



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Análise da Adesão Fibra-Matriz de Compósitos Epóxi/Fibra de Carbono Por
Meio do Comportamento Mecânico e Análise Fractográfica**

KLETSON VIEIRA DA SILVA

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Reatores

Orientador:

Prof. Dr. Delvonei Alves de Andrade

**São Paulo
2024**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Análise da Adesão Fibra-Matriz de Compósitos Epóxi/Fibra de Carbono Por
Meio do Comportamento Mecânico e Análise Fractográfica**

Versão corrigida

Kletson Vieira da Silva

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear – Reatores

Orientador:

Prof. Dr. Delvonei Alves de Andrade

Versão original disponível no IPEN

São Paulo
2024

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

SILVA, K.V. **Análise da adesão fibra-matriz de compósitos epóxi/fibra de carbono por meio do comportamento mecânico e análise fractográfica.** 2024. 96 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br/>> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Silva, Kletson Vieira da

Análise da adesão fibra-matriz de compósitos epóxi/fibra de carbono por meio do comportamento mecânico e análise fractográfica. / Kletson Vieira da Silva; orientador Delvonei Alves de Andrade. São Paulo, 2024.

96 f.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Reatores) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2024.

1. Nuclear. 2. Fibra. 3. Interface. 4. Adesão. 5. Espectroscopia I. Andrade, Delvonei Alves de, orient. II. Marinucci, Gerson, co-orient. III. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: Kletson Vieira da Silva

Título: Análise da adesão fibra-matriz de compósitos epóxi/fibra de carbono por meio do comportamento mecânico e análise fractográfica.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Data: 08 / 08 / 2024

Banca Examinadora

Prof. Dr.: Delvonei Alves de Andrade

Instituição: IPEN

Julgamento: _____

Prof. Dr.: Sandro Campos Amico

Instituição: UFRGS

Julgamento: _____

Prof. Dr.: Cassius Riul

Instituição: SENAI

Julgamento: _____

Dedico ao meu filho, à minha esposa, aos meus pais e à minha irmã, cujo amor e apoio incondicionais são a base sólida sobre a qual construí minha jornada profissional e acadêmica.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer inicialmente ao Prof. Dr. Delvonei Alves de Andrade por toda a sua orientação e por nunca deixar de acreditar no sucesso do trabalho desenvolvido.

Além disso, sou imensamente grato ao Prof. Dr. Gerson Marinucci e aos companheiros de trabalho Osni de Carvalho e sua equipe, Delmo, Jamile, José Ferreira, Maurício, Luciano, Marcos pela disponibilidade constante e pelos conhecimentos que recebi ao longo deste trabalho.

Agradeço à Marinha do Brasil, em especial a Diretoria de Desenvolvimento Nuclear da Marinha por terem me proporcionado a oportunidade de devolver este trabalho.

Agradeço à Darlene e toda a equipe do Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) pelo apoio na realização dos ensaios de laminados, em especial aos colegas de trabalho.

Agradeço ao meu filho Bernardo, pela compreensão e a minha esposa Amanda pela parceria de sempre, bem como aos meus pais, Leonora e Francisco de Assis, e à minha irmã Ana Carolina, pelo apoio e pela confiança depositada em mim ao longo da minha jornada profissional e acadêmica, iniciando ao sair de casa aos 14 anos de idade.

RESUMO

SILVA, K. V., ***Análise da adesão fibra-matriz de compósitos epóxi/fibra de carbono por meio do comportamento mecânico e análise fractográfica.*** 2024. 96 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

Este trabalho apresenta a possibilidade de análise indireta da qualidade de interface de Compósito Reforçado com Fibra de Carbono (CFRC) que venha a ser produzido com reforços que estavam armazenados por longo período. Por vezes, devido a mudanças geopolíticas ou até mesmo dificuldade no processo de aquisição de Fibra de Carbono (FC) com padrões específicos pode ocorrer o armazenamento deste item por período superior a 05 anos. E, para posterior utilização devem ser analisadas todas as características deste item a fim de mitigar a possibilidade de eventos catastróficos em decorrência de uma interface ineficiente e que não estava desempenhando o papel adequado de transferência de carga da matriz para o reforço. Este trabalho apresenta ensaios indiretos, padrões fotográficos e números de onda específicos, utilizados para uma análise indireta da interface. Foi possível observar por meio da espectroscopia por infravermelho que a medida de ocorre o processo de cura do *sizing* a quantidade de ligação do grupo Oxireno (C-O-C) diminui significativamente e ocorre o aumento significativo do grupo Hidroxila (O-H), prejudicando o processo de abertura dos filamentos e conseqüentemente a molhabilidade destes durante o processo de fabricação do CRFC. Contudo a presença de ranhuras do reforço possibilita uma boa ancoragem mecânica, o que permite adesão adequada, mesmo com a ausência de ancoragem química. Esses fatos foram corroborados pela análise mecânica realizada nessa dissertação e evidenciou a possibilidade de uso deste tipo de reforço em estruturas que não necessitem de alto desempenho.

Palavras chave: Compósito, interface, fratura, reforço, espectroscopia.

ABSTRACT

SILVA, K. V., *Análise da adesão fibra-matriz de compósitos epóxi/fibra de carbono por meio do comportamento mecânico e análise fractográfica*. 2024. 96 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

This work presents the possibility of indirect analysis of the quality of the Carbon Fiber Reinforced Composite (CFRC) interface that is produced with reinforcements that have been stored for a long period. Sometimes, due to geopolitical changes or even difficulties in the process of acquiring Carbon Fiber (CF) with specific standards, this item may be stored for a period of more than 5 years. And, for subsequent use, all the characteristics of this item must be proven in order to mitigate the possibility of catastrophic events due to an inefficient interface that was not playing the appropriate role of transferring load from the matrix to reinforcement. This work presents indirect tests, photographic patterns and specific wavenumbers, used for an indirect analysis of the interface. It was possible to observe through infrared spectroscopy that as the sizing curing process occurs, the amount of bonding of the Oxyrene group (C-O-C) decreases significantly and there is a significant increase in the Hydroxyl group (O-H), damaging the opening process of the filaments and consequently their wettability during the CRFC manufacturing process. However, the presence of reinforcement humans allows for good mechanical anchoring, which allows adequate adhesion, even with the absence of chemical anchoring. These facts were corroborated by the mechanical analysis carried out in this dissertation and highlighted the possibility of using this type of reinforcement in structures that do not require high performance.

Keywords: Composite, interface, fracture, reinforce, spectroscopy

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Espectro aproximado de algumas ligações covalentes.....	26
Tabela 2 - Trabalhos realizados com análise de fractografia	35
Tabela 3 - Constituintes da matriz.....	41
Tabela 4 - Propriedades do sistema.....	42
Tabela 5 - Propriedades das FC que serão utilizadas.....	42
Tabela 6 - Propriedades do compósito utilizado para confecção dos CP.....	52
Tabela 7 - Ensaio de Tração de filamento contínuo	53
Tabela 8 - Análise da qualidade do reforço - Fibra A.....	53
Tabela 9 - Análise da qualidade do reforço - Fibra B.....	54
Tabela 10 – Ensaio de cisalhamento interlaminar	54
Tabela 11 - Ensaio de Tração Transversal à direção do reforço.....	55
Tabela 12 - Ensaio de Flexão (16:1) – 3 pontos.....	56
Tabela 13 - Ensaio de Flexão (32:1) – 3 pontos.....	57
Tabela 14 - Ensaio de flexão (32:1) – 4 pontos.....	58
Tabela 15 - Correlação entre Módulos	59

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Tensão x deformação (a) fibra frágil e matriz dúctil, (b) compósito	17
Figura 2 – Identificação da aplicação da força no sentido longitudinal ao reforço.....	19
Figura 3 – Identificação da aplicação de força no sentido transversal ao reforço	19
Figura 4 - FC com dispersão deficiente e formação de ilhas.....	21
Figura 5 – Molhabilidade em uma superfície.....	23
Figura 6 - Estrutura da resina epóxi	26
Figura 7 - Números de onda da resina epóxi não curada.....	27
Figura 8 - Máquina de Bobinamento Filamentar	29
Figura 9 - Ilustração do corpo de prova para ensaio de tração transversal.....	31
Figura 10 - Ilustração do Ensaio de Cisalhamento Interlaminar	31
Figura 11 - Ilustração do Ensaio de Flexão	32
Figura 12 - Ilustração de Corpo de prova de Tração de Filamento Contínuo.....	33
Figura 13 - Ilustração com tipos de fratura em CRFC	34
Figura 14 - Fluxograma de identificação da falha com análise fractológica	36
Figura 15 - Ilustração dos modos de carregamento em Materiais Compósitos.....	36
Figura 16 - Reforço de com pouca resina em sua superfície	37
Figura 17 - Ilustração de fratura em matriz frágil com microfratura texturizada.....	38
Figura 18 - Ilustração com ampliação de microfratura texturizada	38
Figura 19 - Ilustração de falha escova (brush-like failure).....	38
Figura 20 - Ilustração com presença de Cúspedes	39
Figura 21 - Ilustração com espelho e linhas de rio	39
Figura 22 - Ilustração com presença de escarpas.....	40
Figura 23 - Mandril para obtenção de CP.....	43
Figura 24 - Fluxograma de ensaios mecânicos para análise da Fibras A e B.....	45
Figura 25 - CP de filamento contínuo.....	46
Figura 26 - CP de ILSS com aumento de 16x – Fibra A.....	46
Figura 27 - CP de ILSS com aumento de 16x – Fibra B.....	46
Figura 28 - CP de ensaio de Tração Transversal.....	47
Figura 29 - Posicionamento de CP conforme Procedimento A	48
Figura 30 - Posicionamento de CP conforme Procedimento B	49
Figura 31 - CP de tração transversal – Fibra A	55
Figura 32 - CP flexão (16:1) - Fibra A – 3 pontos.....	56

Figura 33 - CP flexão (16:1) - Fibra B – 3 pontos.....	57
Figura 34 – CP com flexão (32:1) – Fibra A – 3 pontos	58
Figura 35 - CP com flexão (32:1) – Fibra B – 3 pontos	58
Figura 36 - CP com flexão (32:1) – Fibra A – 4 pontos	59
Figura 37 - CP com flexão (32:1) – Fibra B – 4 pontos	59
Figura 38 - Análise fractográfica da Fibra A após ruptura.....	60
Figura 39 - Análise fractográfica da Fibra B após ruptura	61
Figura 40 - Identificação da formação de ilhas na Fibra A	62
Figura 41 - Identificação de maior espaçamento entre filamentos	63
Figura 42 - Presença de resina entre os filamentos	63
Figura 43 - Espectroscopia - Reforço (Fibra B).....	65
Figura 44 - Destaque para ν de 914,15 cm^{-1} (Fibra B).....	65
Figura 45 - Destaque para ν da ligação O-H (Fibra B).....	65
Figura 46 - Espectroscopia - Reforço (Fibra A)	67
Figura 47 - Destaque ausência de banda característica (Fibra A).....	67
Figura 48 - Destaque para ν da ligação O-H (Fibra A).....	67

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVO	16
3	ABORDAGEM TEÓRICA	17
3.1	Materiais compósitos	17
3.2	Interface	20
3.2.1	Ângulo de contato	21
3.2.2	Adesão mecânica	23
3.3	Espectroscopia no infravermelho	24
3.4	Fabricação de CRFC por enrolamento filamentar	28
3.5	Ensaio mecânicos	29
3.6	Ensaio mecânicos	30
3.6.1	Ensaio de tração	31
3.6.2	Ensaio de cisalhamento interlaminar	31
3.6.3	Flexão	32
3.6.4	Tração de Filamento Contínuo	33
3.7	Fraturas na interface	33
3.7.1	Morfologia da Fratura	34
4	MATERIAIS E MÉTODOS	41
4.1	Matriz	41
4.2	Reforço	42
4.3	Fabricação dos corpos de prova	43
4.4	Parâmetros físicos e propriedades mecânicas	44
4.4.1	Propriedades Físico-químicas	44
4.4.2	Propriedades Mecânicas	44

4.4.3	Ensaio de tração de filamento contínuo.....	45
4.4.4	Ensaio de cisalhamento interlaminar (ILSS).....	46
4.4.5	Ensaio de tração a 90° (transversal à direção da FC)	47
4.4.6	Ensaio de flexão a 90° com 3 pontos – 16:1	47
4.4.7	Ensaio de flexão a 90° com 3 pontos – 32:1	48
4.4.8	Ensaio de flexão a 90° com 4 pontos – 32:1	49
4.5	Fractografia	50
4.6	Espectroscopia de infravermelho	50
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
5.1	Análise do CRFC.....	52
5.2	Análise do reforço	53
5.3	Análise dos resultados mecânicos aplicados à interface.....	54
5.4	Análise fractológica.....	60
5.5	Análise de espectroscopia por infravermelho	64
6	CONCLUSÕES.....	68
7	SUGESTÃO DE TRABALHO FUTURO	69
8	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	70
9	ANEXOS	81

1 INTRODUÇÃO

Os materiais compósitos, em especial, aqueles que utilizam fibra de carbono (FC), possuem ampla utilização na engenharia, em especial em segmentos que demandam elevada resistência e módulo de elasticidade específico. Esses materiais são constituídos pela combinação de pelo menos dois materiais distintos (reforço e matriz), tendo uma interface bem definida entre eles. Depois de fabricados, apresentam propriedades químicas e/ou físicas superiores, quando comparadas as propriedades dos materiais que integram a estrutura de forma individual. Justamente essa interface bem definida que distingue essas estruturas de misturas, soluções sólidas, blendas polimérica, dentre outras (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008; MARINUCCI, 2011).

O processo de fabricação da FC pode ocorrer utilizando como matéria-prima a Poliacrilonitrilica (PAN), o Rayon e o piche mesofásico, contudo a PAN é a mais utilizada, em face da economicidade e disponibilidade do mercado (MARINUCCI, 2011; SARAC et al., 2004). A utilização da PAN como precursora implica nas seguintes etapas para obtenção da FC: oxidação, carbonização, tratamento superficial (*finish*) e acabamento superficial (*sizing*) (CHAWLA, 2012; MARINUCCI, 2011). No que tange o processo de acabamento superficial, uma de suas funções é proteger a fibra do contato com componentes dos equipamentos de fabricação do compósito ou mesmo em teares para fabricação de tecidos (MARINUCCI, 2011), além de possibilitar uma melhor molhabilidade para futuros processos de fabricação (MA et al., 2016).

Devido à aplicação do revestimento na FC é possível realizar o armazenamento e proteção da referida fibra, contudo essa camada de proteção possui macromoléculas que, com o transcorrer do tempo, realizam ligações, promovendo o processo de cura desta resina (BUNSELL; RENARD, 2005; CHAWLA, 2012; MEREDITH et al., 2012) e, portanto, quanto maior o tempo de armazenamento da fibra, mais difícil torna-se a impregnação futura durante o processo de fabricação de uma nova estrutura, uma vez que as superfícies das fibras de carbono ficam com uma quantidade menor de grupos ativos e, conseqüentemente, ocorrerá uma menor adesão química entre fibras-matriz. E, caso não exista uma ancoragem mecânica

adequada, as propriedades mecânicas do material compósito podem ficar comprometida.

Sendo assim é importante que, frequentemente, a FC adquirida ou armazenada por longos períodos por instituições que necessitem manter um estoque, seja reavaliada para que seja observada a qualidade da interface do material compósito que venha a ser produzido. Essa verificação é realizada habitualmente por meio de ensaios de monofilamentos, ou de forma indireta, através de ensaios com carregamento transversal, contudo alguns destes ensaios indiretos, como o de tensão transversal, apresenta resultado “subdimensionado” (ADAMS et al., 1990; GUL et al., 2023) prejudicando a análise da equipe de desenvolvimento e pesquisa, o que corrobora com a necessidade de métodos complementares de verificação.

2 OBJETIVO

Em muitas situações há um controle na aquisição de FC, em face da possibilidade de utilização dual, o que pode prejudicar o desenvolvimento tecnológico que esteja atrelado ao uso civil deste componente, indo desde o emprego na aviação, naval, aeroespacial até o aprimoramento de tecnologia empregada no segmento energético. Outro fator que pode influenciar de forma significativa a aquisição deste componente é mudança geopolítica mundial, impondo barreiras alfandegárias que visam mitigar a possibilidade de desenvolvimento econômico.

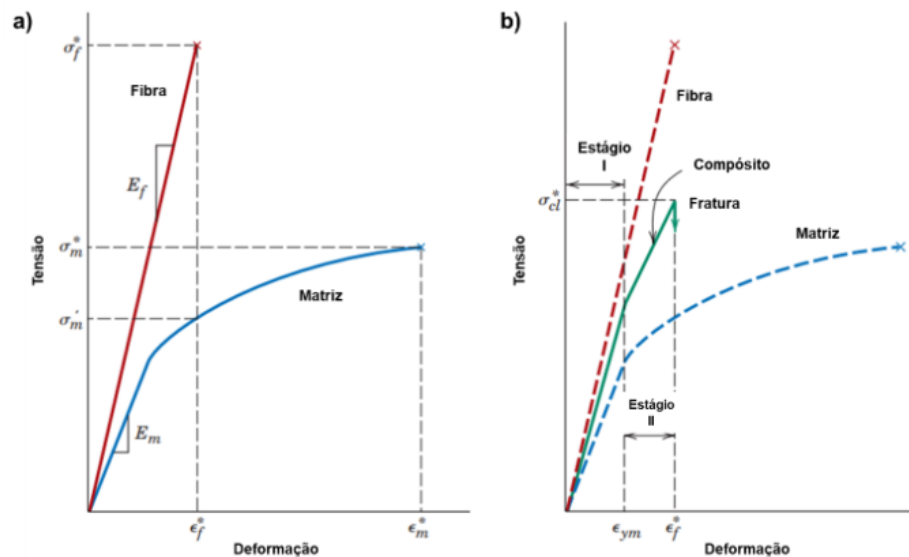
Essa dissertação possibilita analisar a qualidade da interface apresentando métodos indiretos, concomitantemente com técnicas de fractografia e espectroscopia por infravermelho, identificando o número de onda próprio do revestimento do reforço. Com tal análise será possível examinar a importância da ancoragem mecânica na adesão, uma vez que após longos períodos de armazenamento o material polimérico aplicado no processo de revestimento do reforço está com menos grupos funcionais ativos.

3 ABORDAGEM TEÓRICA

3.1 Materiais compósitos

Os materiais compósitos estão sendo cada vez mais difundidos, seja em decorrência da alta resistência, baixa densidade ou pela capacidade de adaptação as necessidades de projeto com alteração de espessura ou alteração da orientação das camadas (GÜRDAL et al., 1999). Em muitos casos é possível obter excelente resultados ao se combinar diferentes materiais para criar compósitos, sendo que, na maioria dos casos, apresentam características especiais para atender demandas específicas que nenhum de seus constituintes possui isoladamente (PARDINI; LEVY NETO, 2006). A fim de expor tal variação é possível observar na Figura 1 a curva tensão x deformação de fibra, matriz e a combinação de ambos, representada em razão da sua tensão e deformação, que indica a fibra mais frágil e a matriz mais dúctil, e o compósito é representado pela combinação destas propriedades.

Figura 1 - Tensão x deformação (a) fibra frágil e matriz dúctil, (b) compósito



Fonte: adaptado (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008)

Além da classificação quanto a matriz utilizada, há a divisão atinente a forma como o reforço de fibra está distribuído, podendo ser de forma contínua, descontínua; em particulado e pré-formas secas.

- a) Fibras Longas: Se caracterizam por apresentarem a matriz em sua estrutura e a alocação de reforços com comprimentos maiores que sua seção transversal, possuindo uma orientação de fibra principal em cada camada, podendo assim ocorrer o empilhamento;
- b) Descontínuas: essa classificação referencia os compósitos que possuem em sua estrutura fibras dispersas em matriz onde o comprimento é apenas relativamente maior que sua seção transversal;
- c) Particulada: essa classificação visa identificar situações onde a fibra é dispersa em uma matriz com tamanho aleatório; e
- d) Secas (não impregnadas – “*unwetted*”): são caracterizadas por possuírem maior possibilidade de variação geométrica, permitindo interligar fibras, inclusive fora do plano, de forma ortogonal.

Preparar essas estruturas requer uma atenção especial às direções das tensões de trabalho as quais o componente será submetido, uma vez que pequenas fissuras podem iniciar a propagação da fratura. Como mencionado, há 03 componentes básicos na concepção do material compósito (matriz, reforço e interface), e conseqüentemente é possível observar 03 tipos de trincas quando tais compostos são concebidos de forma unidirecional (GAYATHRI; GANGULI, 2011; PAWAR; GANGULI, 2005).

- a) Trincas da matriz: são falhas que ocorrem na matriz polimérica, a determinada distância da interface, e geralmente, em planos paralelos ou perpendiculares à direção da Fibra de Carbono (FC);
- b) Falhas na interface: neste caso, a trinca se formou na região entre a matriz e o reforço e se propaga ao redor da FC; e
- c) Falhas no reforço: são falhas que ocorrem na própria FC. Geralmente, tais discontinuidades ocorrem em um plano perpendicular ao reforço e se estendem de forma transversal.

Face ao apresentado, fica explícita a necessidade de verificação dos parâmetros quantitativos e qualitativos aos quais tais estruturas venham a ser submetidas, bem como a análise dos limites de resistência dos materiais, dentre os quais a direção transversal requer uma atenção especial, uma vez que, nesta

direção tem-se o menor limite de resistência e sofre bastante influência da adesão da interface.

A fim de proporcionar uma melhor visualização das formas de alinhamento do reforço durante a formação do Compósito Reforçado com Fibra de Carbono (CRFC), são apresentadas a Figura 2 e Figura 3 com a respectiva direção de aplicação da força (F) que pode acontecer no sentido longitudinal do reforço (F_x), ou transversal (F_y) a ele.

Figura 2 – Identificação da aplicação da força no sentido longitudinal ao reforço

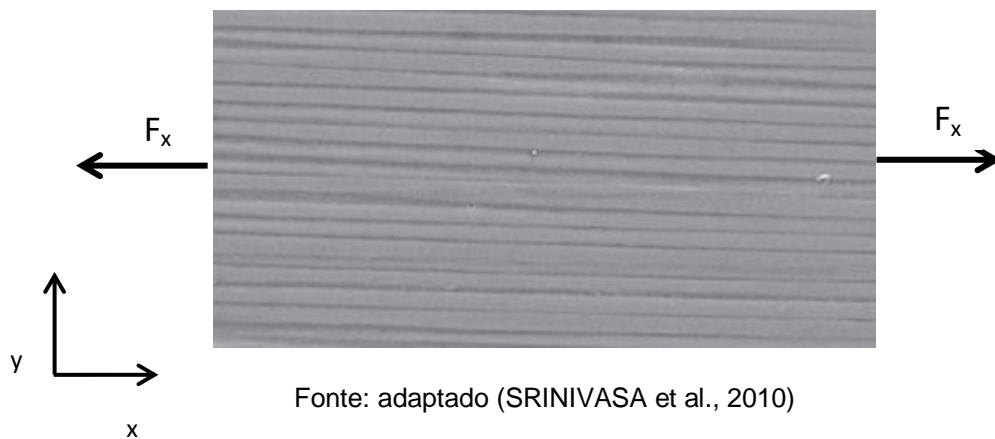
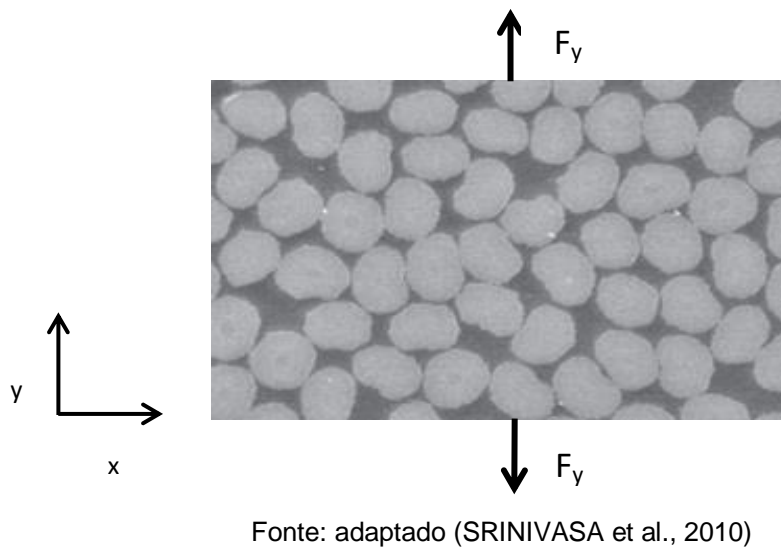


Figura 3 – Identificação da aplicação de força no sentido transversal ao reforço



Diversos estudos demonstram que a direção transversal atua diretamente para propagação das microtrincas e a interface influencia diretamente na composição efetiva do material e compõe, de forma significativa, o processo de

fratura transversal (WANG et al., 2011), bem como no processo de dano do elemento como um todo.

Quando da análise para obtenção de parâmetros, é mandatório verificar os esforços longitudinais e, principalmente, os transversais aos quais o composto é submetido possibilitando a verificação da resistência à tração na fibra-matriz (ASP et al., 1996).

3.2 Interface

Como descrito anteriormente a interface desempenha um papel importante para transmissão da carga da matriz para o reforço. Essa região possibilita a interação por meio ancoramento mecânico, ou por adesão atrelada a ligações químicas ou interação eletrostática (MATTHEWS; RAWLINGS, 1999) isoladamente ou em conjunto.

A constante análise e desenvolvimento de pesquisas atreladas a interface dos compósitos são realizadas de forma meticulosa a fim de buscar a otimização desta adesão. Tal busca contínua ocorre, pois, se o componente for submetido a um esforço mecânico e não apresentar uma adesão química e/ou mecânica satisfatória, ocorrerá a falha catastrófica (FERREIRA; BARBOSA, 2000).

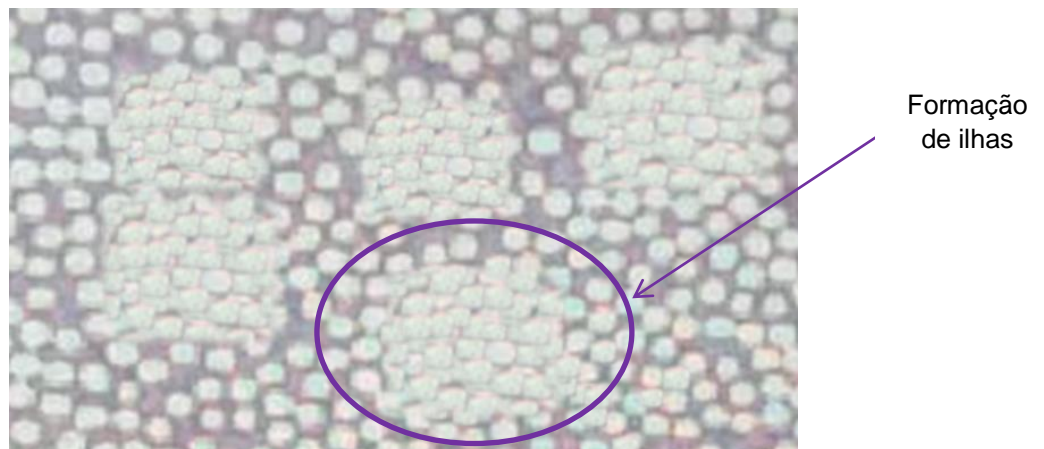
A adesão é matéria constante de estudos e, está intimamente ligada a fatores (YOSOMIYA, 2020), tais como:

- Forma de difusão dos elementos da matriz e do reforço;
- Grupo funcional que surge após o tratamento superficial;
- Constituição química da matriz; e
- Arranjo do reforço, orientação e propriedades químicas da Fibra.

Essa adesão química refere-se à compatibilidade entre os grupos químicos da superfície do reforço e os grupos compatíveis existentes na matriz. Tais ligações formam-se durante o processo de cura do compósito polimérico e quanto melhor a força de adesão melhor a efetividade quanto a aplicabilidade, fazendo-se necessário uma verificação, de diversos parâmetros, dentre os quais se destacam a Molhabilidade e Tensão Superficial que refletem o Ângulo de Contato da superfície.

A fim de possibilitar um entendimento adequado sobre como os temas são tratados nessa dissertação, a Figura 4 retrata de forma ilustrativa uma situação na qual o reforço apresenta uma aderência deficiente em face da não abertura das fibras para uma adequada molhabilidade, embora ainda seja evidenciá-la uma boa dispersão do *roving* na matriz (MARINUCCI, 2011). Esses conceitos são importantes para posterior análise fractográfica e espectroscopia do trabalho em lide.

Figura 4 - FC com dispersão deficiente e formação de ilhas.



Fonte: autor, modificada graficamente (2024)

3.2.1 Ângulo de contato

Conforme apresentado por AURENTY, et al., (1997), esse ângulo descreve a qualidade da capacidade de umedecimento de uma substância em outra. Outrossim, quando tal parâmetro apresenta um resultado constante, é evidenciado o equilíbrio termodinâmico da interface, influenciando na molhabilidade e na tensão superficial.

A molhabilidade é um fator crucial na preparação de materiais compósitos que utilizam reforço em fibra de carbono com matriz polimérica, uma vez que está atrelada à capacidade de um líquido, como a resina polimérica, espalhar-se em uma superfície sólida, neste caso, as fibras de carbono produzindo uma adesão efetiva, melhoria nas propriedades mecânicas, redução de vazios com aumento da vida útil de armazenamento uma vez que reduz o risco de delaminação entre camadas,

durabilidade e capacidade de processamento (YOSOMIYA, 2020), conforme descrito a seguir:

- Uma adesão efetiva possibilita a adequada transferência de cargas entre a matriz e as fibras, resultando em propriedades mecânicas aprimoradas para o compósito;
- O aumento das propriedades mecânicas ocorre, pois quando do umedecimento adequado, aumenta-se a eficácia do reforço das fibras juntamente com a resistência global do material;
- A redução de vazios evidencia-se, pois ocorrem maior fluidez e capacidade de umedecimento do reforço. Caso não seja bem realizado ocorrerá o aumento da formação de vazios ou bolhas entre as fibras e a matriz. Esses vazios podem agir como pontos de concentração de tensão e diminuir significativamente a resistência do compósito;
- A durabilidade em face da boa molhabilidade é observada pois reduz o risco de delaminação (separação entre camadas) e aumenta a resistência à fadiga do material; e
- A facilidade no processo de fabricação do compósito também é observada em face da boa molhabilidade permitindo uma distribuição uniforme da resina e garantindo a integridade estrutural durante a cura.

A molhabilidade é dependente, principalmente do ângulo de contato entre as superfícies (AURENTY et al., 1997) que visa promover o equilíbrio entre as forças atrativas nas partículas do fluido e do sólido. Contudo a medição e análise do ângulo são temas de extrema complexidade (MORRA et al., 1990), o que faz com que ensaios indiretos sejam realizados para verificação da interface.

Dessa forma, o ângulo de contato entre a gota e a superfície sólida, no caso em lide, matriz polimérica e reforço em FC, respectivamente, depende da força adesiva entre os meios, favorecendo ou não a expansão da gota sobre a superfície. Sendo assim, ocorrendo o repouso da gota sobre a superfície sólida o ângulo de contato sofrerá influencia das tensões entre os meios (sólido-líquido e sólido-vapor) (COUTINHO, 2007).

A Tensão Superficial (γ), por sua vez, reflete de forma indireta a interação intermolecular. Essa tensão é observada quando uma superfície sólida entra em

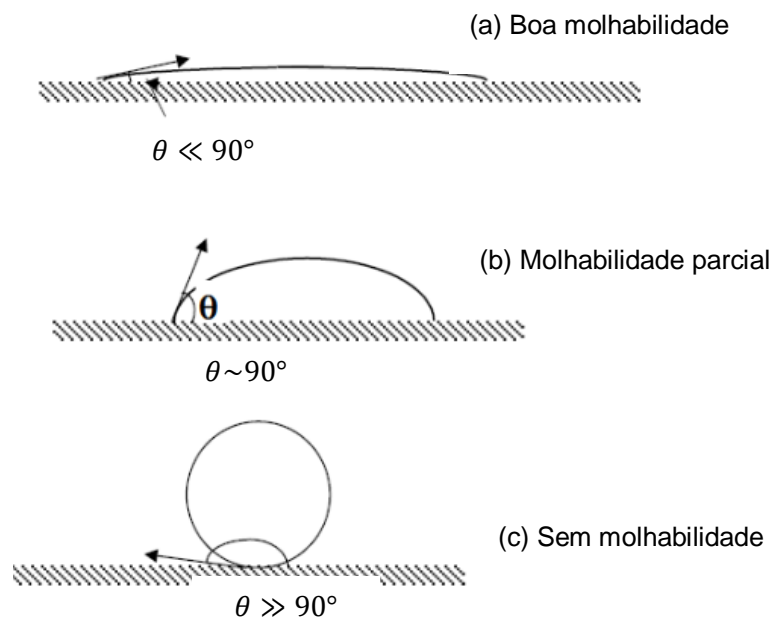
contato com uma substância líquida e pode ser expressa em forma de Energia de Helmholtz e Gibbs (KINLOCH et al., 1997).

Para analisar essa tensão utiliza-se a Equação de Young, que envolve tanto o ângulo de contato (θ) quanto a tensão entre o líquido e o vapor (γ_{LV}), o líquido e o sólido (γ_{LS}) e o sólido e o vapor (γ_{SV}):

$$\gamma_{LV} \cdot \cos\theta + \gamma_{LS} = \gamma_{SV} \quad (1)$$

Considerando uma superfície nivelada e uniforme, o ângulo de contato depende da tensão entre o líquido e o sólido e do sólido com o vapor (COUTINHO, 2007). Por consequente, o ângulo de contato (θ) poderá ser menor que 90° ou maior que 90° resultando em uma boa ou má molhabilidade, respectivamente. Nesse contexto é importante ressaltar que quanto menor o ângulo, melhor a molhabilidade, conforme Figura 5.

Figura 5 – Molhabilidade em uma superfície



Fonte: adaptado (LIMA, 2019)

3.2.2 Adesão mecânica

A fim de analisar as possibilidades de melhoria contínua da interface, se faz necessário entender, que além da adesão química, a adesão mecânica da matriz

ao reforço ocorre devido à rugosidade superficial do reforço e sua porosidade (PARDINI; LEVY NETO, 2006).

Com a ocorrência de microporos e rugosidade das superfícies das FC, ocorre uma melhor adesão mecânica do reforço a matriz (FERREIRA; BARBOSA, 2000). Diversos métodos podem ser introduzidos para aumento da ancoragem mecânica (REZENDE, 2007) e independente da técnica aplicada para alteração da ancoragem e possível melhoria da interface.

3.3 Espectroscopia no infravermelho

A radiação na faixa do infravermelho (IR) foi apresentada em 1800 por William Herschel, sendo uma parte do espectro não visível (HERSCHEL, 1997). Contudo devido a falta de seletividade dos espectros de absorção nessa região, a técnica ficou subjugada e demoraram algumas décadas até que surgissem espectrofotômetros de uso comercial capazes de apresentar valores adequados na região do IR.

Posteriormente a *Canadian Grain Commission (CGC)* começou a utilizar o método de espectroscopia no infravermelho para determinação de proteína, introduzindo o uso prático da técnica (TIBOLA et al., 2018). Desde então diversos estudos e aplicações foram realizadas, dentre as quais se destaca o uso em identificação de padrões de compostos orgânicos e inorgânicos.

Nesse sentido, é possível verificar a presença de determinados grupos funcionais por meio do IR em diversos compostos, como na resina epóxi utilizada no revestimento do reforço em lide, por ser um componente com ligação covalente e assim absorver uma gama de frequência de radiação na região do infravermelho do espectro eletromagnético (CLAYDEN et al., 2012; PAIVA et al., 2010).

A caracterização com essa técnica observa a energia absorvida, por isso, apesar de ser comum expor os dados em comprimento de onda, para aplicar a espectroscopia é mais favorável utilizar a grandeza “número de onda” ($\bar{\nu}$) (também chamada de banda), expressa em cm^{-1} , que reflete o número de comprimentos de onda por unidade de distância, conforme equação 2 (CLAYDEN et al., 2012).

$$\bar{\nu} (cm^{-1}) = \frac{1}{\lambda (cm)} \quad (2)$$

A relação entre o número de onda e a energia atrelada a espectroscopia ocorre pela possibilidade de conversão do respectivo número em quantidade de energia quântica absorvida ou emitida conforme equação 3 (DRUZIAN; DOS SANTOS, 2008).

$$E = hc\bar{\nu} \quad (3)$$

Onde: E é a menor quantidade de energia que pode ser absorvida ou emitida na forma de radiação eletromagnética; h é a constante de Planck ($6,63 \times 10^{-34}$ J.s); c é a velocidade da luz no vácuo ($3,00 \times 10^8$ m/s); e $\bar{\nu}$ representa o número de onda (cm^{-1}).

Como cada tipo de ligação tem sua própria frequência de vibração, mesmo ligações idênticas podem apresentar pequenas variações do número de onda, muitas vezes influenciada por fatores ambientais (MAITY et al., 2008). Isso implica que tal espectro funciona como o DNA do item em análise.

Portanto para determinar tais características é necessário realizar experimentos e caracterizações a fim de identificar as diversas incidências de radiação de IF nas regiões vibracionais. Dentre os números de onda, os que se destacam estão entre as faixas de 4000 a 1300 cm^{-1} , 900 a 690 cm^{-1} (utilizado para anéis aromáticos) e 1300 a 900 cm^{-1} (região de determinação de estruturas) (CUNHA et al., 2014). A Tabela 1 a seguir demonstra de forma ilustrativa um espectro de ligações distribuídas no infravermelho vibracional.

Tabela 1 - Espectro aproximado de algumas ligações covalentes

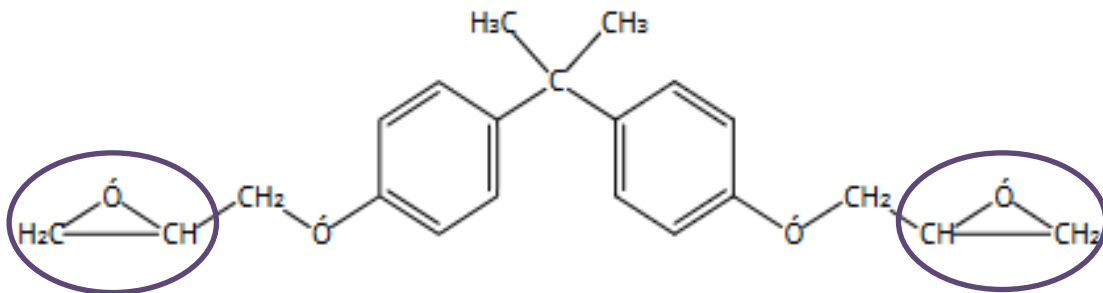
Número de onda (λ)						
4000		2500	2000	1650	1550	650
	O-H	C-H	C \equiv C	C \equiv O	C = N	C - Cl
			C \equiv N			C - O
	N-H				C = C	C - N
						C - C
					N = O	
					N = O	

Fonte: adaptado (PAIVA et al., 2010)

Essas bandas são próprias para cada ligação observada e com base nessa informação pode-se analisar as características iniciais de um composto e buscar uma repetitividade ou não deste parâmetro em novas estruturas.

No que tange a resina epóxi, ela apresenta a estrutura com 02 grupos de óxido de etileno (Oxirano) nas extremidades com 02 grupos de éter mais ao centro, conforme Figura 6. Essa característica facilita a formação do grupo hidroxila (O-H), (CLAYDEN et al., 2012), grupo com forte formação durante o processo de cura.

Figura 6 - Estrutura da resina epóxi

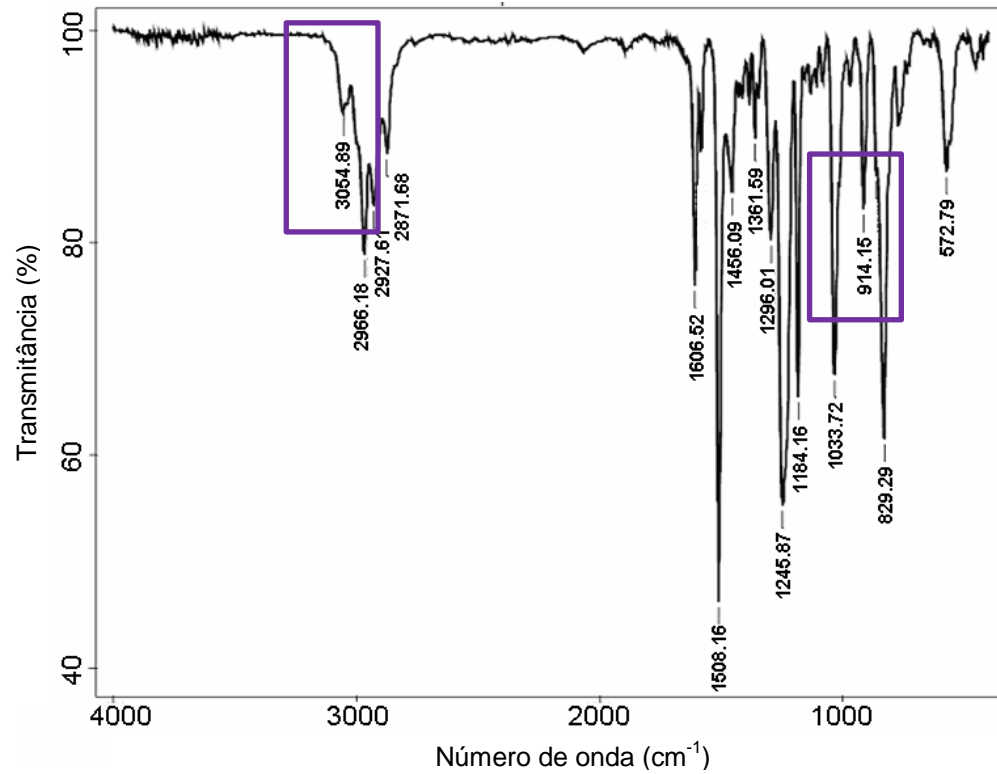


Fonte: adaptado (CLAYDEN et al., 2012; MAITY et al., 2008; RATNA, 2009)

Essas ligações apresentam um espectro característico e com números de onda próprios. A Figura 7 apresenta os $\bar{\nu}$ identificados para o grupo Oxirano ($914,15 \text{ cm}^{-1}$) e para o grupo hidroxila (região entre $3000 \text{ e } 3400 \text{ cm}^{-1}$) que tende a aumentar

de forma mais intensa à medida que acontece o envelhecimento (absorção de água do ambiente) ou o processo de cura (TITO, 2022).

Figura 7 - Números de onda da resina epóxi não curada



Fonte: adaptado (MAITY et al., 2008)

3.4 Fabricação de CRFC por enrolamento filamental

Atualmente há diversos métodos de fabricação de CRFC, cada um com sua especificidade e visando atender à necessidade de solicitação mecânica (GARCIA, 2016) entre os métodos, destacam-se:

- Enrolamento Filamental (FW, *Filament Winding*);
- Moldagem Manual (HL, *Hand Lay-up*);
- Moldagem por transferência de resina (RTM, *Resin transfer molding*);
- Moldagem por mistura e injeção (RRIM, *Reinforced reaction injection Molding*);
- Moldagem por pulverização (*Spray up*);
- Injeção (*Injection*);
- Compressão (*Compression*);
- Centrifugação (*Centrifugation*); e
- Laminação (*Lamination*).

A utilização da técnica de *Filament Winding* é vastamente empregada para manufatura de componentes cilíndricos (GUIMARÃES et al., 2022). A produção por meio de FW apresenta alta produtividade, maior repetitividade e precisão na deposição das fibras sob o molde, possibilitando inclusive, a variação de tensão do bobinamento e ângulo de inclinação (GUIMARÃES et al., 2022).

No processo de fabricação por FW pode ocorrer a deposição do reforço em forma de *rovings* tanto de forma seca (*dry winding*) ou banhado por resina (*wet winding*). Independente da forma utilizada (*dry ou wet winding*) é possível aplicar tensão de trabalho e ajustar o ângulo de bobinamento, provendo uma fabricação adequada de compósitos cilíndricos (ABDALLA et al., 2007), em face da configuração da bobinadeira e do mandril utilizados, conforme Figura 8.

Figura 8 - Máquina de Bobinamento Filamentar



Fonte: <<https://www.roth-composite-machinery.com/>>(2024)

A utilização da técnica de *Filament Winding* é vastamente empregada para manufatura de componentes cilíndricos (GUIMARÃES et al., 2022). A produção por meio de FW apresenta alta produtividade, maior repetibilidade e precisão na deposição das fibras sob o molde, possibilitando inclusive, a variação de tensão do bobinamento e ângulo de inclinação (GUIMARÃES et al., 2022).

3.5 Ensaios mecânicos

Todos os campos da tecnologia, especialmente aqueles referentes à construção de máquinas e estruturas, estão intimamente ligados aos materiais e às suas propriedades. Tais propriedades devem ser medidas e analisadas a fim de evitar que a estrutura final tenha sua integridade afetada (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008).

Uma importante ferramenta para a determinação das propriedades mecânicas são os ensaios de tração, flexão e cisalhamento interlaminar, obtendo-se valiosas informações sobre as características do material como, rigidez, resistência, ductilidade e tenacidade (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008).

3.6 Ensaios mecânicos

Todos os campos da tecnologia, especialmente aqueles referentes à construção de máquinas e estruturas, estão intimamente ligados aos materiais e às suas propriedades. Tais propriedades devem ser medidas e analisadas a fim de evitar que a estrutura final tenha sua integridade afetada (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008).

Uma importante ferramenta para a determinação das propriedades mecânicas são os ensaios de tração, flexão e cisalhamento interlaminar, obtendo-se valiosas informações sobre as características do material como, rigidez, resistência, ductilidade e tenacidade (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008).

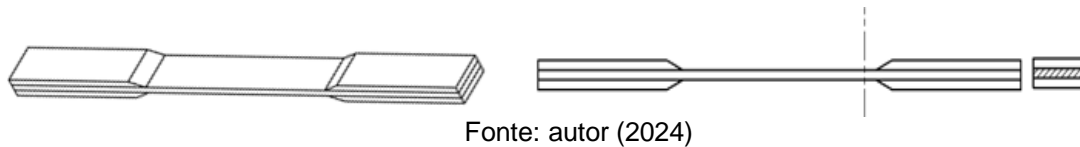
Para análise de interface é importante que todos os outros parâmetros sejam mantidos e tal verificação ocorre por métodos experimentais que envolvem testes em monofilamentos (NETRAVALI et al., 1989) ou em lâminas unidirecionais (FAVRE; PERRIN, 1972), bidirecionais (DOMNANOVICH et al., 1996) ou até com testes dinâmicos (WU et al., 1997). Outra forma de análise envolve o emprego de testes indiretos, dentre os quais se destacam: o ensaio de resistência de cisalhamento interlaminar (*Interlaminar Shear Strength* – ILSS) estabelecido pela norma ASTM D2344 (MARINUCCI, 2011) que possibilita a obtenção do limite de cisalhamento, uma vez que a matriz, principal agente envolvido na determinação da resistência ao cisalhamento interlaminar é a fonte de transferência de carga no compósito (ECHTERMEYER, 2004; HE et al., 2012), o ensaio de tração transversal conforme norma ASTM D3039 e o ensaio de flexão transversal, conforme norma D7264.

É importante destacar que a realização de ensaios complementares ao ensaio de tração a 90° (direção transversal à fibra) é de suma importância pois a tração transversal pode apresentar resultados subdimensionados, onde tais resistências demonstram-se, durante o ensaio, reduzidas, em compósitos unidirecionais. Tal evidência decorre da falha antecipada do corpo de prova face as possíveis trincas superficiais e/ou internas já existentes (ADAMS et al., 1990; GUL et al., 2023).

3.6.1 Ensaio de tração

Habitualmente, quando não há possibilidade de realização de ensaios mais específicos, como o de adesão em monofilamentos, o ensaio de tração transversal, conforme norma ASTM D3039 (Figura 9), é empregado para verificar a adesão da interface (ASTM D3039, 2015).

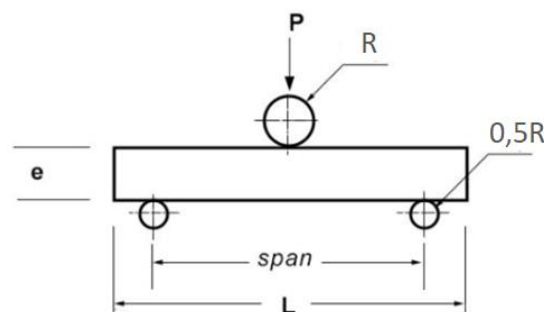
Figura 9 - Ilustração do corpo de prova para ensaio de tração transversal



3.6.2 Ensaio de cisalhamento interlaminar

É um ensaio utilizado com a intenção de analisar a qualidade do compósito. Nesse ensaio, conforme estabelecido pela norma ASTM D2344 há necessidade de manter um *span* padrão, de 4 vezes a espessura, bem como a padronização da largura e comprimento total (L) dos corpos de prova em decorrência da espessura, sendo 2 e 6 vezes respectivamente (ASTM D2344, 2016). Cabe ressaltar que para preparação do ensaio é importante que os pontos de apoio possuam metade do raio (R) onde ocorre aplicação da carga central (P), conforme Figura 10.

Figura 10 - Ilustração do Ensaio de Cisalhamento Interlaminar



Fonte: adaptado (ASTM D2344, 2016)

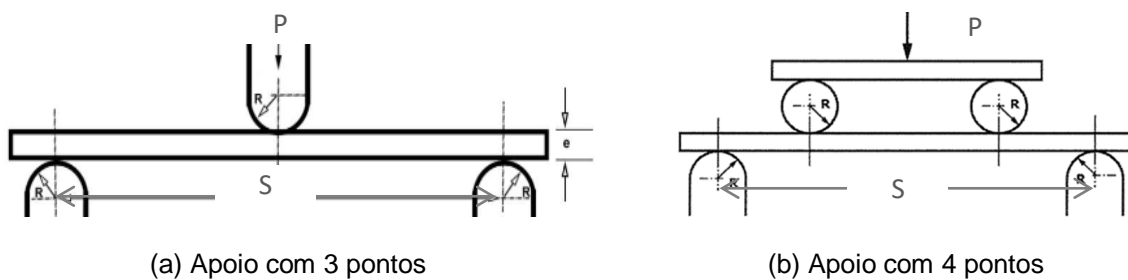
3.6.3 Flexão

O ensaio de flexão é utilizado para complementar a forma de análise da interface e do compósito como um todo. Tendo em vista que nenhum parâmetro foi alterado e todas as condições foram mantidas, é possível observar que variações indesejadas nos resultados podem decorrer de problemas na interface, principalmente quando da realização de ensaios de flexão a 90°.

Este ensaio pode ser realizado com 03 pontos ou com 04 pontos, conforme Figura 11a e 11b, respectivamente. A principal diferença entre eles é que quando da realização dos ensaios, caso tenha defeitos na região do *span* que deseje ser observado, sugere-se a realização do ensaio com 04 pontos, caso contrário, o ensaio com 03 pontos atende a necessidade.

Esses testes são realizados com aplicação de uma carga central (P), com apoio em 02 pontos, mantendo um *span* (distância entre os pontos de apoio - S) adequado face a espessura (e) utilizada, com velocidade média de 1mm/min adequado para que a ruptura do material ocorra no lado oposto ao carregamento. Outra orientação importante da norma D7264 é que o raio (R) utilizado para aplicação da carga seja de $5,0 \pm 0,1\text{mm}$ (ASTM D7264, 2021).

Figura 11 - Ilustração do Ensaio de Flexão



Fonte: adaptado (ASTM D7264, 2021)

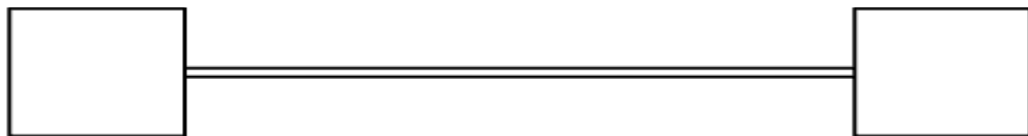
Essa relação do *span* segue o padrão em relação a espessura, sendo que quando não for possível realizar a fabricação com espessura de 4mm, pode-se fabricar com outra dimensão desde que siga uma das seguintes relações entre *span* e espessura: 16:1, 32:1, 20:1, 40:1 e 60:1. Essas relações existem, pois a intenção é

que não ocorra o cisalhamento durante o ensaio de flexão. O ensaio de Flexão a 90°, conforme mencionado é de suma importância para, implicitamente, verificar a adesão entre fibra-matriz.

3.6.4 Tração de Filamento Contínuo

Para verificar a qualidade da adesão e molhabilidade do reforço de forma isolada é crucial observar o comportamento mecânico do filamento e assim verificar se o mesmo encontra-se dentro do padrão esperado. Isso se deve, pois com todos os parâmetros mantendo-se aceitáveis, dentre os quais o limite de resistência tração do filamento de FC, outros parâmetros podem ser verificados. Esse ensaio é realizado conforme preconiza a norma (ASTM D4018, 2015), seguindo padrões de fabricação conforme demonstrado na Figura 12.

Figura 12 - Ilustração de Corpo de prova de Tração de Filamento Contínuo

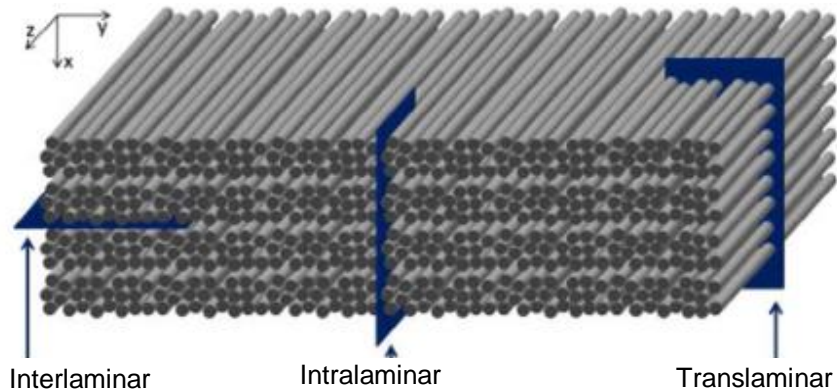


Fonte: autor (2024)

3.7 Fraturas na interface

As falhas em materiais compósitos são complexas, podendo ser intralaminares, interlaminares e translaminares, conforme Figura 13. As translaminares ocorrem transversalmente ao reforço e às camadas de empilhamento, enquanto que as interlaminares e intralaminares ocorrem entre duas camadas adjacentes por delaminação e entre as fibras de uma mesma camada ou entre múltiplas camadas, respectivamente, ambas na direção do reforço e propagando-se na interface (GOMES, 2019). Tais propriedades devem ser medidas e analisadas a fim de evitar que a estrutura final tenha sua integridade afetada (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008).

Figura 13 - Ilustração com tipos de fratura em CRFC



Fonte: adaptado (FROSSARD et al., 2018)

Na interface, as formas de fratura são as interlaminares e intralaminares bem definidas, que são: intralaminar, interlaminar e Todos os campos da tecnologia, especialmente aqueles referentes à construção de máquinas e estruturas, estão intimamente ligados aos materiais e às suas propriedades. Tais propriedades devem ser medidas e analisadas a fim de evitar que a estrutura final tenha sua integridade afetada (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2008).

3.7.1 Morfologia da Fratura

A fractografia permite analisar a estrutura após a ocorrência do dano, identificando aspectos padronizados que possam ter levado a falha do componente, permitindo ratificar ou descartar suspeitas iniciais que estariam em discussão sobre o evento em lide (CÂNDIDO et al., 2014). O estudo de fractografia para materiais compósitos ainda possui um vasto campo, principalmente face a necessidade de utilização de equipamentos sofisticados para obtenção das imagens. Após pesquisa ao Banco de dados de Periódicos da Capes e à Biblioteca Digital Brasileira de Teses e Dissertações, como pode ser observado na Tabela 2 nos últimos 15 anos apenas 08 trabalhos foram publicados por autores brasileiros, em português, empregando essa técnica como fonte complementar na análise dos resultados de testes em

compósitos com reforço em FC e matriz em resina epóxi. Cabe ressaltar que diversos trabalhos foram realizados fora do país ou publicados em revistas internacionais, contudo a intenção é apresentar a necessidade de divulgação de mais trabalhos em português.

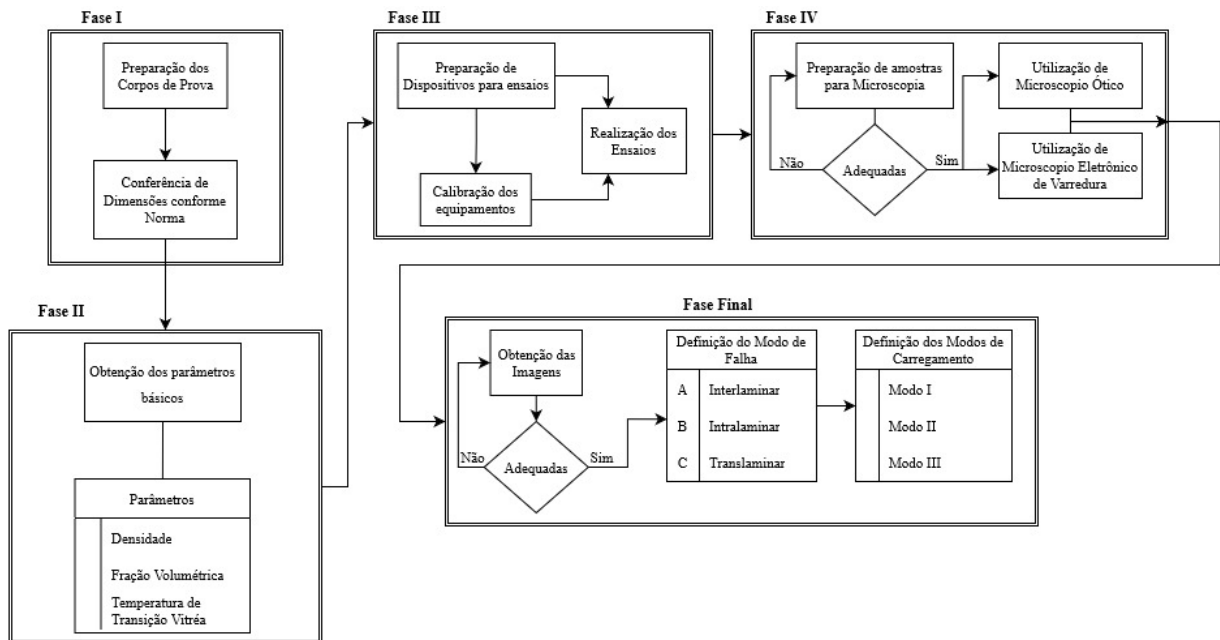
Tabela 2 - Trabalhos realizados com análise de fractografia

Tema	Tipo de Trabalho	Autor
Tração, Compressão e Cisalhamento Interlaminar Modo I (Bidirecional)	Dissertação	Guimarães (2018)
Tração e Cisalhamento Interlaminar Modo I (Bidirecional)	Dissertação	Santos (2018)
Tração e Compressão - 90° (Deposição Linear de FC)	Tese	Almeida Júnior (2016)
Fadiga (Bidirecional)	Tese	Shino (2015)
Cisalhamento Interlaminar – Modo I (Bidirecional)	Artigo	Candido et. al. (2012)
Cisalhamento Interlaminar – Modo II (Bidirecional)	Artigo	Candido et. al. (2014)
Análise Factral de Cisalhamento Interlaminar (Bidirecional)	Dissertação	Campos (2010)
Cisalhamento Interlaminar – Modo I (Deposição Linear de FC)	Artigo	Fanco et. al. (2009)

Fonte: autor (2024)

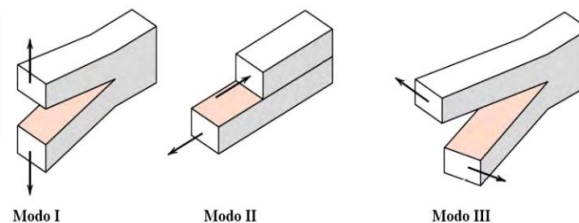
Além de ser empregada na análise do componente final, a fractografia é utilizada no estudo de falhas de amostras padronizadas que são submetidos em testes laboratoriais, como os que foram realizados nesta dissertação a fim de possibilitar uma verificação de forma adequada do material compósito. É importante ressaltar que o procedimento empregado para realização da técnica de fractografia Figura 14 deve prover subsídios para identificação do componente e determinação das causas da falha, provendo otimização do sistema compósito (CÂNDIDO et al., 2014; GREENHALGH, 2009), analisando, inclusive o modo de carregamento da falha, conforme Figura 15.

Figura 14 - Fluxograma de identificação da falha com análise fractológica



Fonte: adaptado (KAR, 1992)

Figura 15 - Ilustração dos modos de carregamento em Materiais Compósitos



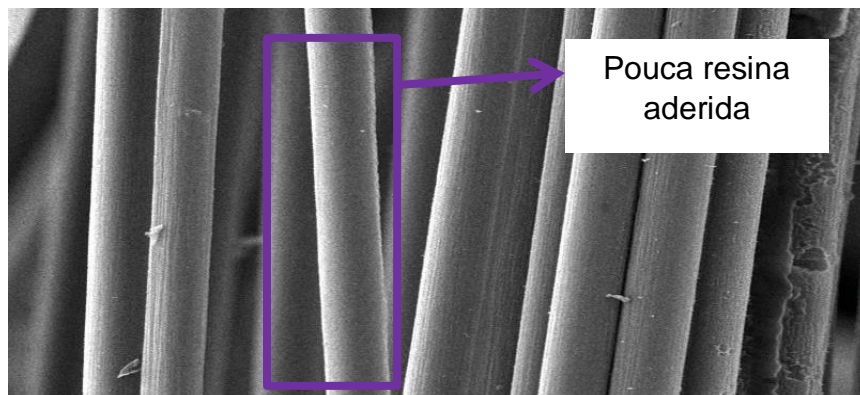
Fonte: adaptado (CAMPOS, 2010)

Outro fator que é abordado nessa dissertação é a forma de avaliação da morfologia que é observada após a captura de imagem nos Microscópicos Ótico e Eletrônico de Varredura. Ressalta-se que esses tipos de falha estão intimamente ligados ao reforço, a matriz e a interface entre os mesmos (PURSLOW, 1986). Para entender as características da interface, se faz necessário saber que é predominantemente característico a forma de falha por delaminação da matriz e na interface reforço-matriz, apresentando os modos I e II de forma predominante em carregamentos estáticos (ROULIN-MOLONEY, 1989). A baixa qualidade da interface, prejudicando a transferência da carga da matriz para o reforço, pode ser observada, morfologicamente, mas não somente, pela ausência de características

próprias no CRFC. Entender essa morfologia é crucial para que durante a realização das análises fractológicas seja possível verificar a qualidade desse componente.

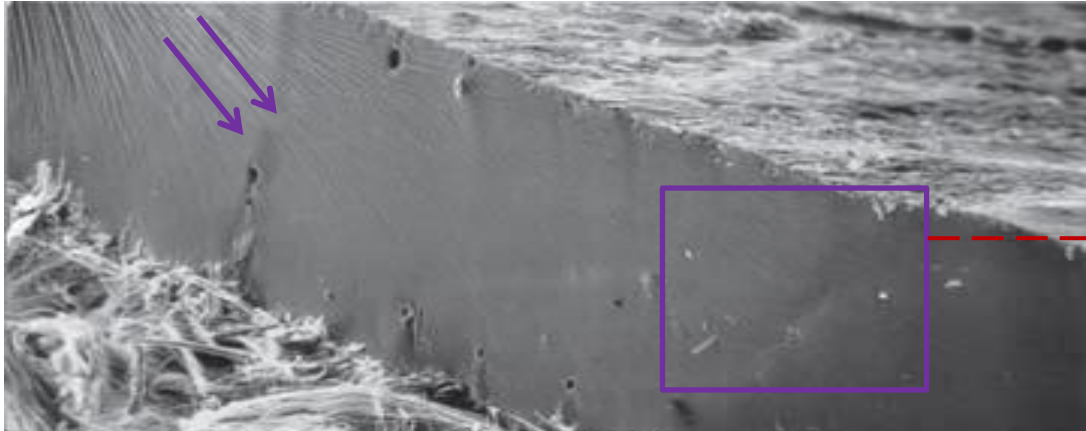
De modo geral, essa baixa qualidade tem diversas origens tais como: má molhabilidade (ASTROM, 2017; GREENHALGH, 2009), formulação incorreta, envelhecimento das fibras, baixa resistência de ligação fibra/matriz, falta de adesão química ou mecânica, dentre outras características próprias. Frequentemente falhas associadas a matriz frágil ou com interface deficiente, apresentam características fractográficas próprias, dentre as quais destacam-se: presença de fibras nuas ou com pouco vestígio de resina (BARLOW; WINDLE, 1988; DENG; YE, 1999; JAR; KAUSCH, 1994), como mostrado na Figura 16; textura longitudinal ou microfluxo texturizado (DONALD; KRAMER, 1981; GREENHALGH, 2009) conforme Figura 17 e Figura 18, ajudando inclusive ao pesquisador a identificar a propagação da trinca, uma vez que há uma forte densidade dessa característica na origem da trinca e diminui na direção da propagação da energia inicial da fratura (BANDYOPADHYAY, 1990; GREENHALGH, 2009; SPERONI et al., 1989); e falhas do tipo escova (GREENHALGH, 2009) conforme Figura 19.

Figura 16 - Reforço de com pouca resina em sua superfície



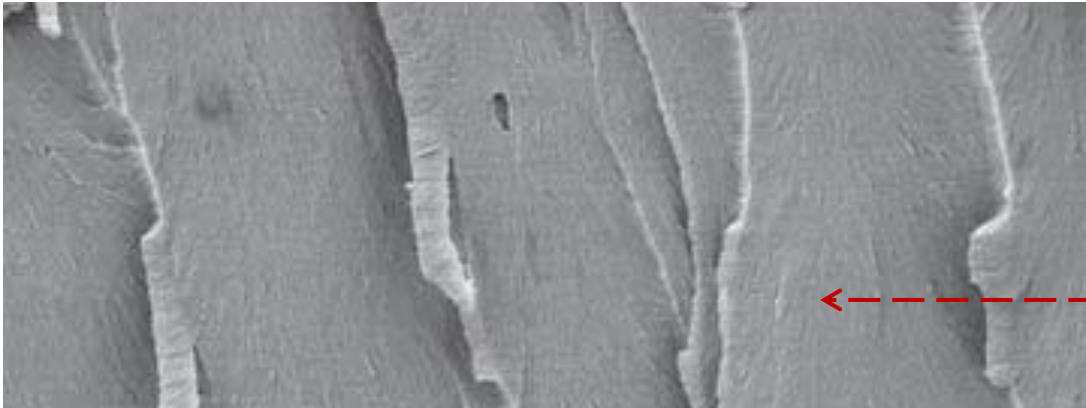
Fonte: ilustração adaptada (LEITE, 2011)

Figura 17 - Ilustração de fratura em matriz frágil com microfratura texturizada



Fonte: adaptado (GREENHALGH, 2009)

Figura 18 - Ilustração com ampliação de microfratura texturizada



Fonte: adaptado (GREENHALGH, 2009)

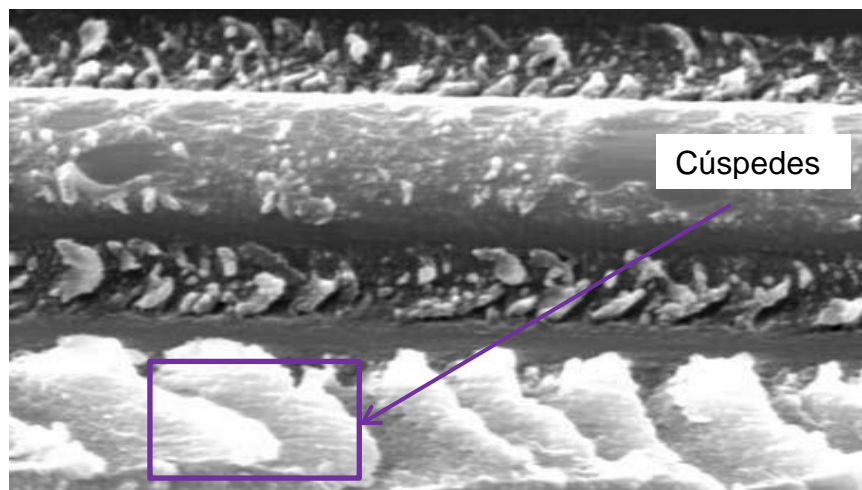
Figura 19 - Ilustração de falha escova (*brush-like failure*)



Fonte: ilustração adaptada (BEAUMONT, 2006)

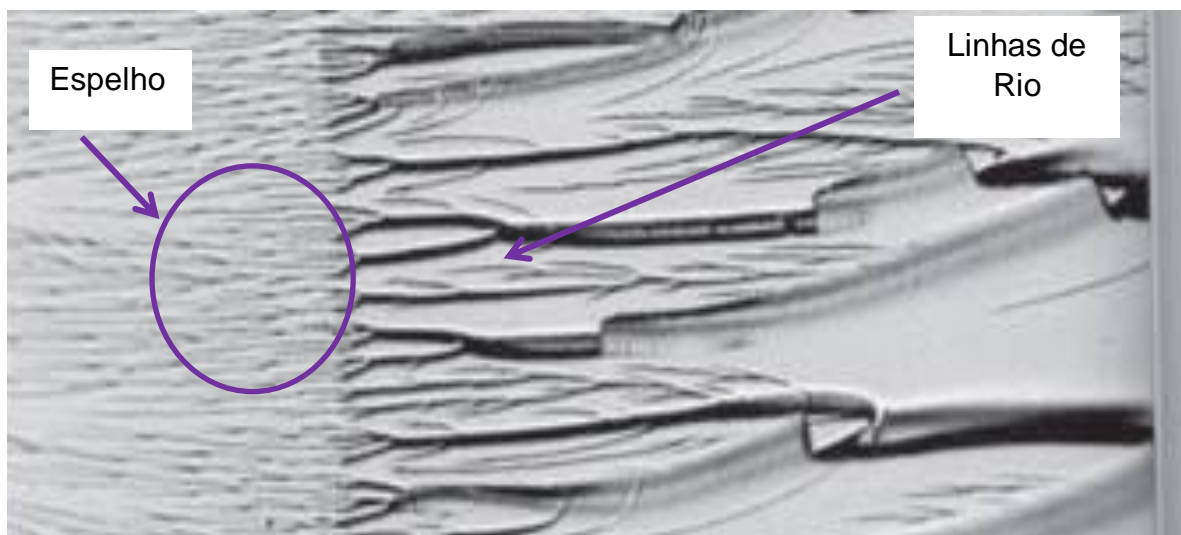
À medida que a interface melhora, é observado que, em fraturas interlaminares e interlaminares, independente do modo de falha, determinadas características surgem, dentre as quais se destacam: a presença de *cusps* (cúspedes) ou hackles como é denominado nos Estados Unidos, conforme Figura 20; presença de *mirror* (espelho) e *riverlines* (linhas de rio), como observado na Figura 21; bem como a presença de escarpas, como observado na Figura 22.

Figura 20 - Ilustração com presença de Cúspedes



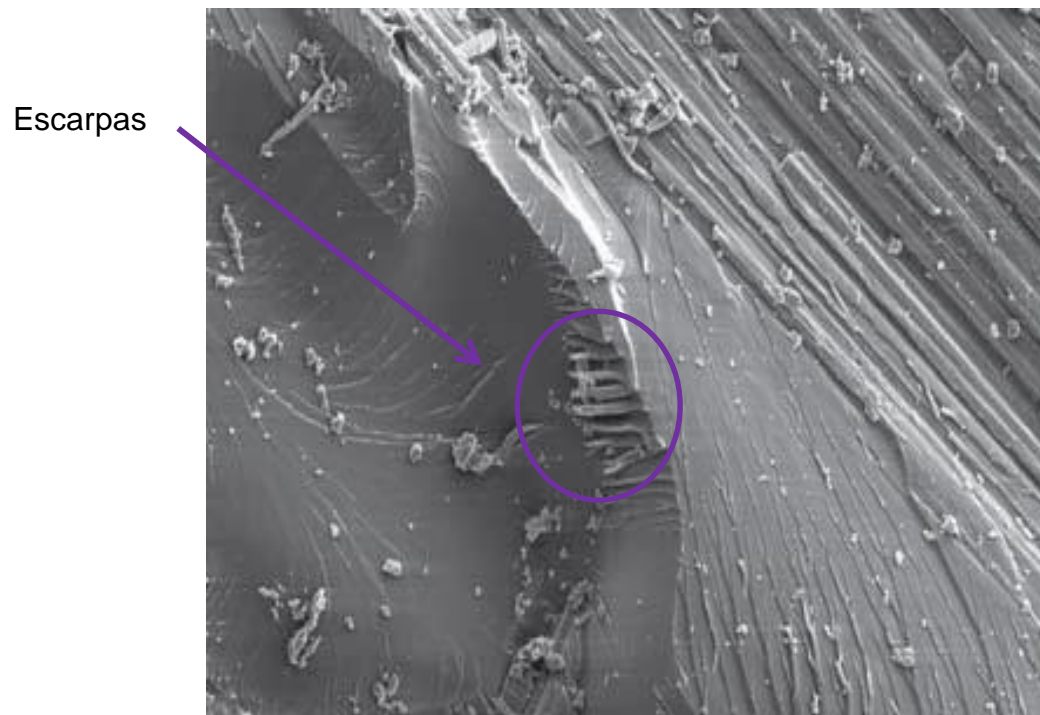
Fonte: adaptada (REZENDE, 2007)

Figura 21 - Ilustração com espelho e linhas de rio



Fonte: ilustração adaptada (GREENHALGH, 2009)

Figura 22 - Ilustração com presença de escarpas



Fonte: ilustração adaptada (GREENHALGH, 2009).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta dissertação apresenta as análises indiretas para avaliação da interface do CRFC, evitando assim o emprego de FC de forma inadequada. Dessa forma, espera-se apresentar um processo de avaliação da interface em lide, mitigando possíveis discrepâncias que venham a surgir, possibilitando a capacitação da indústria nuclear, de materiais e mecânica para realização de teste que possibilitem analisar a interface.

Para fabricação dos corpos de prova foi utilizada uma matriz polimérica, e como reforço uma fibra de carbono com longo período de armazenamento (superior a 10 anos) e outra com curto período de armazenamento (até 5 anos), possibilitando realizar uma adequada comparação entre ambas.

4.1 Matriz

Para fabricação dos corpos de prova foi utilizada a resina epoxídica líquida do tipo éter diglicídico de bisfenol A, oriunda da empresa Huntsman, e a reação de cura desta resina será realizada com adição de um endurecedor a base de anidrido metiltetrahidroftálico e um acelerador de amina terciária benzildimetilamina, conforme Tabela 3 apresentando as propriedades conforme Tabela 4.

Tabela 3 - Constituintes da matriz

	Tipo	Proporção	Fabricante
Resina	GY-260	100 partes	Huntsman
Endurecedor	HY-2918	88 partes	Huntsman
Acelerador	DY-062	0,5 partes	Huntsman

Fonte: autor (2024)

Tabela 4 - Propriedades do sistema

Módulo de Elasticidade (GPa)	3,3
Densidade volumétrica (g/cm³)	1,22
Limite de Resistência à Tração (MPa)	85

Fonte: adaptado (CARVALHO, 2006)

4.2 Reforço

Foram utilizadas fibras de carbono, fornecidas em forma de fio contínuo, formado por 6000 filamentos com propriedades, conforme Tabela 5. A Fibra HTA 5131 - doravante denominada de Fibra A - ficou armazenado por longo período (superior a 10 anos) e a Fibra B (HTA40 E12) será utilizada como referência, pois possui um curto período de armazenamento (inferior a 5 anos). Cabe destacar que ambas possuem características similares, dentre as quais se destacam a presença de ranhuras para adesão mecânica.

Tabela 5 - Propriedades das FC que serão utilizadas

Propriedades de catálogo	Fibra A: HTA 5131- 6000^a	Fibra B: HTA40 E12 6000^b
Quantidade de filamentos	6000	6000
Diâmetro do filamento [µm]	7	7
Tensão de Ruptura [MPa]	3950	4000
Módulo de Elasticidade [GPa]	238	240
Deformação até a Ruptura [%]	1,7	1,7

^awww.havel-composites.com

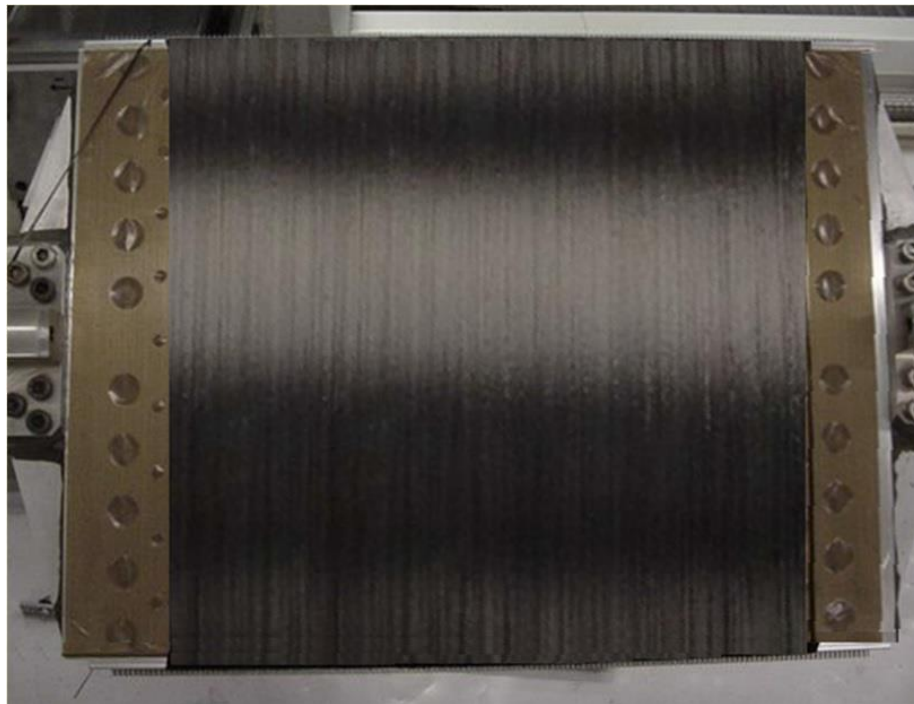
^bwww.tejincarbon.com

4.3 Fabricação dos corpos de prova

Os corpos de prova foram confeccionados na Diretoria de Desenvolvimento Nuclear da Marinha (DDNM) de maneira padronizada obedecendo as melhores práticas laboratoriais bem como as normas técnicas quando aplicáveis. O processo de fabricação utilizou uma máquina de enrolamento filamental (*filament winding*) (MARINUCCI, 2011; PARDINI, et al., 2006), que possui um CNC com recursos de controle dos 4 eixos. Esse processo permite a fabricação de componentes que apresentam uma superfície de revolução.

A opção por esta técnica de fabricação é devido a sua alta precisão no posicionamento das fibras com excelente reprodutibilidade e baixo teor de vazios (EGGERS, 2019). Para um melhor aproveitamento foi utilizado um mandril plano com capacidade de produção de 02 placas, conforme Figura 23.

Figura 23 - Mandril para obtenção de CP



Fonte: autor (2024)

Posterior ao bobinamento foram realizadas marcações para um adequado corte por meio de uma serra com disco diamantada com rigoroso controle. Tais cortes seguem as orientações estabelecidas pelas normas ASTM D2344 e ASTM

D3039 que orientaram a realização dos ensaios de Cisalhamento interlaminar, bem como Tração e Flexão, respectivamente.

4.4 Parâmetros físicos e propriedades mecânicas

Conforme exposto na Figura 16 é crucial a determinação das propriedades físicas para verificação dos parâmetros conforme explicitado nos próximos tópicos.

4.4.1 Propriedades Físico-químicas

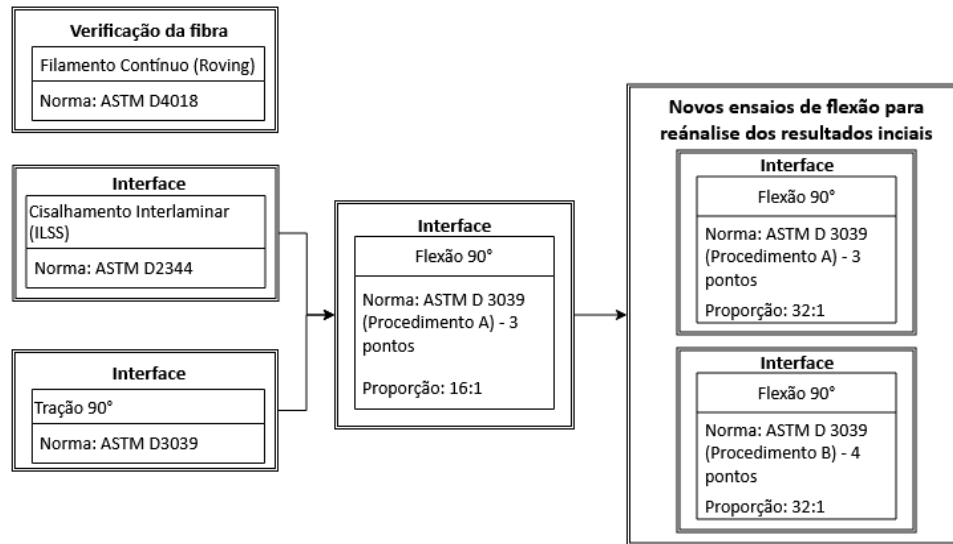
Para determinar os parâmetros físico-químicos, foi utilizado o método termogravimétrico como preconiza a norma ASTM D3418, bem como a utilização da norma ASTM D792 para determinação da densidade e temperatura de transição vítrea. Os valores das frações volumétricas foram obtidos por meio do Analisador Termogravimétrico com forno pequeno da marca Mettler Toledo.

Além da obtenção das frações volumétricas foi utilizado o método de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para caracterização termodinâmica de transição de fase do compósito. No trabalho em lide foi utilizado o calorímetro Mettler- Toledo DSC-3, que permitiu medir as variações de entalpia em face das alterações nas propriedades físico-químicas do material em virtude da variação de temperatura. Para tal foi utilizada uma razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$.

4.4.2 Propriedades Mecânicas

Para determinação das propriedades mecânicas foram realizados ensaios para identificação da qualidade da interface, conforme exposto na Figura 24 para as Fibras A e B.

Figura 24 - Fluxograma de ensaios mecânicos para análise da Fibras A e B



Fonte: autor (2024)

Os ensaios foram realizados utilizando a Máquina Universal de Ensaio modelo 5500R da marca Instron. Como foram realizados ensaios de diferentes proporções, foram utilizados dispositivos de ajustes de montagem, com roletes com dimensões bem definidas, além de extensômetros para melhor coleta de resultados.

4.4.3 Ensaio de tração de filamento contínuo

Foi realizado o ensaio de Tração de *roving*, conforme norma ASTM D4018 a fim de observar como estava a qualidade do reforço e assim eliminar possível intercorrência na realização dos demais ensaios (ASTM D4018, 2015). Para realização deste ensaio foram confeccionados 12 corpos de prova, conforme Figura 25 utilizando a matriz fornecida pela Tabela 3 com o reforço oriundo do novelo de ambas as fibras (A e B), com os seguintes parâmetros básicos de operação:

- Velocidade: 12,7 mm/min;
- Área média: 52,01 mm²;
- Espessura: 2mm;
- Deformação longitudinal média: 0,51%; e
- Extensômetro com comprimento de medição (*GL*): 25 mm.

Figura 25 - CP de filamento contínuo

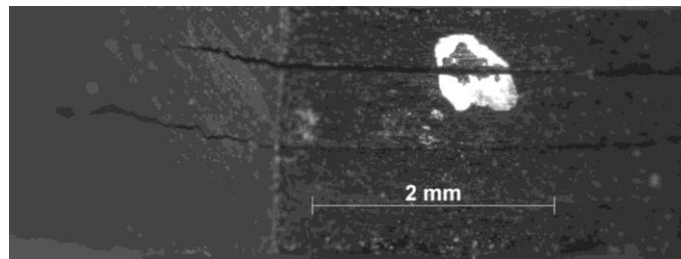


Fonte: autor (2024)

4.4.4 Ensaio de cisalhamento interlaminar (ILSS)

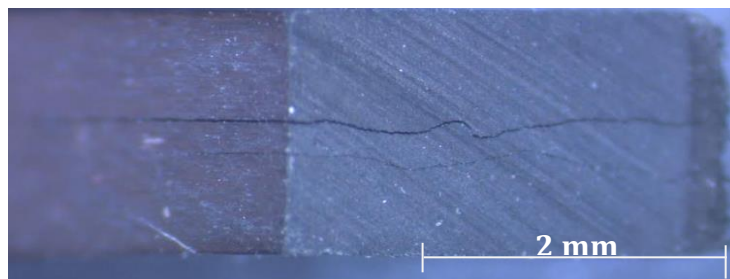
O ensaio de cisalhamento interlaminar visa, em conjunto com os demais ensaios, analisar a qualidade da interface de forma indireta. Face ao exposto, foram realizados ensaios de ILSS conforme preconiza a norma ASTM D2344 e foi utilizada a Lupa Discovery V8 SteREO (fabricante: Zeiss) com aumento de 16 vezes para uma melhor visualização dos CP da Fibra A e B conforme Figura 26 e Figura 27, respectivamente. Para realização do ensaio foi observada uma área de CP médio de 8,33 mm² e um comprimento de *span* de 9 mm e espessura de 2 mm (ASTM D2344, 2016).

Figura 26 - CP de ILSS com aumento de 16x – Fibra A



Fonte: autor (2024)

Figura 27 - CP de ILSS com aumento de 16x – Fibra B



Fonte: autor (2024)

4.4.5 Ensaio de tração a 90° (transversal à direção da FC)

O ensaio em lide foi importante para verificar como estava a interface, uma vez que a aplicação de carga no sentido transversal ao reforço, conforme apresentado na Figura 3, implica em uma exigência à matriz e conseqüentemente na possível transferência de carga desta pra o reforço. Para tal, foram confeccionados 7 CP, conforme Figura 28, para cada tipo de Fibra (A e B), com os seguintes parâmetros básicos para realização dos ensaios (ASTM D3039, 2015):

- Velocidade: 2,0 mm/min; e
- Extensômetro com comprimento de medição (*GL*): 50 mm.

Figura 28 - CP de ensaio de Tração Transversal



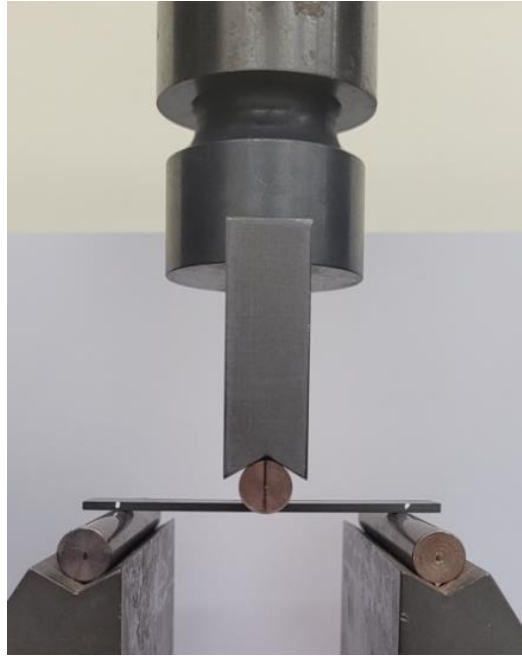
Fonte: autor (2024)

4.4.6 Ensaio de flexão a 90° com 3 pontos – 16:1

Para tal, foi seguida a norma ASTM D7264 (Procedimento A – 3 pontos) aplicando uma proporção entre espessura e um span de 16:1, conforme Figura 29. Foram preparados 8 CP para as Fibras A e B, com os seguintes parâmetros de operação da Máquina de Ensaio Universal:

- Velocidade: 1000 mm/min;
- Comprimento total dos CP: 39 mm;
- Comprimento do *Span*: 32 mm;
- Largura dos CP: 13 mm;
- Espessura dos CP: 2 mm; e
- Célula de carga utilizada: 500kgf.

Figura 29 - Posicionamento de CP conforme Procedimento A



Fonte: autor (2024)

4.4.7 Ensaio de flexão a 90° com 3 pontos – 32:1

Após a realização do ensaio de flexão apresentado no item 4.4.6 foi realizado ensaio de flexão com o aumento de *span* (32:1), com posicionamento similar ao exposto na Figura 29, com a intenção de garantir que corresse a flexão do elemento, mitigando a possibilidade de ocorrência de cisalhamento interlaminar. Tendo em vista esse objetivo foram preparados 6 CP, com os seguintes parâmetros básicos para efetivação do ensaio em lide:

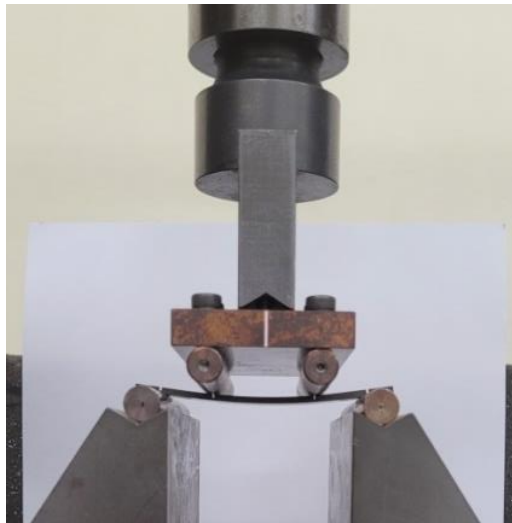
- Velocidade: 1000 mm/min;
- Comprimento total dos CP: 80 mm;
- Comprimento do *Span*: 64 mm;
- Largura dos CP: 13 mm;
- Espessura dos CP: 2 mm; e
- Célula de carga utilizada: 500kgf.

4.4.8 Ensaio de flexão a 90° com 4 pontos – 32:1

Por último, foi realizado o ensaio de flexão com as Fibras A e B, agora aplicando a carga em 4 pontos como preconiza a ASTM D7264 (Procedimento B – 4 pontos) conforme Figura 30. Esse ensaio visava ratificar o que foi realizado no item 4.4.7, seguindo os parâmetros elencados a seguir, com 5 CP:

- Velocidade: 1000 mm/min;
- Comprimento total dos CP: 80 mm;
- Comprimento do *Span*: 64 mm;
- Largura dos CP: 13 mm;
- Espessura dos CP: 2 mm; e
- Célula de carga utilizada: 500kgf.

Figura 30 - Posicionamento de CP conforme Procedimento B



Fonte: autor (2024)

Cabe ressaltar que, tendo em vista que há 4 pontos de contato, se faz necessário aplicar uma correlação entre os momentos de inércia entre os CP com 3 pontos (Equação 4) e 4 pontos de carga (Equação 5), ambos com proporção de 32:1 afim de verificar se os valores estavam condizentes, e foi obtida a proporção exposta na Equação 6.

$$E_{3 \text{ pontos}} = \frac{S^3 m}{4be^3} \quad (4)$$

$$E_{4 \text{ pontos}} = \frac{11S^3 m}{64be^3} \quad (5)$$

Onde: E é o módulo de elasticidade; S é o comprimento do span; m é a massa do span; b e e são a largura e espessura, respectivamente do corpo de prova.

Dividindo $\frac{E_{4 \text{ pontos}}}{E_{3 \text{ pontos}}}$ é possível obter a seguinte relação:

$$\frac{E_{4 \text{ pontos}}}{E_{3 \text{ pontos}}} = \frac{S^3 m}{4be^3} \cdot \frac{64be^3}{11S^3 m} \quad \therefore \quad \frac{16}{11} \quad (6)$$

4.5 Fractografia

Após a realização dos ensaios constantes no item 4.4 foi realizada a análise fractográfica a fim de observar possíveis diferenças. Para tal foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura Inspect S50.

4.6 Espectroscopia de infravermelho

A aplicação de espectroscopia no infravermelho foi utilizada nesse trabalho com o objetivo de verificar a presença e/ou ausência do grupo característico. Para tal foi utilizado o Espectrômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier Thermofisher iS50R.

Com a utilização do espectrômetro em lide foi possível observar as regiões próprias. Cabe ressaltar que os resultados obtidos devem ser analisados de forma qualitativa uma vez que as formulações da resina utilizada no processo de revestimento não são idênticas e, portanto tais picos podem sofrer pequenas variações de posicionamento, contudo ausência ou diminuição/aumento acentuado de tais picos/vales demonstram, realmente, uma inibição da presença da ligação covalente característica do grupo funcional.

Além das bandas características, a região entre 3100 e 3500 cm^{-1} apresenta um aumento de intensidade em sua transmitância. Isso se deve, pois conforme Tabela 1 as ligações com O-H estão próximas desse valor e a medida de acontece o processo de cura, o Oxigênio do grupo oxirano (característico da resina epóxi) realiza novas ligações diminuindo, portanto o pico/vale da região de 914 cm^{-1} tende a diminuir e se enfatiza o aumento o tamanho do pico/vale da região da ligação O-H, conforme exposto no item 3.3.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análise do CRFC

Foram retiradas amostras das placas e realizados os testes descritos no capítulo 4. Após a realização dos procedimentos descritos anteriormente, foram obtidos os valores conforme Tabela 6, obtidos pelos certificados constantes nos Anexos 1 e 2 para as Fibras A e B, respectivamente, demonstraram condizentes com o exposto na literatura e dentro dos padrões de qualidade de compactação para um compósito desta natureza.

Tabela 6 - Propriedades do compósito utilizado para confecção dos CP

	V_f (%)	V_m (%)	V_v (%)	d_c (g/cm ³)	d_f (g/cm ³)	d_m (g/cm ³)	T_g (°C)
Fibra A	62	37	1	1,54	1,75	1,20	126±3
Fibra B	63	36	1	1,54	1,75	1,20	129±3

Fonte: autor (2024)

Onde:

- V_f é a fração volumétrica da fibra;
- V_m é a fração volumétrica da matriz;
- V_v é a fração volumétrica de vazios;
- d_c é a densidade do compósito;
- d_f é a densidade da fibra;
- d_m é a densidade da matriz; e
- T_g retrata a temperatura de transição vítrea.

De maneira geral a principal característica a ser considerada satisfatória pra essa análise é a apresentação de fração volumétrica de fibra, que estava dentro dos padrões esperados, mantendo os outros parâmetros similares, análogas entre as placas fabricadas com a Fibra A e a Fibra B.

5.2 Análise do reforço

Um fator crucial, para mitigar a possibilidade de interferência na análise da interface foi verificação da qualidade do reforço, para isso foi realizado o ensaio de filamento contínuo, conforme descrito no item 4.4.3, apresentando os resultados descritos na Tabela 7, conforme Anexos 3 e 4. E comparativamente as condições de catálogo, as amostras demonstraram-se satisfatórias, uma vez que conforme Tabela 8 e Tabela 9, as Fibras A e B, respectivamente, demonstraram-se condizentes com o apresentado na Tabela 5.

Tabela 7 - Ensaio de Tração de filamento contínuo

	Fibra A	Fibra B
Limite de Resistência (MPa)	3948	4249
Coeficiente de Variação (%)	4,5	4,41
Módulo de Elasticidade (GPa)	220	220
Coeficiente de Variação (%)	6,0	5,0
Alongamento até ruptura (%)	1,71	1,88

Fonte: autor (2024)

Tabela 8 - Análise da qualidade do reforço - Fibra A

	Fibra A	
	Catálogo	Ensaio
Limite de Resistência (MPa)	3950	3948
Módulo de Elasticidade (GPa)	238	220
Coeficiente de Variação (%)	1,7	1,71

Fonte: autor (2024)

Tabela 9 - Análise da qualidade do reforço - Fibra B

	Fibra B	
	Catálogo	Ensaio
Limite de Resistência (MPa)	4000	4249
Módulo de Elasticidade (GPa)	240	220
Coefficiente de Variação (%)	1,7	1,88

Fonte: autor (2024)

5.3 Análise dos resultados mecânicos aplicados à interface

Diversos ensaios mecânicos foram realizados com a intenção de analisar de forma indireta da qualidade da interface do CRFC e assim verificar se a adesão (química e/ou mecânica) estava satisfatória. Conforme mencionado na no capítulo 2, dentre diversos fatores, o transcurso temporal é uma das formas de processo de cura.

Foram realizados os ensaios descritos do item 4.4.4 ao 4.4.8 para verificação da qualidade da interface. O primeiro ensaio realizado (cisalhamento interlaminar) teve como objetivo verificar se ocorreria ou não o cisalhamento entre as camadas. E, conforme pode ser observado da Tabela 10 os resultados obtidos conforme anexos 5 e 6 para as Fibras A e B, respectivamente, demonstraram-se condizentes e dentro do esperado, impossibilitando a conclusão quanto a intensidade de adesão da interface.

Tabela 10 – Ensaio de cisalhamento interlaminar

	Fibra A	Fibra B
Limite de Resistência (MPa)	78,1	84,1
Coefficiente de Variação (%)	2,0	2,3

Fonte: autor (2024)

Esse foi o primeiro momento que a Fibra B apresentou um resultado um pouco acima da Fibra A, contudo não tão significativo ao ponto de concluir a baixa adesão entre camadas do CRFC preparado com o reforço A.

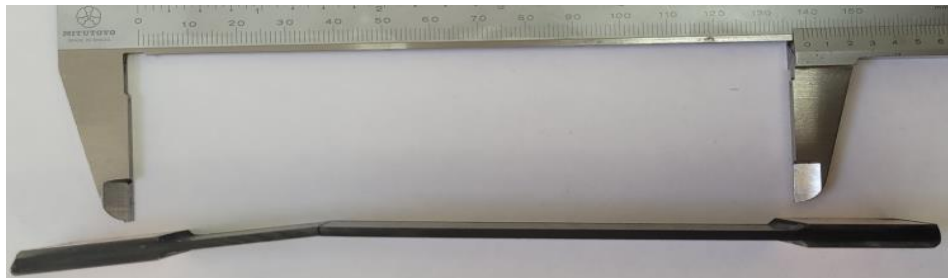
O ensaio de tração transversal, descrito no item 4.4.5 apresentou, como se esperava, uma alta dispersão no limite de resistência, promovida, principalmente, pelo fato da fratura ocorrer antes do esperado (ADAMS et al., 1990). Tais resultados foram similares para as Fibras A e B (Tabela 11), conforme resultado da análise do ensaio constante nos anexos 7 (Fibra A) e 8 (Fibra B) apresentando morfologia de fratura adequada, conforme exemplo na Figura 31. Esses resultados implicaram na necessidade de prosseguimento com a realização de novos experimentos, conforme descrito na Figura 14.

Tabela 11 - Ensaio de Tração Transversal à direção do reforço

	Fibra A	Fibra B
Limite de Resistência (MPa)	51,0	52,0
Coeficiente de Variação (%)	17,6	17,0
Módulo de Elasticidade (GPa)	10,0	11,0
Coeficiente de Variação (%)	0,0	0,0
Alongamento até ruptura (%)	0,51	0,49

Fonte: autor (2024)

Figura 31 - CP de tração transversal – Fibra A



Fonte: autor (2024)

Tendo em vista a dispersão, como se esperava, dos resultados de tração transversal, foram realizados os ensaios de flexão transversal a fim de analisar de forma indireta e complementar, a qualidade da interface na estrutura de um CRFC. Inicialmente, conforme exposto no item 4.4.6, foi realizado o ensaio de flexão com apoio em 3 pontos, a proporção de 16:1 com a intenção de apresentar uma visão geral do CP da Fibra B e assim realizar uma comparação adequada entre as fibras. E, conforme apresentado na Tabela 12 após ensaios constantes nos anexos 9 (Fibra A) e 10 (Fibra B), concomitantemente com a Figura 32 e a Figura 33, os resultados demonstraram-se similares entre os 2 tipos de reforços.

Tabela 12 - Ensaio de Flexão (16:1) – 3 pontos

	Fibra A	Fibra B
Limite de Resistência (MPa)	94	100
Coeficiente de Variação (%)	2,4	2,5
Módulo de Elasticidade (GPa)	5,8	6,7
Coeficiente de Variação (%)	1,7	1,9
Alongamento até ruptura (%)	1,5	1,2

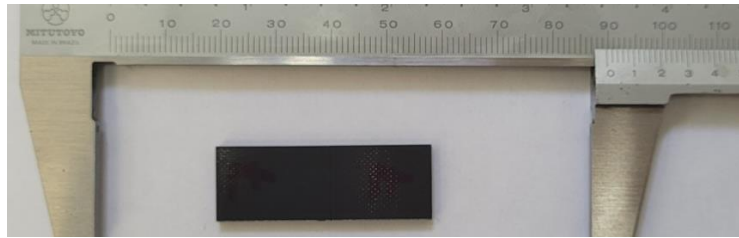
Fonte: autor (2024)

Figura 32 - CP flexão (16:1) - Fibra A – 3 pontos



Fonte: autor (2024)

Figura 33 - CP flexão (16:1) - Fibra B – 3 pontos



Fonte: autor (2024)

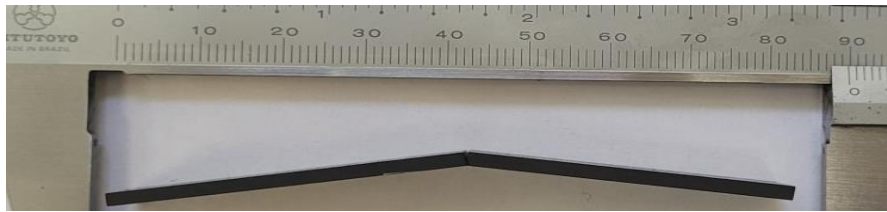
Ainda no que tange os ensaios de flexão, a norma ASTM D7264 sugere diversas proporções de espessura x span a fim de promover de forma adequada o rompimento do CP evitando o cisalhamento (ASTM D7264, 2021), uma vez que para o ensaio de flexão não se busca deslocamento entre camadas. Nesse sentido, foi realizada uma nova bateria de ensaios com uma nova proporção (32:1) com a intenção de garantir que ocorreria a tração e compressão pura no elemento. E, conforme os resultados apresentados na Tabela 13, obtidos pelos ensaios expostos nos anexos 11 (Fibra A) e 12 (Fibra B), concomitantemente com a Figura 34 (Fibra A) e Figura 35 (Fibra B), os valores continuaram apresentando similaridade entre as fibras.

Tabela 13 - Ensaio de Flexão (32:1) – 3 pontos

	Fibra A	Fibra B
Limite de Resistência (MPa)	98,1	103,0
Coeficiente de Variação (%)	3,1	2,4
Módulo de Elasticidade (GPa)	8,6	8,6
Coeficiente de Variação (%)	3,0	3,0
Alongamento até ruptura (%)	1,1	1,1

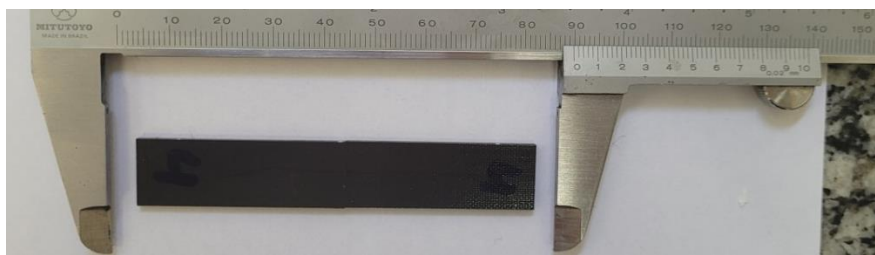
Fonte: autor (2024)

Figura 34 – CP com flexão (32:1) – Fibra A – 3 pontos



Fonte: autor (2024)

Figura 35 - CP com flexão (32:1) – Fibra B – 3 pontos



Fonte: autor (2024)

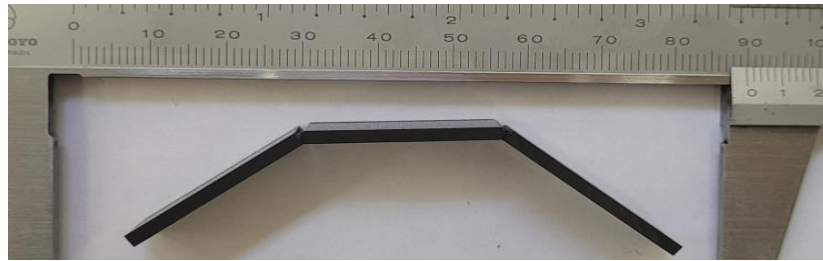
Outra investigação realizada foi a busca por possíveis microtrincas ao longo do corpo de prova e para isso foram realizados novos ensaios de flexão também na proporção 32:1, porém com aplicação em 4 pontos conforme descrito no item 4.4.8 e após realização dos ensaios conforme Anexos 13 (Fibra A) e 14 (Fibra B) foi possível observar que os resultados foram satisfatórios conforme Tabela 14, corroborados com uma falha adequada dos CP, conforme exposto na Figura 36 e na Figura 37.

Tabela 14 - Ensaio de flexão (32:1) – 4 pontos

	Fibra A	Fibra B
Limite de Resistência (MPa)	102,0	100,0
Coeficiente de Variação (%)	3,2	1,3
Módulo de Elasticidade (GPa)	13,0	13,4
Coeficiente de Variação (%)	2,0	2,9
Alongamento até ruptura (%)	1,0	0,7

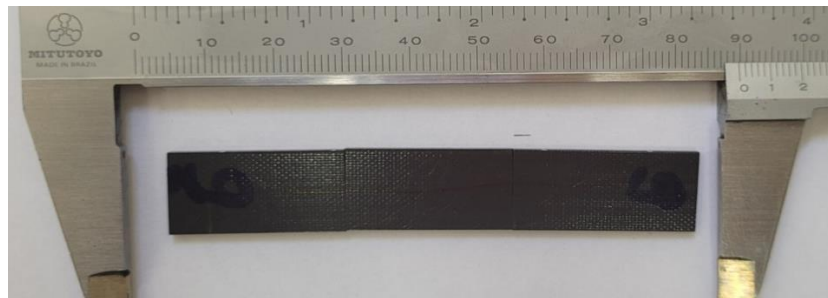
Fonte: autor (2024)

Figura 36 - CP com flexão (32:1) – Fibra A – 4 pontos



Fonte: autor (2024)

Figura 37 - CP com flexão (32:1) – Fibra B – 4 pontos



Fonte: autor (2024)

Os resultados apresentados nos ensaios de flexão com 3 e 4 pontos com proporção de 32:1 demonstraram-se condizentes e válidos uma vez que o resultado do módulo de elasticidade do ensaio com aplicação de 4 pontos é aproximadamente 16/11 do módulo encontrado para o ensaio com aplicação em 3 pontos, conforme exposto na Equação 5, tanto para a Fibra A quanto para a Fibra B, conforme apresentado na Tabela 15.

Tabela 15 - Correlação entre Módulos

	Fibra A		Fibra B	
	3 pontos	4 pontos	3 pontos	4 pontos
Módulo de Elasticidade (GPa)	8,6	13,0	8,6	13,4

Fonte: autor (2024)

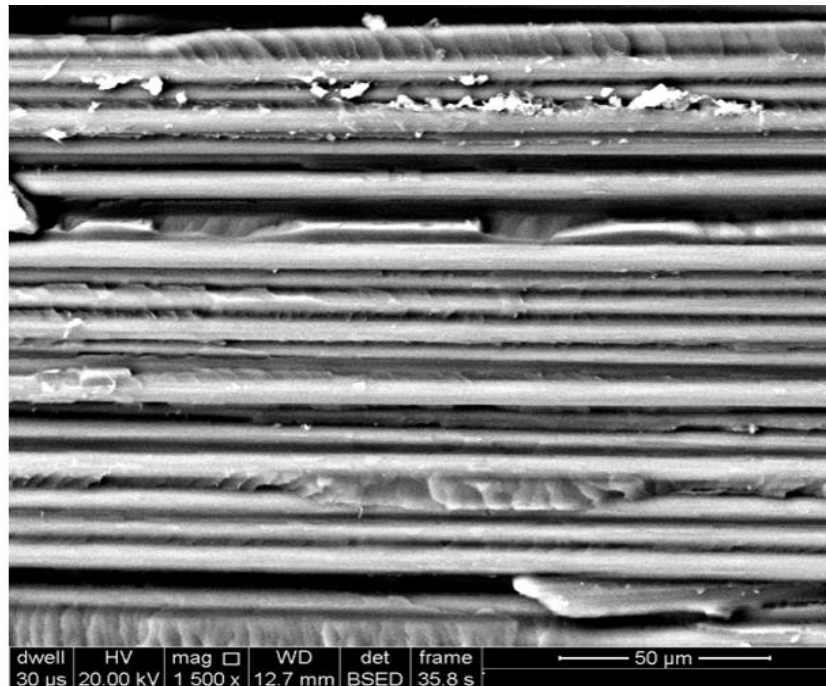
Face ao exposto, ficou explícita a necessidade de análises complementares uma vez que com a realização dos ensaios supracitados as Fibras A e B demonstraram-se, até então, com interface adequada, observando apenas os resultados dos ensaios mecânicos.

5.4 Análise fractológica

Uma forma complementar de análise foi buscar padrões característicos de uma boa ou má qualidade de interface. Para tal foi utilizado, como mencionado no item 4.5, a técnica de microscopia eletrônica por varredura.

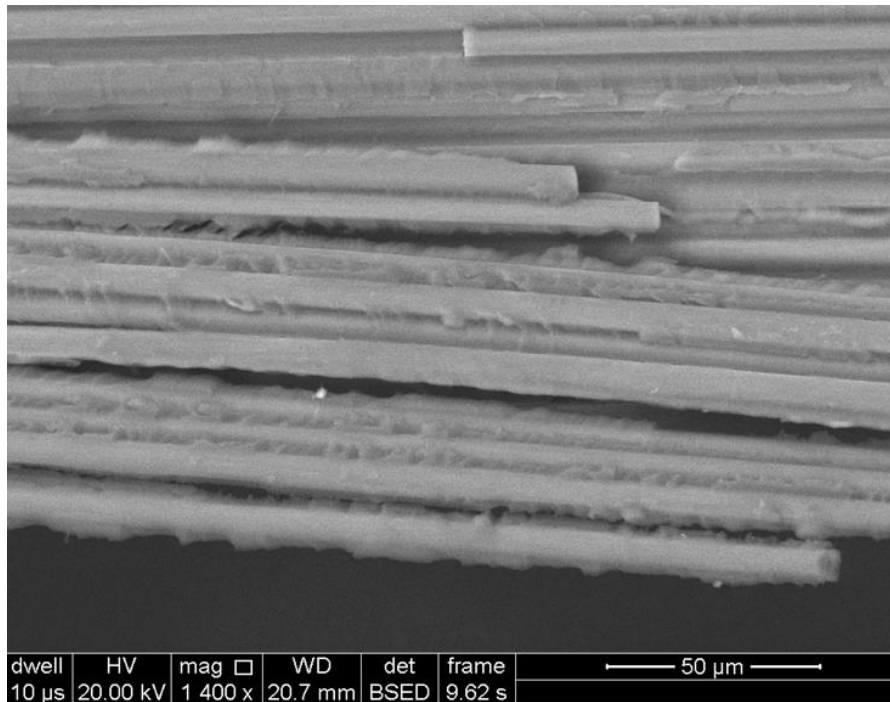
Mesmo com uma vasta variação de parâmetro para captura de imagens, foi possível observar em ambos CRFC, a presença de características próprias de uma adesão eficiente, dentre as quais se destacam a presença de cúspedes e escapas, bem como a ausência de falha do tipo escova, conforme pode ser observado na Figura 38 e Figura 39 para os CP fabricados com as Fibras A e B, respectivamente.

Figura 38 - Análise fractográfica da Fibra A após ruptura



Fonte: autor (2024)

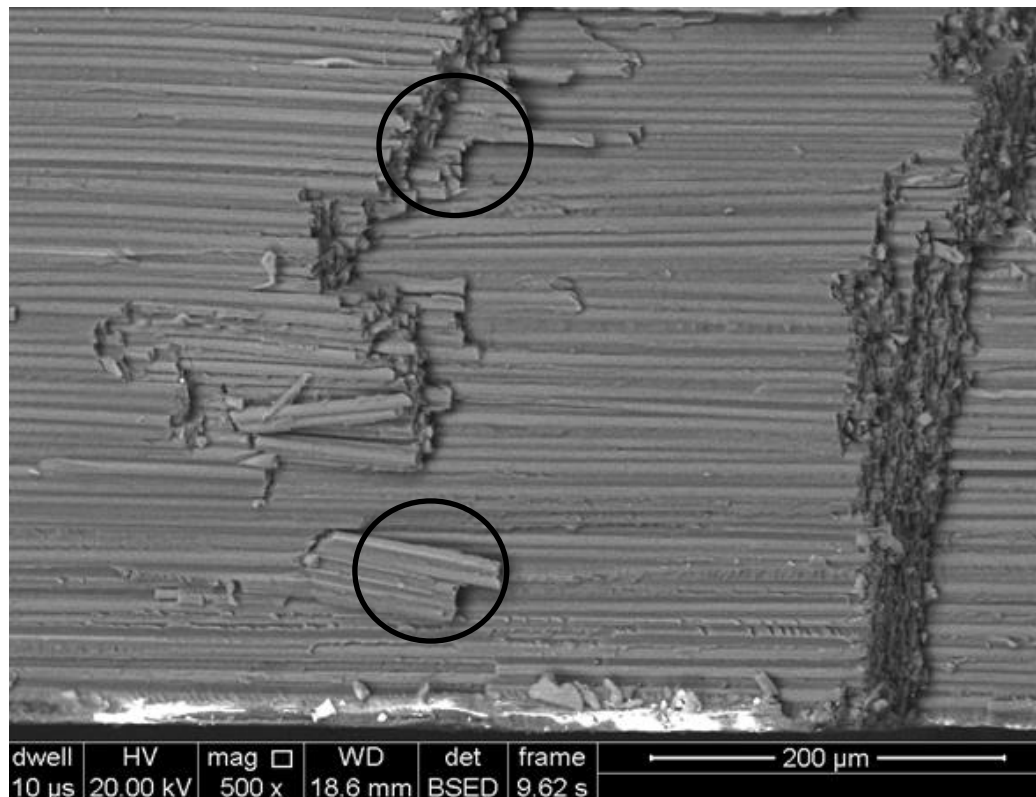
Figura 39 - Análise fractográfica da Fibra B após ruptura



Fonte: autor (2024)

Prosseguindo com as análises, foi possível encontrar a formação de ilhas nos CP fabricados com a Fibra A para ensaio de flexão com procedimento B, conforme exposto na Figura 40 apresentando uma grande similaridade com o que foi exposto na Figura 4, o que evidencia uma boa aderência, contudo uma dispersão deficiente.

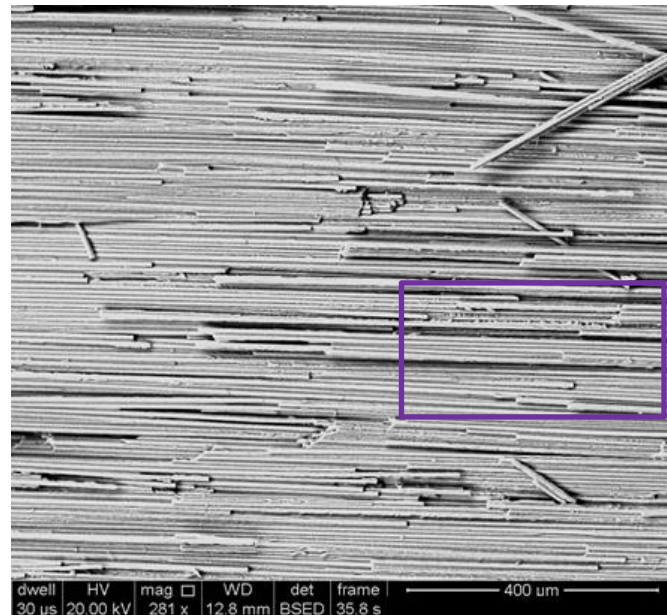
Figura 40 - Identificação da formação de ilhas na Fibra A



Fonte: autor (2024)

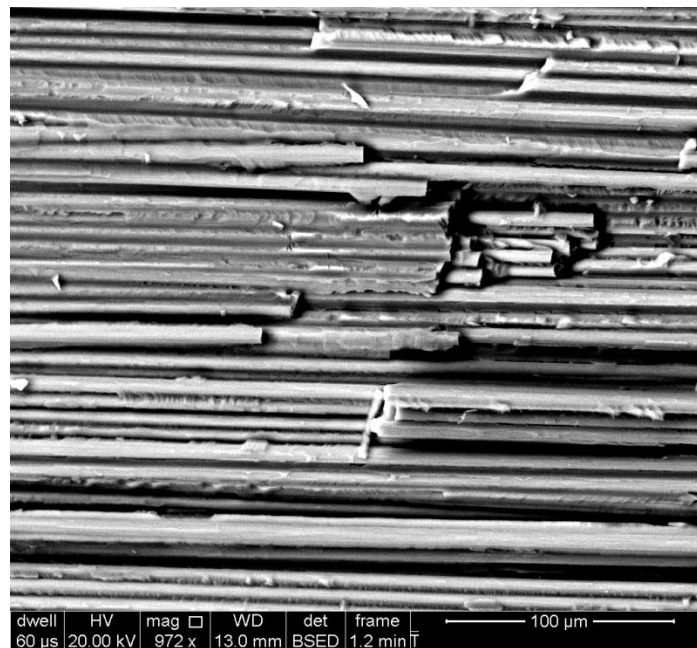
Comparativamente com o mesmo ensaio de flexão com aplicação do procedimento B, a Figura 41 apresenta uma menor formação de ilhas bem como uma maior impressão do reforço sobre a matriz, enfatizando uma dispersão melhor durante o processo de fabricação face ao espaçamento observado entre os filamentos. Outra observação importante é a grande adesão observada na região ampliada (Figura 42).

Figura 41 - Identificação de maior espaçamento entre filamentos



Fonte: autor (2024)

Figura 42 - Presença de resina entre os filamentos



Fonte: autor (2024)

Esses indicativos foram cruciais para que a pesquisa galgasse o caminho da aplicação da técnica de IR para análise da existência ou não do grupo funcional característico da resina aplicada no processo de revestimento do reforço.

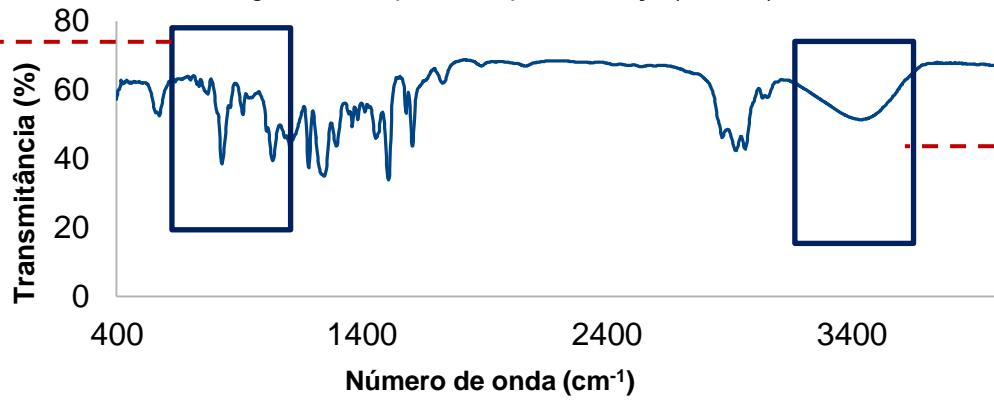
5.5 Análise de espectroscopia por infravermelho

Surgiu então a necessidade de verificar se os valores dos ensaios realizados com a Fibra A refletiam uma adesão ocasiona, primordialmente, pela ancoragem mecânica, uma vez que se espera que o revestimento aplicado no reforço estaria, possivelmente, curado. Fato este evidenciado pela formação de ilhas (Figura 40) demonstrando uma dispersão deficiente.

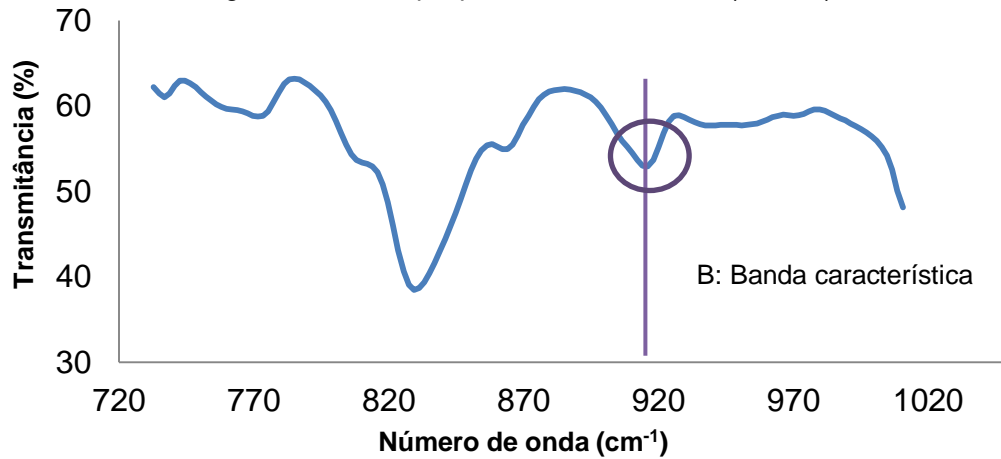
Nesse sentido, foi analisada a espectroscopia do revestimento no reforço da Fibra B a fim de observar os padrões de bandas, conforme exposto no item 4.6, e foi, portanto verificada a região característica dessas bandas.

Conforme pode ser observado na Figura 43, algumas bandas foram evidenciadas, dentre os quais se destaca a da região entre 850 cm^{-1} a 1050 cm^{-1} , observada de forma ampliada na Figura 44 e uma redução de transmitância do pico anterior (região de 3100 cm^{-1} e transmitância de aproximadamente 60%) para o vale característico da ligação O-H, com número de onda de entre 3400 e 3500 cm^{-1} e uma transmitância de aproximadamente 50%, indicando assim uma redução da transmitância de aproximadamente 10%, conforme Figura 45.

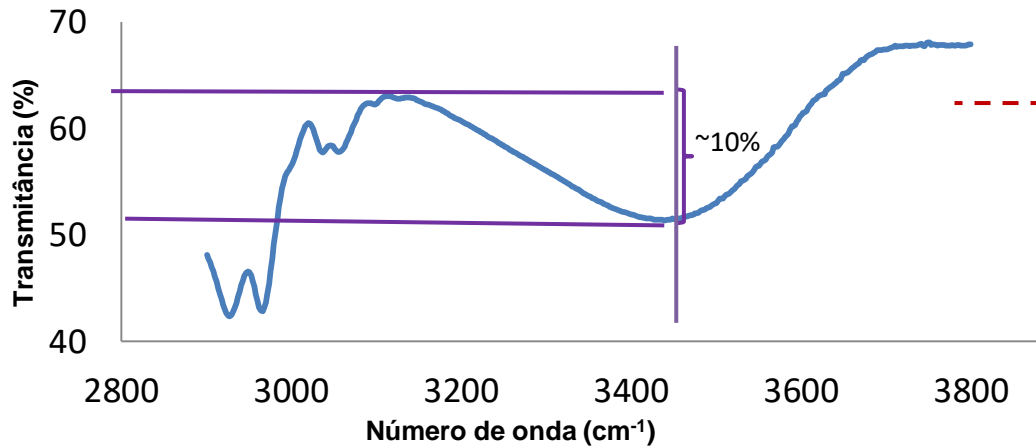
Figura 43 - Espectroscopia - Reforço (Fibra B)



Fonte: autor (2024)

Figura 44 - Destaque para $\bar{\nu}$ de 914,15 cm⁻¹ (Fibra B)

Fonte: autor (2024)

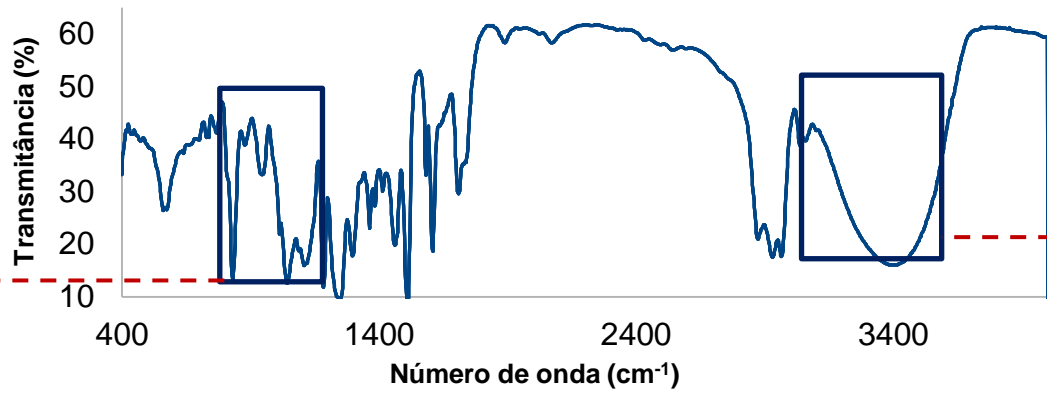
Figura 45 - Destaque para $\bar{\nu}$ da ligação O-H (Fibra B)

Fonte: autor (2024)

Conforme pode ser observado na Figura 44 acima, a banda característica de $914,15\text{ cm}^{-1}$ (B), conforme apresentado por Maity (MAITY et al., 2008) aparece de forma bastante evidente, ratificando a presença do grupo funcional do revestimento por meio das ligações covalentes expostas por meio deste número de onda. Outro ponto a ser observado é a presença do $\bar{\nu}$ da região de ligação do grupo O-H que servirá como referência para verificação qualitativa da variação do mesmo em virtude do processo de cura do revestimento.

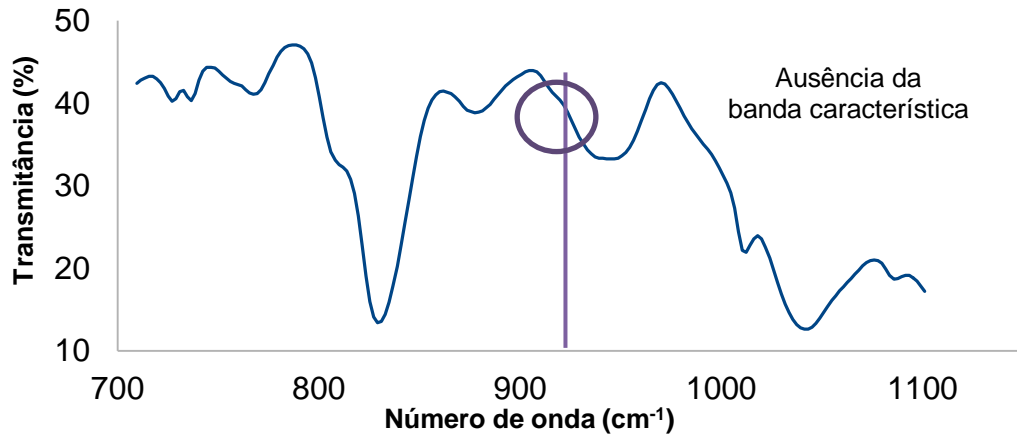
Com base nos padrões observados foi possível buscá-los na espectroscopia da Fibra A. Conforme Figura 46, e ampliada na Figura 47 para observação da região da banda característica, não foi identificada a presença do número de onda $914,15\text{ cm}^{-1}$. Também foi possível observar através da Figura 48 que o vale característico da banda da ligação O-H ficou mais intenso, com uma redução de transmitância maior que 20%, saindo do pico anterior para a região entre 3100 e 3500 cm^{-1} , ratificando o processo de cura do revestimento.

Figura 46 - Espectroscopia - Reforço (Fibra A)

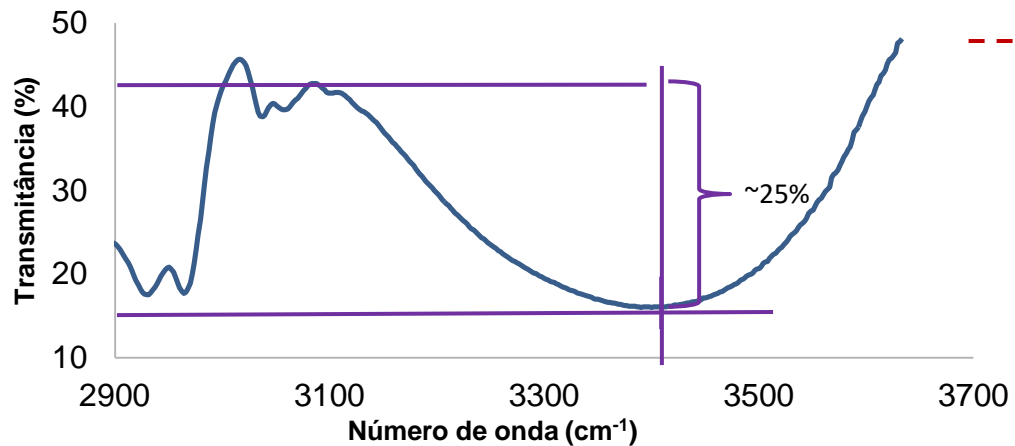


Fonte: autor (2024)

Figura 47 - Destaque ausência de banda característica (Fibra A)



Fonte: autor (2024)

Figura 48 - Destaque para $\bar{\nu}$ da ligação O-H (Fibra A)

Fonte: autor (2024)

6 CONCLUSÕES

No presente trabalho foram realizadas as análises de Fibra de Carbono com pouco e longo período de armazenamento a fim de verificar a qualidade da adesão da interface. Essa análise visa primordialmente prover subsídios para pesquisadores e engenheiros que necessitam manter um estoque de FC em face da dificuldade de aquisição, por vezes ocasionada por variações do contexto geopolítico mundial.

Os resultados da espectroscopia por infravermelho demonstraram a ausência do grupo epóxi na camada superficial do reforço concomitantemente com o aumento da intensidade do número de onda da ligação O-H, indicam a possível cura do revestimento. Tais dados ficam corroborados com a fractográfica da Figura 40 que apresenta aglomerados de ilhas caracterizando uma boa aderência, mas uma dispersão deficiente, promovida pela impossibilidade de abertura dos fios no momento de fabricação do compósito em virtude da cura do revestimento.

Os resultados dos ensaios mecânicos demonstraram-se similares entre as Fibras A e B, em virtude do alto ancoramento mecânico face as ranhuras que estão presentes nas Fibras A e B.

De maneira geral esse trabalho promoveu um melhor entendimento da capacidade de adesão mecânica e a importância de realização de análises da espectroscopia por infravermelho para identificação da cura ou não do revestimento aplicado ao reforço. Ressalta-se que com os padrões apresentados fica possível inferir que fibras com adesão mecânica permitem um período de armazenamento maior, pois essa ancoragem promove a adesão da interface, mesmo com ausência de ligações químicas adequadas, possibilitando a utilização desse reforço em CRFC que não necessitem de um alto desempenho, possibilitando o seu uso em estruturas que não necessitem de alto desempenho, uma vez que a ancoragem química não está mais presente.

7 SUGESTÃO DE TRABALHO FUTURO

Como continuidade deste estudo sugere-se a realização de pesquisas que permitam a análise da interface de compósitos que utilizem fibra com baixa adesão mecânica (pouca ou ausência de ranhuras) a fim de promover um entendimento sobre a consequência do processo de cura do revestimento e, portanto a impossibilidade de adesão química em face de impossibilidade de retirada do *sizing* durante o processo de confecção do CRFC e conseqüentemente a verificação da interface sem a presença das ranhuras no reforço.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABDALLA, F. H.; MUTASHER, S. A.; KHALID, Y. A.; SAPUAN, S. M.; HAMOUDA, A. M. S.; SAHARI, B. B.; HAMDAN, M. M. Design and fabrication of low cost filament winding machine. *Materials & Design*, v. 28, n. 1, p. 234–239, 1 jan. 2007.

ADAMS, D. F.; KING, T. R.; BLACKKETTER, D. M. Evaluation of the transverse flexure test method for composite materials. *Composites Science and Technology*, v. 39, n. 4, p. 341–353, 1 jan. 1990.

ASP, L. E.; BERGLUND, L. A.; TALREJA, R. Effects of fiber and interphase on matrix-initiated transverse failure in polymer composites. *Composites Science and Technology*, v. 56, n. 6, p. 657–665, 1 jan. 1996.

ASTM D2344. ASTM, D. 2344-00: Standard Test Method for Apparent Interlaminar Shear Strength of Parallel Fiber Composites by Short-Beam Method. Annual Book of ASTM Standards, 1984, 15. **ASTM D2344**. 2016.

ASTM D3039. ASTM, D. 3039-17: Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. Annual Book of ASTM Standards, 2015. **ASTM D3039**. 2015.

ASTM D4018. ASTM, D. 4018-99: Standard Test Method for Properties of Continuous Filament Carbon and Graphite Fiber Tows. Annual Book of ASTM Standards, 2000. **ASTM D4018**. 2015.

ASTM D7264. Standard test method for flexural properties of polymer matrix composite materials. 2021.

ASTROM, B. T. **Manufacturing of Polymer Composites**. London: Routledge, 2017. 469 p.

AURENTY, P.; LANET, V.; TESSADRO, A.; GANDINI, A. An apparatus for the characterization of the static and dynamic wettability of complex interfaces. **Review of Scientific Instruments**, v. 68, n. 4, p. 1801–1808, 1 abr. 1997.

BANDYOPADHYAY, S. Review of the microscopic and macroscopic aspects of fracture of unmodified and modified epoxy resins. **Materials Science and Engineering: A**, v. 125, n. 2, p. 157–184, 1 jun. 1990.

BARLOW, C. Y.; WINDLE, A. H. The measurement of fracture energy in aligned composites. **Composites Science and Technology**, v. 33, n. 2, p. 135–150, 1 jan. 1988.

BEAUMONT, P. W. R. Cracking Models; Broken Parts. **Applied Composite Materials**, v. 13, n. 5, p. 265–285, 1 set. 2006.

BUNSELL, A. R.; RENARD, J. ***Fundamentals of fibre reinforced composite materials***. [S.l.]: IOP, 2005. 225 p. Disponível em: <https://hal.science/hal-00160373>. Acesso em: 09 jun. 2024.

CALLISTER JR, W.; RETHWISCH, D. Livro: *Ciência e Tecnologia de Materiais: uma introdução*. 2008.

CAMPOS, K. A. de [UNESP. *Fractografia quantitativa: análise do comportamento fractal de fratura em compósitos carbono/epóxi, por processamento digital de imagens*. 8 jul. 2010. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/94454>. Acesso em: 09 jun. 2024.

CÂNDIDO, G. M.; REZENDE, M. C.; DONADON, M. V.; ALMEIDA, S. F. M. De. *Fractografia de compósito estrutural aeronáutico submetido ao ensaio de tenacidade à fratura interlaminar em Modo II*. ***Polímeros***, v. 24, p. 65–71, 2014.

CARVALHO, O. De. ***Influência da configuração de bobinagem no comportamento mecânico de cilindros de compósito polimérico***. 2006. text – Universidade de São Paulo, 2006. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/85/85134/tde-30032007-111208/>. Acesso em: 09 jun. 2024.

CHAWLA, K. K. ***Composite Materials: Science and Engineering***. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012. 548 p.

CLAYDEN, J.; GREEVES, N.; WARREN, S. **Organic chemistry**. 2nd ed, Oxford: Oxford university press, 2012.

COUTINHO, M. P. Influência da morfologia da superfície na molhabilidade do titânio comercialmente puro. **Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro**, p. 84, 2007.

CUNHA, D. A. da S.; CABRAL, M. R. P.; SOARES, E. R. P.; ANTONIO, D. S.; CABEZA, N. A. APLICAÇÕES DE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) PARA CARACTERIZAÇÃO DE COMPLEXOS. **ANAIS DO ENIC**, n. 6, , 2014. Disponível em: <https://anaisonline.uems.br/index.php/enic/article/view/2259>. Acesso em: 18 jul. 2024.

DENG, S.; YE, L. Influence of fiber-matrix adhesion on mechanical properties of graphite/epoxy composites: II. Interlaminar fracture and inplane shear behavior. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 18, n. 11, p. 1041–1057, 1999.

DOMNANOVICH, A.; PETERLIK, H.; KROMP, K. Determination of interface parameters for carbon/carbon composites by the fibre-bundle pull-out test. **Composites Science and Technology**, v. 56, n. 9, p. 1017–1029, 1 jan. 1996.

DONALD, A. M.; KRAMER, E. J. The mechanism for craze-tip advance in glassy polymers. **Philosophical Magazine A**, 1 abr. 1981. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01418618108239496>. Acesso em: 09 jun. 2024.

DRUZIAN, A.; DOS SANTOS, R. **O conceito de energia na teoria quântica**. [S.l.: s.n.], 2008.

ECHTERMEYER, A. T. **HSE-Science and research-RR131-Long-term testing of composite through-thickness properties**. [S.l.]: Health and Safety Executive, 2004.

FAVRE, J. P.; PERRIN, J. Carbon fibre adhesion to organic matrices. **Journal of Materials Science**, v. 7, n. 10, p. 1113–1118, 1 out. 1972.

FERREIRA, A. J. M.; BARBOSA, J. T. Buckling behaviour of composite shells. **Composite Structures**, v. 50, n. 1, p. 93–98, 1 set. 2000.

FROSSARD, G.; CUGNONI, J.; GMÜR, T.; BOTSIS, J. Ply thickness dependence of the intralaminar fracture in thin-ply carbon-epoxy laminates. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 109, p. 95–104, 1 jun. 2018.

GARCIA, L. H. T. **Desenvolvimento de processo de fabricação de compósitos de fibras longas através da tecnologia de manufatura aditiva**. 2016. text –

Universidade de São Paulo, 2016. Disponível em:

<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18146/tde-04092019-125437/>. Acesso em: 09 jun. 2024.

GAYATHRI, P.; GANGULI, R. Material uncertainty effects on frequency of composite plates with matrix crack induced delaminations. ***Structural Durability & Health Monitoring***, v. 7, n. 1 & 2, p. 119, 2011.

GOMES, M. C. C. B. CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS UNIDIRECIONAIS NANOESTRUTURADOS. ***CEP***, v. 12, p. 010, 2019.

GREENHALGH, E. ***Failure Analysis and Fractography of Polymer Composites***. [S.l.]: Elsevier, 2009. 608 p.

GUIMARÃES, B. S. S.; GUIGUER, E. L.; BIANCHI, O.; CANTO, L. B. Non-isothermal cure kinetics of an anhydride-cured cycloaliphatic/aromatic epoxy system in the presence of a reactive diluent. ***Thermochimica Acta***, v. 717, p. 179351, 1 nov. 2022.

GUL, W.; XIA, Y. E.; GÉRARD, P.; HA, S. K. Characterization of Polymeric Composites for Hydrogen Tank. ***Polymers***, v. 15, n. 18, p. 3716, 2023.

GÜRDAL, Z.; HAFTKA, R. T.; HAJELA, P. ***Design and Optimization of Laminated Composite Materials***. [S.l.]: John Wiley & Sons, 1999. 358 p.

HE, Y.; MAKEEV, A.; SHONKWILER, B. Characterization of nonlinear shear properties for composite materials using digital image correlation and finite element analysis. ***Composites Science and Technology***, v. 73, p. 64–71, 23 nov. 2012.

HERSCHEL, W. XIV. Experiments on the refrangibility of the invisible rays of the sun. ***Philosophical Transactions of the Royal Society of London***, v. 90, p. 284–292, jan. 1997.

JAR, P.-Y. B.; KAUSCH, H.-H. The influence of moulding conditions on delamination behaviour of carbon-fibre/epoxy composites. ***Composites Science and Technology***, v. 52, n. 3, p. 349–359, 1 jan. 1994.

KAR, R. J. ***Composite failure analysis handbook***. [S.l.]: US Department of Commerce, National Technical Information Service, 1992.

KINLOCH, A. J.; KODOKIAN, G. K. A.; WATTS, J. F. The adhesion of thermoplastic fibre composites. ***Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Physical and Engineering Sciences***, v. 338, n. 1649, p. 83–112, jan. 1997.

LEITE, C. Desenvolvimento e Caracterização de Tubos Compósitos para Aplicação em Risers Rígidos. 2011.

LIMA, J. E. S. Determinação do ângulo de contato, tensão superficial e trabalho de adesão de um primer adesivo uretânico. ***Caleidoscópio***, v. 11, n. 1, p. 1–6, 2019.

MA, Q.; GU, Y.; LI, M.; WANG, S.; ZHANG, Z. Effects of surface treating methods of high-strength carbon fibers on interfacial properties of epoxy resin matrix composite. ***Applied Surface Science***, v. 379, p. 199–205, 30 ago. 2016.

MAITY, P.; KASISOMAYAJULA, S. V.; PARAMESWARAN, V.; BASU, S.; GUPTA, N. Improvement in surface degradation properties of polymer composites due to pre-processed nanometric alumina fillers. ***IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation***, v. 15, n. 1, p. 63–72, fev. 2008.

MARINUCCI, G. Materiais compósitos poliméricos: fundamentos e tecnologia. **São Paulo: Artliber**, v. 1, , 2011.

MATTHEWS, F. L.; RAWLINGS, R. D. ***Composite Materials: Engineering and Science***. [S.l.]: Elsevier, 1999. 481 p.

MEREDITH, J.; COZIEN-CAZUC, S.; COLLINGS, E.; CARTER, S.; ALSOP, S.; LEVER, J.; COLES, S. R.; WOOD, B. M.; KIRWAN, K. Recycled carbon fibre for high performance energy absorption. ***Composites Science and Technology***, v. 72, n. 6, p. 688–695, 2012.

MORRA, M.; OCCHIELLO, E.; GARBASSI, F. Knowledge about polymer surfaces from contact angle measurements. ***Advances in Colloid and Interface Science***, v. 32, n. 1, p. 79–116, 1990.

NETRAVALI, A. N.; HENSTENBURG, R. B.; PHOENIX, S. L.; SCHWARTZ, P. Interfacial shear strength studies using the single-filament-composite test. I: Experiments on graphite fibers in epoxy. ***Polymer Composites***, v. 10, n. 4, p. 226–241, 1989.

PAIVA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S.; VYVYAN, J. R. **Introdução à espectroscopia**. 4ª edição norte-Americana, Bellingham, Washington: CENGAGE Learning, 2010. 716 p.

PARDINI, L. C.; LEVY NETO, F. Compósitos estruturais: ciência e tecnologia. **Edição. Ed. Edgard Blucher. São Paulo, 2006.**

PAWAR, P. M.; GANGULI, R. On the effect of matrix cracks in composite helicopter rotor blade. **Composites Science and Technology**, JNC13-AMAC-Strasbourg. v. 65, n. 3, p. 581–594, 1 mar. 2005.

PURSLOW, D. Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites. **Composites**, v. 17, n. 4, p. 289–303, 1 out. 1986.

RATNA, D. **Handbook of thermoset resins**. Shrewsbury: Smithers Rapra Technology, Ltd., 2009. 424 p.

REZENDE, M. C. Fractografia de Compósitos Estruturais. **Polímeros**, v. 17, p. E4–E11, set. 2007.

Roth Composite Machinery. Disponível em: <https://www.roth-composite-machinery.com/>. Acesso em: 09 jun. 2024.

ROULIN-MOLONEY, A. N. N. E. **Fractography and failure mechanisms of polymers and composites**. London and New York: Elsevier Applied Science, 1989. 556 p.

SARAC, A. S.; TOFAIL, S. A. M.; SERANTONI, M.; HENRY, J.; CUNNANE, V. J.; MCMONAGLE, J. B. Surface characterisation of electrografted random poly[carbazole-co-3-methylthiophene] copolymers on carbon fiber: XPS, AFM and Raman spectroscopy. **Applied Surface Science**, v. 222, n. 1, p. 148–165, 30 jan. 2004.

SPERONI, F.; CASTOLDI, E.; FABBRI, P.; CASIRAGHI, T. Mechanisms of energy dissipation during impact in toughened polyamides: a SEM analysis. **Journal of Materials Science**, v. 24, n. 6, p. 2165–2176, 1 jun. 1989.

SRINIVASA, V.; SHIVAKUMAR, V.; NAYAKA, V.; JAGADEESHIAIH, S.; SEETHRAM, M.; SHENOY, R.; NAFIDI, A. Fracture morphology of carbon fiber reinforced plastic composite laminates. **Materials Research**, v. 13, p. 417–424, set. 2010.

TIBOLA, C. S.; MEDEIROS, E. P.; SIMEONE, M. L. F.; OLIVEIRA, M. A. **Espectroscopia no infravermelho próximo para avaliar indicadores de qualidade tecnológica e contaminantes em grãos**. 1^a, Brasília, DF: Embrapa, 2018. 200 p.

TITO, A. Y. M. **Estudo do comportamento higrotérmico de nanocompósitos de resina epóxi contendo celulose microfibrilada**. 2022. Mestrado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2022. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18158/tde-19122022-120810/>. Acesso em: 18 jul. 2024.

VALENÇA, S. L.; SUSSUCHI, E. M.; GRIZA, S.; VALENÇA, G. O.; SANTOS, C. P. Dos. Relation between the Epoxy Resin Curing and the Mechanical Properties of the Composite Reinforced with Aramid/Glass. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 14, p. e488101422393–e488101422393, 11 nov. 2021.

WANG, X.; ZHANG, J.; WANG, Z.; ZHOU, S.; SUN, X. Effects of interphase properties in unidirectional fiber reinforced composite materials. **Materials & Design**, v. 32, n. 6, p. 3486–3492, 1 jun. 2011.


WU, H. F.; GU, W.; LU, G.-Q.; KAMPE, S. L. Non-destructive characterization of fibre-matrix adhesion in composites by vibration damping. **Journal of Materials Science**, v. 32, n. 7, p. 1795–1798, 1 abr. 1997.

YOSOMIYA, R. **Adhesion and Bonding in Composites**. [S.I.]: CRC Press, 2020. 375 p.

9 ANEXOS

ANEXO – 1

Fibra A (Frente) - Resultado de Análise de parâmetros físico-químicos

 <p>DDNM</p>	<p align="center">RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p align="center">SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA</p> <p align="center">Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p align="center">Nº:011R/2024</p> <p align="center">Pág. 1/2</p>
---	---	---

SOLICITANTE:

Nome: Gerson	Procedência: LACAM - CTMSP
Solicitação nº: 011	Telefone: (11) 3817-7568

AMOSTRAS:

Placa Kletson
Polipox RL 095451/Polipox EL1022-095613/America Sales BDMA-230303
Tenax HTA 40 51 31 6k

ANÁLISE/ ENSAIO:

Temperatura de transição vítrea por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Determinação da porcentagem de fibra por Termogravimetria (TGA) e densidade volumétrica.

NORMAS, ESPECIFICAÇÕES, CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO:

Procedimento A da ASTM D 792-98 (densidade) e ASTM D3418-03 (DSC).

EQUIPAMENTOS E PADRÕES UTILIZADOS:


Analizador Termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851º (padrões de índio e alumínio), Calorímetro Mettler-Toledo modelo DSC 3 (padrões metálicos de índio e zinco), Balança analítica Mettler-Toledo modelo XP6 e Balança Analítica Mettler-Toledo modelo AB 204S.

RESULTADOS E OBSERVAÇÕES:

- A tabela a seguir apresenta os resultados obtidos:

ANEXO – 1

Fibra A (Verso) - Resultado de Análise de parâmetros físico-químicos



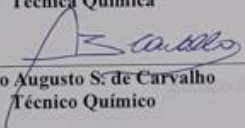
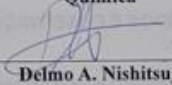
	RESULTADO DE ANÁLISE					Nº: 011R/2024			
	SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502					Pág. 2/2			

Placa Kletson
 Polipox RL 095451/Polipox EL1022-095613/America Sales BDMA-230303
 Tenax HTA 40 51 31 6k

AMOSTRA	Vf (%)	Vm (%)	Vv (%)	Mf (%)	Mm (%)	dc (g/cm ³)	dfibra (g/cm ³)	dmatriz (g/cm ³)
24,2 °C								
Placa Kletson	62	37	1	71	29	1,54	1,75	1,20


Amostra	Tg (°C)
Placa Kletson	(126 ± 3)

São Paulo, 13 de março de 2024.

 Liz Contino Vianna de Aguiar Técnica Química	 Ana Claudia Vaz Carolino Química
 Alvaro Augusto S. de Carvalho Técnico Químico	 Delmo A. Nishitsuji Gerente Técnico

ANEXO – 2

Fibra B (Frente) - Resultado de Análise de parâmetros físico-químicos

 <p>DDNM</p>	<p align="center">RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p align="center">SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA</p> <p align="center">Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p align="center">Nº:029R/2024</p> <p align="center">Pág. 1/2</p>
--	---	---

SOLICITANTE:

Nome: Gerson	Procedência: LACAM - CTMSP
Solicitação nº: 029	Telefone: (11) 3817-7568

AMOSTRAS:

Placa de 2 mm 003 e 004 /24 - 8
GY260/HY2918/DY062
Tenax HTA 40 E13 6k

ANÁLISE/ ENSAIO:

Temperatura de transição vítrea por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Determinação da porcentagem de fibra por Termogravimetria (TGA) e densidade volumétrica.

NORMAS, ESPECIFICAÇÕES, CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO:

Procedimento A da ASTM D 792-98 (densidade) e ASTM D3418-03 (DSC).

EQUIPAMENTOS E PADRÕES UTILIZADOS:




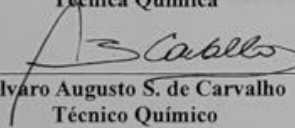

Analizador Termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851* (padrões de índio e alumínio), Calorímetro Mettler-Toledo modelo DSC 3 (padrões metálicos de índio e zinco), Balança analítica Mettler-Toledo modelo XP6 e Balança Analítica Mettler-Toledo modelo AB 204S.

RESULTADOS E OBSERVAÇÕES:

- A tabela a seguir apresenta os resultados obtidos:

ANEXO – 2

Fibra B (Verso) - Resultado de Análise de parâmetros físico-químicos

 DDNM	RESULTADO DE ANÁLISE SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502		Nº: 029R/2024 Pág. 2/2					
	Placa de 2 mm 003 e 004 /24 - 8 GY260/HY2918/DY062 Tenax HTA 40 E13 6k							
26,0°C								
AMOSTRA	Vf (%)	Vm (%)	Vv (%)	Mf (%)	Mm (%)	dc (g/cm³)	dfibra (g/cm³)	dmatriz (g/cm³)
Placa 003 e 004	63	36	1	72	28	1,54	1,75	1,20
AMOSTRA		Tg (°C)						
Placa 2 mm 003 e 004/24-8		(129 ± 3)						
São Paulo, 22 de abril de 2024.								
 Liz Contino Vianna de Aguiar Técnica Química				 Ana Claudia Vaz Carolino Química				
 Alvaro Augusto S. de Carvalho Técnico Químico				 Delmo A. Nishitsuji Gerente Técnico				

ANEXO – 3

Fibra A – Tração em Roving

Nº do Certificado	240013
Data	05/03/2024
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	12.700 mm/min
Densidade da Fibra	1.76 g/cm ³
MUL	0.40 g/m
W	0.16846 g

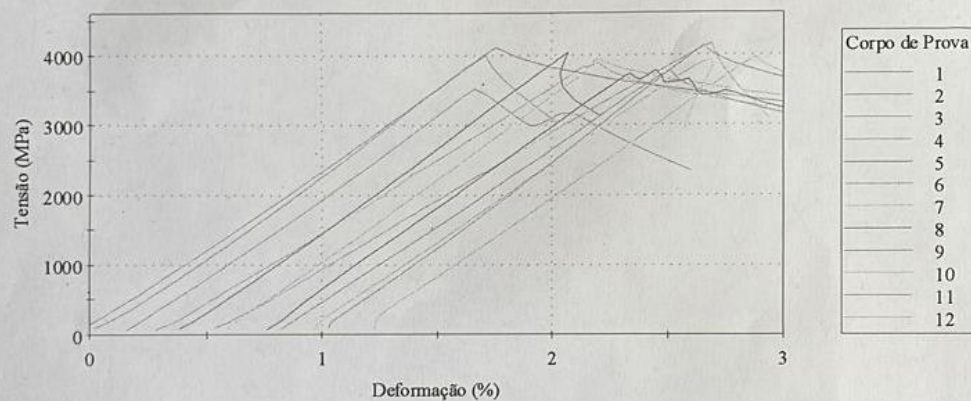
Ensaio de Tração em Roving de Fibra de Carbono / ASTM D4018

Material : Roving de Fibra de Carbono

Matriz : Huntsman GY 260-ALM0059500 / Polipox EL 1022-095613 / America Sales BDMA-230303

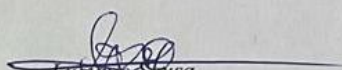
Amostra : Fibra de Carbono Tenax HTA 5131 - 6K - Lote 71212 - Novelo 3A10

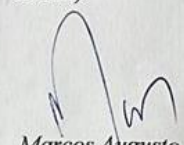
Novelo 3A10



	Corpo de Prova	Area (mm ²)	Carga Máxima (P) (N)	Limite de Resistência à Tração (TS) (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Módulo (Corda 0.1 % - 0.6 %)	Deformação (%)	
	1	01	0.23	912	4011	226	215	1.71
	2	01	0.23	937	4122	240	225	1.65
	3	03	0.23	805	3540	229	221	1.45
	4	04	0.23	887	3903	207	199	1.89
	5	05	0.23	919	4045	237	228	1.65
	6	06	0.23	946	4164	196	190	2.17
	7	07	0.23	902	3968	236	230	1.57
	8	08	0.23	862	3792	232	241	1.72
	9	09	0.23	861	3787	219	215	1.67
	10	10	0.23	893	3931	227	220	1.75
	11	11	0.23	941	4139	246	233	1.61
	12	12	0.23	904	3978	227	223	1.73
Média		0.23	897	3948	227	220	220	1.71
Desvio Padrão		0	40	178	14	14	14	0

Obs: 1.) Foi utilizado para o cálculo da deformação o extensômetro convencional (GL = 25mm).


 Luciano Sausa
 (2343-AZ-104)
 Executor


 Marcos Augusto
 (2343-AZ-000)
 Responsável

ANEXO – 4

Fibra B – Tração em Roving

Nº do Certificado	240045
Data	22/04/2024
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	12.700 mm/min
Densidade da Fibra	1.75 g/cm ³
MUL	0.40 g/m
W	0.153 g

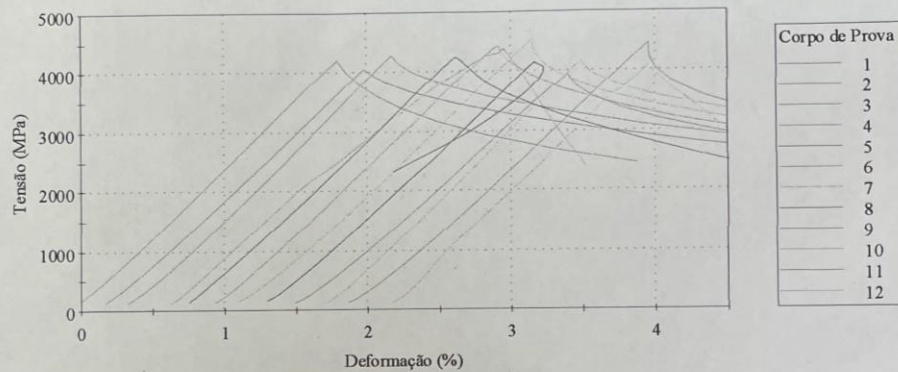
Ensaio de Tração em Roving de Fibra de Carbono / ASTM D4018

Material : Roving de Fibra de Carbono

Matriz : GY 260 / HY 2918 / DY 062

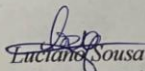
Amostra : Fibra de Carbono Tenax-E HTA 40 E 13 - 6K - Lote 190920110

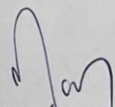
Novelo 5A51



Corpo de Prova	Área (mm ²)	Carga Máxima (P) (N)	Limite de Resistência à Tração (TS) (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Módulo (Corda 0.1 % - 0.6 %) (GPa)	Deformação (%)
1	0.23	964	4218	230	217	1.79
2	0.23	929	4065	221	208	1.78
3	0.23	979	4284	232	215	1.77
4	0.23	1001	4379	196	215	2.36
5	0.23	971	4250	221	211	1.84
6	0.23	1013	4431	224	213	1.93
7	0.23	1037	4536	220	200	1.97
8	0.23	950	4156	—	207	1.79
9	0.23	903	3950	208	191	1.83
10	0.23	953	4168	231	221	1.72
11	0.23	1021	4467	214	193	2.00
12	0.23	934	4085	226	240	1.79
Média	0.23	971	4249	220	211	1.88
Desvio Padrão	0	41	178	11	13	0

Obs: 1.) Foi utilizado para o cálculo da deformação o extensômetro convencional (GL = 25mm).


Luciano Sousa
(2343-AZ-104)
Executor


Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

ANEXO – 5

Fibra A – Cisalhamento Interlaminar

Nº do Certificado	240012
Data	26/02/2024
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min

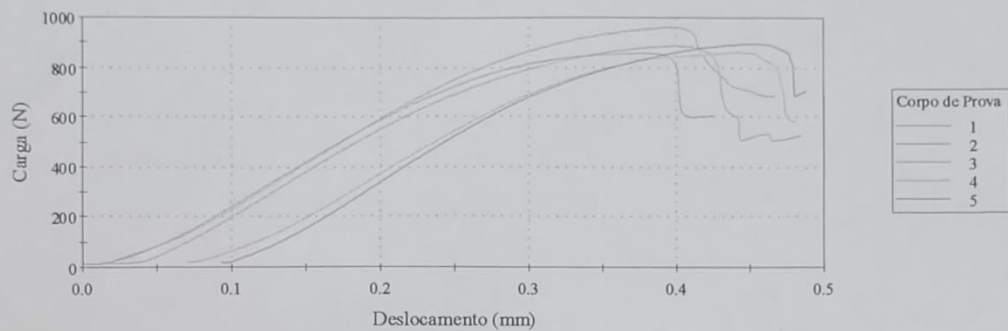
Ensaio de Cisalhamento Interlaminar (ILSS) / ASTM D2344

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 5131 - 6K

Amostra: Placa 023/23 #2mm - Lote 71212 - Novelo 3A10

Matriz: Polipox RL 1028-095451 / Polipox EL 1022-095613 / America Sales BDMA-230303

Placa 023/23 - 0°



	Corpo de Prova	Comp. span (mm)	Área (mm ²)	Carga Máxima (N)	Resistência ao Cisalhamento (MPa)
	1	01	9.0	961	75
	2	02	9.0	858	78
	3	03	9.0	887	80
	4	04	9.0	861	78
	5	05	9.0	895	81
Média		9.0	8.54	892	78
Desvio Padrão		0	1	41	2

Obs:

1) O span de 9mm é o mínimo permitido pelo dispositivo de ensaio.

Luclano Sousa
2343-AZ-104
Executor

Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

ANEXO – 6

Fibra B – Cisalhamento Interlaminar

N° do Certificado	240043
Data	23/04/2024
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min

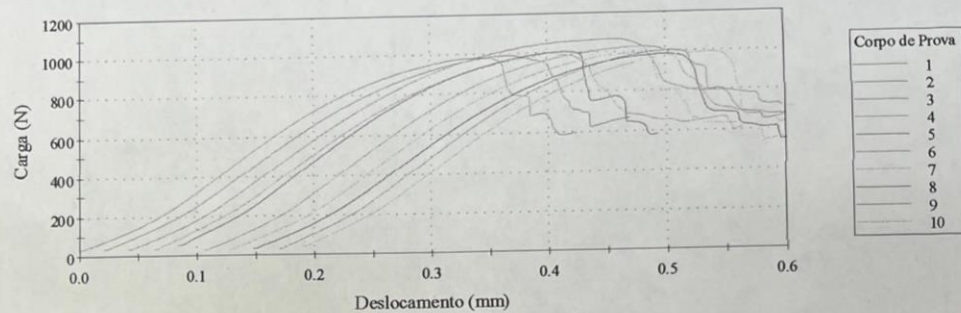
Ensaio de Cisalhamento Interlaminar (ILSS) / ASTM D2344

Material: Fibra de Carbono - Tenax-E HTA 40 E 13 - 6K

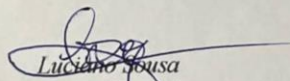
Amostra: Placa 0003/24 #2mm - Lote 190920110 - Novelo 5A51

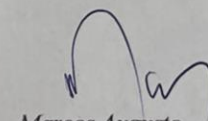
Matriz: GY 260 / HY 2918 / DY 062

Placa 0003/24 - 0°



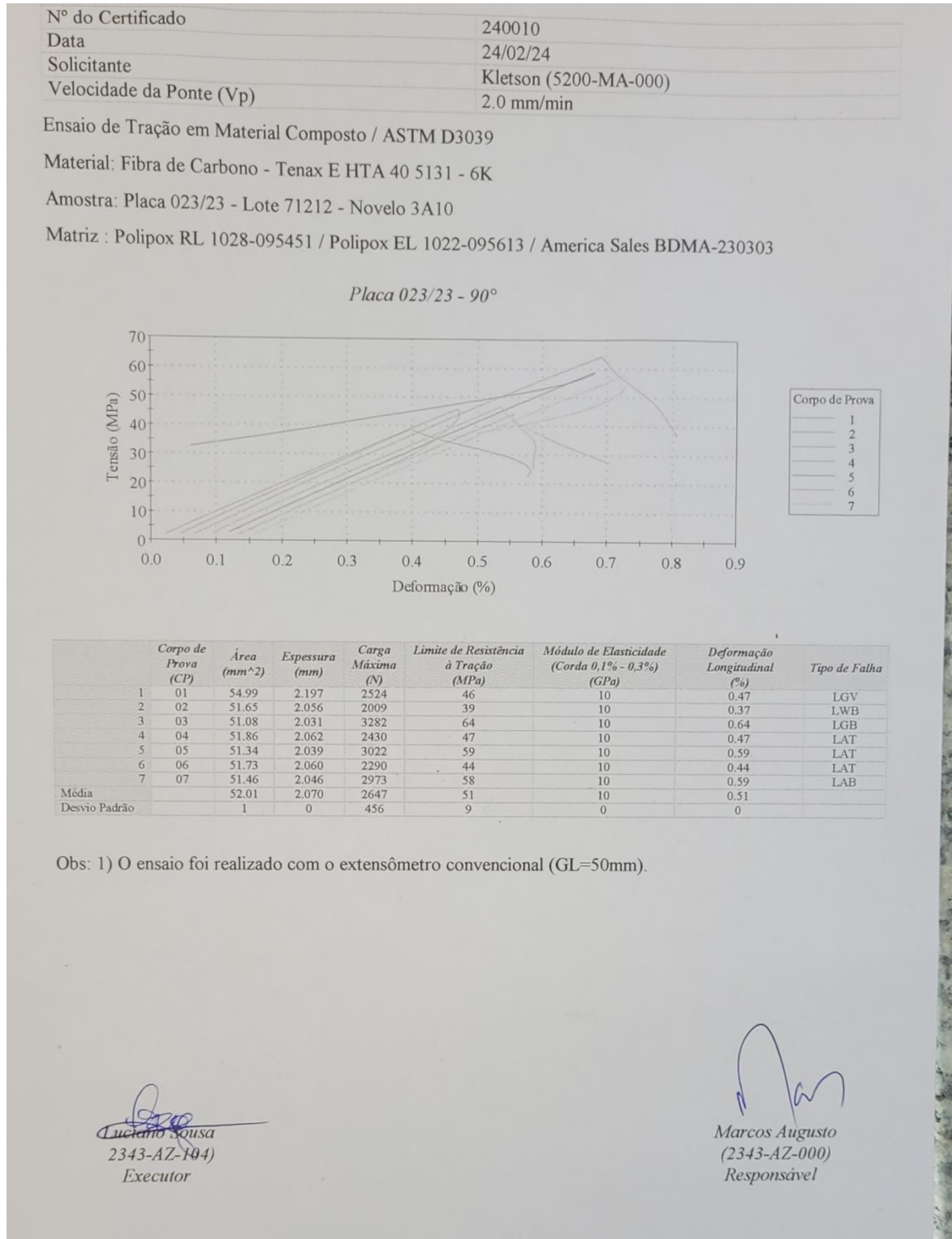
	Corpo de Prova	Comp. span (mm)	Área (mm ²)	Carga Máxima (N)	Resistência ao Cisalhamento (MPa)
1	01	9.0	8.65	982	85
2	02	9.0	8.79	991	85
3	03	9.0	10.02	1065	80
4	04	9.0	8.73	991	85
5	05	9.0	8.78	1005	86
6	06	9.0	9.45	1026	81
7	07	9.0	8.68	994	86
8	08	9.0	8.68	987	85
9	09	9.0	9.00	1005	84
10	10	9.0	8.79	993	85
Média		9.0	8.96	1004	84
Desvio Padrão		0	0	25	2


 Luciano Sousa
 2343-AZ-104)
 Executor


 Marcos Augusto
 (2343-AZ-000)
 Responsável

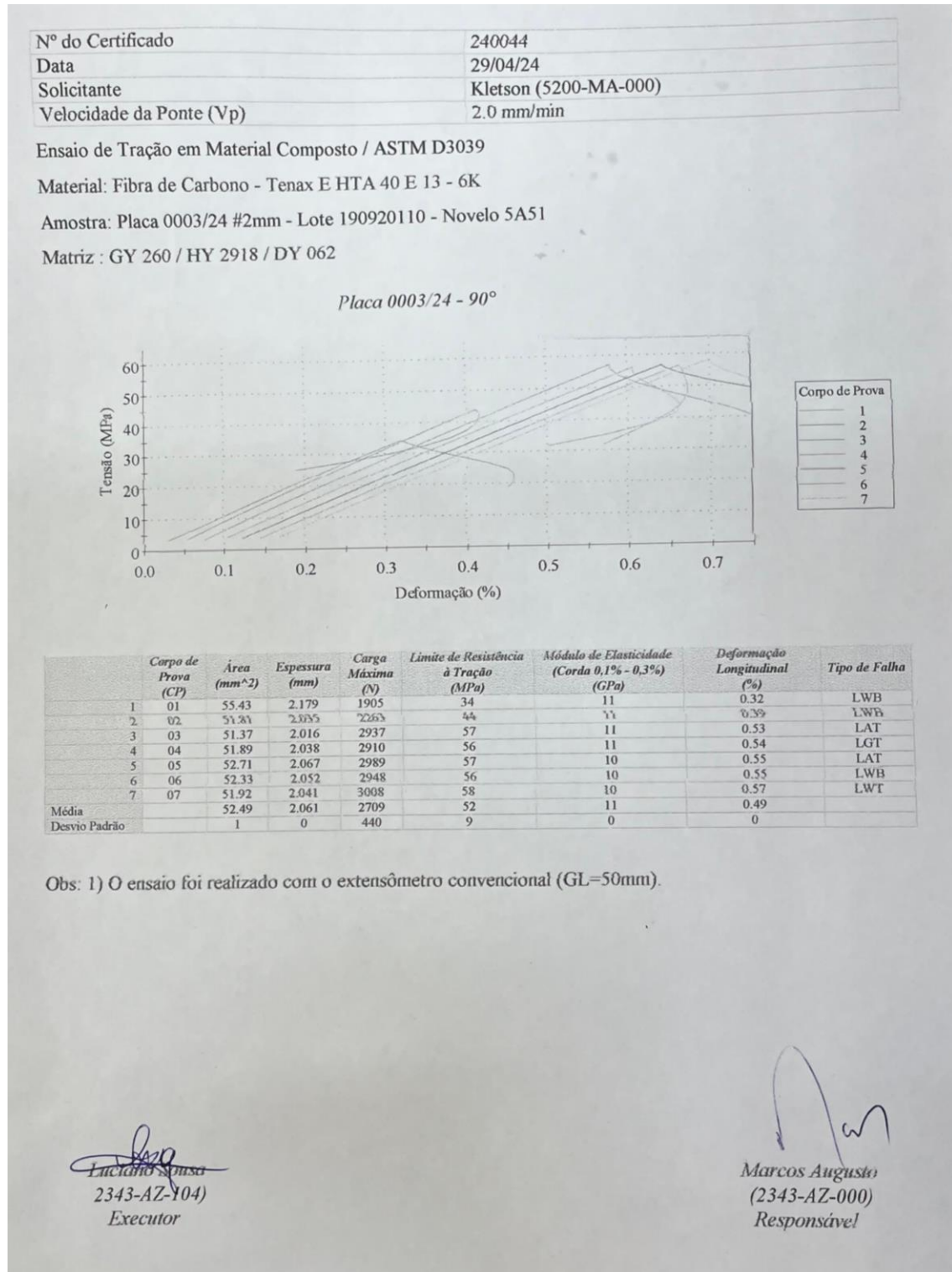
ANEXO – 7

Fibra A – Tração Transversal ao reforço



ANEXO – 8

Fibra B – Tração Transversal ao reforço



ANEXO – 9

Fibra A – Flexão 16:1 (Procedimento A)

Nº do Certificado	240020
Data	11/03/24
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	32.0 mm

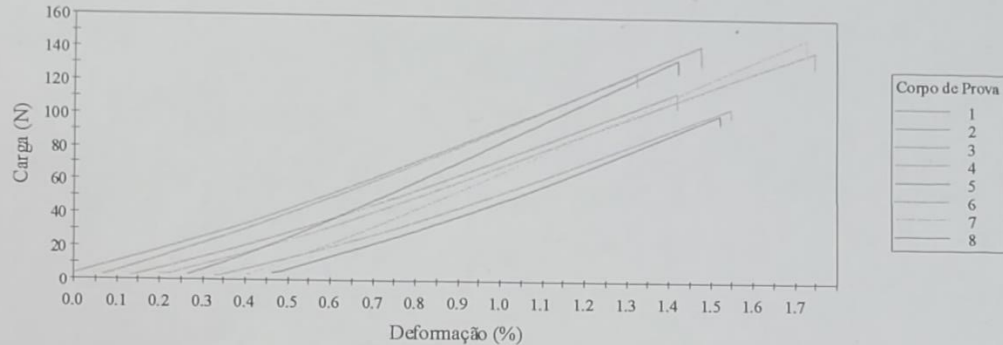
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 5131 - 6K

Amostra: Placa 023/23 #2mm - Lote 71212 - Novelo 3A10

Matriz: Polipox RL 1028-095451 / Polipox EL 1022-095613 / America Sales BDMA-230303

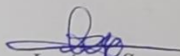
Placa 023/23 - 90°

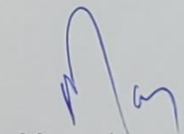


	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
1	01	126.06	94	0.013	5548	1.01	TAM
2	02	143.00	98	0.014	5857	1.04	TAR
3	03	114.56	90	0.013	5578	1.01	TAR
4	04	140.07	106	0.015	5586	1.20	TAL
5	05	134.60	89	0.012	6747	0.84	TAM
6	06	105.59	89	0.012	5750	0.99	TAM
7	07	147.70	102	0.013	6846	0.98	TAR
8	08	101.63	77	0.011	5861	0.82	TAL
Média		126.65	93	0.013	5972	0.98	
Desvio Padrão		18	9	0	524	0	

Obs:

- 1.) Comp. total dos cps = 39 mm; Larg. (b) dos cps = 13 mm; Esp. (h) dos cps = 2,0 mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.


Luciano Sousa
2343-AZ-104)
Executor


Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

ANEXO – 10

Fibra B – Flexão 16:1 (Procedimento A)

Nº do Certificado	240042
Data	24/04/24
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	32.0 mm

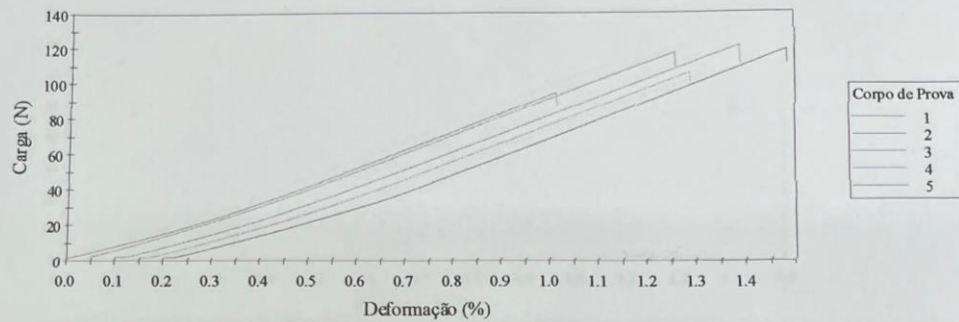
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax-E HTA 40 E 13 - 6K

Amostra: Placa 0003/24 #2mm - Lote 190920110 - Novelo 5A51

Matriz: GY 260 / HY 2918 / DY 062

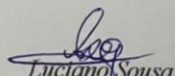
Placa 0003/24 - 90°

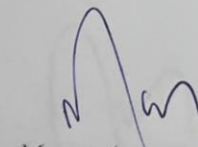


	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
1	01	94	83	0.010	6605	0.85	TAM
2	02	117	104	0.012	7225	1.01	TAM
3	03	121	109	0.013	6887	1.09	TAM
4	04	106	94	0.011	6732	0.95	TAL
5	05	118	108	0.013	6625	1.08	TAM
Média		111	100	0.012	6815	1.00	
Desvio Padrão		11	11	0	255	0	

Obs:

- 1.) Comp. total dos cps = 40 mm; Larg. (b) dos cps = 13 mm; Esp. (h) dos cps = 2mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.


 Luciano Sousa
 2343-AZ-104
 Executor


 Marcos Augusto
 (2343-AZ-000)
 Responsável

ANEXO – 11

Fibra A – Flexão 32:1 (Procedimento A)

Nº do Certificado	240008
Data	09/02/24
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

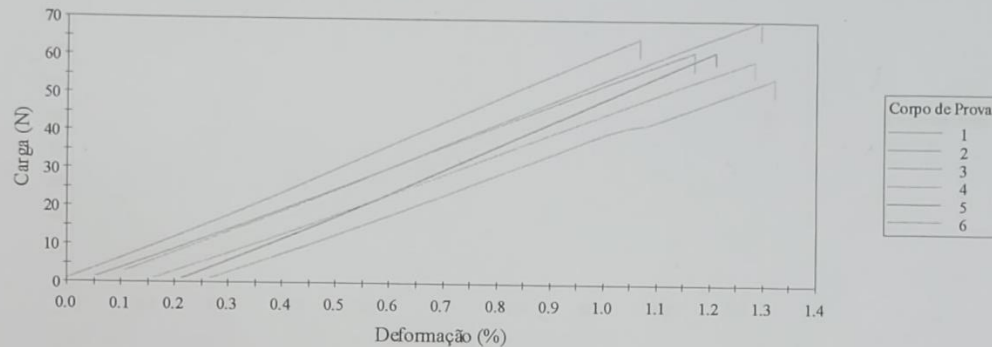
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 5131 - 6K

Amostra: Placa 023/23 #2mm - Lote 71212 - Novelo 3A10

Matriz: Polipox RL 1028-095451 / Polipox EL 1022-095613 / America Sales BDMA-230303

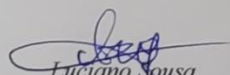
Placa 023/23 - 90°

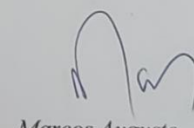


	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
	1	64,98	101,16	0,011	8774	3,41	TAR
	2	61,58	99,47	0,011	8319	3,64	TAM
	3	69,94	105,64	0,012	8257	3,76	TAM
	4	59,33	101,93	0,011	8489	3,77	TAM
	5	61,65	95,50	0,010	8965	3,18	TAM
	6	54,77	95,55	0,011	8757	3,58	TAR
Média		62,04	99,88	0,011	8593	3,56	
Desvio Padrão		5	4	0	281	0	

Obs:

- 1.) Comp. total dos cps = 80 mm; Larg. (b) dos cps = 13 mm; Esp. (h) dos cps = 2,0 mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.


Luciano Sousa
2343-AZ-104
Executor


Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

ANEXO – 12

Fibra B – Flexão 32:1 (Procedimento A)

Nº do Certificado	240042_1
Data	24/04/24
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

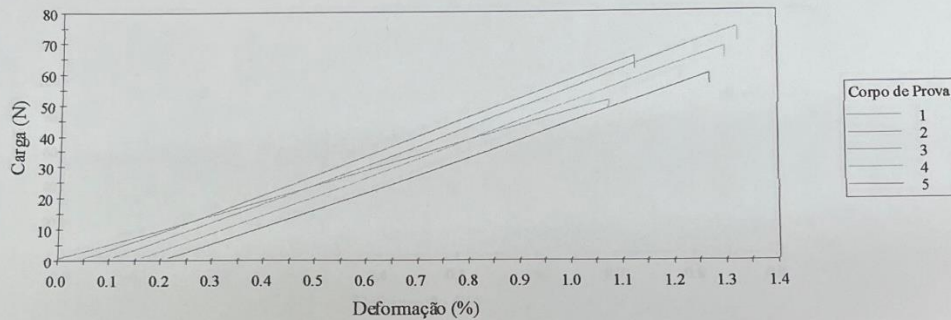
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax-E HTA 40 E 13 - 6K

Amostra: Placa 0003/24 #2mm - Lote 190920110 - Novelo 5A51

Matriz: GY 260 / HY 2918 / DY 062

Placa 0003/24 - 90°

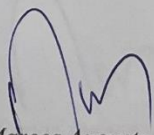


	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
	1 01	51.21	100	0.011	8899	3.75	TAR
	2 02	65.30	106	0.011	9519	3.44	TAL
	3 03	74.55	105	0.012	8257	3.64	TAM
	4 04	68.22	106	0.011	8944	3.58	TAR
	5 05	59.67	89	0.011	8017	3.25	TAR
Média		63.79	101	0.011	8727	3.53	
Desvio Padrão		9	7	0	598	0	

Obs:

- 1.) Comp. total dos cps = 80 mm; Larg. (b) dos cps = 13 mm; Esp. (h) dos cps = 2mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.

Luciano Sousa
2343-AZ-104)
Executor


Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

ANEXO – 13

Fibra A – Flexão 32:1 (Procedimento B)

Nº do Certificado	240008_1
Data	20/02/2024
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

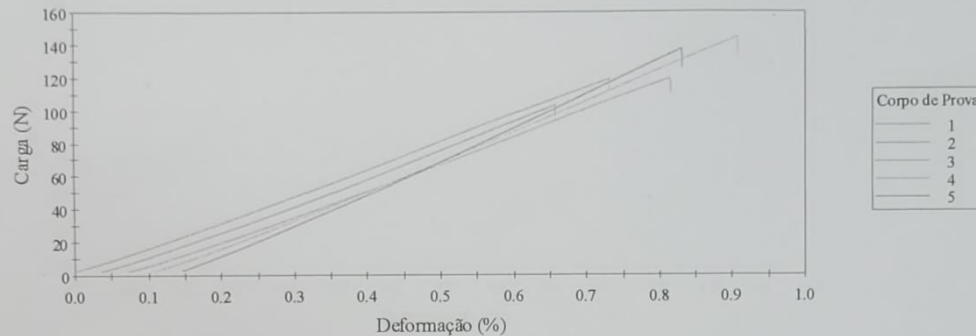
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento B)

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 5131 - 6K

Amostra: Placa 023/23 #2mm - Lote 71212 - Novelo 3A10

Matriz: Polipox RL 1028-095451 / Polipox EL 1022-095613 / America Sales BDMA-230303

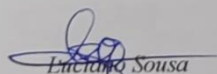
Placa 023/23 - 90°

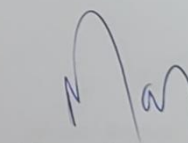


	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
	1 07	119	105	0.01	13789	2.51	TBV
	2 08	103	88	0.01	13133	2.08	TBV
	3 09	119	105	0.01	13305	2.52	TBV
	4 10	144	102	0.01	12070	2.42	TBV
	5 11	137	92	0.01	12685	2.04	TBR
Média		124	98	0.01	12996	2.31	
Desvio Padrão		16	8	0	651	0	

Obs:

- 1.) Comp. total dos cps = 80 mm; Larg. (b) dos cps = 13 mm; Esp. (h) dos cps = 2,0 mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.


 Luciano Sousa
 2343-AZ-104
 Executor


 Marcos Augusto
 (2343-AZ-000)
 Responsável

ANEXO – 14

Fibra B – Flexão 32:1 (Procedimento B)

Nº do Certificado	240042_2
Data	24/04/2024
Solicitante	Kletson (5200-MA-000)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

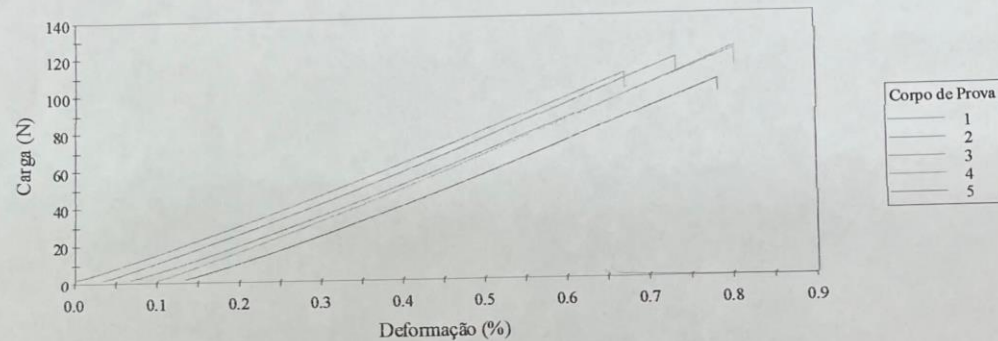
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento B)

Material: Fibra de Carbono - Tenax-E HTA 40 E 13 - 6K

Amostra: Placa 0003/24 #2mm - Lote 190920110 - Novelo 5A51

Matriz: GY 260 / HY 2918 / DY 062

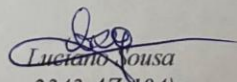
Placa 0003/24 - 90°

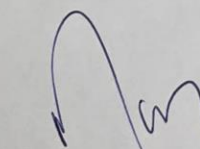


	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
1	01	108	100	0.007	14133	2.29	TBV
2	02	116	102	0.007	13620	2.33	TBV
3	03	120	101	0.007	12885	2.41	TBV
4	04	122	96	0.007	12779	2.23	TBM
5	05	104	95	0.006	13761	2.21	TBV
Média		114	99	0.007	13436	2.29	
Desvio Padrão		8	3	0	583	0	

Obs:

- 1.) Comp. total dos cps = 80 mm; Larg. (b) dos cps = 13 mm; Esp. (h) dos cps = 2mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.


 Luciano Sousa
 2343-AZ-104)
 Executor


 Marcos Augusto
 (2343-AZ-000)
 Responsável

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.
