

• U • C •

FCTUC FACULDADE DE CIÊNCIAS
E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE COIMBRA

Análise do comportamento mecânico de compósitos de fibras curtas carbono/epóxi

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

A study of the mechanical behavior of short fibers carbon/epoxy composites

Autor(a):

Joana Machado da Câmara Pestana

Orientadores:

Professor Doutor José António Martins Ferreira

Professor Doutor Carlos Bento Capela

Presidente	Professor Doutor José Domingos Moreira da Costa Professor Associado com Agregação da Universidade de Coimbra
Vogal	Professor Doutor Pedro Vale Antunes Professor Auxiliar Convidado da Universidade de Coimbra
Orientador	Professor Doutor José António Martins Ferreira Professor Catedrático da Universidade de Coimbra

Agradecimentos

A elaboração desta dissertação contou com grandes apoios. Gostaria assim de agradecer aos meus orientadores senhor professor José Martins Ferreira e ao senhor professor Carlos Capela pelo enorme apoio prestado e pelo grande profissionalismo;

ao senhor Fernando das oficinas, de uma enorme simpatia;

ao senhor professor Joel e ao senhor professor Pedro pela paciência, disponibilidade e todo o apoio prestado sempre que necessário;

aos amigos que fiz no departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra;

ao meu lar, República dos Açoreanos, e à Real República Palácio da Loucura, locais de grandes amizades e policromia de personalidades;

ao meu companheiro de equipa, pelo amor, tranquilidade e positivismo;

à minha mãe e ao meu pai por todo o empenho relativamente à minha formação a todos os níveis.

Resumo / Abstract

Este estudo foi realizado na Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade de Coimbra e no Instituto Politécnico de Leiria, com o propósito de avaliar as propriedades mecânicas de compósitos reforçados com fibras curtas de carbono de matriz de resina epóxi.

As fibras curtas tornaram-se reforços bastante eficazes no que toca resistência dos materiais poliméricos. Foi já estudado que, em certos casos, mesmo tratando-se de pequenas quantidades de fibras, a resistência do compósito tende a aumentar drasticamente.

Os parâmetros considerados para a avaliação do comportamento mecânico destes compósitos foram a rugosidade, a tensão de ruptura, o módulo de armazenamento estático e dinâmico, a temperatura de transição vítrea, entre outros.

Tenciona-se, com este estudo, criar uma contribuição para um melhor conhecimento da influência não só da percentagem mas também do comprimento de fibra no comportamento mecânico de tipo de compósitos.

Os compósitos em estudo foram fabricados por moldação por compressão e a resina usada na matriz foi a Biresin®CR120. Foram utilizadas fibras curtas de carbono em diferentes percentagens e diferentes comprimentos (2,4, e 6 mm) de fibra. As placas de compósitos foram assim maquinadas para que os provetes tivessem as dimensões desejadas, mais nomeadamente para os ensaios de tracção e DMA.

Realizaram-se ensaios de rugosidade, ensaios de tracção e de DMA, de modo a avaliar a existência de alguma relação da percentagem e comprimento da fibra com os parâmetros mencionados. Foi também realizada uma avaliação ao microscópio electrónico de varrimento (SEM) de modo a analisar mais detalhadamente a superfície livre e de fractura dos provetes fracturados após a sujeitos à tracção.

Palavras chave: fibras curtas de carbono, compósitos carbono/epóxi, comportamento mecânico, comprimento de fibra, percentagem de fibra, rugosidade, tensão de ruptura, DMA, SEM;

Resumo / Abstract

This work took place at Faculty of Sciences and Technology, University of Coimbra and Polytechnic of Leiria aiming an evaluation of short fibers carbon/epoxy composites mechanical properties.

Carbon short fibers are known by its effectiveness on improving mechanical performance of polymeric materials. It is also studied that in even small amounts the fibers could drastically increase composites strength.

The parameters considered on this work to evaluate the composites mechanical behavior were the roughness, the tensile strength, the storage modulus (static and dynamic), glass transition temperature, and others and this works aims to be a contribution for a better knowledge about the influence of fiber length and content on mechanical properties of this kind of materials.

The composites were manufactured by compression moulding using short fiber reinforcements with different lengths (2, 4 and 6 mm). The resin used as matrix was Biresin®CR120 and the specimens were machined from the plates for desired dimensions to the tensile and DMA tests.

Roughness evaluation, tensile and DMA tests were made with the purpose of study any possible relation between the described parameters and the length and fiber content. A SEM (Scanning electron microscope) analysis was also made in order to have a more detailed view of the fracture and free surface.

Key words: carbon short fibers, carbon/epoxy composites, mechanical behavior, fiber length, fiber content, roughness, tensile strength, DMA, SEM;

Índice geral

Cap. 1. Introdução	1
Cap. 2. Revisão bibliográfica.....	3
2.1. Tipos de compósitos.....	3
2.2. Fibras	5
2.3. Resinas.....	6
2.4. Comportamento mecânico dos compósitos de fibras curtas	7
Cap. 3. Materiais e procedimento experimental	12
Cap.3.1.Fabrico.....	12
Cap.3.2.Rugosidade da superfície	15
Cap.3.3.Comportamento à tracção	17
Cap.3.4.Análise MEV (microscópio electrónico de varrimento)	18
Cap.3.5. Análise termomecânica (DMA)	19
Cap. 4. Resultados	22
Cap.4.1. Rugosidade da superfície	22
Cap.4.2 Comportamento à tracção	26
Cap.4.3.Análise MEV (microscópio electrónico de varrimento)	33
Cap.4.4. Análise termomecânica (DMA)	41
Cap. 5. Conclusões e recomendações para trabalhos futuros.....	44

Índice de figuras

Figura 1-Classificação dos materiais compósitos.	3
Figura 2-Fibra curta de carbono	6
Figura 3-Fibra de carbono contínua (vendidas em carretéis	6
Figura 4-Fibra curta de basalto.....	9
Figura 5 - Variação da tensão de ruptura com a percentagem de fibra [27].	10
Figura 6 - Variação do módulo de Young com a percentagem de fibra [27].	11
Figura 9 - Geometria do molde.	13
Figura 10 – Máquina de compressão.	13
Figura 11 - Chapas moldadas antes do corte.	14
Figura 12-Geometria do corte das placas (150x100x5 mm).	14
Figura 13-Geometria dos provetes.....	14
Figura 14 - Rugosímetro Mitutoyo Surftest- SJ-500/P Series.....	15
Figura 15 - Representação gráfica da rugosidade média, Ra.	15
Figura 16 - Representação gráfica da rugosidade em profundidade, Rz.	16
Figura 17 - Exemplo de um perfil de rugosidade (comprimento da fibra : 2 mm ; percentagem de fibra :45%).	16
Figura 22 - Máquina de ensaios Instron.	17
Figura 31 - Microscópio electrónico de varrimento Philips XL30.....	18
Figura 59-Triton Technology TRITEC 2000.	19
Figura 60-Esquema de flexão biapoiada (3 point bending).	20
Figura 18-Perfil de rugosidade médio para uma percentagem de 50% de fibra de 6mm de comprimento para a direcção transversal e longitudinal.	23
Figura 19-Variação do Ra com a percentagem de fibra consoante o comprimento da fibra e direcção do ensaio para comprimentos de 2 e 6 mm.	24
Figura 20-Variação do Rz com a percentagem de fibra consoante o comprimento da fibra e direcção do ensaio.	25
Figura 21-Perfil médio da rugosidade média dos compósitos de fibra de 2mm ensaiados na direcção transversal e dos compósitos de fibra de 6 mm na direcção longitudinal.....	25
Figura 23-Efeito da concentração de fibra nas curvas tensão-deformação para fibras de comprimento de 6mm.	26

Figura 24-Efeito do comprimento da fibra nas curvas tensão-deformação para uma concentração de fibra de 60%.....	27
Figura 25-Efeito da concentração de fibra nas curvas tensão deformação para fibras de comprimento de 2 mm.....	28
Figura 26-Efeito do comprimento da fibra nas curvas tensão-deformação para uma concentração de fibra de 50%.....	28
Figura 27-Efeito da concentração de fibra nas curvas tensão deformação para fibras de comprimento de 4 mm.....	29
Figura 28-Variação da tensão de ruptura média dos ensaios com o percentagem de fibra para 6mm de comprimento de fibra.	31
Figura 29-Variação do Módulo de Young médio dos ensaios com o percentagem de fibra para 6mm de comprimento de fibra.	32
Figura 30-Variação da média da tensão de ruptura com o comprimento.....	32
Figura 32 - Superfície de fractura 200X (2mm60%).	33
Figura 33 - Superfície de fractura 1000X (2mm60%).	33
Figura 35 - 2ª Superfície de fractura 1000X (2mm60%).....	34
Figura 34 - 2ª Superfície de fractura 200X (2mm60%).....	34
Figura 37 - Superfície livre 200X (2mm60%).	34
Figura 36 - Superfície livre 40X (2mm60%).	34
Figura 38 - Superfície livre 1000X (2mm60%).	34
Figura 39 - Superfície de fractura 200X (4mm55%).	35
Figura 40 - Superfície de fractura 1000X (4mm55%).	35
Figura 41 - 2ª Superfície de fractura 1000X (4mm55%).....	36
Figura 42 - Superfície de fractura 200X (4mm55%).	36
Figura 43 - Superfície de fractura 200X (4mm55%).	36
Figura 44 - Superfície livre 200X (2mm60%).	37
Figura 45 - Superfície livre 40X (2mm60%).	37
Figura 46 - Superfície livre 1000X (2mm60%).	37
Figura 48 - Superfície de fractura 1000X (4mm60%).	38
Figura 47- Superfície de fractura 200X (4mm60%).	38
Figura 51-Superfície livre 1000X (4mm60%).	39
Figura 52-Superfície livre 200X (4mm60%).	39
Figura 54-Superfície de factura 200X (6mm60%).	39
Figura 53-Superfície de factura 40X (6mm60%).....	39
Figura 55-Superfície de factura 1000X (6mm60%).	39

	Índice
Figura 56-Superfície livre 40X (6mm60%).	40
Figura 57-Superfície livre 200X (6mm60%).	40
Figura 58-Superfície livre 1000X (6mm60%).	40
Figura 61-Exemplo de resultados de DMA para análises de frequência a 1 e 10 Hz. (l=6 mm, wt=60%).	41
Figura 62-Influência da percentagem de fibra nas curvas de DMA a 10Hz para um comprimento de fibra de 6mm.	42
Figura 63-Influência do comprimento das fibras nas curvas de DMA A 10 Hz para uma percentagem de fibra de 60%.....	43

Índice de tabelas

Tabela 1-Tipos de matriz e respectivos reforços no fabrico de compósitos.....	4
Tabela 2-Condições de corte.....	14
Tabela 3-Valor do comprimento amostral, l_m , e comprimento da margem, l_r (cut off), consoante R_a e R_z	16
Tabela 4-Resultados obtidos nos ensaios de R_a e R_z para diferentes os diferentes percentagens e comprimentos de fibra e respectivo desvio padrão.	22
Tabela 5-Tensão de ruptura e Módulo de Young médios dos ensaios e respectivo desvio.	30
Tabela 6-Resumo das propriedades termomecânicas obtidas dos testes de DMA a 1 Hz e 10 Hz)	42

Simbologia e siglas

l – Comprimento da fibra

wt – concentração de fibra

σ_R – Tensão de ruptura

T_g – Temperatura de transição vítrea

$\tan\delta$ – representa o rácio de dissipação de energia , “damping”

R_a – Rugosidade média

R_z – Rugosidade em profundidade

l_m - comprimento, na direção da linha média, utilizado para o estabelecimento do perfil a avaliar

l_r – Valor de corte (“cut off”) ou comprimento de base

ε – deformação

E – Módulo de armazenamento estático , ou módulo de Young

E' - Módulo de armazenamento dinâmico (representa a parcela elástica do comportamento)

E'' - Módulo de perda (representa a parcela viscosa do comportamento)

f – frequência de oscilação

Cap. 1. Introdução

A origem dos materiais compósitos é ancestral, usando como reforços materiais naturais como palha ou madeira. Mais recentemente, o desenvolvimento dos materiais compósitos resultou da necessidade de procura de materiais mais leves, com boas propriedades químicas e mecânicas (equivalentes aos materiais convencionais, como cerâmicos, polímeros e ligas metálicas). Os compósitos são assim uma combinação de vários materiais com propriedades distintas que mantêm a sua identidade após a mistura.

Sendo que os compósitos não existem naturalmente, estes são constituídos por uma matriz e por um reforço, que tem como função melhorar as propriedades do material da matriz. Na maior parte das vezes o material reforço possui mais dureza, resistência mecânica, e rigidez que a matriz. A seleção dos materiais (matriz e reforço) para um compósito depende de objetivos específicos a atingir, tendo-se em consideração propriedades como: a resistência à corrosão, a rigidez, o peso, a resistência estática e à fadiga, a expansão térmica, as propriedades eletromagnéticas, a condutibilidade térmica, o comportamento acústico e o aspeto visual.

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras são muito atrativos devido à sua facilidade de fabrico, acessibilidade financeira e propriedades mecânicas. As propriedades mecânicas são dependentes da percentagem de fibra, da sua orientação e homogeneidade de distribuição, e do seu comprimento. O principal objetivo do trabalho proposto é analisar os efeitos do comprimento e percentagem de fibra no comportamento mecânico dos compósitos. Será estudado o efeito destes parâmetros na resistência à tracção, módulo de armazenamento, entre outros.

Os compósitos considerados neste trabalho destinar-se-iam a um uso na indústria aeronáutica pois a combinação em questão resultaria em altos valores de resistência à tracção e módulo de Young.

A dissertação encontra-se estruturada em quatro capítulos: introdução, revisão bibliográfica, materiais e procedimento experimental, conclusões e trabalhos futuros. No capítulo 2, é feita uma revisão bibliográfica sobre o tema, uma breve descrição dos materiais (matrizes e reforços) e uma análise dos resultados conhecidos na literatura sobre o comportamento mecânico de materiais de fibras curtas. O capítulo 3 descreve os materiais e as técnicas de fabrico utilizadas na investigação, os ensaios e equipamentos utilizados, devidamente separado por secções apresentando também os resultados obtidos em casa tipo de avaliação. O capítulo 4 resume os aspectos mais notórios do trabalho desenvolvido, discute os resultados, apresenta as principais inferências e algumas sugestões para futuros trabalhos.

Cap. 2. Revisão bibliográfica

2.1. Tipos de compósitos

Consoante o tipo de reforço e de matriz os materiais compósitos classificam-se correntemente de acordo com o modelo esquematizado na figura 1:



Figura 1-Classificação dos materiais compósitos.

Tendo em conta os três grandes grupos de materiais usados como matrizes (polímeros, metais e cerâmicos), a tabela 1 resume as matrizes e reforços usados correntemente no fabrico de compósitos.

MATRIZ		REFORÇO	
Orgânica (PMC's Polymer Matrix Composites)	Polímeros termoplásticos Polímeros termoendurecíveis	Mineral	Fibra de vidro Fibra de Carbono
		Orgânico	Aramida Poliamida
		Metálico	Boro Alumínio
Metálica (MMC's – metal matrix composites)	Ligas leves de alumínio, magnésio, titânio	Mineral	Carbono Carboneto de Silício
		Metálico	Boro
		Misto	Boro revestido com carboneto de silício
Cerâmica (CMC's – ceramic matrix composites)		Mineral	Carbonetos
		Metálica	Boro ou tungsténio

Tabela 1-Tipos de matriz e respectivos reforços no fabrico de compósitos.

2.2. Fibras

As fibras usadas com mais frequência são: as fibras de carbono, as fibras de vidro, as aramidas (sendo a comercialmente designada por KEVLAR a mais usada), as fibras de boro, fibras de poliéster, fibras de polietileno e as fibras de basalto.

Fibras de vidro e aramidas são as mais comuns, aliando as boas propriedades com o baixo custo. Existem comercialmente três tipos de fibras de vidro: tipo C (chemical), E (electrical) ou S (stiffness). As principais características são: alta resistência à tração e compressão, o baixo custo relativamente a outras fibras, a alta resistência química e térmica, boas propriedades de isolamento acústico, térmico e elétrico. Apresentam desvantagens, como o módulo de elasticidade reduzido, elevada massa específica, alta sensibilidade à erosão e e baixa resistência à fadiga.

Relativamente às aramidas as suas mais importantes características são a baixa massa específica e alta resistência à tração, a elevada resistência ao impacto, baixa condutividade elétrica, alta resistência química excetuando ácidos e bases concentrados. elevada resistência à abrasão, boa resistência às chamas com capacidade de auto-extinção, excelente comportamento sob temperaturas elevadas de serviço. No entanto apresentam aspectos negativos como a baixa resistência à compressão, degradação sob a luz ultra-violeta, absorção elevada de humidade e fraca adesão fibra/resina.

As fibras de carbono provêm de materiais orgânicos que se encontram já sob a forma de filamentos, pelos seguintes processos:

- Oxidação – Estabilização no intervalo de 200 a 300 °C acompanhada de estiramento para a orientação molecular desejada;
- Carbonação em atmosfera de azoto em intervalos de 1000 a 1500 °C;
- Grafitação a temperaturas superiores a 1800 °C.

As fibras de carbono apresentam boas propriedades como elevada resistência à tração, elevado módulo de elasticidade, baixa massa específica, elevada condutibilidade elétrica e estabilidade dimensional, baixo coeficiente de dilatação térmica, suporta elevadas temperaturas de serviço, elevada inércia química excetuando ambientes muito oxidantes, boas características de amortecimento estrutural. Apresentam desvantagens como a baixa resistência ao impacto, a

elevada condutibilidade térmica, apresenta fratura frágil e baixa deformação antes da fratura, baixa resistência à compressão e o custo elevado.



Figura 2-Fibra curta de carbono



Figura 3-Fibra de carbono contínua (vendidas em carreteis)

2.3. Resinas

Nos compósitos poliméricos as matrizes são polímeros de cadeia curta e de baixa densidade, normalmente provenientes de petróleo.

As resinas sintéticas podem ser termoendurecíveis, cujas cadeias se entrelaçam depois de serem expostas a altas temperaturas, sem que a sua forma se volte a perder, ou termoplásticas, ganhando fluidez quando a temperatura aumenta.

As principais resinas termoendurecíveis são o epóxi, as fenólicas e o poliéster. A resina epóxi líquida merece especial atenção pela sua boa resistência química, boas propriedades elétricas e térmicas e por contrair pouco no processo de cura embora tenha mais limitados ciclos de cura. A resina do tipo fenólica (que pode ser do tipo Novolac ou Resole, dependendo das condições da reação) resulta da reação de um fenol com metileno glicol e apresenta boas propriedades térmicas, resistência ao fogo, e boas propriedades elétricas, limitando-se apenas na cor.

O poliéster é das resinas mais utilizadas pelo seu fácil uso, a sua cura dá-se a temperatura ambiente, possui boa resistência química e também boas propriedades elétricas. Infelizmente produz emissões de estireno, contrai bastante durante a cura e é muito inflamável.

Recentemente, com as crescentes preocupações ambientais, tem crescido a utilização de resinas termoplásticas, como o polipropileno, polietileno, poliestireno, o ABS (Acrilonitrila butadieno estireno), as poliamidas, etc.

A poliamida é uma resina com excelentes propriedades térmicas, resistindo muito ao fogo, mas causa limitações ao nível da cor. O poliuretano possui muito boa resistência química, e alta dureza, sendo assim bastante resistente ao impacto e muito resistente à erosão. Precisa da presença de isocianetos para curar.

O silicone apresenta ótimas propriedades térmicas, excelente resistência química, ótimas propriedades elétricas, é resistente à hidrólise e oxidação, muito resistente ao fogo e não é tóxico. Contudo tem mais limitações a nível de adesão, longos ciclos de cura e apenas cura a altas temperaturas.

O Vinil Ester tem uma boa resistência à fadiga, muito boa resistência química e boa dureza, mas tem muitas emissões de estireno, contrai bastante durante a cura e é muito inflamável.

2.4. Comportamento mecânico dos compósitos de fibras curtas

Os compósitos de fibras curtas refletem algumas vantagens comparativamente aos compósitos reforçados com fibras contínuas, como o menor custo, propriedades mecânicas mais isotrópicas e processamento mais fácil, o que leva a sua ampla utilização nas indústrias de transportes e da construção. Os polímeros reforçados com fibras curtas (*SFRPs - short fiber reinforced polymers*) foram projetados para ocupar o intervalo significativo entre as propriedades mecânicas de laminados de fibras contínuas usadas como estruturas primárias altamente carregadas e polímeros não reforçados utilizados em aplicações sem carregamento significativo [1–3]. As resinas epóxi têm elevado módulo de elasticidade, excelente desempenho térmico e boa resistência química [4], mas pelo contrário têm um comportamento de fratura frágil e fraca resistência à propagação de fendas [5]. As fibras curtas de carbono apresentam uma alto rácio comprimento/raio (L/R) e mais mecanismos de falha adjacentes. As fibras curtas de carbono têm altos rácios de comprimento/raio, apresentando complexos mecanismos de falha como arrancamento de fibra, delaminação e a própria ruptura da fibra [6].

Mesmo considerando a alta resistência e o módulo de Young dos compósitos termoendurecidos como a resina epoxi, os seus processos de cura são bastante duradouros. Uma alternativa para tal é assim o uso de compósitos termoplásticos com comprimentos de fibra de carbono compreendidos entre 10 e 20 mm, preparados normalmente por processos injecção[7,8], de modo a melhorar as propriedades mecânicas dos componentes.

As fibras de carbono são normalmente vistas como a solução para a obtenção de alto desempenho mecânico para compósitos de matriz polimérica, como a poliamida [9], PPS [10], PEEK [11] and PTFE [12]. Wei Luo et al. [13]. , sendo que estão associadas ao aumento da tensão de ruptura, módulo de Young, e dureza de misturas PPS/PTFE .

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras curtas são de fácil fabrico através de técnicas comuns como extrusão, moldação por injecção [14,15], ou por moldação por compressão (mais barato).

Factores como a dispersão das fibras, rácio comprimento/raio, percentagem, e comprimento, têm um grande papel na melhoria as propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos de fibras curtas.

Shao et al [16] realizou um estudo do efeito do comprimento da fibra na dureza dos polímeros reforçados com fibras curtas, em que se nota um aumento significativo da dureza com o aumento do comprimento médio das fibras. Nevin et al. [17] obteve um aumento da tensão de ruptura e do módulo de Young com o aumento do percentagem de fibra em compósitos poliméricos reforçados com fibras curtas de carbono fabricados por extrusão e injecção.

O uso de novas técnicas para para a produção de compósitos reforçados com fibras curtas de carbono depende da sua capacidade de obter uma boa dispersão da fibra em materiais de elevada performance. A distribuição e dispersão das das fibras de carbono é assim um objectivo de elevada importância nos estudos de compósitos. Estas características são normalmente avaliadas por processos são destrutivos, como o scanning C ultrasónico e emissão acústica [18,19].

Dong-Jun Kwon et al [20] investigaram a hipótese do uso do mapeamento por resistência eléctrica a duas dimensões (2D ER) de forma a avaliar a dispersão da fibra de carbono e desta forma prever danos nos compósitos de propileno-poliamida.

Tiesong Lin et al [21] estudaram o efeito do comprimento da fibra nas propriedades mecânicas e no comportamento de fratura em compósitos de matrix geopolimérica reforçados com fibras curtas de carbono, preparados por tratamento de dispersão ultrasônico, originando mais resistência à flexão, até cerca de 4.4 vezes mais do que as obtidas em compósitos de matriz poliméricas com reforço de fibras de comprimentos de 7mm.

F. Rezaei et al [23] utilizou os ensaios de DMA para medir as propriedades de resposta a oscilação dos compósitos poliméricos reforçados com fibras curtas de carbono, em que se notou que um aumento do comprimento da fibra estaria associado a uma melhor estabilidade térmica e melhores propriedades de resposta a oscilação.

Apresenta-se de seguida uma análise mais detalhada do artigo P. Amuthakkannan et al. [27], que desenvolve uma análise das propriedades mecânicas (à tracção) de um compósito de fibras curtas poliéster/fibras de basalto usando uma metodologia semelhante à que se segue nesta dissertação. A resina usada na análise referida foi um poliéster não saturado e fibras de basalto de diferentes comprimentos. A dispersão das fibras foi feita manualmente. Os compósitos foram fabricados com o método de moldação por compressão e a resina de poliéster insaturada foi usada como matriz, o naftenato de cobalto como acelerador e a butanona como catalisador. Foram estudadas fibras de basalto com 4, 10, 21, e 50 mm de comprimento. A Fig. 4 mostra o aspeto das fibras usadas. A cura das amostras foi de 24 horas a temperatura ambiente. O percentagem de fibra nos compósitos foi sendo aumentado gradualmente em intervalos percentuais de 10 % (sendo que primeiro tem-se compósitos com 10% de fibra, 20 %, 30 %, e assim sucessivamente até perfazer os 90%).



Figura 4-Fibra curta de basalto

As Figuras 6 e 7 retratam a influência do comprimento da fibra e da % de fibra na resistência à tração e no módulo de Young, respectivamente. Verifica-se que mais fibra de basalto conduziu a maiores tensões de ruptura e do módulo, como seria de esperar. O efeito do comprimento das fibras não mostra uma tendência bem definida. Em todos os casos e para ambos as propriedades, por volta dos 70% de fibra, ocorre uma saturação, com conseqüente perda de adesão entre a fibra e a matriz.

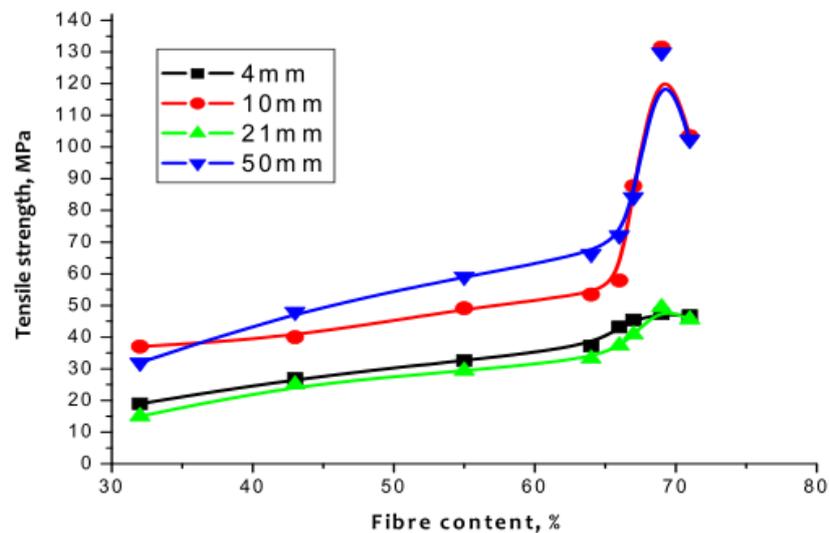


Figura 5 - Variação da tensão de ruptura com a percentagem de fibra [27].

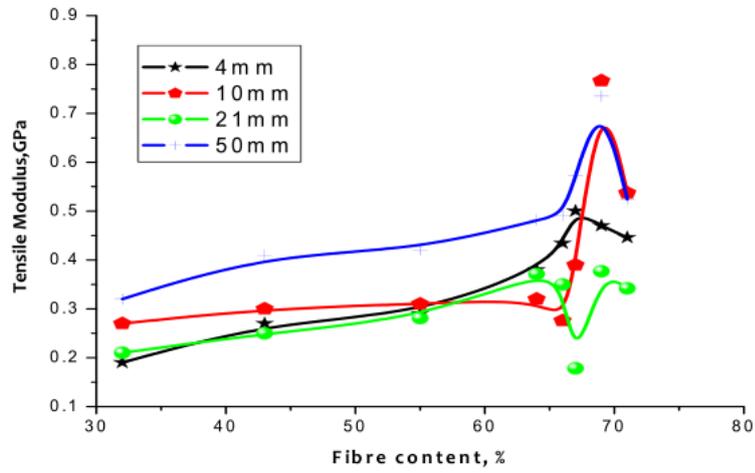


Figura 6 - Variação do módulo de Young com a percentagem de fibra [27].

Cap. 3. Materiais e procedimento experimental

Cap.3.1.Fabrico

Os compósitos de matrizes poliméricas foram reforçados com diferentes fracções mássicas de fibras de carbono de diferentes comprimentos (2, 4 e 6 mm de comprimento).

A matriz usada foi a resina Biresin®CR120, constituída de bisfenol A, resina epoxi, 1,4-bis (2,3 epoxipropoxi) butano, combinada com o endurecedor CH120-3, ambos fornecidos pelo produtor Sika, de Estugarda, Alemanha. De acordo com o produtor, esta combinação apresenta altas propriedades mecânicas, óptima adesão e boa resistência química. A viscosidade combinada da resina epóxi e do agente de cura usado, a 25 °C, foi de 240mPa.s. A relação de mistura da resina e do agente de cura recomendada pelo produtor foi de 10:3 em massa.

As fibras curtas de carbono foram fornecidas pela companhia Sigrafil, SGL group, Alemanha.

Antes do fabrico dos compósitos, foram adicionados 150 mL do solvente diclorometano a 1 grama de fibra de carbono num balão de Erlenmeyer. A mesma mistura foi misturada mecanicamente durante 5 minutos, seguida 1 minuto de repouso, observando-se uma boa dispersão. Seguidamente a mesma mistura foi imersa num banho ultrasónico de 7 minutos, de maneira a aumentar a dispersão das fibras (fig 5). As amostras são então filtradas a velocidade moderada num filtro de 90 mm de diâmetro, aproveitando-se os solventes e no fim sujeitas a um processo de evaporação durante cerca de 40 horas a temperatura ambiente (fig 4.2).



Figura 7 - Mistura depois do banho ultrasónico.



Figura 8 - Mistura depois da evaporação.

Os compósitos foram fabricados por um processo de compressão, usando um molde metálico fabricado especialmente para esta investigação (fig 7). A resina foi antecipadamente preparada e submetida a vácuo. Seguidamente foi adicionada uma quantidade de fibras curtas de carbono previamente submetidas a um tratamento de separação. Depois disto, os materiais são misturados e a mistura é colocada no molde. É aplicado um esforço de compressão de 1500 kg, correspondente a uma pressão de cerca 60 MPa. As chapas resultantes são então sujeitas a processos de cura e pós-cura. Relativamente à cura, dá-se à temperatura ambiente durante 8 horas no molde, e os tratamentos de pós-cura incluem várias fases, primeiro as chapas são sujeitas a uma temperatura de 55°C por 16 horas, depois a 75°C por 3 horas e finalmente a 120°C durante 12 horas.

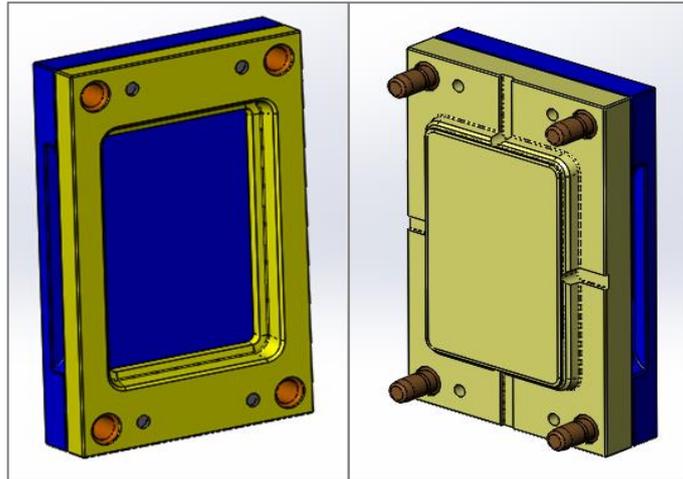


Figura 7 - Geometria do molde.

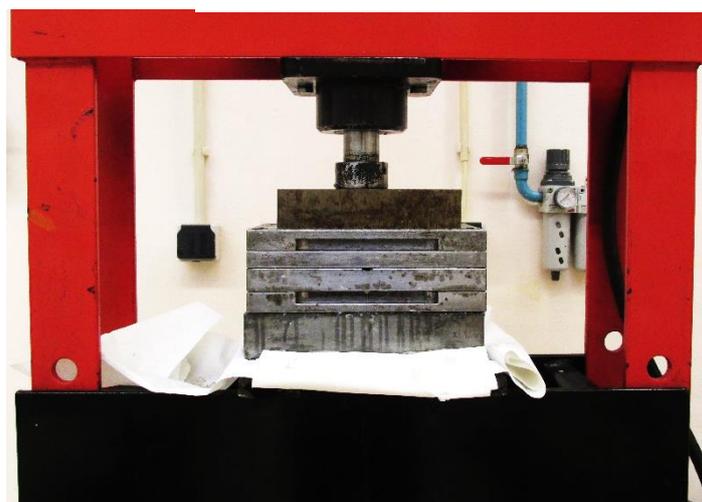


Figura 8 – Máquina de compressão.

As chapas moldadas tinham cerca de 150x100x5 mm (fig.9). A partir destas chapas foram maquinados os provetes destinados aos ensaios de tracção (fig 10) com a geometria e dimensões ilustradas na figura 11. Os parâmetros usados no processo estão expressos na tabela 2 :



Figura 9 - Chapas moldadas antes do corte.

Velocidade de rotação (rpm)	Velocidade de corte (mm/min)	Feed rate milling, (mm/rot)	Radial increment, (mm)	Ângulo de inclinação (°)
1500	150	0.2	1.0	0

Tabela 2-Condições de corte.

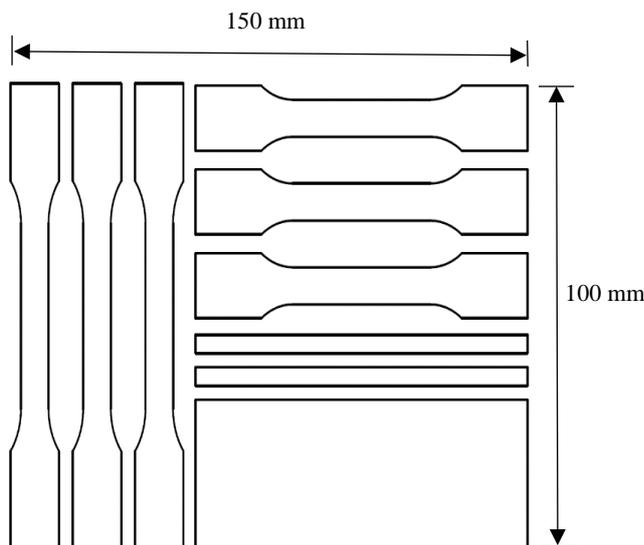


Figura 10-Geometria do corte das placas (150x100x5 mm).

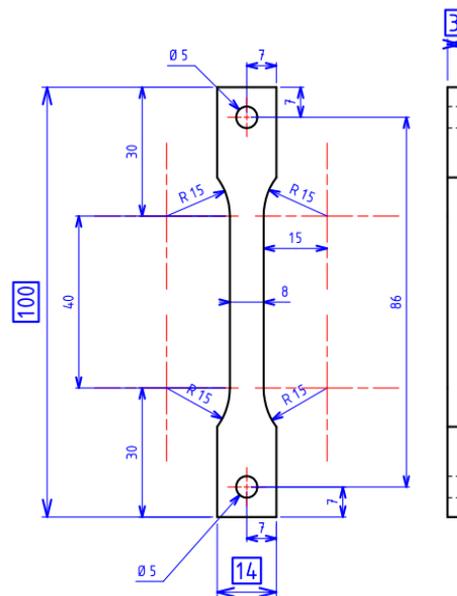


Figura 11-Geometria dos provetes.

Cap.3.2.Rugosidade da superfície

A rugosidade é um dos factores mais determinantes para o comportamento mecânico dos materiais. Assim, foram estudados os efeitos do comprimento e do percentagem percentual de fibra na rugosidade dos provetes. Para a determinação do perfil de rugosidade dos provetes, foi usado um rugosímetro *Mitutoyo Surftest- SJ-500/P Series* (fig. 12) de acordo com a norma DIN EN ISO 4288 standard. Os parâmetros de rugosidade medidos foram a rugosidade média aritmética, R_a , e a média de profundidade de rugosidade, R_z .

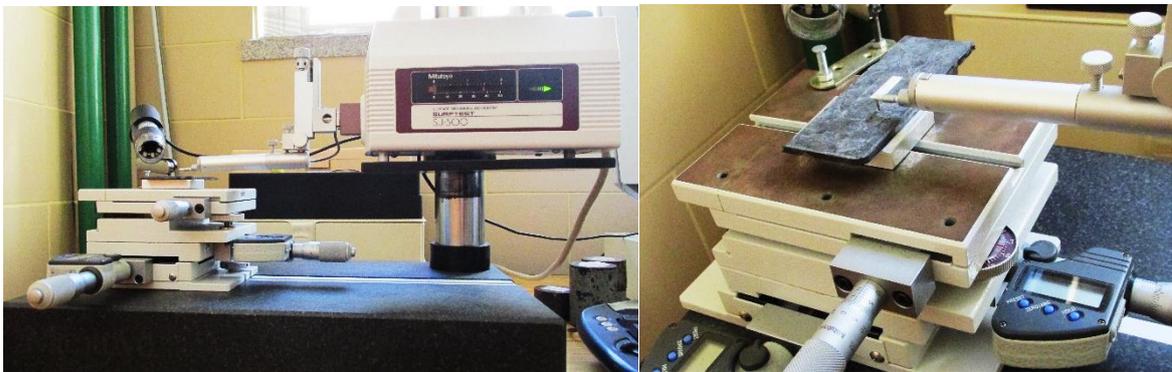


Figura 12 - Rugosímetro Mitutoyo Surftest- SJ-500/P Series.

R_a representa a média dos valores absolutos das ordenadas em função da linha média do perfil de rugosidade em questão, enquanto que R_z ou $R_{M\hat{A}X}$ corresponderá à média das distâncias verticais entre o pico mais alto e o vale mais profundo para cada comprimento l_r da amostra.

Sendo R_a e R_z dados pelas equações 1 e 2 :

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (1)$$

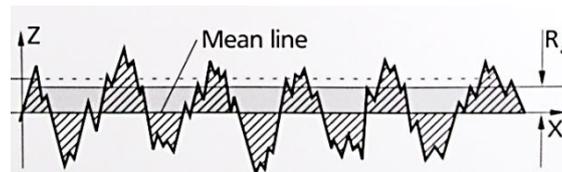


Figura 13 - Representação gráfica da rugosidade média, R_a .

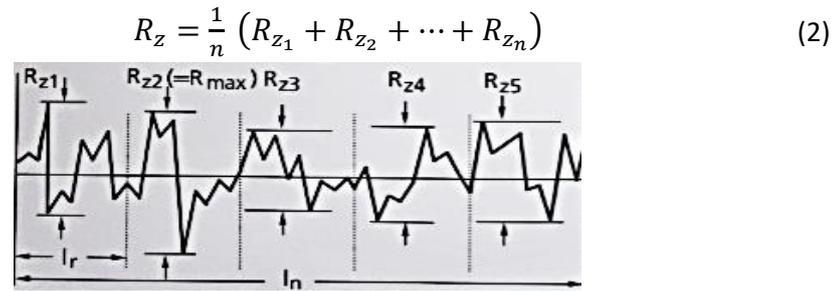


Figura 14 - Representação gráfica da rugosidade em profundidade, R_z .

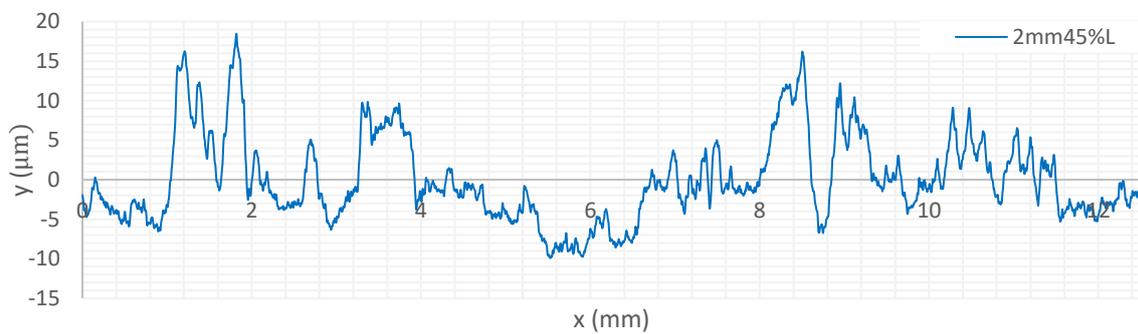


Figura 15 - Exemplo de um perfil de rugosidade (comprimento da fibra : 2 mm ; percentagem de fibra :45%).

Adoptaram-se para condições de medição uma velocidade de 0,1 mm/s, para um comprimento de amostragem, l_m de 12,5 mm, com 2,5 mm de margem (cut off) para cada lado, prefazendo 17.5 mm, pois trata-se da distância de medição aconselhável segundo a norma NBR ISO 4287/2002 para R_z compreendidos entre 10 e 50 μm , como consta na tabela 3.

Rugosidade média R_a (μm)	Rugosidade R_z ou $R_{M\acute{A}X}$ (μm)	l_r (mm)	l_m (mm)
Até 0,1	Até 0,5	0,25	1,25
De 0,1 até 2,0	De 0,5 até 10,0	0,8	4,0
De 2,0 até 10,0	De 10,0 até 50	2,5	12,5
Acima de 10,0	Acima de 50,0	8,0	40,0

Tabela 3-Valor do comprimento amostral, l_m , e comprimento da margem, l_r (cut off), consoante R_a e R_z .

Cap.3.3.Comportamento à tracção

Os ensaios de tracção foram realizados em 6 provetes de cada série a temperatura ambiente. Foi usada uma máquina de testes electromecânica Instron Universal Testing machine (Instron, High Wycombe, UK), model 4206, (Fig. 15) com um rácio de extensão de 1 mm/min. Foram testados, até à ruptura, seis provetes de cada série (mesmo comprimento de fibra e mesmo percentagem percentual), em que três deles provinham de um corte longitudinal à placa original, e os outros três de corte transversal. A elongação foi mensurada através de um extensómetro com 50 mm de comprimento de referência (Instron, model A1439-1007).

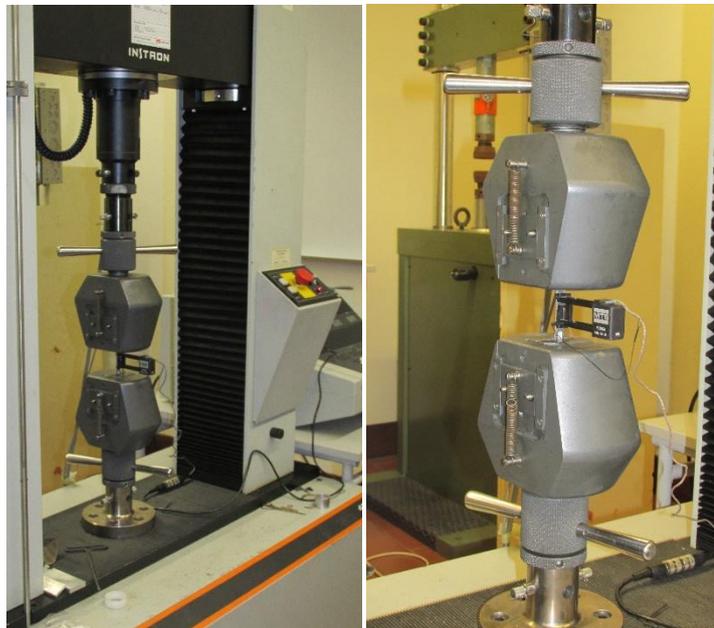


Figura 16 - Máquina de ensaios Instron.

O módulo de Young é calculado na zona linear da curva tensão deformação através da expressão 3.

$$E = \frac{\sigma(\varepsilon)}{\varepsilon} \quad (3)$$

Cap.3.4.Análise MEV (microscópio electrónico de varrimento)

Depois dos ensaios de tracção, as respectivas fracturas foram pulverizadas com ouro e observadas ao microscópio electrónico de varrimento modelo Philips XL30 (Fig. 31) de modo a entender a dispersão da fibra, adesão, e os mecanismos de falha.



Figura 17 - Microscópio electrónico de varrimento Philips XL30.

Cap.3.5. Análise termomecânica (DMA)

A análise termomecânica foi realizada por ensaios DMA , identificando a temperatura de transição vítrea dos compósitos e a influência da temperatura e frequência do ensaio no comportamento termomecânico dos compósitos. Desta forma obteve-se a módulo elástico dinâmico (diferente do módulo obtido a nível estático) para diferentes temperaturas, e o módulo de perda (loss modulus) consoante o aumento da temperatura e alteração da frequência. A máquina utilizada para os testes foi a Triton Technology TRITEC 2000 (representada na fig.59), na ESTG de Leiria, e os provetes testados, de medidas 40x4x3, estavam biaopoiados com uma frequência aplicada no meio (flexão em 3 pontos). A temperatura inicial dos ensaios foi a temperatura ambiente, e a temperatura final cerca de 200 °C em que o aquecimento foi feito a 2°C/min.

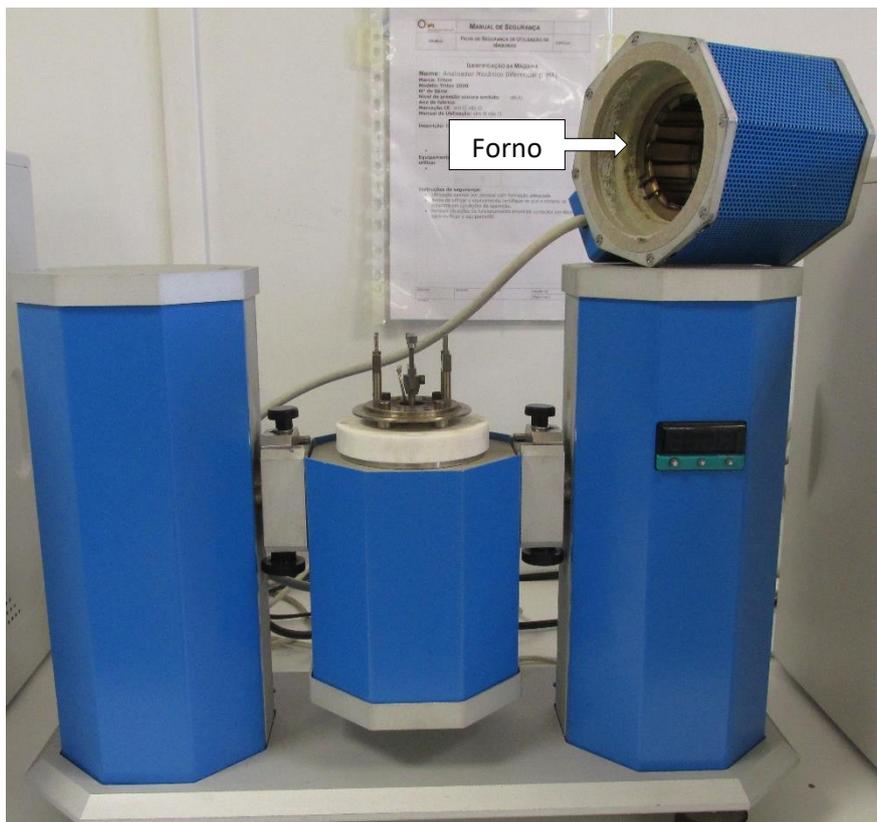


Figura 18-Triton Technology TRITEC 2000.

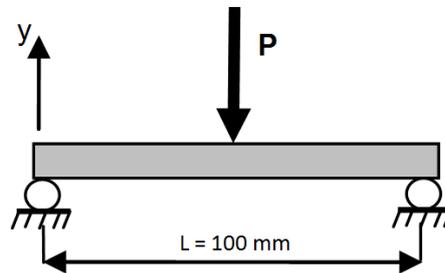


Figura 19-Esquema de flexão biapoiada (3 point bending).

Os ensaios foram feitos para um deslocamento de 0,05 mm a frequências de vibração de 1 e 10 Hz. Foram testados 3 provetes de cada tipo e os resultados obtidos considerados para análise e comparação foram os valores mais altos obtidos.

É necessário considerar que, neste tipo de ensaios, os gráficos traduzem a resposta dos compósitos tanto à variação de frequências como à variação de temperatura. Desta forma os valores do módulo de armazenamento, E' , são referentes a um comportamento elástico, não estático, diferindo-se assim dos valores do módulo de Young, E , obtidos por ensaios de tração.

Num material considerado viscoelástico a deformação e a tensão, podem traduzir-se pelas seguintes expressões, respectivamente :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 * \text{sen}(wt) \quad (4)$$

$$\sigma = \sigma_0 * \text{sen}(wt + \delta) \quad (5)$$

Em que $w = 2\pi f$

Sendo f a frequência de oscilação da amostra, δ a diferença de fase entre a tensão e a deformação.

O módulo de armazenamento, E' , e o módulo de perda, E'' , representam a energia armazenada (representada pela parte elástica) e a energia dissipada pelo calor (parte viscosa) respectivamente, e são dados pelas seguintes expressões:

$$E' = \frac{\sigma_0}{E_0} \cos(\delta) \quad (6)$$

$$E'' = \frac{\sigma_0}{E_0} \sin(\delta) \quad (7)$$

A $\tan\delta$ é a tangente do ângulo de fase e traduz o rácio de perda de elasticidade do material, contando como uma medida de dissipação de energia do próprio material.

$$\tan\delta = \frac{E''}{E'} \quad (8)$$

Cap. 4. Resultados

Cap.4.1. Rugosidade da superfície

A tabela 4 resume os resultados da rugosidade média, R_a e rugosidade média de profundidade R_z para o presente estudo com o respectivo desvio padrão. Os ensaios foram feitos longitudinalmente e transversalmente à direcção de maquinagem. Foi realizado um total de 400 ensaios, cerca de 10 em cada direcção para os 20 tipos de placas. As rugosidades indicadas na tabela resultam assim da média aritmética dos valores obtidos para cada 10 ensaios, estando os resultados agrupados consoante a sua direcção.

Comprimento de fibra [mm]	Fração mássica, wt [%]	Rugosidade longitudinal, R_a [μm]	Rugosidade transversal, R_a [μm]	Rugosidade longitudinal, R_z [μm]	Rugosidade transversal, R_z [μm]
2	45	$5,8 \pm 2,0$	$6,9 \pm 1,7$	$28,1 \pm 5,8$	$54,4 \pm 15,3$
2	50	$5,7 \pm 1,3$	$7,5 \pm 0,6$	$46,3 \pm 11,6$	$59,9 \pm 12$
2	60	$7,4 \pm 1,5$	$7,8 \pm 2,5$	$53,4 \pm 8,8$	$54,4 \pm 15,3$
2	75	$6,2 \pm 1,3$	-	$12,7 \pm 2,7$	-
4	43	$5,2 \pm 2,0$	$9,2 \pm 2,0$	$31,6 \pm 10,5$	$52,3 \pm 14,2$
4	55	$7,7 \pm 1,7$	$9,2 \pm 2,3$	$54,6 \pm 6,2$	$41,1 \pm 16,9$
4	60	$6,7 \pm 2,18$	$5,5 \pm 1,5$	$42,6 \pm 7,1$	$41,1 \pm 11,2$
4	80	$6,5 \pm 2,2$	$8,4 \pm 2,6$	$46,1 \pm 15,8$	$52,9 \pm 16,4$
6	45	$6,7 \pm 1,0$	-	$21,6 \pm 1,8$	-
6	50	$5,0 \pm 1,4$	$10,5 \pm 1,1$	$34,1 \pm 9,7$	$46,5 \pm 11,3$
6	60	$4,9 \pm 2,5$	$4,0 \pm 1,2$	$24,3 \pm 15,5$	$25,5 \pm 7,6$
6	70	$5,0 \pm 2,1$	$5,4 \pm 2,1$	$28,7 \pm 11,4$	$34,7 \pm 9,2$
6	75	$6,8 \pm 0,8$	-	$16,5 \pm 4,5$	-

Tabela 4-Resultados obtidos nos ensaios de R_a e R_z para diferentes os diferentes percentagens e comprimentos de fibra e respectivo desvio padrão.

Relativamente à rugosidade média, os compósitos de 50% fibra de comprimento igual a 6mm possuem o pior resultado na direcção transversal, mas também um dos melhores resultados na direcção longitudinal, a figura 18 representa os perfis de rugosidade médios obtidos de ambos os compósitos.

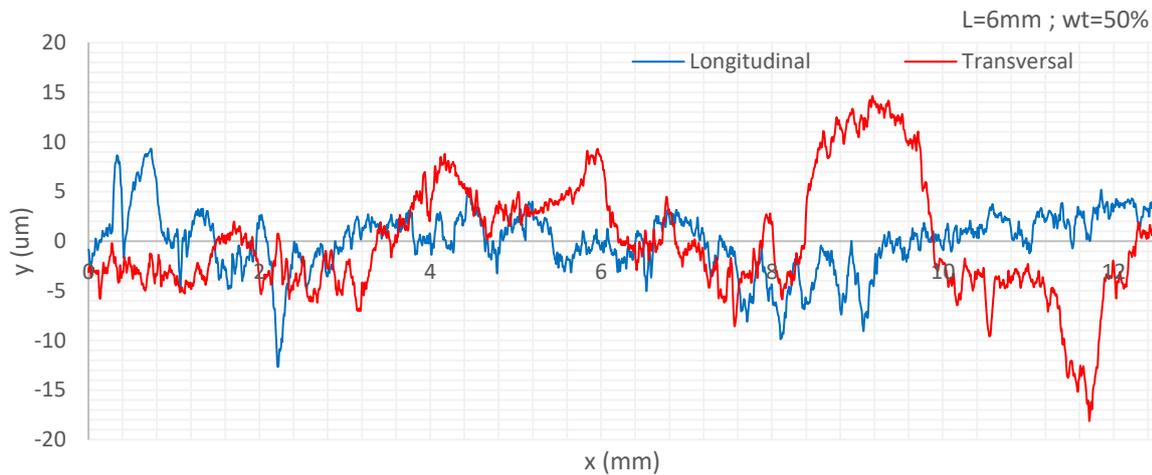


Figura 20-Perfil de rugosidade médio para uma percentagem de 50% de fibra de 6mm de comprimento para a direcção transversal e longitudinal.

Os resultados relativos aos provetes de comprimento de fibra de 2 e 6 mm são de seguida ilustrados na figura 19, de modo a fornecer melhores termos de comparação.

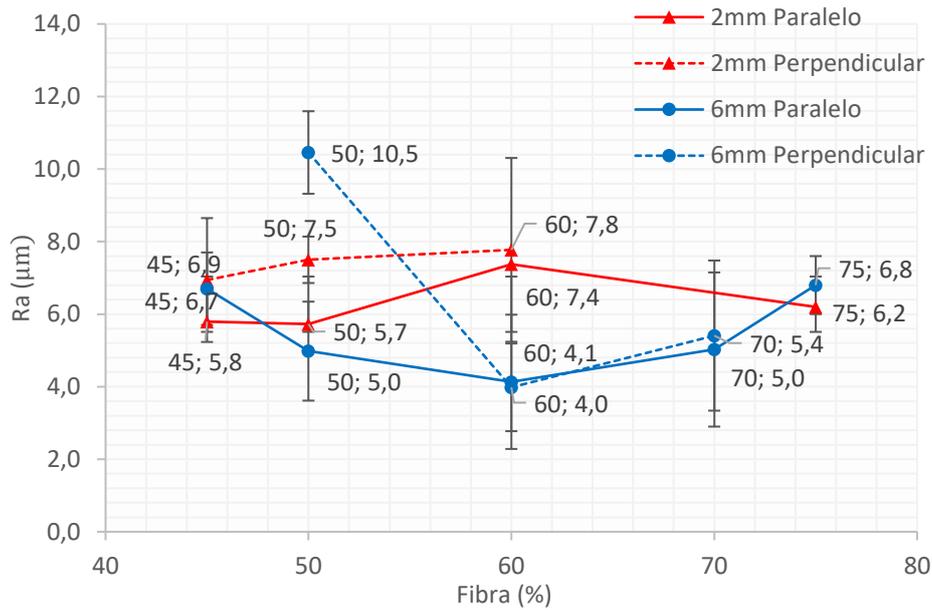


Figura 21-Variação do Ra com a percentagem de fibra consoante o comprimento da fibra e direcção do ensaio para comprimentos de 2 e 6 mm.

Os resultados relativos a todos os compósitos estão expostos na figura 20, onde se pode observar que, geralmente, os valores médios de ambas as rugosidades foram menores nos ensaios realizados longitudinalmente à direcção de maquinagem, comparativamente aos transversais. Compósitos com fibras de comprimentos de 6mm apresentam na grande maioria das vezes valores tanto de Ra como Rz, menores que as de 2 mm nos ensaios realizados na direcção longitudinal.

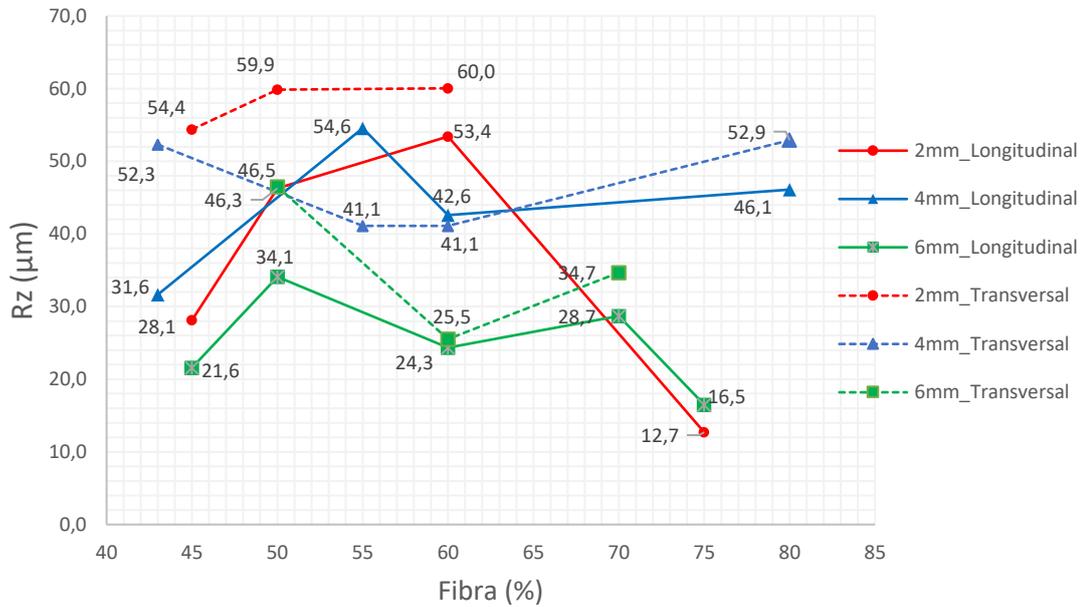


Figura 22-Variação do Rz com a percentagem de fibra consoante o comprimento da fibra e direcção do ensaio.

O compósito que apresentou maiores valores tanto de Ra como de Rz corresponde, como se pode observar na figura 21, a uma percentagem de 60% de fibra de 2mm de comprimento, com o ensaio realizado transversalmente à direcção de maquinagem. Com menores valores de rugosidade média e em profundidade apresenta-se o compósito de fibra de 6 mm de comprimento em percentagem de 60 % com ensaio realizado longitudinalmente à direcção de maquinagem. Os perfis de rugosidade de ambos os casos estão expostos no gráfico 7.

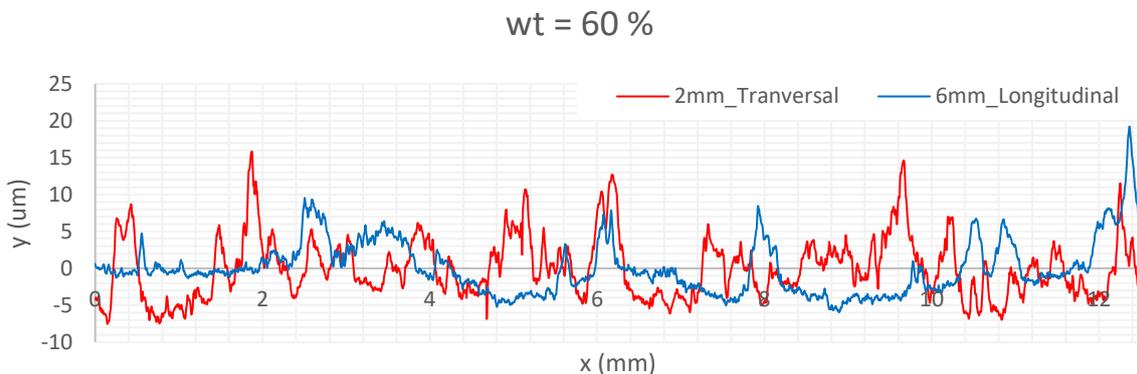


Figura 23-Perfil médio da rugosidade média dos compósitos de fibra de 2mm ensaiados na direcção transversal e dos compósitos de fibra de 6 mm na direcção longitudinal.

Cap.4.2 Comportamento à tracção

Os resultados relativos aos comportamento à tracção são expressos de seguida, graficamente, de modo a serem comparados consoante comprimento e percentagem de fibra. De salientar que, nos gráficos de 8 a 12, nas curvas tensão deformação são comparadas as tensões de ruptura mais altas obtidas em cada série de provetes, não de uma média.

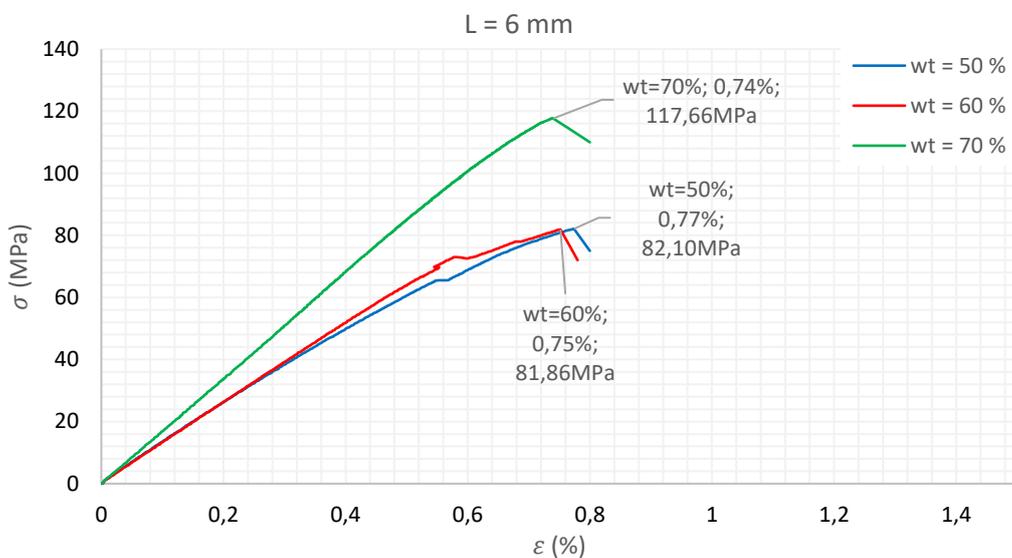


Figura 24-Efeito da concentração de fibra nas curvas tensão-deformação para fibras de comprimento de 6mm.

Através das curvas ilustradas na figura 23 relativas a provetes de comprimento de fibra de carbono de 6mm, pode observar-se com a diminuição da percentagem de fibra, uma diminuição do valor do declive da zona linear das curvas, ou seja uma diminuição do módulo deYoung.

Relativamente à tensão de ruptura os valores para concentrações de fibra de 50 e 60% são bastante semelhantes, e mais baixos que o valor para concentrações de 70% (117,7 MPa).

Em suma, para comprimentos de fibra de 6mm, considerando as tensões de ruptura obtidas para cada percentagem de fibra, os resultados resumem-se no seguinte:

$$\sigma_{R,70\%} > \sigma_{R,50\%} > \sigma_{R,60\%}$$

$$E_{70\%} > E_{60\%} > E_{50\%}$$

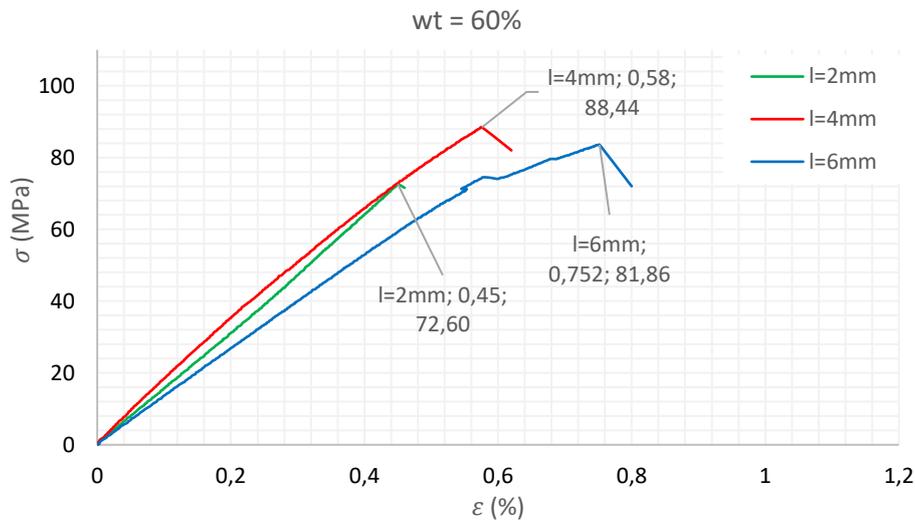


Figura 25-Efeito do comprimento da fibra nas curvas tensão-deformação para uma concentração de fibra de 60%.

Considerando apenas concentrações de fibra de 60% (fig.24), o valor de tensão de ruptura mais alto obtido corresponde às fibras de comprimento de 4mm e é de 88,44 MPa, seguindo-se, com uma diferença de 5 MPa, as fibras de comprimento de 6mm. O valor mais baixo obtido foi para fibras de 2mm de comprimento e é de 72,6 MPa, não se observando qualquer relação linear entre a tensão de ruptura e o comprimento de fibra.

Relativamente ao módulo de Young, o valor mais baixo corresponde a comprimentos de fibra de 6mm e o mais alto a comprimentos de 4mm.

$$E_{4mm} > E_{2mm} > E_{6mm}$$

$$\sigma_{R,4mm} > \sigma_{R,6mm} > \sigma_{R,2mm}$$

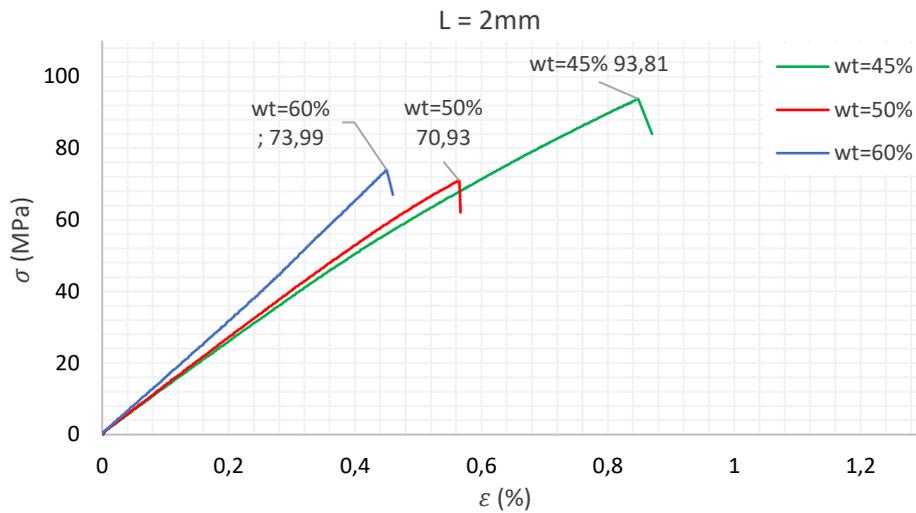


Figura 26-Efeito da concentração de fibra nas curvas tensão deformação para fibras de comprimento de 2 mm.

Para compósitos reforçados com fibras de comprimento igual a 2mm (fig. 25), pode observar-se um decréscimo de E com a diminuição da concentração de fibra. A tensão de ruptura não apresenta qualquer relação significativa com a alteração do percentagem de fibra. O valor mais alto obtido foi de 93,81 MPa para uma percentagem de fibra de 45%.

$$E_{60\%} > E_{50\%} > E_{45\%}$$

$$\sigma_{R,45\%} > \sigma_{R,60\%} > \sigma_{R,50\%}$$

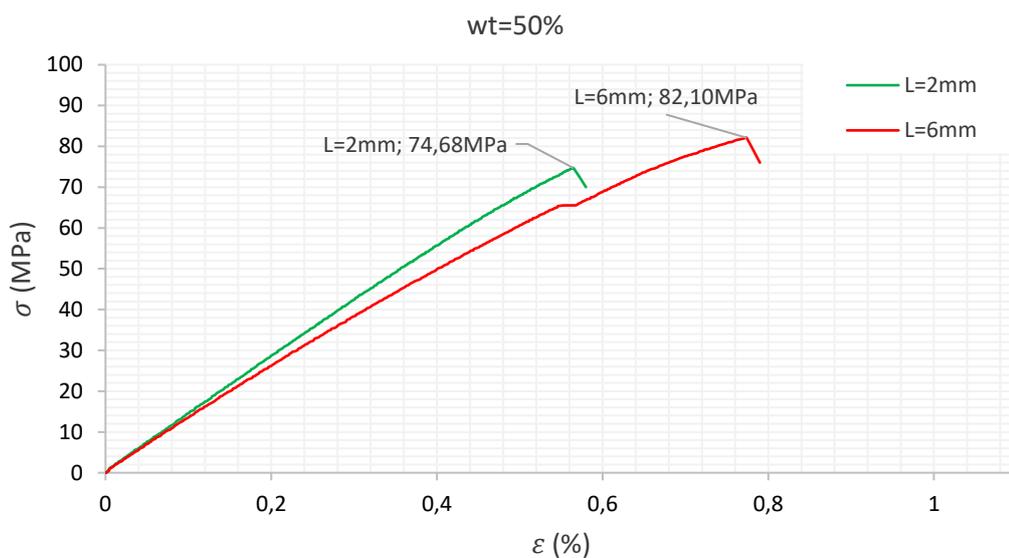


Figura 27-Efeito do comprimento da fibra nas curvas tensão-deformação para uma concentração de fibra de 50%.

Para concentrações de fibra de 50% o módulo de Young para fibras de 2mm é maior que o correspondente a fibras de 6mm, ao contrário do que acontece com a tensão de ruptura.

$$E_{2mm} > E_{6mm}$$

$$\sigma_{R,6mm} > \sigma_{R,2mm}$$

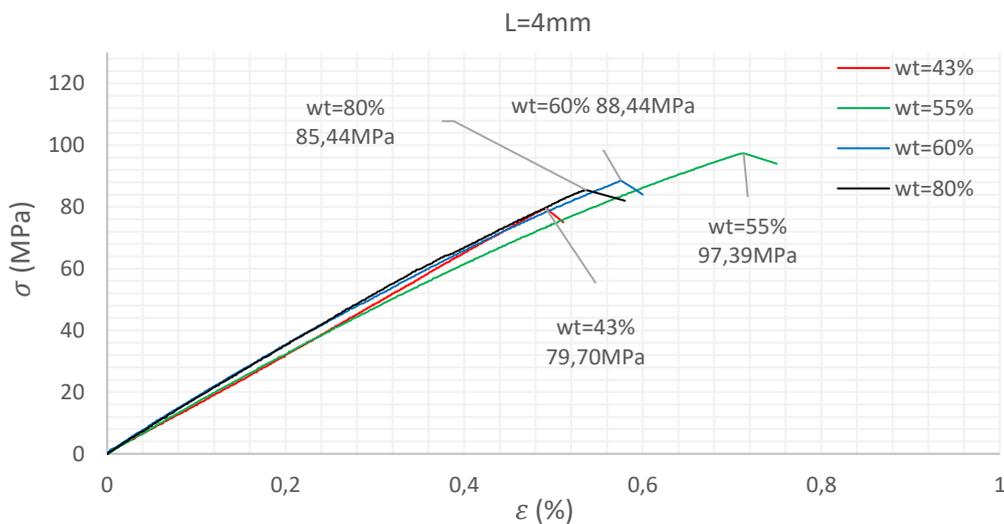


Figura 28-Efeito da concentração de fibra nas curvas tensão deformação para fibras de comprimento de 4 mm.

Para compósitos com fibras de 4 mm não existem muitas variações relativamente ao Módulo de Young, e a tensão de ruptura mais alta foi de 97,4 MPa e corresponde a percentagens de 55% de fibra de carbono. Pode constatar-se através da figura 27 que:

$$E_{43\%} \approx E_{55\%} < E_{60\%} \approx E_{80\%}$$

$$\sigma_{R,55\%} > \sigma_{R,60\%} > \sigma_{R,80\%} > \sigma_{R,43\%}$$

A tabela 5 seguinte resume os resultados médios da tensão de ruptura e módulo de Young obtidos de cada série de provetes, assim como o respectivo desvio:

Cap 4.2. Resultados - Comportamento à tracção

Comprimento de fibra [mm]	Fração mássica, wt [%]	Tensão de rotura [MPa]	Tensão de rotura [MPa] (Média e desvio padrão)	Módulo de Young [GPa]	Módulo de Young [GPa] (Média e desvio padrão)	Deformação na rotura [%]	Deformação na rotura [%] (Média e desvio padrão)
Matriz	-	52,76	60,43 ± 7,5	3	3,13 ± 0,17	2,3	3,2 ± 0,93
		57,94		3		2,84	
		70,6		3,4		4,48	
2	60	55,48	56,07 ± 9	16,8	13,4 ± 2,2	0,36	0,46 ± 0,1
		57,75		12,0		0,51	
		58,09		11,1		0,66	
		48,39		13,5		0,37	
		72,6		15,6		0,45	
		44,1		11,2		0,41	
4	60	47,72	66,48 ± 13,5	18,8	17,6 ± 2,4	0,26	0,49 ± 0,15
		65,33		20,9		0,34	
		66,86		17,9		0,47	
		54,12		13,0		0,53	
		76,43		16,9		0,74	
		88,44		18,0		0,58	
6	50	54,9	72,3 ± 10,4	19,4	18,8 ± 3,8	0,31	0,47 ± 0,16
		73,84		19,3		0,39	
		82,1		12,8		0,77	
		78,18		23,4		0,39	
6	60	59,43	68,7 ± 7,3	11,6	12,5 ± 1,1	0,61	0,68 ± 0,07
		67,71		11,3		0,79	
		67,04		12		0,67	
		81,86		13,2		0,75	
		67,44		14,3		0,6	
6	70	70,66	84,13 ± 20	18,9	16,9 ± 1,2	0,26	0,52 ± 0,16
		91,39		15,7		0,64	
		117,66		16,9		0,74	
		81,86		15,8		0,4	
		59,1		17,6		0,56	

Tabela 5-Tensão de ruptura e Módulo de Young médios dos ensaios e respectivo desvio.

De notar que os provetes que resultaram numa tensão de ruptura média mais alta foram os reforçados com 70% de fibra de 6 mm de comprimento (cerca de 84 MPa), enquanto que um percentagem de 60% fibra de comprimento de 2mm refletiu resultados mais baixos (cerca de 56 MPa). No entanto, o valor médio mais alto de tensão de ruptura pertence à série de provetes de uma concentração de 60% de fibra de comprimento de 6mm, que também apresenta os menores valores de E (ver figuras 28 e 29).

Fibras de comprimento de 6mm para uma fracção mássica de 50% apresentaram o valor absoluto mais alto do módulo de Young (18,8 MPa), e o menor valor foi obtido na série de provetes com 60% de fibra de 2mm (13,4 MPa).

As relações do módulo de Young e da tensão de ruptura dos provetes com o comprimento e percentagem de fibra estão representadas nas figuras 28, 29 e 30:

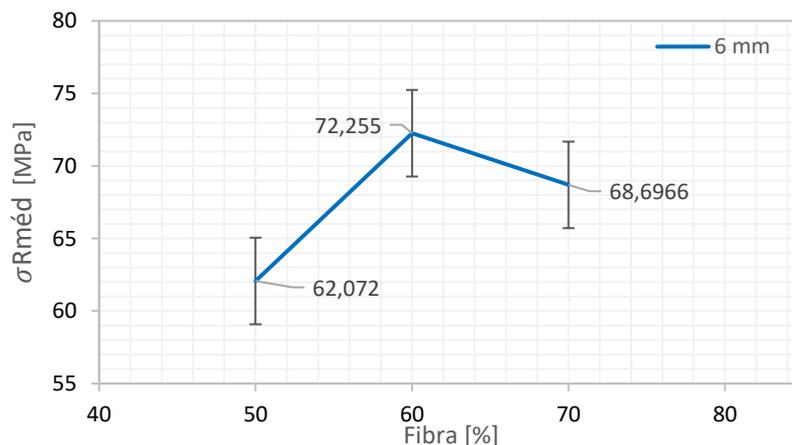


Figura 29-Variação da tensão de ruptura média dos ensaios com o percentagem de fibra para 6mm de comprimento de fibra.

Para os compósitos de comprimento de fibra de 6 mm os resultados para a tensão de ruptura traduzidos pelos ensaios demonstram valores mais altos para percentagens de fibra de 60% e valores mais baixos para percentagens de 50%. Contudo não se pode extrair uma conclusão, pois apesar de se notar um aumento, a nível geral, da tensão de ruptura com o aumento do percentagem de fibra, os valores não refletem um aumento linear, pois o valor da tensão de ruptura mais alto não corresponde ao maior valor de concentração de fibra.

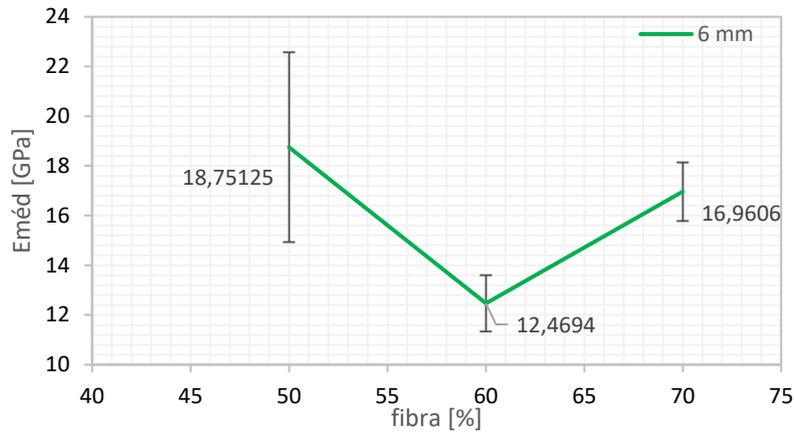


Figura 30-Variação do Módulo de Young médio dos ensaios com o percentagem de fibra para 6mm de comprimento de fibra.

Os resultados expostos na figura 29 traduzem a variação do Módulo de Young consoante o comprimento de fibra para fibras de 6 mm de comprimento, não demonstrando um comportamento linear, embora se note, no geral, um pequeno decréscimo do módulo de Young com o aumento da concentração de fibra. Esse decréscimo pode ser observado comparando os resultados correspondentes a 50% de fibra com 60% e 70% individualmente. Contudo, como se pode observar pelo gráfico, existiu um aumento do módulo de Young com o aumento de 60 para 70% de fibra.

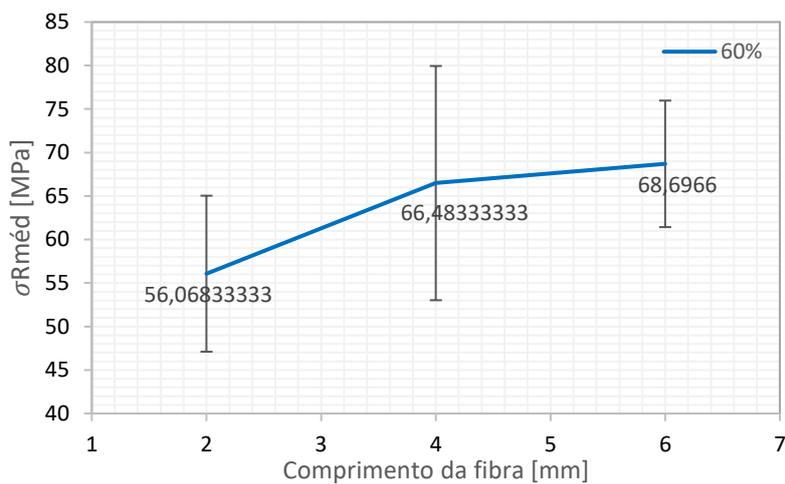


Figura 31-Variação da média da tensão de ruptura com o comprimento.

Para valores de 60% de fibra pode verificar-se um aumento da tensão de ruptura com o aumento do comprimento da fibra.

Cap.4.3. Análise MEV (microscópio electrónico de varrimento)

Após a observação ao microscópio electrónico foram identificados três factores que merecem especial atenção: a boa adesão fibra-matriz, a má dispersão das fibras (mais notória em fibras mais curtas), e a existência de bolhas de ar tanto na superfície livre como de fractura. Casos mais específicos para melhor visualização são expostos de seguida através das fotografias.

4.3.1. Comprimento de fibra 2 mm, percentagem de fibra de 60%, provete nº5

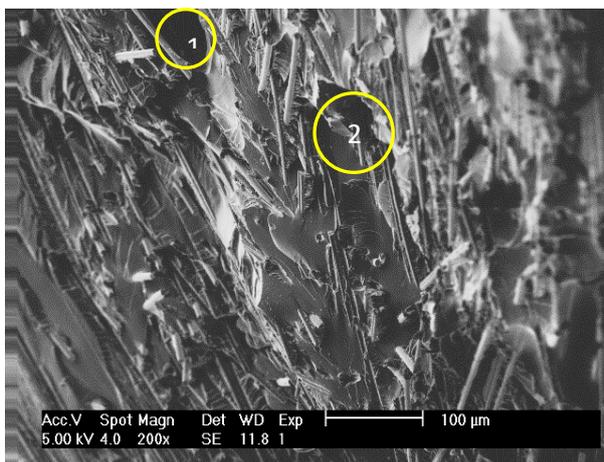
i) Superfície de fractura (local 1)

Figura 32 - Superfície de fractura 200X (2mm60%).

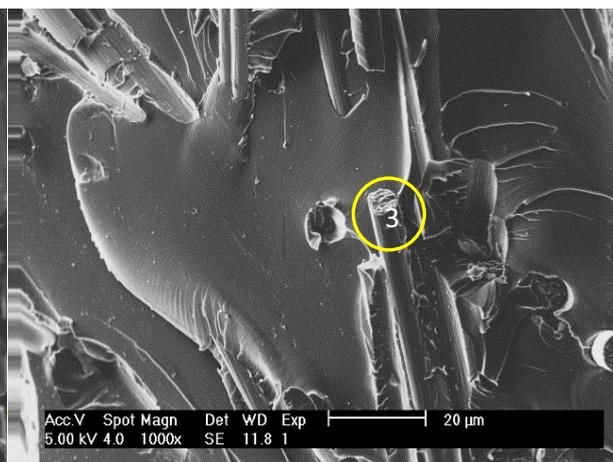


Figura 33 - Superfície de fractura 1000X (2mm60%).

Na figura 32 podem observar-se espaços mais escuros e vazios, provavelmente relativos a bolhas de ar existentes na mistura (1 e 2). Com maior aproximação nota-se, através da figura 33, fibras partidas ainda com alguns restos de resina (3) o que reflete uma boa adesão fibra-matriz.

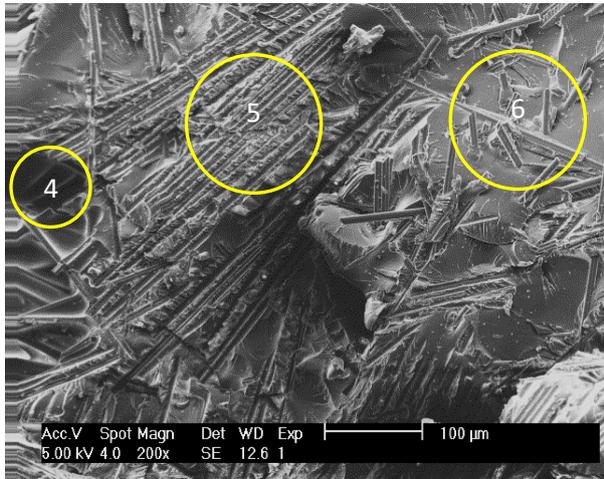
ii) Superfície de fractura (local 2)

Figura 35 - 2ª Superfície de fractura 200X (2mm60%).

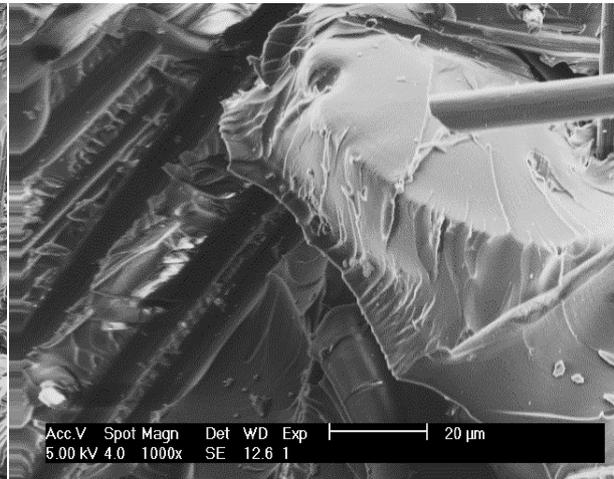


Figura 34 - 2ª Superfície de fractura 1000X (2mm60%).

Notam-se, mais uma vez, na figura 34 alguns vazios, aparentemente um resultado de bolhas de ar (4). De notar também a existência de espaços de baixa concentração de fibra, praticamente constituídos só por matriz (6) e espaços com alta concentração de fibra(5).

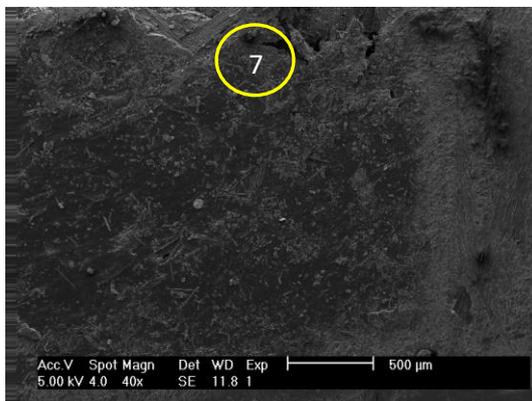
iii) Superfície livre

Figura 37 - Superfície livre 40X (2mm60%).

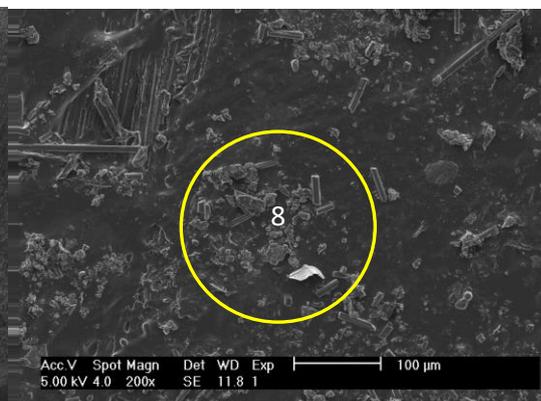


Figura 36 - Superfície livre 200X (2mm60%).

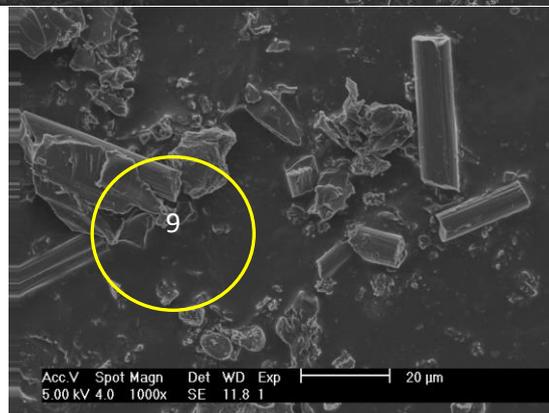


Figura 38 - Superfície livre 1000X (2mm60%).

Podemos observar na fotografia 36 algumas lacunas (7). Foi também detectada uma quantidade de fibras à superfície bastante significativa (8), que poderá até explicar o facto de os valores médios de rugosidade mais altos sejam para os compósitos de fibras com 2mm de comprimento, sendo que os valores de rugosidade médios para este compósito foram dos mais altos sendo de 7,4 μm na direcção longitudinal e 7,8 na direcção transversal. Também se nota alguma sujidade / poeira.

4.3.2. Comprimento de fibra 4 mm, percentagem de fibra de 55%, provete nº 5

i) Superfície de fractura (local 1)

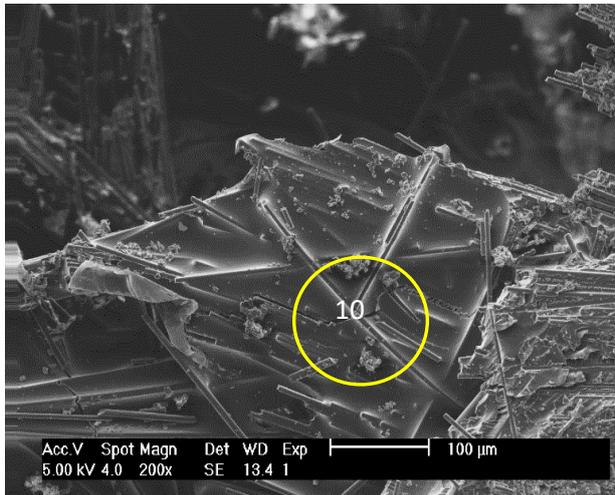


Figura 39 - Superfície de fractura 200X (4mm55%).

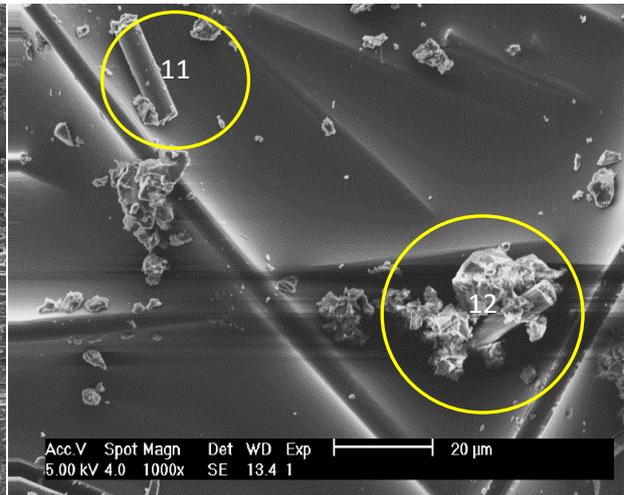


Figura 40 - Superfície de fractura 1000X (4mm55%).

Notam-se zonas de arrancamento de fibra (10) e zonas em que se nota a fibra partida (11). Existem também pequenos bocados de resina solta que poderá ter resultado do arrancamento de fibra (12). Tudo isto reflete, mais uma vez, uma boa adesão fibra-matriz. A tensão de ruptura neste provete foi de 97,4 MPa.

No entanto, seleccionando outro local da mesma série (fig. 41) revela-se praticamente só matriz sem fibra, evidenciando um má distribuição de fibra.

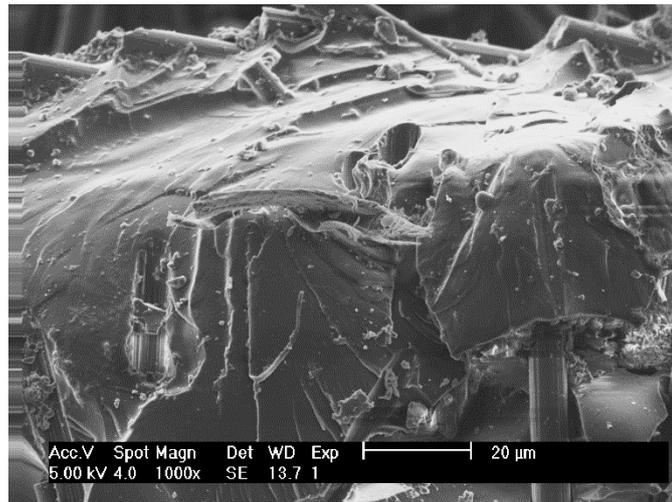


Figura 41 - 2ª Superfície de fractura 1000X (4mm55%).

ii) Superfície de fractura (local 2)

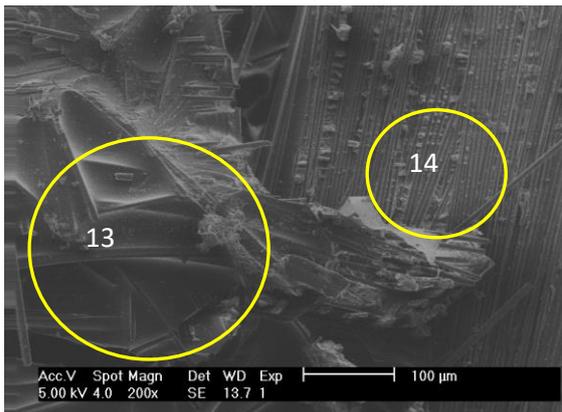


Figura 42 - Superfície de fractura 200X (4mm55%).

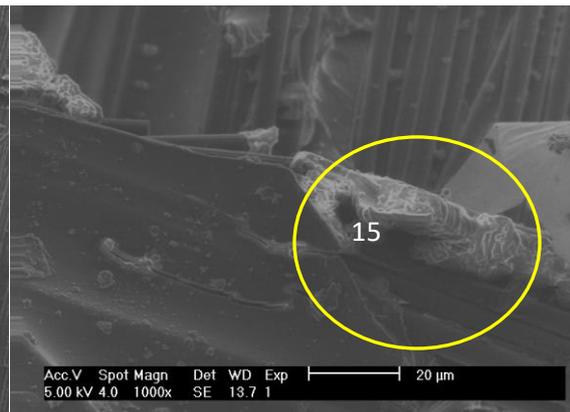


Figura 43 - Superfície de fractura 200X (4mm55%).

Observando ainda outro local da superfície de fractura do mesmo provete podemos observar mais vazios de ar, nomeadamente na figura 42 pode observar-se um espaço de ar ainda com alguma dimensão (13), pedaços de matriz bem colados à fibra (14), alguma fibra arrastada resultado do próprio arrancamento e fractura de fibras(15).

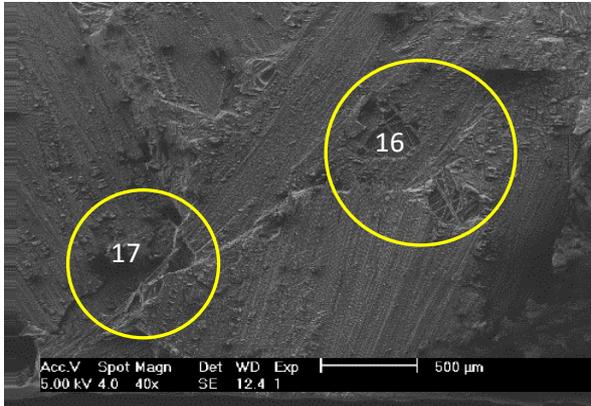
iii) Superfície livre

Figura 45 - Superfície livre 40X (2mm60%).

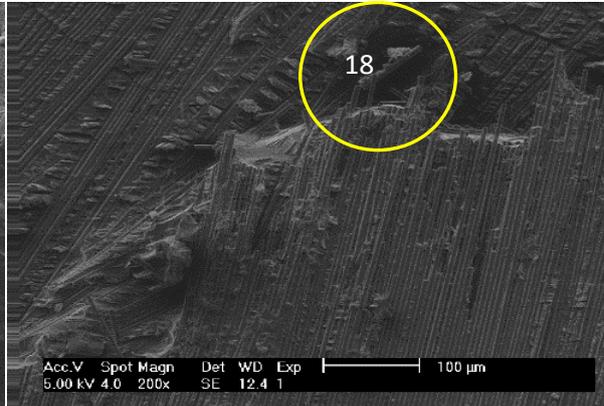


Figura 44 - Superfície livre 200X (2mm60%).

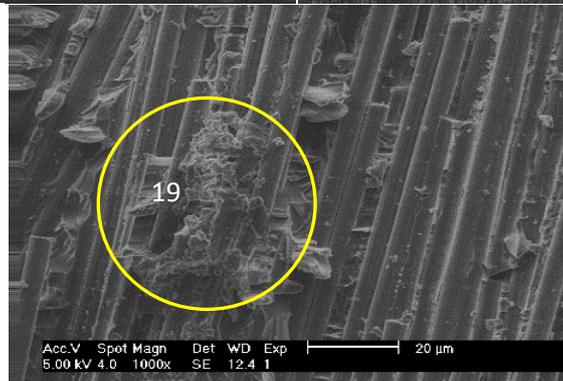


Figura 46 - Superfície livre 1000X (2mm60%).

Nas figuras 44 e 45 é notória a existência de lacunas (16, 17 e 18) e mesmo superficialmente, pode notar-se com clareza a orientação da fibra, sendo que os valores médios de rugosidade média deste compósito longitudinalmente e transversalmente foram de 7,7 e 9,2 μm respectivamente. Na figura 46 é notória a adesão fibra-matriz através dos bocados de resina bem agarrados à fibra (19).

4.3.3. Comprimento de fibra 4 mm, percentagem de fibra de 60%, provete nº 4

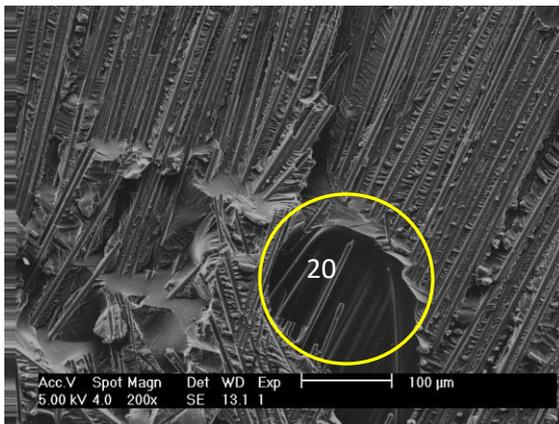
i) Superfície de fractura (local 1)

Figura 48- Superfície de fractura 200X (4mm60%).

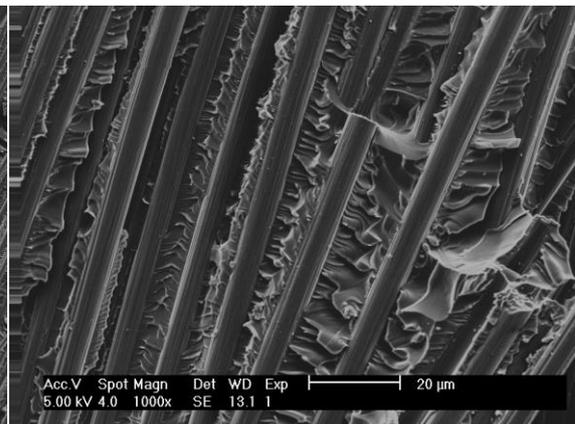


Figura 47 - Superfície de fractura 1000X (4mm60%).

Apresenta-se mais uma vez na figura 47 um grande vazio que pode contribuir para que ocorra mais cedo a fractura, pois a tensão de ruptura do provete nº 4 de 60% de fibra de 4 mm de comprimento apresenta uma tensão de ruptura de 54,12 MPa, abaixo da média obtida nos ensaios desta série. A boa adesão da resina à fibra é bem explícita na figura 48 revelando a resina bem fixa às fibras.

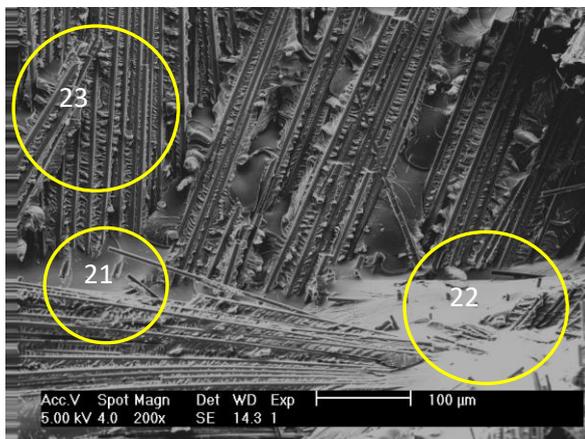
ii) Superfície de fractura (local 2)

Figura 49 - Superfície de fractura2 200X (4mm60%).

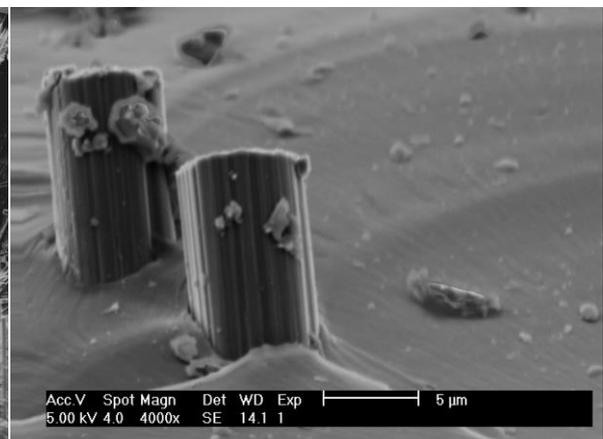


Figura 50-Superfície de fractura2 4000X (4mm60%).

Podem observar-se, na figura 49 fibra partida (21), zonas com pouca concentração de fibra(22) e zonas de alta concentração de fibra (23). A figura 50 volta a reforçar a boa adesão fibra-matriz, já notória na figura 49 mas com maior ampliação.

iii) Superfície livre

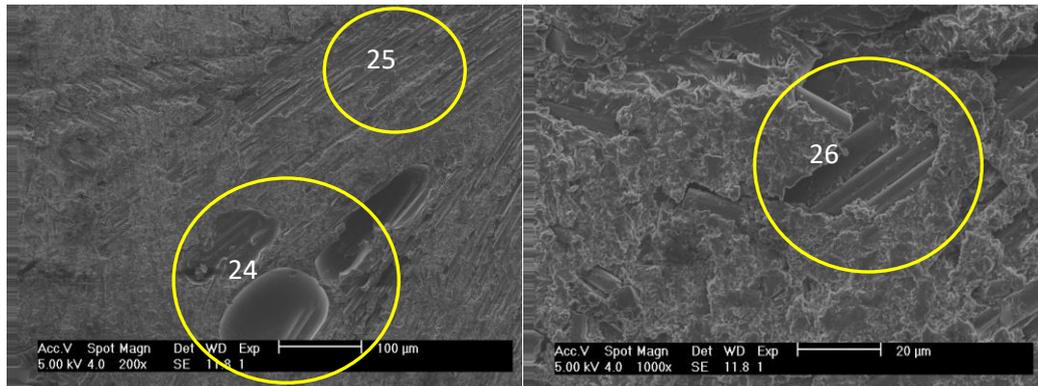


Figura 50-Superfície livre 200X (4mm60%).

Figura 49-Superfície livre 1000X (4mm60%).

Podem observar-se algumas fibras à superfície (25), bolhas de ar (24), e zonas sem resina a revestir as fibras (26). Os valores médios de rugosidade deste compósito chegam a atingir médias de $6,7 \mu\text{m}$, valor que poderia ser mais baixo se a resina cobrisse as fibras de modo mais homogéneo. De notar também a orientação das fibras.

4.3.4. Comprimento de fibra 6 mm, percentagem de fibra de 60%, provete nº 5

i) Superfície de fractura

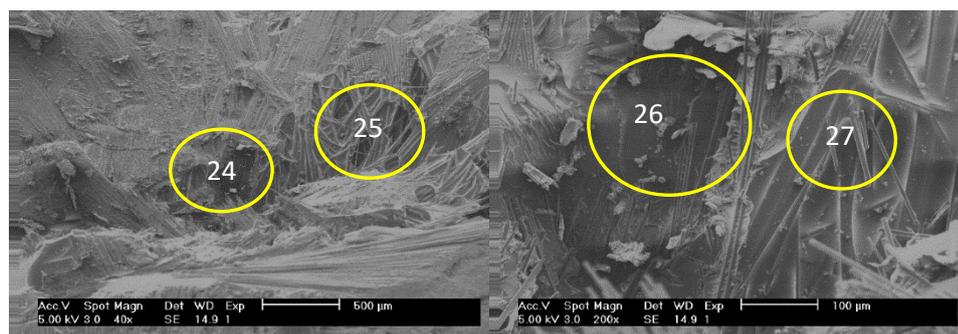


Figura 51-Superfície de fractura 200X (6mm60%).

Figura 52-Superfície de fractura 40X (6mm60%).

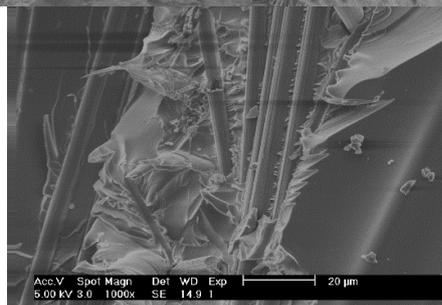


Figura 53-Superfície de fractura 1000X (6mm60%).

Notam-se muitos espaços de ar (24), (25) e (26) que podem certamente influenciar negativamente a resistência à tracção deste material. A tensão de ruptura deste compósito foi de 67,4 MPa, no entanto poderia ter sido mais alta no caso de a mistura ser mais compacta e homogênea. As fibras partidas (27) e a resina bem fixa à fibra (figura 55) traduzem mais uma vez boa ligação reforço-matriz.

ii) Superfície livre

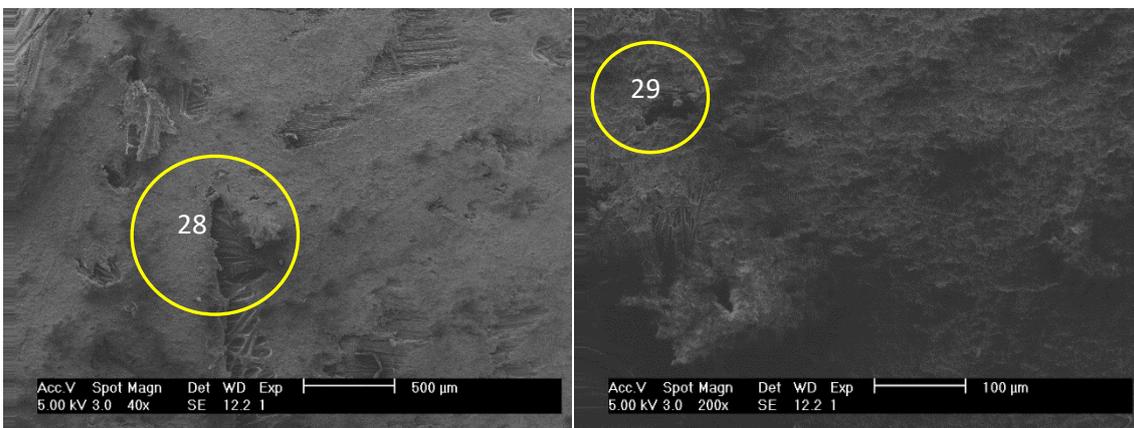


Figura 54-Superfície livre 40X (6mm60%).

Figura 55-Superfície livre 200X (6mm60%).

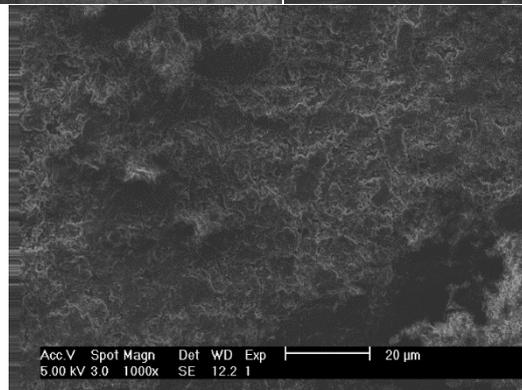


Figura 56-Superfície livre 1000X (6mm60%).

As imagens (fig 57, 58, e 59) comprovam os resultados da rugosidade média. A série de provetes que demonstrou melhores resultados médios foi precisamente para compósitos reforçados com fibras de 6mm de comprimento, com um valor de cerca de 4,5 μ m para o Ra e cerca de 25 μ m para Rz. Não se notam muitas fibras à superfície pelo que, apenas em zonas ocas em que não existe matriz (28) e (29).

Cap.4.4. Análise termomecânica (DMA)

Os resultados de todos os ensaios demonstram uma pequena diferença nas curvas e, conseqüentemente, nos valores de transição vítrea entre as curvas consoante a frequência de vibração usada no ensaio (1 ou 10 Hz). A frequências de 10Hz correspondem valores de transição vítrea um pouco superiores aos dos ensaios realizados com uma frequência de oscilação de 1 Hz, não se tratando de uma diferença significativa.

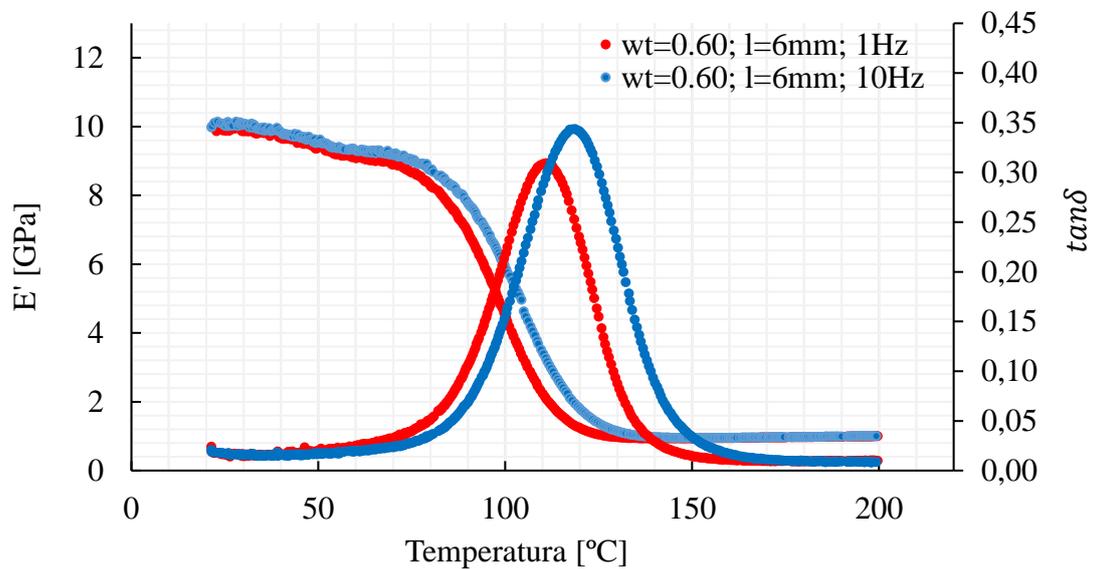


Figura 57-Exemplo de resultados de DMA para análises de frequência a 1 e 10 Hz. (l=6 mm, wt=60%).

Pode observar-se pela figura 61 uma temperatura de transição vítrea Tg a 1 Hz de cerca de 110 °C, inferior à obtida a 10 Hz, de 120°C.

Os resultados obtidos para o módulo de armazenamento (ou elástico) e módulo de perda (ou viscoso) para temperaturas de 25 e 80°C estão expostos na tabela 6.

1 Hz	Comprimento de fibra [mm]	Fração mássica, wt [%]	Módulo elástico E' , a 25° C [GPa]	Módulo elástico, E' , a 80° C [GPa]	Módulo viscoso E'' , a 25° C [GPa]	Tg (°C)
	Epoxy	-	2.6	1.9	0.038	113
	2	60	8.2	7.2	0.142	102.7
	4	60	9.3	8.2	0.139	114.5
	6	50	8.9	7.2	0.133	115.5
		60	10.0	8.3	0.163	113.3
		70	11.4	10.8	0.210	115.7
10 Hz	Epoxy	-	3,1	2,2	0,047	117,7
	2	60	8,2	7,6	0,135	119,7
	4	60	9,4	8,7	0,129	115,5
	6	50	9,0	7,6	0,22	120,7
		60	10,0	9,0	0,169	119,0
		70	11,6	11,2	0,198	120,7

Tabela 6-Resumo das propriedades termomecânicas obtidas dos testes de DMA a 1 Hz e 10 Hz)

O comportamento dos provetes aos ensaios de DMA (3point bending) é visível através dos gráficos que se seguem:

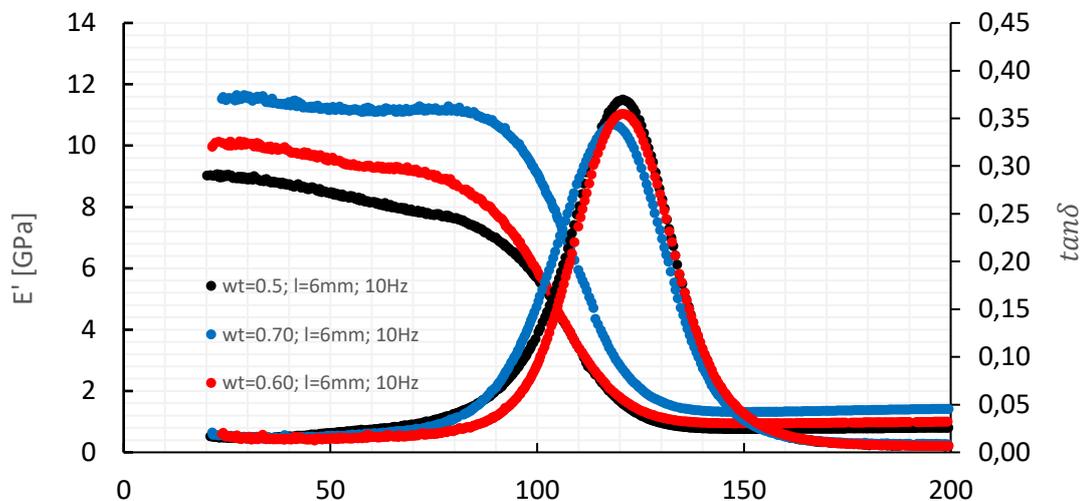


Figura 58-Influência da percentagem de fibra nas curvas de DMA a 10Hz para um comprimento de fibra de 6mm.

Na figura 62 pode observar-se um decréscimo do módulo de armazenamento, E' , com o decréscimo da percentagem de fibra em temperaturas até cerca dos 90 °C. Até essa temperatura existe uma diferença significativa em E' , sendo maior quanto maior a percentagem de fibra. Essa diferença vai diminuindo cada vez mais com o aumento da temperatura até deixar de ser significativa.

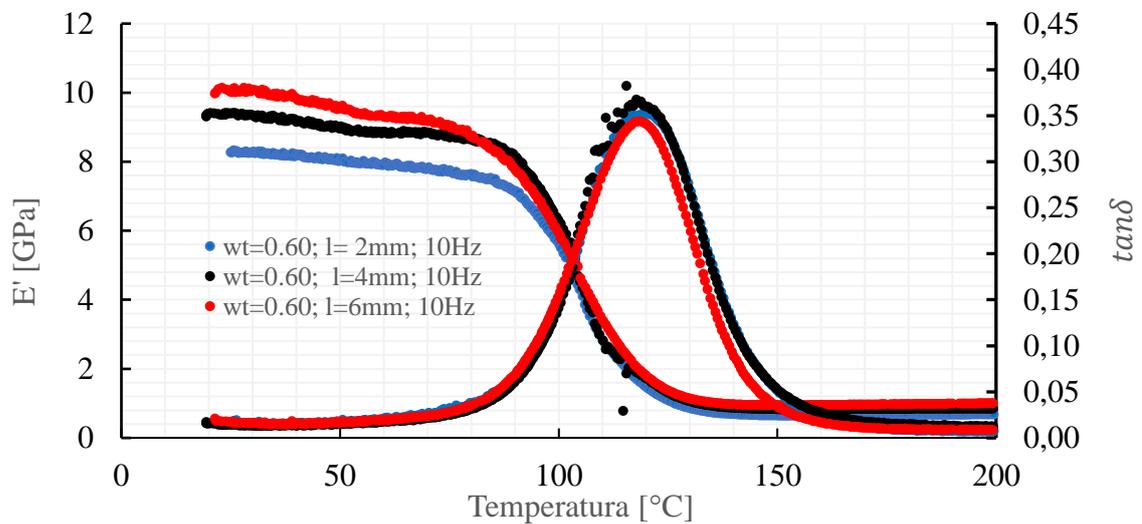


Figura 59-Influência do comprimento das fibras nas curvas de DMA A 10 Hz para uma percentagem de fibra de 60%.

Na figura 63 podemos observar que até cerca dos 90°C o módulo de armazenamento também é tanto maior quanto maior o comprimento da fibra.

Cap. 5. Conclusões e recomendações para trabalhos futuros

Neste trabalho foi realizado um estudo dos efeitos da percentagem e comprimento de fibra no comportamento mecânico de compósitos de fibras curtas carbono/epóxi, tendo-se retirado as seguintes conclusões:

- A rugosidade não apresenta uma relação directa com comprimento ou da percentagem de fibra dos compósitos, seja em termos de rugosidade média ou em profundidade. Focando os compósitos de fibra de 2mm de comprimento numa concentração de 60% pode considerar-se os altos valores de rugosidade ($R a_{\text{méd}} = 7,4 \mu\text{n}$; $R z_{\text{méd}} = 53,4 \mu\text{n}$) como resultado de uma quantidade ainda significativa de fibras dispersas à superfície do compósito, como já foi observado no capítulo 3.4. O mesmo pode ter acontecido noutros compósitos onde se obtiveram fracos valores de rugosidade, mas que não foram observados na análise SEM. Posto isto, o comprimento e o percentagem de fibra não pode ser relacionado com os valores de rugosidade, mas sim a dispersão e posicionamento da própria fibra aquando o próprio fabrico dos compósitos considerando a possibilidade desvantajosa de ficar fibra à superfície. Os melhores resultados de rugosidade obtidos foram para série de comprimento de fibra 6mm numa percentagem de 60%, ($R a_{\text{méd}} = 4 \mu\text{n}$; $R z_{\text{méd}} = 24,3 \mu\text{n}$) sendo que, no capítulo 3.4 podemos notar que, ao contrário do caso descrito acima, não se identificou muita fibra na superfície livre do provete.

- Os provetes de um comprimento de fibra de 2mm, e percentagem de fibra de 60%, são os que apresentam menores valores médios da resistência (50,07 MPa) e do módulo de Young (13,4 Gpa). Tal traduzir-se-ia num pior desempenho mecânico comparativamente à serie de 6 mm. De notar também que a média da deformação na ruptura das séries referidas difere apenas em 0,06%. Nota-se uma pequena tendência do aumento da resistência à tracção com o comprimento da fibra como se pode observar na figura 30 no capítulo 3.3.2. A evolução do módulo de Young, E, com a percentagem de fibra não é claramente definida, em consequência da deficiente dispersão obtida.

Cap.5. Conclusões e recomendações para trabalhos futuros

- Os resultados de DMA traduziram um aumento do módulo elástico, e consequentemente, uma diminuição do módulo viscoso com o aumento tanto da percentagem, como do comprimento da fibra.

- Foi observada uma boa adesão fibra-matriz por sinais de ruptura de fibra e por um bom revestimento de resina nas próprias fibras mesmo aquando a fratura.

Deste trabalho resultam algumas sugestões para melhorias a realizar em trabalhos futuros, nomeadamente:

- O processo de fabrico pode ser melhorado, de modo a evitar bolhas de ar, observadas no microscópio de varrimento, pelo uso de moldação em vácuo ou aumentando a pressão de moldação, tentando evitar bolhas de ar que afectam as propriedades mecânicas do material.

- Processo de fabrico centrado na dispersão de fibras, de modo a que a mistura seja mais homogénea. como se salientou no capítulo 3.4, podem ser observados microscopicamente, dentro do mesmo compósito, zonas bastante diferentes no que diz respeito à concentração de fibra. Tal merece atenção pois a homogeneidade da dispersão da fibra é um factor importante para o estudo e aperfeiçoamento das propriedades mecânicas do material.

“The absence of evidence is not the evidence of absence.”

Carl Sagan

Referências

- [1] Fu SY, Lauke B, MaÈder E, Hu X, Yue CY. Tensile properties of short-glass-fiber and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites. *Compos Part A* 2000; 31:1117–25.
- [2] Gordeyev SA, Ferreira JA, Bernardo CA, Ward IM. A promising conductive material: highly oriented polypropylene filled with short vapour-grown carbon fibres. *Mater Lett* 2001;51:32–6.
- [3] Kuriger RJ, Khairul MA, Anderson PD, Jacobson RL. Processing and characterization of aligned vapor grown carbon fiber reinforced polypropylene. *Compos Part A* 2002; 33: 53–62.
- [4] H. Jin, G.M. Millera, N.R. Sottos, and S.R. Whitea, *Polymer*, 52, 1628 (2011).
- [5] G. Levita, S. De Petris, A. Marchetti, and A. Lazzeri, *J. Mater. Sci.*, 26, 2348 (1991).
- [6] G. Zhang, Z. Rasheva, J. Karger-Kocsis, and T. Burkhart, *Express Polym. Lett.*, 5, 859 (2011).
- [7] Karsli NG, Aytac A, Akbulut M, Deniz V, Giiven O. Effects of irradiated polypropylene compatibilizer on the properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites. *Radiat Phys Chem* 2013; 84:74–8.
- [8] Rahmanian S, Thean KS, Suraya AR, Shazed MA, Salleh MAM, Yusoff HM. Carbon and glass hierarchical fibers: influence of carbon nanotubes on tensile, flexural and impact properties of short fiber reinforced composites. *Mater Des* 2013; 43:10–6.
- [9] Botelho EC, Rezende MC, Lauke B. Mechanical behavior of carbon fiber reinforced polyamide composites. *Compos Sci Technol* 2003;63(13): 1843-55.
- [10] Jiang Z, Gyurova LA, Schlarb AK, Friedrich K, Zhang Z. Study on friction and wear behavior of polyphenylene sulfide composites reinforced by short carbon fibers and submicro TiO₂ particles. *Compos Sci Technol* 2008;68(3): 734-42.
- [11] Xie GY, Sui GX, Yang R. Effects of potassium titanate whiskers and carbon fibers on the wear behavior of polyetheretherketone composite under water lubricated condition. *Compos Sci Technol* 2011;71(6):828-35.

- [12] Chen B, Wang J, Yan F. Synergism of carbon fiber and polyimide in polytetrafluoroethylene-based composites: friction and wear behavior under sea water lubrication. *Mater Des* 2012;36:366-71.
- [13] Wei Luo, Qi Liu, Yi Li, Shengtai Zhou, Huawei Zou, Mei Liang, Enhanced mechanical and tribological properties in polyphenylene sulfide/polytetrafluoroethylene composites reinforced by short carbon fiber, *Composites Part B* 91 (2016) 579-588.
- [14] Fu SY, Lauke B. Analysis of mechanical properties of ABS terpolymer reinforced with short glass fibers and calcite particles. *J Mater Sci Technol* 1997;13:389.
- [15] Fu SY, Hu X, Yue CY. Effects of fiber length and orientation distributions on the mechanical properties of short-fiber-reinforced polymers a review. *Mater Sci Res Int* 1999;5:74–83.
- [16] Shao-Yun Fu, Bernd Lauke // *Composites Science and Technology* 56 (1996) 1179.
- [17] Nevin Gamze Karsli, Ayse Aytac, Veli Deniz // *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 31 (2012) 1053.
- [18] Park JM, Lee SI, Kim KW, Yoon DJ. Interfacial aspects of electrodeposited conductive fibers/epoxy composites using electro-micromechanical technique and nondestructive evaluation. *J Colloid Interface Sci* 2001;237:80–90.
- [19] Xu X, Zhou Z, Hei Y, Zhang B, Bao J, Chen X. Improving compression-afterimpact performance of carbon–fiber composites by CNTs/thermoplastic hybrid film interlayer. *Compos Sci Technol* 2014;95:75–81.
- [20] Dong-Jun Kwon, Pyeong-Su Shin, Jong-Hyun Kim, K. Lawrence DeVries, Joung-Man Park, “Evaluation of dispersion and damage sensing of carbon fiber/polypropylene (PP)-polyamide (PA) composites using 2 dimensional electrical resistance mapping”, *Composites: Part A* 90 (2016) 417–423.
- [21] Tiesong Lin, Dechang Jia, Peigang He, Meirong Wang, Defu Liang, “Effects of fiber length on mechanical properties and fracture behavior of short carbon fiber reinforced geopolymer matrix composites”, *Materials Science and Engineering A* 497 (2008) 181–185.
- [22] Sarasua R, Remiro PM, Poutet J. The mechanical behavior of PEEK short fiber composites. *J Mater Sci* 1995;30:3501–8.

- [23] F. Rezaei, R. Yunus, N.A. Ibrahim, “Effect of fiber length on thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites”, *Materials and Design* 30 (2009) 260–263
- [24] Houshyar S, Shanks RA, Hodzic A. The effect of fiber concentration on mechanical and thermal properties of fiber-reinforced polypropylene composites. *J Appl Polym Sci* 2005; 96: 2260–72.
- [25] Fu SY, Lauke B. Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers. *Compos Sci Technol* 1996; 56: 1179–90.
- [26] Karsli NG, Aytac A, Deniz V. Effects of initial fiber length and fiber length distribution on the properties of carbon-fiber-reinforced-polypropylene composites. *J Reinf Plast Comp* 2012; 31: 1053–60.
- [27] P. Amuthakkannan, V. Manikandan, J.T. Winowlin Jappes, M. Uthayakumar. Effect of fiber length and fiber content on mechanical properties of short basalt fiber on reinforced polymer matrix composites. *Materials Physics and Mechanics* 16 (2013) 107-117.
- [28] Huaqiang Liao, Yiqiong Wu, Meiyu Wu, Haiqing Liu. Effect of Fiber Surface Chemistry and Roughness on Interfacial Structures of Electrospun Fiber Reinforced Epoxy Composite Films. *Polymer composites* 2011.
- [29] Merlini C., Soldi V., M.O. Barra. G. Influence of fiber surface treatment and length on physico-chemical properties of short random banana fiber-reinforced castor oil polyurethane composites. Mechanical Engineering Department, Federal University of Santa Catarina, UFSC, Brazil, 2011.
- [30] Eriksen E. Influence from production parameters on the surface roughness of a machined short fibre reinforced thermoplastic. Institute of Mechanical Engineering, Aalborg University, Pontoppidanstraede 101, 9220 Aalborg East, Denmark.1998