CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

VITOR HUGO AGUILAR CABRAL LAGE

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE PROCESSAMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA TERMORRÍGIDA REFORÇADA POR FIBRAS

BELO HORIZONTE

2018

VITOR HUGO AGUILAR CABRAL LAGE

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE PROCESSAMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA TERMORRÍGIDA REFORÇADA POR FIBRAS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Dr. Claudinei Rezende Calado

BELO HORIZONTE 2018

VITOR HUGO AGUILAR CABRAL LAGE

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE PROCESSAMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA TERMORRÍGIDA REFORÇADA POR FIBRAS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Aprovado em: 05/012/2018

BANCA EXAMINADORA

Prof. Claudinei Rezende Calado - orientador

Prof. Sidney Nicodemos da Silva

Prof. Aline Bruna da Silva

AGRADECIMENTOS

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG) e ao Departamento de Engenharia de Materiais pelos ensinamentos.

À minha família pelo incentivo e apoio por toda minha vida.

À Talitha Fidelis por trazer tanta alegria e sempre estar ao meu lado nos momentos mais difíceis.

Ao professor Dr. Claudinei Rezende Calado pela oportunidade da realização deste trabalho, por compartilhar seu tempo e conhecimento na orientação deste e de outros trabalhos.

Ao professor Dr. Sidney Nicodemos da Silva por compartilhar seus conhecimentos e sempre estar disposto a ajudar os alunos.

Aos companheiros de turma da Engenharia de Materiais, João Vitor Raimundo, Pedro Penna, Rodrigo Silva e Mateus Rodrigues.

Ao Dr. Renato Siqueira pelas dicas e ensinamentos.

Aos companheiros de pesquisa, M.e Silvio Osório e Fabiane por compartilhar os aprendizados.

Aos técnicos mecânicos do DEMAT, Carlos e Giovani pela confecção dos componentes utilizados neste trabalho.

A todos que de alguma forma contribuíram para realização deste trabalho.

EPÍGRAFE

"É mais fácil desintegrar um átomo do que um preconceito"

Albert Einstein

RESUMO

O crescente desenvolvimento tecnológico cada vez mais exige materiais e componentes de elevados desempenhos mecânicos e térmicos, além de resistência química e a corrosão/degradação. Estas demandas podem ser encontradas nos materiais compósitos de matriz polimérica epóxi reforçados por fibras. É de conhecimento industrial diversos processos para confecção desses tipos de compósito, porém poucos trabalhos demonstram as diferenças entre eles. Neste trabalho foi realizado uma avaliação geral dos processos de laminação manual (hand lay-up), a vácuo (vaccum bag) e por infusão de resina (RTM), onde foram determinados as frações dos constituintes de placas compósitas produzidas a partir de resina epóxi e fibra de vidro seguindo a norma ASTM 3171 e realizados ensaios mecânicos de tração, flexão e impacto, seguindo respectivamente as normas ASTM D3039, ASTM D790 e ASTM D6110. Foi observado que o compósito produzido pelo método manual apresentou maior espessura e maior densidade, porém menor fração em volume de reforço e de poros. O método a vácuo foi o que apresentou maior fração em volume de reforço, cerca de 9,1% acima do método RTM e 21,3% acima do método manual. O método manual foi o que apresentou menor fração de poros, cerca de 60,3% inferior ao método a vácuo e 74,3% inferior ao método RTM. A análise microestrutural realizada pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) confirmou uma maior quantidade de poros nos compósitos produzidos pelo método RTM, seguido pelo método a vácuo. Os resultados mecânicos indicaram que o método de laminação a vácuo apresentou em todos os aspectos maiores valores, com tensão limite de ruptura a tração igual a 382,5*MPa* e módulo de elasticidade a tração igual a 7,14GPa, entretanto, sua deformação igual à 5,38% foi a menor observado entre os três métodos. Este resultado está de acordo com os valores de fração parcial de reforço encontrado nos compósitos. O método RTM apresentou menores valores de resistência mecânica, com tensão limite de ruptura a tração igual a 329,3MPa e módulo de elasticidade a tração igual a 5,55*GPa*, mesmo apresentando maior teor de reforço comparado ao método manual. Esta observação está relacionada ao seu maior teor de poros no compósito. O ensaio de flexão mostrou a mesma tendência de resistência mecânica.

Palavras-chave: compósitos, laminação, hand lay-up, vaccum bag, RTM, fibra de vidro, epóxi.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Curvas tensão vs deformação das fases matriz e reforço (a) e do material	
compósito (b)	18
Figura 2 - Anel epóxi	22
Figura 3 - Estrutura química da resina epóxi diglicidil éter do bisfenol-A (DGEBA)	23
Figura 4 - Estrutura química da resina epóxi-novolaca (REPN)	23
Figura 5 - Estrutura química da resina epóxi triglicidil tris(hidroxifenil) metano (TTHM	I)24
Figura 6 - Estrutura química da resina epóxi tetraglicidil metileno dianilina (TGMDA).	24
Figura 7 - Estruturas química dos endurecedores de amina alifática: a) dietileno triamin	a
(DETA), b) trietileno de tetramina (TETA)	25
Figura 8 - Estruturas química dos endurecedores de amina aromática: a) 4,4'	
diaminodifenilmetano (DDM), b) diaminodifenilsulfona (DDS)	25
Figura 9 - Estruturas químicas dos endurecedores do tipo anidrido: a) anidrido metil	
nádico, b) anidrido ftálico	25
Figura 10 - Subdivisão dos tipos de reforços em materiais compósitos	27
Figura 11 – Estrutura química da fibra de vidro	28
Figura 12 – Bobina de fibra de vidro	29
Figura 13 - Especificações de tecidos para reforço de compósitos	30
Figura 14 - Tecido a) plano e b) diagonal	31
Figura 15 - Esquematização da Interfase	32
Figura 16 - Esquematização do processamento hand lay-up.	33
Figura 17 - Esquematização do processo vaccum bag	34
Figura 18 - Esquematização da montagem para laminação VARTM	35
Figura 19 – Fluxograma das etapas executadas nesse trabalho	37
Figura 20 – Rolo para remoção de excesso de resina	39
Figura 21 – Conector bolsa de vácuo-bomba	39
Figura 22 – Bomba de vácuo e ladrão a esquerda, laminado a vácuo a direita	40
Figura 23 – Conector bolsa de vácuo–bomba	41
Figura 24 – Laminação RTM antes e após vácuo	41
Figura 25 – Conector descartável em forma de T.	42
Figura 26 – Esquematização da medição da densidade pelo princípio de Arquimedes	
utilizando uma balança analítica	43
Figura 27 – Corpos de prova dos três métodos de laminação.	44

Figura 28 – Corpo de prova ensaio de flexão	45
Figura 29 – Compósitos de resina poliéster reforçada por fibras de vidro com falta de	
impregnação de resina	48
Figura 30 - Diferenças entre os corpos de prova produzidos pelas métodos manual,	
a vácuo e RTM	49
Figura 31 - Micrografias superficiais dos compósitos laminados pelos métodos	
a) manual, b) a vácuo e c) RTM	51
Figura 32 – Curvas TGA da resina epóxi e fibras de vidro	52
Figura 33 – Curvas TGA e DTG da resina epóxi	53
Figura 34 – Fibra de vidro remanescente após a queima da resina do compósito	54
Figura 35 - Densidades relativa e aparente dos constituintes e dos compósitos	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Espessura das placas laminadas pelos métodos manual, a vácuo e RTM.	49
Tabela 2 - Valores de massa dos compósitos antes e após a queima.	54
Tabela 3 - Valores de densidades obtidos experimentalmente pelo princípio de	
Arquimedes	54
Tabela 4 – Valores de fração parcial em volume dos constituintes para os três	
diferentes métodos de laminação	56

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- ALMACO Associação Latino-americana de Materiais Compósitos
- SiC Carbeto de silício
- DGEBA Tiglicidil éter do bisfenol-A
- REPN Resina epóxi novolaca
- TGMDA Tetraglicidil metileno dianilina
- TTHM Triglicidil tris(hidroxifenil) metano
- DETA Dietileno triamina
- TETA Trietileno de tetramina
- **DDM** 4,4' diaminodifenilmetano
- ${\bf DDS}-{\rm Ddiaminodifenilsulfona}$
- MEV Microscopia eletrônica de varredura
- TGA Análise Termogravimétrica
- DSC Calorimetria exploratória diferencial
- $\mathbf{RTM} \mathbf{Resin}$ transfer molding
- VARTM Vacuum resin tranfer molding
- **PVC** Policloreto de Vinila
- PLA Poli ácido lático

LISTA DE SÍMBOLOS

- Phr Partes de amina por cem partes de resina epóxi
- *E* Módulo de elasticidade
- $\boldsymbol{\varepsilon}$ Deformação
- E_f Módulo de elasticidade da fase reforço
- σ_f^* Tensão limite de ruptura da fase reforço
- E_m Módulo de elasticidade da fase matriz
- σ_m^* Tensão limite de ruptura da fase matriz
- V_R Fração em volume de reforço
- V_M Fração em volume de matriz
- **V**_P Fração em volume de poros
- m_R Massa de reforço
- m_M Massa de matriz
- m_{C} Massa do compósito
- ρ_R Densidade da fase reforço
- ρ_M Densidade da fase matriz
- ρ_{c} Densidade do compósito.

SUMÁRIO

1	INTRO	DUÇÃO	14
2	OBJET	TVOS	16
	2.1 O	bjetivos Gerais	16
	2.2 O	bjetivos Específicos	16
3	REVIS	ÃO BIBLIOGRÁFICA	17
	3.1 Mater	iais Compósitos	17
	3.2 M	atriz	20
	3.2.1	MATRIZ POLIMÉRICA	20
	3.2.1	.1 Termoplásticos	21
	3.2.3	3.2 Termofixos	21
	3.	2.3.2.1 Resina Epóxi	22
	3.3 R	eforço	26
	3.3.1	FIBRAS DE VIDRO	28
	3.3.2	OUTRAS FIBRAS	29
	3.3.3	TECIDO DE FIBRAS	29
	3.4 In	teração Matriz-Reforço	31
	3.5 Pr	ocessamento de Materiais Compósitos de Matriz Termofixa	33
	3.5.1	MOLDAGEM MANUAL	33
	3.5.2	MOLDAGEM A VÁCUO	34
	3.5.3	MOLDAGEM POR TRANSFERÊNCIA DE RESINA	35
	3.5.4	OUTROS MÉTODOS DE PROCESSAMENTO	36
4	MATE	RIAIS E MÉTODOS	37
	4.1 Mater	iais	
	4.2 La	aminação	
	4.2.1	LAMINAÇÃO MANUAL	

4.2.2 LAMINAÇÃO À VÁCUO			
4.2.3 LAMINAÇÃO POR INFUSÃO DE RESINA – RTM44			
4.3 Inspeção Visual e Microestrutural42			
4.4 Caracterização Térmica42			
4.7 Determinação da densidade42			
4.8 Determinação da Fração de Matriz e Reforço43			
4.9 Ensaios Mecânicos44			
4.8.1 ENSAIO DE TRAÇÃO			
4.8.2 ENSAIO DE FLEXÃO45			
4.8.3 ENSAIO DE IMPACTO			
4.10 Análise Microestrutural			
4.11 Tratamento de Dados			
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO47			
5.1 Métodos de Laminação47			
5.2 Inspeção Visual e Microestrutural49			
5.3 Determinação da Fração de Matriz e Reforço			
5.4 Ensaio de Tração57			
5.5 Ensaio de Flexão64			
5.6 Ensaio de Impacto69			
6 CONCLUSÃO72			
7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS			
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS			

1 INTRODUÇÃO

O crescente desenvolvimento tecnológico está em grande parte associado ao desenvolvimento de novos materiais. Com o passar do tempo, os materiais convencionais conhecidos como metálicos, cerâmicos e poliméricos, em seus estados puros, começaram a apresentar deficiência mecânicas, térmicas, elétricas e químicas em suas aplicações. Sendo assim, a combinação destes materiais, chamados de compósitos, começaram a ganhar espaço. Estes apresentam a combinação das propriedades dos materiais de origem, ou até mesmo podem apresentar propriedades melhoradas em relação aos seus precursores. (LEVY NETO; PARDINI, 2006)

A busca por materiais de elevado desempenho mecânico associados à baixa massa específica, alto desempenho térmico e químico, tem sido o foco de estudo de vários cientistas nas últimas décadas. Os materiais compósitos satisfazem estas condições e por isso são possíveis candidatos a estas aplicações. (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011)

Compósitos de matriz polimérica, como resinas termorrígidas reforçadas por fibras vêm ganhando espaço em aplicações especiais pois apresentam elevada resistência mecânica e módulo de elasticidade associado à baixa massa específica, além de apresentar excelente inércia química (REZENDE, 2000). Estes compósitos são utilizados largamente nos setores aeronáutico e aeroespacial (AWERBUCH et al., 2016; ZIMMERMANN; ROLFES, 2006), transportes (MACHADO et al., 2018; MÅRTENSSON; ZENKERT; ÅKERMO, 2015), náutico (MOURITZ et al., 2001; REN et al., 2018), esportivo, de energia, construção civil, etc. Segundo a Associação Latino Americana de Materiais Compósitos (ALMACO, 2018), no ano de 2016 o Brasil consumiu cerca de 77mil toneladas de resina poliéster, 45mil toneladas de fibra de vidro, 22mil toneladas de resina epóxi, 2,5mil toneladas de resina éster-vinílica e 700 toneladas de fibra de carbono empregados na produção de materiais compósitos, representando um total de 92,5% de toda produção de compósitos.

São utilizados diversos métodos para confecção e produção em larga escala destes tipos de compósitos. Em uma visita técnica realizada na Embraer pelo autor do presente trabalho, foi discutido com os funcionários sobre as diferenças dos processos de produção. Cada método de laminação possibilita a confecção de componentes com geometrias pré-estabelecidas. Normalmente, a produção de placas planas ou com pouca curvatura são confeccionadas de forma manual ou por infusão de resina. O método por infusão possibilita a confecção de detalhes com pouca complexidade geométrica. Para produção de tubos e tarugos são utilizados os métodos de bobinagem contínua, pultrusão e o método *filament winding*. Componentes com

geometrias mais curvadas e complexas são produzidas por infusão seguida de compressão em molde fechado.

Apesar do conhecimento e utilização industrial de vários processos produtivos, poucos trabalhos demostram os fatores positivos e negativos de cada tipo de processamento ou falam sobre as diferenças entre as propriedades mecânicas e homogeneidade dos compósitos processados pelos diferentes processos. Outro dado disponibilizado pela ALMACO mostra que os principais métodos de produção utilizados para as matrizes poliéster e epóxi são as laminações manual e por infusão de resina.

Considerando que no Departamento de Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação tecnológica de Minas Gerais não tenha desenvolvido até a data do presente texto nem um trabalho utilizando métodos de laminação diferentes do manual, foi proposto a confecção do dispositivo para laminação a vácuo (vacuum bag) e por infusão de resina (RTM) para posterior avaliação.

Contudo, este trabalho busca expor as características estruturais, morfológicas além das propriedades mecânicas de placas de resina epóxi reforçada por tecidos de fibras de vidro produzidas por três tipos diferentes de processamento, sendo eles a laminação manual, por vácuo e por infusão de resina, que são os mais largamente utilizados.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

Realizar a laminação de compósitos de resina epóxi reforçadas por fibras de vidro pelos métodos manual, por vácuo e por infusão de resina. Avaliar a eficiência dos três métodos e suas características morfológicas, estruturais e mecânicas dos compósitos.

2.2 Objetivos Específicos

- Produzir os componentes necessários para os dispositivos de laminação por vácuo e infusão;

- Realizar a laminação de placas pelos métodos manual, por vácuo e por infusão de resina;

- Estabelecer os aspectos importantes dos três métodos, como tipos de conectores, montagem do sistema, facilidade de laminação e tempo de processamento;

 Avaliar os aspectos morfológicos dos compósitos por ensaio visual e por medições de espessura utilizando paquímetro;

 Avaliar os aspectos estruturais dos compósitos empregando a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);

 Avaliar a degradação térmica da resina epóxi e da fibra de vidro empregando a técnica de Análise Termogravimétrica (TGA);

- Medir a densidade dos constituintes e dos compósitos empregando o princípio de Arquimedes;

- Determinar a fração de resina e de fibra nos compósitos realizando a queima da resina;

- Avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos por ensaios de tração, flexão e ao impacto;

- Estabelecer relação entre propriedades mecânicas com fração de reforço e de poros.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Materiais Compósitos

O compósito é uma classe de material que envolve a combinação de dois ou mais diferentes tipos de materiais (ou diferentes fases), onde uma é chamada *matriz*, e a outra chamada *reforço*. (BURAKOWSKI; REZENDE, 2001)

Segundo Callister Jr. (2007), o princípio da ação combinada das fases é promovido por materiais multifásicos que são propositalmente combinados com o objetivo de alcançar propriedades superiores, em que o material compósito desenvolvido apresenta significativa características de ambas as fases. Sendo assim, as combinações destas fases não só podem, mas como devem promover a melhoria das propriedades desejadas, sendo esta a principal vantagem na obtenção dos compósitos. A Figura 1 mostra uma esquematização das propriedades mecânicas de um material compósito e seus constituintes precursores. Em geral, a fase reforço apresenta maior módulo de elasticidade (E_f) e tensão limite de ruptura σ_f^* do que a fase matriz (E_m, σ_m^*) (Figura 1.a). Ao submeter uma tensão ao material compósito, ele irá apresentar duas regiões de deformação. No estágio I, o material apresenta deformação elástica com módulo de elasticidade superior à fase matriz e inferior à fase reforço. Ao ser observado a deformação plástica da fase matriz, o compósito irá apresentar um segundo estágio de deformação até sua fratura (Figura 1.b).

Sendo assim, as propriedades observadas dos compósitos apresentam valores intermediários das fases matriz e reforça isoladamente. Uma questão abordada mais a frente explica porquê a utilização das duas fases de forma conjugada, e não apenas a fase reforço, já que esta apresenta em geral propriedades superiores à fese matriz.

É de grande importância o conhecimento das propriedades e natureza dos materiais empregados na confecção de novos materiais compósitos quando se deseja obter um efeito sinérgico entre seus constituintes, ou seja, obter propriedades potencializadas. A escolha equivocada destes e do processamento empregado pode promover um efeito contrário, provocando um decaimento nas propriedades desejadas. (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011)

Figura 1 - Curvas tensão vs deformação das fases matriz e reforço (a) e do material compósito (b).



FONTE: ADAPTAÇÃO DE CALLISTER JR, 2008.

Os tipos mais comuns de matriz e reforço utilizados industrialmente são apresentados separadamente em tópicos posteriores, tendo como objetivo de uma melhor discussão e entendimento do assunto estudado.

Além das características intrínsecas das fases utilizadas na confecção dos materiais compósitos, existem outros fatores que merecem atenção. A fração parcial de cada fase irá influenciar diretamente nas propriedades finais do compósito (ASKELAND; PHULÉ, 2014). Como exemplo, para um material compósito reforçado por partículas, seu módulo de elasticidade é estabelecido teoricamente como uma combinação linear dos módulos de cada fase, como é mostrado na Equação 1:

$$E_C = E_M \cdot f_M + E_R \cdot f_R \tag{1}$$

onde *E* é o módulo de elasticidade, *f* é a fração parcial, *C*, *M* e *R* representa o compósito, matriz e reforço respectivamente.

Para realizar a medição das frações parciais de cada constituinte nos compósitos, necessário o conhecimento das densidades de cada constituinte assim como as massas

utilizadas. As frações de reforço, de matriz e de poros podem ser calculados seguindo as equações abaixo (WANG et al., 2016)(AMIRKHOSRAVI; PISHVAR; ALTAN, 2017):

$$V_R = \frac{\frac{m_R}{\rho_R}}{\frac{m_C}{\rho_C}} \times 100$$
⁽²⁾

$$V_M = \frac{\frac{m_M}{\rho_M}}{\frac{m_C}{\rho_C}} \times 100 \tag{3}$$

$$V_P = 100 - V_R - V_M \tag{4}$$

onde V_R é a fração em volume de reforço, V_M é a fração em volume de matriz, V_P é a fração em volume de poros, m_R é a massa de reforço, m_M é a massa de matriz, m_C é a massa do compósito, ρ_R é a densidade da fase reforço; ρ_M é a densidade da fase matriz e ρ_C é a densidade do compósito.

Outro fator que influencia nas propriedades do compósito é as características estruturais da fase reforço. O tamanho, orientação, distribuição e dispersão dos reforços são discutidos de forma mais detalhada no item 3.3 deste trabalho.

Quanto melhor a interação entre as fases, melhor serão as propriedades do compósito (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011). Esta interação atualmente é o foco de diversos trabalhos, onde a manipulação das características físicas e químicas das fases são promovidas por controle de diversos parâmetros.

Por fim, o método empregado no processamento de obtenção do compósito define suas características, tais como a qualidade de dispersão e distribuição da fase reforço, da homogeneidade estrutural, conformidade geométrica, etc. O processamento depende basicamente do tipo de matriz e de reforço empregado, além da geometria do componente produzido. Esta discussão será realizada separadamente de acordo com o tipo de matriz, e de forma mais detalhada para compósitos de matriz polimérica termorrígida reforçadas por fibras, que é o foco deste trabalho.

3.2 Matriz

A fase matriz envolve a fase reforço e em geral, apresenta propriedades mecânicas inferiores comparada ao reforço. Entretanto, ela é essencial para que o reforço possa ser utilizado de forma eficiente, pois tem a função de aglutinar, proteger e estabilizar o reforço, fazendo com que este possa distribuir esforços mecânicos de forma homogênea no componente, trabalhando de forma integrada. O reforço não apresenta características estruturais ou geométricas para sua aplicação individualmente em um componente. Como exemplo, uma fibra teria aplicação em componentes submetidos somente a tração sem que esteja aplicado juntamente à matriz. (LEVY NETO; PARDINI, 2006)

Os materiais típicos usados como matriz de compósitos são cerâmicos, metálicos e poliméricos. Em geral, estes materiais não apresentam a combinação de duas ou mais características de alto desempenho quando utilizados isoladamente, tais como resistência mecânica (tração, flexão, torção, rigidez), resistência à corrosão, tenacidade, resistência à fadiga e baixa massa específica. Por outro lado, a combinação destas características é facilmente encontrada em materiais compósitos. (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

As propriedades finais dos compósitos têm grande relação com o tipo de matriz e processamento utilizado para a confecção do compósito, sendo a discussão das diferentes matrizes feitas a seguir de forma separada.

3.2.1 MATRIZ POLIMÉRICA

Os polímeros são compostos orgânicos formados por ligações covalentes e apresentam elevado grau de complexidade estrutural. São constituídos de macromoléculas de elevada massa molecular, e fatores como estrutura química, presença de grupos laterais apolares ou polares, ramificações, apresentam grande influência nas propriedades finais do material. (CANEVAROLO JR, 2010)

Devido à natureza das interações presentes entre as moléculas nos polímeros, eles apresentam geralmente baixa resistência mecânica, elevada tenacidade, baixa condutividade térmica e elétrica. Porém, apresentam grande facilidade de conformação e baixas temperaturas de processamento.

A síntese dos polímeros, chamada de polimerização, onde ocorre a reação química entre as unidades precursoras chamadas de *monômeros*, pode ser descrita principalmente por dois tipos de mecanismos distintos. (CANEVAROLO JR, 2010)

- I. Polimerização em etapas (condensação): ocorre a reação entre grupos funcionais reativos presentes nas duas moléculas de monômeros, e normalmente, a reação provoca a eliminação de pequenas moléculas, como água, ácidos, etc.
- II. Polimerização em cadeia: ocorre entre monômeros que apresentam dupla ligação quando esta é desestabilizada, formando a cadeia polimérica.

Quanto ao seu comportamento térmico, os polímeros podem ser subdivididos em termoplásticos e termofixos, e este segundo em elastômeros e termorrígidos.

3.2.1.1 Termoplásticos

Estes polímeros apresentam fracas interações entre as moléculas (forças de Van der Waals), permitindo que as cadeias deslizem umas sobre as outras quando submetidas à esforços de cisalhamento. Quando aquecidos, ocorre uma redução na intensidade das interações intermoleculares entre as cadeias poliméricas adjacentes, conferindo ao polímero elevado grau de plasticidade (CALLISTER, 2008). Os termoplásticos podem ser obtidos pelos dois mecanismos de polimerização descritos acima.

3.2.3.2 Termofixos

Os polímeros termofixos são obtidos pela polimerização em etapas entre polímeros insaturados ou funcionalizados com compostos químicos, chamados de agente reticulante, formando as cadeias poliméricas com ligações covalentes cruzadas entre si. O resultado é um polímero (ou resina) que apresenta uma grande e única macromolécula. A quantidade de ligações cruzadas entre as cadeias e seu tamanho difere os termofixos em termorrígidos e elastômeros (CANEVAROLO JR, 2010). O segundo apresenta menor quantidade de ligações cruzadas, permitindo que as cadeias se deformem e se alonguem quando submetidas à um esforço mecânico, e voltando ao seu estado anterior quando o esforço for retirado, enquanto os termorrígidos apresentam elevada concentração de ligações cruzadas, fazendo com que estes apresentam elevada rigidez.

Segundo Rezende (2011), as principais resinas utilizadas como matriz em compósitos estruturais são:

- Epóxi;
- Poliéster;
- Fenólicas;
- Éster-vinílicas;
- Bismaleimidas;
- Poliimidas.

As matrizes poliméricas termorrígidas possibilitam a confecção de compósitos de forma simples e eficiente, onde a reação de polimerização entre os compostos ocorre na forma líquida, obtendo um polímero de elevadas propriedades mecânicas e considerável estabilidade dimensional.

3.2.3.2.1 Resina Epóxi

A matriz de resina epóxi é utilizada em vários setores da indústria devido ao seu elevado desempenho mecânico. Uma das moléculas de origem apresenta dois grupos epóxi (chamado também de oxirano, ou etoxilina) nas extremidades da molécula, possibilitando a reação de polimerização em etapas (cura da resina) e formação de ligações cruzadas, estas ligações garantem o alto desempenho mecânico associado a uma elevada temperatura de degradação. (LEVY NETO; PARDINI, 2006). A Figura 2 mostra o anel epóxi presente na molécula precursora.





FONTE: D'ALMEIDA; MONTEIRO, 1996.

O anel epóxi é altamente reativo devido aos os ângulos de ligação serem menores do que 90°. Nesta estrutura, a ligação entre o carbono e o oxigênio é de 59°18', comparada ao ângulo de 109°30' em uma estrutura estável. O ângulo normal do oxigênio é de 110°, enquanto no anel o ângulo equivale a 61°24' (D'ALMEIDA; MONTEIRO, 1996). As figuras a seguir apresentam as estruturas das principais resinas epóxi utilizadas, sendo elas: resina epóxi diglicidil éter do bisfenol-A (DGEBA) (Figura 3), resina epóxi novolaca (REPN) (Figura 4), tetraglicidil metileno dianilina (TGMDA) (Figura 5), triglicidil tris(hidroxifenil) metano (TTHM) (Figura 6).

Figura 3 - Estrutura química da resina epóxi diglicidil éter do bisfenol-A (DGEBA).



FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.





FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

Figura 5 - Estrutura química da resina epóxi triglicidil tris(hidroxifenil) metano (TTHM).



FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

Figura 6 - Estrutura química da resina epóxi tetraglicidil metileno dianilina (TGMDA).



FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

Além da deformidade na estrutura, o anel epóxi induz o aparecimento de uma carga parcial positiva nos carbonos, aumentando a reatividade do mesmo . (ALMEIDA; MONTEIRO, 1996). Portanto, a abertura do anel é favorecida na presença de outros compostos que apresentam grupos funcionais reativos, sendo estes chamados de *agentes de cura*. Existem uma ampla variedade de agentes de cura empregados nas resinas epóxi, e a natureza destes agentes definem as reações de cura da resina, com influência na cinética de cura e no ciclo de processamento (tempo e temperatura), o que afeta as propriedades finais da resina endurecida. (LEVY NETO; PARDINI, 2006, p. 22). As figuras a seguir mostram as estruturas químicas dos

agentes de cura mais utilizados, sendo eles do tipo amina alifática (Figura 7), amina aromática (Figura 8) e anidrido (Figura 9).

Figura 7 - Estruturas química dos endurecedores de amina alifática: a) dietileno triamina (DETA), b) trietileno de tetramina (TETA).

(a) $H_2N - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 - CH_2 - NH_2$

(b)
$$H_2N - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 - CH_2 - NH_2$$

FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

Figura 8 - Estruturas química dos endurecedores de amina aromática: a) 4,4' diaminodifenilmetano (DDM), b) diaminodifenilsulfona (DDS)



FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

Figura 9 - Estruturas químicas dos endurecedores do tipo anidrido: a) anidrido metil nádico, b) anidrido ftálico.



FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

hundred of resins) indica a quantidade percentual mássico de agente de cura por cem partes de resina (LACERDA et al., 2014). Esta relação pode ser calculada segundo a equação:

$$Phr = \frac{\left[\frac{M_{NH_3}}{n^{\circ}H}\right]}{\frac{\overline{M_n}}{\overline{F}}} x100$$
(2)

o numerador representa massa equivalente de hidrogênios ativos, onde M_{NH_3} é a massa molar do grupo amina, e $n^{\circ}H$ é o número de hidrogênios ativos. O denominador representa a massa equivalente da molécula epóxi, onde $\overline{M_n}$ é a massa molar média da molécula epóxi e F é a funcionalidade da molécula, ou seja, o número de anéis epóxi reativos presentes por monômero do polímero.

3.3 Reforço

Assim como a matriz, o reforço tem grande influência nas propriedades finais dos compósitos. Além das propriedades intrínsecas do material que compõe o reforço, fatores como geometria, tamanho, dispersão, orientação e fração volumétrica do reforço e da matriz irão determinar as propriedades finais do compósito. (CALLISTER, 2008)

O reforço pode ser classificado de três formas: Fibras, partículas e whiskers. Estes podem ser subdividos como mostrado na Figura 10:



Figura 10 - Subdivisão dos tipos de reforços em materiais compósitos

FONTE: ADAPTAÇÃO DE LEVY NETO E PARDINI, 2006.

As fibras são largamente utilizadas como reforço em compósitos estruturais de matriz polimérica. Elas apresentam grande comprimento associado a um pequeno diâmetro, permitindo assim um elevado valor da razão área superficial/volume, caracterizando um reforço de grande área superficial e consequentemente aumentando a interação efetiva da matriz com o reforço. Um segundo ponto interessante é que materiais de pequeno diâmetro apresentam elevada resistência mecânica, pelo fato de que estes apresentam pouca concentração de defeitos estruturais. (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

Comercialmente, existem três tipos de fibras são largamente utilizadas, a fibra de carbono, fibra de aramida e a fibra de vidro.

3.3.1 FIBRAS DE VIDRO

As fibras de vidro são as mais largamente utilizadas comercialmente, principalmente em conjunto as matrizes de bases poliméricas. Ela apresenta baixo custo relativo, elevada resistência à tração, elevada inércia química, porém baixo módulo de elasticidade e em certos casos baixa resistência ao desgaste. (LEVY NETO; PARDINI, 2006)

É um composto inorgânico amorfo a base de sílica, similar ao vidro comum. Sua composição química de dióxido de silício (SiO_2) é na ordem de 50 a 60% (CHAWLA, 2013), variando de acordo com o vidro utilizado no processo. De acordo com sua composição química as fibras de vidro são subdivididas, onde as mais comuns são os tipos E, C e S. A Figura 11 mostra a estrutura química das fibras de vidro.

Figura 11 - Estrutura química da fibra de vidro.



FONTE: CHAWLA, 2013.

Sua produção é realizada pela completa fusão do vidro, que em seguida a massa fundida é pressionada por uma fieira e estirado longitudinalmente. O produto final podem ser fibras de elevado comprimento ou segmentadas, com diâmetro médio de dezenas de micrometros. A Figura 12 mostra uma bobina de fibra de vidro vendida comercialmente.

Figura 12 – Bobina de fibra de vidro.

FONTE: CHAWLA, 2013.

Após a produção das fibras, elas podem ser submetidas à tratamentos superficiais afim de melhorar sua adesão e interação com a fase matriz. Geralmente são depositados grupos organosilanos, onde parte destas moléculas interagem com a fibra e parte interagem com a matriz.

3.3.2 OUTRAS FIBRAS

As fibras de carbono e de aramida são encontradas comercialmente com certa facilidade, porém apresentam elevado custo. Existem outros tipos de fibras que são utilizadas com menor frequência, tais como fibras de boro, carbeto de silício, alumina, fibras poliméricas (poliéster, polietileno, PVC, PLA, poliamida, etc) e fibras naturais (juta, sisal, coco, etc). Estas últimas apresentam baixo custo e vêm sendo largamente estudadas com o objetivo de aumento de suas propriedades mecânicas através de tratamento químicos, além da busca pela melhora de sua adesão a fase matriz. Entretanto, por ser produtos naturais é observado certa heterogeneidade na orientação, tamanho, diâmetro e características superficiais das fibras.

3.3.3 TECIDO DE FIBRAS

Após o processo obtenção dos fios (ou seja, das fibras), é realizada a tecelagem afim de obter os tecidos. Atualmente, esta tecelagem é realizada de forma automatizada, onde a grande maioria dos tecidos encontrados comercialmente são unidimensionais ou bidimensionais. (LEVY NETO; PARDINI, 2006)

São utilizados cabos que apresentam grande quantidade de fios da fibra em formas de bobinas, e estes podem ser trançados em diversos de tipos de tela, como tecido plano (*plan*), *basket*, cetim (*hardness satin* – HS), laço diagonal (*twill*), etc. Esses diferem entre si pela

posição e densidade dos cabos do *urdume* (longitudinal) e da *trama* (transersal). (LEVY NETO; PARDINI, 2006)

A escolha da fibra a ser utilizada é realizada conforme as especificações mostradas na Figura 13.



Figura 13 - Especificações de tecidos para reforço de compósitos.

FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

A Figura 14 representa as tramas dos dois tecidos bidimensionais mais facilmente encontrados comercialmente (plano e laço diagonal).



Figura 14 - Tecido a) plano e b) diagonal.

FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

3.4 Interação Matriz-Reforço

A interação matriz/reforço define as propriedades do compósito, onde os esforços devem ser transferidos de maneira eficiente e homogênea da matriz para o reforço, podendo ser alcançado um efeito sinérgico. Isto quer dizer que, propriedades diferenciadas (ou até mesmo potencializadas) das fibras e da matriz poderão ser observadas no compósito. (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011)

A natureza química dos dois componentes irá ditar a força de interação entre a matriz e o reforço, e portanto, definindo as propriedades finais do compósito. A boa interação e adesão entre os dois componentes provoca a formação de uma nova fase no compósito, dita *interfase* (Figura 15). A interfase apresenta características e propriedades diferentes dos materiais de origem do compósito. (BURAKOWSKI; REZENDE, 2001)



Figura 15 - Esquematização da Interfase.

A natureza química das interações entre a matriz e o reforço (interfase) está relacionada à vários fatores, como presença de grupos funcionais nos dois constituintes, conformação molecular, orientação do reforço, cristalinidade e propriedades químicas da matriz, difusividade dos elementos de um constituinte para o outro, etc. (LEVY NETO; PARDINI, 2006). Esses fatores podem ser separados de cinco maneiras:

- Interdifusão: átomos ou moléculas de cada constituinte se difundem para o outro, dependendo assim do emaranhamento das moléculas, da concentração destes e da magnitude das interações entre os constituintes;
- Atração eletrostática: está relacionada à atração devido a presença de cargas nos dois constituintes. A força desta interação está correlacionada com a densidade de cargas dos constituintes;
- Ligação química: ligação de natureza química entre os constituintes. Este tipo de interação entre matriz e reforço é em particular de grande interesse em matriz polimérica.
- **Sinterização reativa**: ocorre a formação de um novo componente na interfase devido a reação de sinterização entre os constituintes. Comum em compósitos de matriz metálica.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

 Adesão mecânica: ocorre pelo ancoramento mecânico entre os dois constituintes devido a presença de poros e rugosidade na superfície do reforço.

3.5 Processamento de Materiais Compósitos de Matriz Termofixa

O processo de fabricação de materiais compósitos pode se dar de diversas maneiras, dependendo do tipo de reforço a ser utilizado e principalmente, da matriz a ser utilizada. Considerando que o foco do presente trabalho é avaliar diferentes processos para produção de matriz polimérica termorrígida reforçada por fibras, é descrito a seguir os três processos produtivos de compósitos de matriz termorrígida reforçada por tecidos de fibras, que são os de interesse deste trabalho.

3.5.1 MOLDAGEM MANUAL

A moldagem manual, ou *hand lay-up*, consiste em depositar as fibras e a resina manualmente em um molde. É aplicado a resina com o auxílio de um rolo ou pincel sobre cada camada de tecido de fibra. Esta operação é realizada consecutivamente com o número de camadas de tecido desejado, formando um compósito de tecido de fibras intercaladas por resina, como esquematizado na Figura 16.



Figura 16 - Esquematização do processamento hand lay-up.

É utilizado sobre o molde uma camada de desmoldante líquido ou sólido, além de uma camada de um tecido desmoldante especial, chamado *peelply*. Este mesmo tecido desmoldante é colocado sobre o compósito e feita a prensagem com o auxílio de um rolo com o objetivo de

FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

remover o excesso de resina do laminado. Após a cura da resina é realizado o desmolde do compósito.

Segundo Levy Neto e Pardini (2006), o compósito produzido por este método apresenta cerca de 40% em volume de reforço e cerca de 15% em volume de poros. Sendo assim, os compósitos obtidos por este método não apresentam uniformidade e resistência consideráveis.

3.5.2 MOLDAGEM A VÁCUO

O processo de moldagem a vácuo, ou *vacuum bag*, consiste em depositar as fibras e a resina manualmente em um molde semiaberto. É aplicado a resina com o auxílio de um rolo ou pincel sobre cada camada de tecido de fibra, de forma similar ao método manual. Esta operação é realizada consecutivamente com o número de camadas de tecido desejado, formando um compósito de tecido de fibras intercaladas por resina.

É utilizado sobre o molde uma camada de desmoldante líquido ou sólido, além de uma camada de tecido desmoldante *peelply*. Em seguida, é colocado sobre o laminado outro filme desmoldante *peelply*, um filme perfurado que auxilia a canalização da resina e homogeneidade de espessura, seguido de um tecido de respiro de ar (chamado de *breather*), responsável por garantir mesma pressão em toda área do compósito além de absorver o excesso de resina. Por fim, o molde é fechado por um filme polimérico impermeável (*vaccum bag*) e vedado hermeticamente por uma fita especial (*tacky tape*). Com o auxílio de um conector, todo o sistema é submetido à vácuo por um compressor. Este processamento é esquematizado na Figura 17. (REZENDE; COSTA; BOTELHO, 2011)



Figura 17 - Esquematização do processo vaccum bag.

FONTE: LEVY NETO; PARDINI, 2006.

Segundo Levy Neto e Pardini (2006), neste processo o compósito laminado apresenta cerca de 50% em volume de fibras e cerca de 5% em volume de poros. Estas condições melhoram substancialmente as propriedades mecânicas do compósito em relação ao processo *hand lay-up*.

3.5.3 MOLDAGEM POR TRANSFERÊNCIA DE RESINA

A moldagem por transferência de resina, ou RTM – *resin transfer moulding*, consiste em depositar os tecidos de fibras em um molde fechado pré-impregnado por um desmoldante líquido ou sólido. Em seguida, é aplicado vácuo em todo o sistema. A resina é injetada por canais impregnando toda a fibra. (REZENDE et al, 2011)

Devido a limitação dimensional deste processo, foram surgindo variações do processo RTM, como o processo de infusão de resina, ou VARTM – *vacuum resin transfer moulding*. Neste processo, as fibras são dispostas em um molde semiaberto pré-impregnado por um desmoldante líquido ou sólido. É utilizado sobre o molde e sobre as fibras o filme desmoldante *peelply*. Sobre o *peelply* é utilizado um filme em forma de tela (*flow media*) para auxiliar o transporte da resina e garantir que toda a extensão das fibras sejam impregnadas. Em seguida todo o sistema é fechado por um filme polimérico impermeável (*vaccum bag*) e vedado hermeticamente por uma fita especial (*tacky tape*). Por fim é aplicado vácuo em todo o sistema. A resina é injetada por canais sob a baixa pressão do vácuo, impregnando toda a fibra (REZENDE et al, 2011). A montagem do processo VARTM é esquematizado na Figura 18.





FONTE: ADAPTAÇÃO DE LEVY NETO E PARDINI, 2006.

O interessante deste processo é o melhor controle da quantidade de fibras e resina no compósito final. É possível alcançar valores da ordem de 55% em volume de fibras e baixa fração de poros. (LEVY NETO; PARDINI, 2006)

3.5.4 OUTROS MÉTODOS DE PROCESSAMENTO

Os métodos descritos acima são os mais simples e comumente utilizados industrialmente na produção de compósitos reforçados por fibras. Além deles, processos como pultrusão, bobinagem contínua, compressão, *spray-up* e tecnologia de pré-impregnados são utilizados com frequência. Estes processos permitem bons controles dimensionais além de garantir boa homogeneidade e qualidade dos compósitos, entretanto, exigem o uso de equipamentos específicos de custos relativamente elevados. A tecnologia de pré-impregnados é o único processo aqui discutido que não necessita de equipamento para a laminação, mas para armazenamento dos tecidos em temperaturas baixas ou aquecimento para promover a cura da resina.
4 MATERIAIS E MÉTODOS

Com o objetivo de avaliar o comportamento mecânico e as características dos compósitos laminados pelos métodos manual, a vácuo e RTM, foram preparados corpos de prova utilizando os mesmos materiais em condições similares para posteriores ensaios. Os materiais e equipamentos utilizados são descritos nos itens a seguir. O fluxograma mostrado na Figura 19 mostra as etapas executadas no presente trabalho.



Figura 19 – Fluxograma das etapas executadas nesse trabalho.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

4.1 Materiais

Foi utilizado como matriz a resina epóxi da marca Huntsman, modelo LY1564 a base de DGEBA e agente de cura a base de amina cicloalifática marca Huntsman, modelo 2963.

Foi utilizado como reforço tecido de fibra de vidro bidimensional com tecelagem do tipo plana, com gramatura de $330g/m^2$ adquiridas comercialmente na empresa ResinPlast. Todos materiais consumíveis, tais como filme polimérico para bolsa de vácuo, peelply, breather, filme perfurado, flow media, fita adesiva para vedação e duto espiral foram adquiridos comercialmente na empresa Barracuda Compósitos.

Como molde foi utilizado uma placa de vidro com espessura de 8mm, e como desmoldante cera de carnaúba.

4.2 Laminação

Para todos os casos de laminação realizados neste trabalho, foi seguido a instrução da marca uma proporção em massa de 48g de agente de cura para 100g de resina no preparo dos laminados. Segundo o fabricante, esta proporção resina/agente de cura apresenta tempo de gelificação em torno de 35min, e cura completa em 24h a temperatura de 25°C e baixa viscosidade, adequado para laminações por infusão de resina. Em todos laminados foram utilizadas 10 camadas de fibra de vidro.

4.2.1 LAMINAÇÃO MANUAL

Primeiramente foi preparado o molde aplicando o desmoldante e foi posicionado sobre ele uma camada de peelply sob uma camada de tecido de fibra de vidro. Em seguida foi realizado a mistura de resina e agente de cura com massa igual aos tecidos de fibra de vidro a serem utilizados. Posteriormente, foi aplicada uma camada de resina com o auxílio de uma espátula flexível até o completo molhamento das fibras. Esta etapa foi repetida sucessivamente, formando um compósito de 10 camadas de tecido intercaladas por camadas de resina. Após a aplicação da última camada de resina, foi colocado sobre o laminado outra camada de peelply. Com o auxílio de um rolo metálico com ranhuras (Figura 20), foi feita a remoção do excesso de resina, onde a compressão com o rolo foi promovida do centro do laminado em sentido as extremidades. Esta etapa foi realizada até que não fosse mais observada a remoção de resina do laminado.



Figura 20 - Rolo para remoção de excesso de resina.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Após a cura da resina a temperatura ambiente por 24h foi feito a desmoldagem do compósito.

4.2.2 LAMINAÇÃO À VÁCUO

O sistema de laminação à vácuo foi projetado e confeccionado, para a execução deste trabalho, com um conector para interligar a bolsa de vácuo à bomba de vácuo, conforme a Figura 21. Foram utilizadas válvulas de esfera e um ladrão de fluidos para evitar a entrada de resina na bomba.



Figura 21 – Conector bolsa de vácuo-bomba.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Foi realizado a preparação do molde igual ao método de laminação manual, porém foi aplicado na extremidade do molde a fita adesiva para vedação da bolsa de vácuo.

Ao realizar a laminação de forma similar à laminação manual (10 camadas de fibra de vidro intercaladas por resina), foi colocado sobre o laminado uma camada de peelply, uma camada de filme perfurado e uma camada de breather, nesta respectiva ordem. Foi posicionado a peça interior do conector ao lado do laminado e em seguida foi colocado o filme polimérico da bolsa de vácuo, vedando todo o sistema. Por fim foi colocado a peça exterior do conector e ligado ao sistema bomba de vácuo – ladrão, conforme a Figura 22.

Figura 22 – Bomba de vácuo e ladrão a esquerda, laminado a vácuo a direita.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

A bomba de vácuo foi ligada à uma pressão negativa de 60kPa (0,41 atm) por 24h. Foi observado que todo o sistema se apresentou em baixa pressão de forma homogênea. Após a cura da resina a temperatura ambiente por 24h foi feito a desmoldagem do compósito.

4.2.3 LAMINAÇÃO POR INFUSÃO DE RESINA – RTM

O sistema de Laminação por Infusão de Resina – RTM foi projetado e confeccionado, para a execução deste trabalho. Os conectores foram confeccionados para a entrada da resina e para interligar a bolsa de vácuo à bomba de vácuo, conforme a Figura 23. Neste caso, a vedação da mangueira-conector foi feita utilizando a mesma fita adesiva utilizada na vedação da bolsa de vácuo.



Figura 23 – Conector bolsa de vácuo-bomba.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Primeiramente foi preparado o molde aplicando o desmoldante, posicionando sobre ele uma camada de peelply e colado em sua extremidade a fita adesiva para vedação. Foi colocado sobre o peelply as 10 camadas de tecido de fibra de vidro, outra camada de peelply e uma camada de flow media, nesta respectiva ordem. Em seguida foi posicionado nas duas laterais os conectores juntamente ao duto espiral. Por fim foi colocado o filme polimérico da bolsa de vácuo, vedando todo o sistema.

Ao ser ligada a bomba de vácuo à uma pressão negativa de 60kPa (0,41 atm), todo o sistema se apresentou sob a baixa pressão de forma homogênea, conforme a Figura 24.



Figura 24 – Laminação RTM antes e após vácuo.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Foi feita a preparação da resina com uma massa de 1,5x a massa de todo tecido de fibra de vidro utilizado. Ao abrir a válvula de entrada a resina foi puxada pela baixa pressão do sistema impregnando de forma homogênea toda a fibra.

Em uma segunda tentativa, foi substituído os conectores confeccionados por conectores poliméricos descartáveis, como pode ser visto na Figura 25.



Figura 25 – Conector descartável em forma de T.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

4.3 Inspeção Visual e Microestrutural

Foi realizada uma inspeção visual nos laminados afim de detectar descontinuidades superficiais e a morfologia dos compósitos. Em seguida foi feita a medição da espessura dos compósitos utilizando um paquímetro da marca Mitutoyo com precisão de 0,05mm.

4.4 Caracterização Térmica

Afim de determinar as temperaturas de degradação dos constituintes, foi realizado Análise Termogravimétrica (TGA) da resina epóxi após cura de 24h e das fibras de vidro. Utilizou-se um equipamento do Departamento de Química do CEFET-MG da marca SHIMADZU, modelo DTG-60H até a temperatura de 900°C com taxa de aquecimento de 10°C/min em atmosfera oxidante (*ar*).

4.7 Determinação da densidade

A medição da densidade dos constituintes e dos compósitos foi realizada pelo princípio de Arquimedes utilizando a mesma balança analítica. A Figura 26 mostra uma esquematização

da metodologia utilizada. Primeiramente é feita tara do suporte de amostra na balança. Em seguida é feita a medição da massa com a amostra fora do líquido (A). Neste caso foi utilizado água destilada pois todas amostras são mais densas, ficando totalmente submersa. Por fim, é feita a medição da massa com as amostras submersas no líquido (B). O valor da densidade é dado pela Equação 5 (METTLER TOLEDO, 2018).

Figura 26 – Esquematização da medição da densidade pelo princípio de Arquimedes utilizando uma balança analítica.



FONTE: METTLER TOLEDO, 2018.

$$\rho = \frac{A}{A-B} \times (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L \tag{5}$$

onde ρ é a densidade medida, A é a massa do corpo de prova fora do líquido, B é a massa do corpo de prova imerso na água, ρ_0 é a densidade do ar e ρ_L é a densidade do líquido.

4.8 Determinação da Fração de Matriz e Reforço

A determinação das frações mássicas de matriz e reforço foi realizada pela queima da resina seguindo o Procedimento G da norma ASTM D3171 (2015). Primeiramente foi cortado corpos de prova com dimensões de 10x10mm dos três laminados utilizando uma máquina de corte por jato d'agua. Posteriormente feita sua pesagem em uma balança analítica marca METTLER TOLEDO modelo ME204/A com precisão de 0,0001g. Foi realizado a tara do cadinho na balança e em seguida registrado as respectivas massas dos corpos de prova. A queima foi realizada em mufla à uma temperatura de 560°C por 4h sob *ar*. Em seguida, os cadinhos contendo a fase reforço foram novamente pesados.

Após a medição das massas e densidades, as frações em volume dos constituintes foram calculados de acordo com as Equações 2, 3 e 4 do item 3.1.

A fração da fase reforço é obtida pela razão da massa de fibras obtida analiticamente pela massa total do corpo de prova do compósito. O restante da fração corresponde à fração mássica da fase matriz.

4.9 Ensaios Mecânicos

Para todos ensaios descritos seguir, os corpos de prova foram cortados utilizando uma máquina de corte por jato d'agua que proporcionou bom controle dimensional.

4.8.1 ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração foi realizado seguindo a norma ASTM D3039 (2002). Foram cortados 6 corpos de prova com dimensão 250x25mm para cada método de laminação conforme Figura 27. O ensaio foi realizado na máquina universal de ensaios marca INSTRON modelo 5982 com carga máxima de 100kN, e célula de carga de mesma capacidade. Foi utilizado uma lixa de tecido gramatura 220 para fixação dos corpos de prova na garra da máquina. Os ensaios foram realizados à uma taxa de deformação de 0,001/s (conforme a programação da máquina), o que gera uma taxa de 11,4mm/min.



Figura 27 - Corpos de prova dos três métodos de laminação.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

4.8.2 ENSAIO DE FLEXÃO

O ensaio de flexão em três pontos foi realizado com uma adaptação da norma ASTM D790 (2017). Foram cortados 5 corpos de prova com dimensão 50x13mm para cada método de laminação conforme Figura 28. O ensaio foi realizado na máquina universal de ensaios marca EMIC modelo DL30000 com carga máxima de 300kN, e célula de carga com capacidade para 30kN



Figura 28 - Corpo de prova ensaio de flexão.

O ensaio foi realizado com uma velocidade de carga de 50N/s (conforme programação da máquina) e espaçamento entre os apoios de 36mm.

4.8.3 ENSAIO DE IMPACTO

Foi realizado ensaio de impacto Charpy seguindo uma adaptação da norma ASTM D6110 (2018). Foram cortados 5 corpos de prova com dimensão 55x6,5mm sem entalhe para os três métodos de laminação. Foi utilizado um equipamento marca OBT, modelo XJ utilizando um pêndulo de 25J.

4.10 Análise Microestrutural

Afim de avaliar a adesão entre a fase matriz e a fase reforço, foi realizado Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das superfícies das placas laminadas pelos diferentes métodos. Foi utilizado o equipamento do Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET, marca SHIMADZU modelo SSX-550, com tensão de 15*kV*.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

4.11 Tratamento de Dados

Após a realização de todas análises e ensaios, os dados foram tratados estatisticamente pelo teste ANOVA com nível de significância de $\alpha = 0,05$. Todos os tratamentos e gráficos foram obtidos utilizando-se o software Origin®

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Métodos de Laminação

Após a realização de ensaios preliminares dos métodos de laminação de placas de compósitos de matriz polimérica termorrígida reforçada por tecido de fibras, utilizando-se uma resina Poliéster comercial, e após o sucesso na produção das mesmas utilizando uma resina epóxi, foram observados pontos que merecem uma discussão mais detalhada.

A resina Poliéster é mais viscosa quando comparada à resina Epóxi. Este fator é um grande dificultador no manuseio dos tecidos. Considerando que o tecido é formado pela tecelagem de cabos compostos por milhares de fios da fibra, ao manusear os tecidos com as mãos sujas de resina é promovido a remoção dos cabos de suas extremidades, provocando o desmanche da tecelagem. Este desmanche pode promover a ausência da fase reforço nas extremidades da placa laminada ou a sua desorientação, o que irá induzir uma heterogeneidade no laminado. Entretanto, este fator apenas é um dificultador nos métodos de laminação manual e por vácuo, já que no método RTM os tecidos são posicionados no molde separadamente da resina líquida.

Outro fator importante a ser destacado é o tempo de gelificação da resina, ou seja, o seu tempo de trabalho na forma líquida. Nos métodos de laminação manual e por vácuo, é feita a deposição da resina sobre cada camada do tecido de fibra para posterior espalhamento. Quanto maior o número de camadas de tecidos intercaladas por resina, maior será o tempo de operação de laminação. A resina Poliéster utilizada para testes apresentava tempo de gelificação em torno de 15min, o que dificulta seu espalhamento nas últimas camadas de tecido (com tempo de operação superior a 12min). Sendo assim, a habilidade e velocidade do operador laminador são fundamentais para a produção de laminação do compósito é acrescido o tempo para vedar o sistema com o filme polimérico da bolsa de vácuo, que deve obrigatoriamente ser inferior ao tempo de gelificação da resina.

Para o método RTM, o tempo de gelificação deve ser superior ao tempo de impregnação da resina nos tecidos. A velocidade de impregnação está associada à pressão exercida pela bomba de vácuo e pela viscosidade da resina. A Figura 29 mostra dois laminados com falta de impregnação de resina no tecido devido aos fatores descritos acima. Neste caso, a resina poliéster utilizada apresentava elevada viscosidade, diminuindo consideravelmente a

velocidade de impregnação. Após decorrer aproximadamente 15min do início de infusão da resina, sua gelificação impossibilitou a continuidade da impregnação.



Figura 29 – Compósitos de resina poliéster reforçada por fibras de vidro com falta de impregnação de resina.

Neste caso, o aumento da pressão negativa da bomba de vácuo, ou a diminuição da viscosidade da resina (por exemplo aumentando a temperatura da resina) poderia possibilitar a completa impregnação da resina no tecido com tempo inferior ao tempo de gelificação da resina.

Entre os três métodos, é evidente a maior simplicidade da laminação manual. Tanto para laminação a vácuo quanto na laminação RTM, o fechamento e vedação da bolsa de vácuo exigem grande habilidade do operador. Qualquer vazamento pela fita de vedação, pelos conectores das mangueiras ou pelo ladrão de resina podem influenciar drasticamente na qualidade dos laminados.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

5.2 Inspeção Visual e Microestrutural

Após a laminação dos compósitos de matriz epóxi reforçada por fibras de vidro pelos três diferentes métodos, foi feita uma avaliação estrutural das placas. Foi observado em todos os casos boa homogeneidade dos laminados ao longo de sua área, além da ausência de macroporos. Visualmente foi constatado grande diferença estrutural entre a placa produzida pela laminação manual comparada com as placas produzidas pelas outras duas técnicas, sendo elas similares. Nesta inspeção a um indicativo de maior quantidade de resina (maior fração de matriz) na placa produzida pelo método manual, como pode ser visto na Figura 30.

Figura 30 - Diferenças entre os corpos de prova produzidos pelas métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Os valores de espessura medidos em vários pontos das placas são mostrados na Tabela 1. Foi verificado a mesma espessura em todos os pontos (com incerteza de 0,05mm) da mesma placa, indicando boa homogeneidade e bom controle da laminação.

Tabela 1 – Espessura das placas laminadas pelos métodos manual, a vácuo e RTM.

		Método de Laminação	0
	Manual	Vácuo	RTM
Espessura (mm)	3,20	2,75	2,95

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

De forma similar à inspeção visual, as medidas de espessura promovem um indicativo de maior quantidade de resina no compósito laminado pela técnica manual, tendo em vista que todos os compósitos foram laminados utilizando 10 camadas de tecidos de fibras. Em seguida a técnica RTM indica apresentar maior quantidade de resina comparado à técnica a vácuo.

Foram obtidas micrografias da superfície dos compósitos laminados, empregando a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), pelos três métodos estudados neste trabalho. A Figura 31 mostra as imagens com amplificações originais de 20x. Para o método RTM foi observado poros superficiais com tamanhos muito superiores aos outros dois métodos. Segundo Callister (CALLISTER, 2008), poros podem se comportar como concentradores de tensões, fragilizando o material sob solicitações mecânicas..

Quando se é comparado os métodos manual e a vácuo, é observado que os tamanhos dos poros são similares, porém é observado que no método de laminação a vácuo apresenta uma maior quantidade de poros superficiais.



Figura 31 - Micrografias superficiais dos compósitos laminados pelos métodos a) manual, b) a vácuo e c) RTM.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018

A presença dos poros maiores no método RTM pode estar relacionado ao processo empregado na impregnação do tecido de carbono. Como foi discutido anteriormente, é comum neste método a falta de impregnação de resina nas fibras, sendo necessário um maior controle da pressão do sistema, da temperatura da resina, e consequentemente sua viscosidade durante sua infusão. Assim se faz necessário um ajuste melhor das condições de processamento para reduzir a quantidade e tamanho dos poros, que irá refletir na melhoria das propriedades mecânicas dos laminados.

5.3 Determinação da Fração de Matriz e Reforço

As curvas da Análise Termogravimétrica (TGA) para a resina epóxi e fibras de vidro são mostradas na Figura 32. Com o aquecimento dos constituintes, é verificado na curva que a fibra de vidro não apresentou perda de massa, enquanto a resina epóxi apresentou uma perda de massa gradativa com o aumento de temperatura. Este resultado para a fibra de vidro foi observado em outros trabalhos encontrados na literatura (GARAY et al., 2011)(NAYAK; MOHANTY; SAMAL, 2009). A Figura 33 mostra a curva TGA e sua derivada (DTG) para a resina epóxi.





FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.



Figura 33 - Curvas TGA e DTG da resina epóxi.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Para as curvas da resina epóxi, é observado na curva DTG quatro regiões predominantes de perda de massa, com maiores taxas de degradação nas temperaturas 168°C, 319°C, 381°C e 565°C. Estes mesmo resultados foram observados em outro trabalho (ALSALIHI, 2014). Segundo Alsalihi, o primeiro pico está associado à perda de umidade do material, com total de 13,5% de perda de massa. O segundo e terceiro pico estão associados à decomposição da resina, onde foram observadas perdas de massa de 9,30% e 47,2% respectivamente. Por fim, o último pico é associado à oxidação do carbono residual, com total de 30,00% de perda de massa.

Para as condições do ensaio, acima de 640°C toda a resina foi completamente degradada. Entretanto, o último pico apresenta início de degradação em 472°C, o que indica que acima desta temperatura ocorrerá a degradação final do material, sendo esta etapa pode ser relacionada a oxidação do carbono residual presente na resina. Mesmo considerando o pico de taxa de degradação em 565°C, abaixo desta temperatura e acima de 472°C o carbono irá oxidar a taxas mais lentas, sendo necessário um maior tempo para garantir toda oxidação.

Para determinação das frações parciais de matriz e de reforço foi realizado a queima da resina a 560°C por 4h. Esta temperatura está de acordo com a temperatura de degradação da resina observadas na análise térmica. A Tabela 2 mostra os valores de massas dos corpos de prova (CP) antes da queima e após a queima para as três técnicas de laminação. Foi observado

que após a queima toda a resina foi degradada, sobrando no cadinho apenas as fibras de vidro, como é mostrado na Figura 34.



Figura 34 – Fibra de vidro remanescente após a queima da resina do compósito.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

		Massa (mg))		
	Iníci	0	Após Queima	Calcu	lado
	Compósito	Cadinho	Cadinho + Fibras	Fibras	Resina
Manual	485,000	27291,3	27604,3	313,000	172,000
Vácuo	413,000	21430,2	21739,0	308,800	104,200
RTM	415,500	28219,1	28521,6	302,500	113,000

Tabela 2 - Valores de massa dos compósitos antes e após a queima.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Em seguida, foi realizado a medida de densidade relativa dos constituintes e dos compósitos pelo princípio de Arquimedes com auxílio de uma balança analítica. Os valores obtidos do ensaio são mostrados na Tabela 3.

Tabela 3 - Valores de densidades obtidos experimentalmente pelo princípio de
Arquimedes.

	Resina Epóxi	Fibra de Vidro	Manual	Vácuo	RTM
Densidade (g/cm ³)	1,09	2,34	1,73	1,69	1,60
Desvio padrão	0,01	0,08	0,02	0,02	0,02
FORTE PRÓPRIO LI	TOD 0010				

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

O valor de densidade da resina epóxi está de acordo com o informado pelo fabricante (HUNSTSMAN, [s.d.]). Para a fibra de vidro, o valor medido está de acordo com o citado por Chawla (2013) e medido por Schmidt et al. (2009).

A Figura 35 mostra os valores de densidade relativa dos constituintes e dos compósitos medidos pelo princípio de Arquimedes e a densidade aparente medida de forma direta, utilizando as dimensões e massas dos corpos de prova.



Figura 35 - Densidades relativa e aparente dos constituintes e dos compósitos.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Os resultados mostram que a fibra de vidro apresenta densidade maior do que a resina epóxi. Sendo assim, um maior teor de fibra provocará uma maior densidade específica nos compósitos, desde que seja desconsiderado os poros. É observado que o compósito produzido pelo método manual apresentou maior densidade, enquanto a laminação RTM a menor. Este resultado é um indicativo de que o método manual proporciona compósitos com maior fração de reforço (RAMLEE et al., 2013), entretanto a medição dos poros presentes nos compósitos é necessária para melhor compreensão dos laminados.

A partir dos valores medidos da massa dos constituintes e volume dos corpos de prova dos compósitos, assim como a densidade relativa dos constituintes, foi calculado o volume de cada constituinte presente nos corpos de prova e determinado a fração parcial em volume de cada um. Estes valores são mostrados na Tabela 4.

	Fração Parcial (%)		
	Epóxi	Fibra de Vidro	Poros
Manual	52,64	44,63	2,720
Vácuo	39,18	54,15	6,670
RTM	39,77	49,64	10,59

Tabela 4 – Valores de fração parcial em volume dos constituintes para os três diferentes métodos de laminação.

FONTE: PROPRIO AUTOR, 2018.

Schmidt et al. (2009) encontrou valores similares de volume de poros em laminados de resina poliéster reforçados por fibras de vidro produzidos pelo método RTM. Para o mesmo método, Abraham et al. (1998) obteve fração de reforço similar ao encontrado neste trabalho, enquanto Amirkhsravi et al. (2017) obteve valores similares de fração de poros em laminados de resina epóxi reforçados por fibras de vidro produzidos pelo método a vácuo.

Estes valores mostram que o compósito produzido pelo método manual apresentou menor fração de reforço e de poros e maior teor de matriz epóxi, sendo contrário à observação feita anteriormente com os valores de densidade. O método de laminação a vácuo foi o que apresentou maior fração de reforço nos compósitos, porém elevado teor de poros. O método RTM apresentou valor intermediário de fração de reforço e matriz epóxi, porém foi o que apresentou maior teor de poros, cerca de 289% superior ao método manual e 58,8% superior ao método a vácuo.

Os valores das frações parciais em volume de matriz e resina demostraram que o método de laminação a vácuo apresenta maior teor em volume de fibras e menor teor de matriz epóxi comparado aos outros métodos. Este resultado está de acordo com os valores de espessura medidos nas placas e corrobora à observação realizada nas micrografias obtidas. Considerando que todos os métodos foram laminados com 10 camadas de tecido de fibras, o compósito laminado de forma manual apresentou maior fração em volume de resina e maior espessura, seguido do método RTM. O método de laminação a vácuo apresentou menor teor de resina epóxi e menor espessura dos laminados.

As curvas obtidas para o ensaio de tração para cada método de laminação são apresentadas nas Figuras 37 a 39. Para o ensaio de tração dos corpos de prova obtidos pelo método RTM, dois corpos de prova apresentaram fratura dentro da garra do equipamento, sendo estes resultados então descartados.



Figura 37 – Curvas tensão vs deformação a tração para a laminação manual.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.



Figura 38 - Curvas tensão vs deformação a tração para a laminação a vácuo.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 39 - Curvas tensão vs deformação a tração para a laminação RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Para todos os ensaios realizados, não foi observado comportamento de deformação plástica dos compósitos. Sendo assim, foi considerado a máxima tensão das curvas como a tensão de ruptura das mesmas e o módulo de elasticidade à tração obtido pela inclinação da reta até a deformação de ruptura. A Figura 40 mostra os valores médios e os desvios padrão obtidos para cada tipo de laminação. O tratamento estatístico pelo teste ANOVA é mostrado na Figura 41.



Figura 40 – Valores de tensão limite de ruptura a tração para os métodos manual, a vácuo e RTM.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 41 – Teste ANOVA para tensão limite de ruptura a tração para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Os resultados mostraram que em média o método de laminação à vácuo apresentou tensão de ruptura igual à 381MPa ($\pm 29,8MPa$), sendo superior quando comparado aos outros métodos, onde a laminação manual foi igual a 360MPa ($\pm 15,7MPa$) e laminação RTM igual a 329MPa ($\pm 8,99MPa$). Entretanto, é observado a sobreposição dos valores médios quando considerado o desvio padrão. A laminação RTM apresentou o menor valor de desvio padrão e a laminação a vácuo o maior valor. Esta observação é um indicativo de um melhor controle e homogeneidade do laminado no processo RTM. A análise estatística ANOVA mostrou que o método de laminação RTM apresentou menor tensão de ruptura, enquanto os métodos Manual e a Vácuo se mostraram similares.

A Figura 42 mostra os valores do módulo de elasticidade para os diferentes processos de laminação e seus respectivos desvios padrão. O tratamento estatístico pelo teste ANOVA é mostrado na Figura 43.

Figura 42 – Valores de módulo de elasticidade a tração para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 43 - Teste ANOVA para módulo de elasticidade a tração para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Os resultados mostraram que em média o método de laminação à vácuo apresentou módulo de elasticidade igual a 7,14*GPa* (\pm 0,30*GPa*) sendo superior quando comparado aos outros métodos, onde a laminação manual foi igual a 5,85*GPa* (\pm 0,68*GPa*) e laminação RTM igual a 5,55*GPa* (\pm 0,13*GPa*). Apesar do valor de médio de módulo de elasticidade para o método manual ser superior ao método RTM, seu desvio padrão é superior. A análise estatística ANOVA mostrou que estes dois métodos são tidos como estatisticamente iguais com nível de confiança de 95%.

Ramlee et al. (2013) obteve valores inferiores de tensão limite de ruptura (aproximadamente 290*MPa*) e módulo de elasticidade a tração (aproximadamente 5,00*GPa*) para o método manual, porém utilizando apenas 5 camadas de fibras e resina epóxi diferente à utilizada neste trabalho.

A seguir, é mostrado na Figura 44 os valores médios de deformação até a ruptura e os desvios padrão para os três métodos de laminação. A Figura 45 mostra o tratamento estatístico ANOVA.

Figura 44 – Valores de deformação a tração para os métodos de laminação manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 45 – Teste ANOVA para deformação a tração para os métodos de laminação manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Os resultados médios indicaram que a menor deformação foi observada no método à vácuo, igual a $5,38\% (\pm 0,29\%)$, enquanto os métodos manual e RTM apresentaram deformações de $5,95\% (\pm 0,26\%)$ e $5,96\% (\pm 0,16\%)$ respectivamente. Entretanto, todos os métodos apresentaram relativamente elevados valores de desvio padrão e quando considerados, é observado a sobreposição dos respectivos desvios, com intervalo de confiança igual a 95%. Este resultado indica que os valores observados para a deformação dos corpos de prova obtidos por métodos de laminação diferentes são estatisticamente iguais. Por outro lado, a análise estatística ANOVA mostrou que o método de laminação à vácuo apresentou valores inferiores quando comparados aos outros métodos, que podem ser tomados como similares.

Ramlee et al. (2013) encontrou valor de deformação utilizando o método manual inferior ao encontrado neste trabalho, aproximadamente a 5,00%. Para o método RTM, os valores de tensão limite de ruptura a tração medidos foram similares ao trabalho desenvolvido por Abraham et al. (1998), igual a 348*MPa*. Porém, os autores encontraram valores superiores de módulo de elasticidade, igual a 19,9*GPa*.

Os resultados mostrados acima apresentaram um indicativo de que o método de laminação à vácuo proporciona maiores valores de resistência mecânica à tração, mesmo considerando seus elevados desvios padrão quando comparados aos outros dois métodos. O método RTM apresentou os menores valores médios de resistência mecânica à tração, entretanto, menores valores de desvio padrão, indicando que a placa laminada por este método apresenta maior homogeneidade e consequentemente um método mais confiável. Isto pode ser também observado nos gráficos de caixas obtidos pela análise estatística ANOVA, onde os caixas apresentam menores alturas para o método RTM.

5.5 Ensaio de Flexão

As curvas obtidas para o ensaio de flexão para os três métodos de laminação são mostras a seguir nas Figuras 46 a 48. Nas curvas é possível observar uma transição suave entre a região linear inicial associada à deformação elástica do material e a região curva. Como foi discutido anteriormente, os compósitos não apresentaram deformação plástica no ensaio de tração, e esta transição observada no ensaio de flexão está relacionada com o deslizamento do corpo de prova no suporte inferior da máquina de ensaios, indicando um falso resultado similar à uma deformação plástica. Considerando este fator, os valores de tensão limite de escoamento foram obtidos pela interseção da reta paralela à região linear com deformação de 0,002.



Figura 46 - Curvas tensão vs deformação a flexão para a laminação manual.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.



Figura 47 - Curvas tensão vs deformação a flexão para laminação a vácuo.

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 48 - Curvas tensão vs deformação a flexão para laminação RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

A Figura 49 mostra os valores médios de tensão limite de escoamento e desvios padrão para os três métodos de laminação. É observado que o método de laminação a vácuo apresentou maior valor médio de tensão igual a 348MPa ($\pm 51,4MPa$), enquanto o método manual foi igual a 208MPa ($\pm 9,38MPa$), e o método RTM igual a 137MPa ($\pm 21,7MPa$). Foi também observado que o método a vácuo apresentou desvio padrão superior quanto comparado aos outros métodos. A Figura 50 mostra o gráfico com os dados após tratamento estatístico ANOVA. É observado considerável diferença nos três métodos, onde a laminação a vácuo obteve maiores valores de tensão, enquanto a laminação RTM obteve menores valores, com nível de confiança igual a 95,0%.

Figura 49 - Valores de tensão limite de ruptura a flexão para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 50 – Teste ANOVA pata tensão limite de ruptura a flexão para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

A Figura 51 mostra os valores médios de módulo de elasticidade à flexão e desvios padrão para os três métodos de laminação. O método de laminação a vácuo apresentou maior valor médio de módulo de elasticidade, igual a 12,3GPa ($\pm 1,11GPa$), enquanto o método RTM foi igual a 11,2GPa ($\pm 0,86GPa$) e o manual igual a 9,55GPa ($\pm 0,43GPa$). Entretanto, quando é considerado os desvios padrão, é observado uma sobreposição dos valores, sendo necessário o tratamento estatístico. A Figura 52 mostra o gráfico dos valores após o teste ANOVA. É observado que o método manual apresentou menores valores de módulo de elasticidade, enquanto os métodos a vácuo e RTM podem ser tomados como similares com nível de confiança igual a 95,0%.

Figura 51 - Valores de módulo de elasticidade a flexão para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Figura 52 – Teste ANOVA para módulo de elasticidade a flexão para os métodos manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Rydarowski e Koziol (2015) encontraram valores similares aos medidos neste trabalho para tensão limite de escoamento a flexão em laminados produzidos pelos métodos manual, igual a $280 \pm 64,0MPa$, enquanto para o método RTM obtiveram valores superiores, igual $260 \pm 30,0MPa$, mesmo utilizando apenas 2 camadas de fibras e outro tipo de resina. Em outro trabalho (ESFAHANI; ESFANDEH; SABET, 2012) também foi observado valores similares de tensão limite de escoamento e módulo de elasticidade a flexão para laminados utilizando 4 camadas de fibras de vidro produzidos pelo método manual, igual a $192 \pm 34,8MPa$.

5.6 Ensaio de Impacto

Apesar dos corpos de prova não serem confeccionados com o entalhe como é exigido na norma, os corpos de prova apresentaram completa fratura devido à elevada taxa de deformação. A Figura 53 mostra os valores de resistência ao impacto e seus respectivos desvios padrão para os três métodos de laminação. O compósito laminado pelo método manual apresentou resistência ao impacto igual a $5,55kJ/m^2(\pm 0,73kJ/m^2)$, o método a vácuo apresentou valor igual a $3,33kJ/m^2(\pm 0,16kJ/m^2)$ e o método RTM igual a $5,09kJ/m^2(\pm 0,23kJ/m^2)$.

Ficou evidente pelo gráfico que o método de laminação a vácuo absorveu menor quantidade de energia por unidade de área transversal. Segundo Chawla (2013), quanto maior a fração de matriz maior será capacidade de absorção de energia do compósito. A fase reforço em geral apresenta maior módulo de elasticidade e menor capacidade de deformação. Como foi mostrado no item 5.3, o método a vácuo apresentou menor fração de matriz e maior fração de reforço comparado aos outros métodos, estando de acordo com a observação de Chawla. Para os outros dois métodos, quando considerados os desvios padrão os resultados são estatisticamente iguais. O tratamento de dados ANOVA mostrado na Figura 54 mostra que que os métodos manual e RTM são tomados como similares enquanto o método a vácuo é inferior, com um intervalo de confiança de 95%.

Figura 53 – Valores de resistência ao impacto para os métodos de laminação manual, a vácuo e RTM.



Figura 54 - Valores de resistência ao impacto para os métodos de laminação manual, a vácuo e RTM.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2018.

Devido a adaptação dos corpos de provas na execução do ensaio, os resultados não são condizentes com os encontrados na literatura. (GARAY et al., 2011; RYDAROWSKI; KOZIOL, 2015) encontraram valores de resistência ao impacto da ordem de 50,0 e 70,0kJ/m² para laminação RTM e manual respectivamente.

6 CONCLUSÃO

Após a laminação de placas de compósitos de resina epóxi reforçada por fibras de vidro pelos métodos manual, a vácuo e RTM, ficou claro a maior facilidade de laminação pelo método manual e uma maior complexidade na laminação pelo método RTM, devido ao maior número de parâmetros a serem controlados. Para todos os métodos foi observado que os compósitos obtidos apresentaram na forma de placas planas de boa homogeneidade morfológica e dimensional.

A avaliação térmica mostrou que a resina epóxi degradou por completo acima de 650°C, onde não se observou mais a existência de massa. A fibra de vidro apresentou estabilidade térmica até 900°C, não sendo observado perda de massa na faixa de temperatura estudada.

Foi realizado a medição das frações parciais em volume de matriz, reforço e poros, sendo observado que o método a vácuo apresentou maior fração de reforço, igual a 54,2%, sendo 9,10% acima do método RTM e 21,3% acima do método manual. O método RTM apresentou maior fração de poros, igual a 10,6%. A avaliação microestrutural corroborou com os dados encontrados para as frações parciais em volume de matriz.

Os ensaios mecânicos mostraram que o método a vácuo proporcionou maiores valores de resistência em todos os aspectos, com tensão limite de ruptura a tração igual a $(382 \pm 29,8)MPa$ e módulo de elasticidade a tração igual a $(7,14 \pm 0,30)GPa$. O método RTM foi o que apresentou menores valores de resistência mecânica.

O ensaio de impacto Charpy mostrou que o método a vácuo absorveu a menor quantidade de energia por unidade de área, igual a $(3,33 \pm 0,16)kJ/m^2$ sendo 40,1% inferior ao método manual e 34,7% inferior ao método RTM.

Todos os resultados mecânicos estão relacionados diretamente à maior fração em volume de reforço nos compósitos laminados pelo método a vácuo. Quando se compara os métodos manual e RTM, a maior fração de poros prevaleceu à maior fração de reforço no método RTM, onde este apresentou menores valores de resistência mecânica.
7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Em virtude aos resultados encontrados para fração parcial dos constituintes, e principalmente a fração de poros serem diferentes ao descritos pela literatura, algumas mudanças nos processos de laminação podem ser realizadas afim de obter melhores resultados, tais como:

- Avaliar a utilização de filme absorvente de excesso de resina na laminação manual;
- Promover alterações na viscosidade da resina, principalmente pelo aumento de sua temperatura durante o processamento;
- Avaliar a influência da pressão na porosidade da matriz nos processos de laminação a vácuo e RTM;

Além de variações no processo, outras alterações podem ser avaliadas, tais como:

- Avaliação da influência de números de camadas de tecido de fibras na resistência mecânica e, mas frações parciais dos constituintes dos compósitos;
- Avaliação do tipo de tecelagem nas propriedades mecânicas dos compósitos;
- Realizar alterações físico-químicas na superfície das fibras de vidro;
- Avaliar a cura e pós-cura da resina nas propriedades mecânicas dos compósitos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABRAHAM, D.; MATTHEWS, S.; MCILHAGGER, R. A comparison of physical properties of glass fibre epoxy composites produced by wet lay-up with autoclave consolidation and resin transfer moulding. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 29, n. 7, p. 795–801, 1998.

ALSALIHI, M. A. J. Mechanical Properties of Glass Fiber Reinforced Polymer Bars After Exposure to Elevated Temperatures. 2014, 177 f. Dissertação (Mestrado) - University of Wisconsin Milwaukee, US, 2014.

AMIRKHOSRAVI, M.; PISHVAR, M.; ALTAN, M. C. Improving laminate quality in wet layup/vacuum bag processes by magnet assisted composite manufacturing (MACM). **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 98, p. 227–237, 2017.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. Ciência e Engenharia de Materiais. 3. ed. [s.l.] CENGAGE LEARNING, 2014.

ASTM D3039-00. Standad Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. **ASTM International**, 2002.

ASTM D3171-15. ASTM 3171- 15. Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials. **ASTM International**, p. 1–6, 2015.

ASTM D6110-18. Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics. **ASTM Book of Standards**, p. 1–17, 2018.

ASTM D790 – 17. Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. **ASTM Book of Standards**, p. 12, 2017.

AWERBUCH, J. et al. On the applicability of acoustic emission to identify modes of damage in full-scale composite fuselage structures. **Journal of Composite Materials**, v. 50, n. 4, p. 447–469, 2016.

BURAKOWSKI, L.; REZENDE, M. C. Modificação da rugosidade de fibras de carbono por método químico para aplicação em compósitos poliméricos. **Polimeros: Ciência e Tecnologia**, v. 11, p. 51–57, 2001.

CALLISTER, W. D. Ciencia e Engenharia de Materiais: uma introducao. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CANEVAROLO, S. V. Ciência dos Polímeros. 3. ed. [s.l.] Artliber, 2010.

CHAWLA, K. K. Composite Materials. 3. ed. [s.l.] Springer, 2013.

D'ALMEIDA, J. R. M.; MONTEIRO, S. N. Efeito da variação da razão resina/endurecedor sobre a resistência ao impacto de uma resina epóxi. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 44–49, 1996.

ESFAHANI, J. M.; ESFANDEH, M.; SABET, A. R. High-velocity impact behavior of glass fiber-reinforced polyester filled with nanoclay. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 125, p. 583–591, 2012.

GARAY, A. C. et al. Influence of calcium carbonate on RTM and RTM light processing and properties of molded composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 30, n. 14, p. 1213–1221, 2011.

HUNSTSMAN. Advanced Materials - High Performance Components, [s.d.].

LACERDA, K. A. et al. Influência da relação estequiométrica resina / endurecedor em propriedades mecânicas de compósitos ternários hierárquicos resina - epóxi / tecido de fibra de carbono / nanotubos de carbono. **Polímeros: Ciência e Tecnologia** v. 24, p. 222–227, 2014.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. 1. ed. [s.l.] Blucher, 2006.

MACHADO, J. J. M. et al. Improvement in impact strength of composite joints for the automotive industry. **Composites Part B: Engineering**, v. 138, n. November 2017, p. 243–255, 2018.

MÅRTENSSON, P.; ZENKERT, D.; ÅKERMO, M. Effects of manufacturing constraints on the cost and weight efficiency of integral and differential automotive composite structures. **Composite Structures**, v. 134, p. 572–578, 2015.

METTLER TOLEDO. **Medição de Densidade**. Disponível em: <https://www.mt.com/br/pt/home/applications/Laboratory_weighing/density-measurement.html>. Acesso em: 7 nov. 2018.

MOURITZ, A. P. et al. Review of advanced composite structures for naval ships and submarines. **Composite Structures**, v. 53, n. 1, p. 21–24, 2001.

NAYAK, S. K.; MOHANTY, S.; SAMAL, S. K. Influence of short bamboo/glass fiber on the thermal, dynamic mechanical and rheological properties of polypropylene hybrid composites. **Materials Science and Engineering A**, v. 523, n. 1–2, p. 32–38, 2009.

RAMLEE, R. et al. Properties of glass fiber-carbon nanotube (CNT)/epoxy composites. **Journal of Polymer Materials**, v. 30, n. 1, p. 103–116, 2013.

REN, P. et al. Experimental investigation on dynamic failure of carbon/epoxy laminates under underwater impulsive loading. **Marine Structures**, v. 59, p. 285–300, 2018.

REZENDE, M. C. O uso de compósitos estruturais na indústria aeroeaspacial. **Polímeros:** Ciência e Tecnologia, v. 10, n. 2, p. 10, 2000.

REZENDE, M. C.; COSTA, M.; BOTELHO, E. Compósitos Estrururais Tecnologia e Prática. São Paulo: Artliber, 2011.

RYDAROWSKI, H.; KOZIOL, M. Repeatability of glass fiber reinforced polymer laminate panels manufactured by hand lay-up and vacuum-assisted resin infusion. **Journal of Composite Materials**, v. 49, n. 5, p. 573–586, 2015.

SCHMIDT, T. M. et al. Permeability of hybrid reinforcements and mechanical properties of their composites molded by resin transfer molding. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 28, n. 23, p. 2839–2850, 2009.

WANG, F. et al. Size effect of graphene nanoplatelets on the morphology and mechanical behavior of glass fiber/epoxy composites. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 7, p. 3337–3348, 2016.

ZIMMERMANN, R.; ROLFES, R. POSICOSS - Improved postbuckling simulation for design of fibre composite stiffened fuselage structures. **Composite Structures**, v. 73, n. 2, p. 171–174, 2006.