	$t^{1/2}$
0		0		0
0,790305	-0,10221	262,0667	2,4184	16,1885
0,848322	-0,07144	360,2000	2,5565	18,9789
0,86595	-0,06251	459,0000	2,6618	21,4243
0,86493	-0,06302	524,4333	2,7197	22,9005
0,888777	-0,05121	604,4833	2,7814	24,5862
0,91574	-0,03823	692,0833	2,8402	26,3075
0,958264	-0,01851	794,6167	2,9002	28,1889
0,966571	-0,01477	860,5500	2,9348	29,3351
0,990412	-0,00418	940,4833	2,9734	30,6673
1,053626	0,022687	1004,3500	3,0019	31,6915

# APÊNDICE C

## LIMITE DE RESISTÊNCIA À FADIGA

Laminados PPS-C não climatizados		Laminados PPS-C climatizados		Laminados PPS-V não climatizados		Laminados PPS-V climatizados	
Tensão MPa	Nº de ciclos	Tensão MPa	Nº de ciclos	Tensão MPa	Nº de ciclos	Tensão MPa	Nº de ciclos
595	181000	570	Descolam. do tab	230	66.000	300	Rompeu dentro do tab
585	76000	570	31.280	220	59.000	300	2.205
570	386000	565	Rompeu dentro do tab	210	89.000	250	27.383
560	150000	565	24.378	200	268.000	220	209.310
540	616000	550	17.767	190	682.000	210	320.129
510	607000	550	Descolam. tab			180	Vida infinita
480	1000000	540	57.797				
		530	Vida infinita				



# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)