

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

**CARACTERIZAÇÃO VISCOELÁSTICA POR MEIO DE ENSAIOS DE
FLUÊNCIA E RUPTURA POR FLUÊNCIA DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS
DE MATRIZ DE RESINA EPOXÍDICA E FIBRA DE CARBONO**

LUÍS CLÁUDIO FARINA

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

**Orientador:
Prof. Dr. Gerson Marinucci**

**SÃO PAULO
2009**

À minha filha Lara
À minha esposa Márcia
À minha mãe Hortência

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Dr. Gerson Marinucci, pelo incentivo sempre presente e pelo encaminhamento durante o trabalho.

À Marinha do Brasil e ao Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo – CTMSP por disponibilizar suas instalações e meios para o cumprimento deste trabalho.

Ao CA (EN) Carlos Passos Bezerril, Diretor do CTMSP, pela autorização para a realização deste trabalho.

Ao CMG (RM1-EN) Germano de Freitas, Superintendente Industrial do CTMSP, pelo incentivo inicial e no decorrer do trabalho.

Ao Dr. Eng. Tadeu Martins de Freitas, Chefe do Departamento de Fabricação do CTMSP, pelo apoio e amizade.

A todos os funcionários da Divisão de Mecânica e de Industrialização e Apoio Técnico do CTMSP pelo apoio na fabricação dos equipamentos de ensaio.

A todos os funcionários da Oficina de fabricação de materiais compósitos do CTMSP pela fabricação dos corpos-de-prova.

Aos funcionários do LACAM do CTMSP, Dr. Cláudia Giovedi Motta, José Ferreira da Silva, Marcos Augusto e Reinaldo de Toledo pelo apoio na preparação dos corpos-de-prova, ensaios estáticos e de caracterização.

Aos colegas Nelson Marques da Silva e Delmo Amari Nishitsuji do CTMSP, pelo companheirismo e apoio técnico.

Aos funcionários da biblioteca do IPEN, pela ajuda no decorrer deste trabalho.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, por tornar possível a realização deste estudo.

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP pelo apoio concedido na forma de Auxílio a Pesquisa, de acordo com o processo 07/50969-7.

CARACTERIZAÇÃO VISCOELÁSTICA POR MEIO DE ENSAIOS DE FLUÊNCIA E RUPTURA POR FLUÊNCIA DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS DE MATRIZ DE RESINA EPOXÍDICA E FIBRA DE CARBONO

Luís Cláudio Farina

RESUMO

A utilização de materiais compósitos poliméricos em elementos estruturais requer o conhecimento do comportamento durante a vida em serviço. A garantia da integridade destes elementos estruturais de compósitos demanda um estudo do comportamento dependente do tempo, por causa da sua resposta viscoelástica e das inúmeras possibilidades de configurações de fabricação. No presente estudo, foram realizados ensaios de fluência e ruptura por fluência em tração em compósitos unidirecionais fabricados com resina epoxídica e fibra de carbono de alta resistência, com os ângulo das fibras a 60° e 90° em relação à direção do carregamento, nas temperaturas de 25 e 70 °C. A caracterização viscoelástica do compósito foi realizada por meio das curvas de fluência a vários níveis de carregamento constante em períodos de 1000 h, obtenção do “envelope de ruptura por fluência” pelas curvas de ruptura por fluência, a determinação da transição do comportamento linear para não linear pelos gráficos isócronos e ainda a comparação das curvas de flexibilidade à fluência com um modelo de predição de comportamento viscoelástico fundamentado na equação de Schapery. Pelos ensaios foi constatada uma modificação no comportamento do material, com relação à resistência, rigidez e deformação, demonstrando que estas propriedades foram afetadas pelo tempo e nível de tensão, especialmente em temperatura de trabalho acima da ambiente. O modelo de predição foi capaz de representar o comportamento à fluência, entretanto deve ser considerada a determinação dos termos das equações, além da variação destes com a tensão aplicada e o tempo decorrido de ensaio.

VISCOELASTIC CHARACTERIZATION OF CARBON FIBER-EPOXY COMPOSITES BY CREEP AND CREEP RUPTURE TESTS

Luís Cláudio Farina

ABSTRACT

One of the main requirements for the use of fiber-reinforced polymer matrix composites in structural applications is the evaluation of their behavior during service life. The warranties of the integrity of these structural components demand a study of the time dependent behavior of these materials due to viscoelastic response of the polymeric matrix and of the countless possibilities of design configurations. In the present study, creep and creep rupture test in stress were performed in specimens of unidirectional carbon fiber-reinforced epoxy composites with fibers orientations of 60° and 90°, at temperatures of 25 and 70 °C. The aim is the viscoelastic characterization of the material through the creep curves to some levels of constant tension during periods of 1000 h, the attainment of the “creep rupture envelope” by the creep rupture curves and the determination of the transition of the linear for non-linear behavior through isochronous curves. In addition, comparisons of creep compliance curves with a viscoelastic behavior prediction model based on Schapery equation were also performed. For the test, a modification was verified in the behavior of the material, regarding the resistance, stiffness and deformation, demonstrating that these properties were affected for the time and tension level, especially in work temperature above the ambient. The prediction model was capable to represent the creep behavior, however the determination of the equations terms should be considered, besides the variation of these with the applied tension and the elapsed time of test.

SUMÁRIO

	Página
1. INTRODUÇÃO	14
2. OBJETIVO.....	16
3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	17
3.1. Comportamento elástico	17
3.2. Comportamento plástico	17
3.3. Comportamento viscoelástico	17
3.3.1. Funções do material dependente do tempo	19
3.3.2. Fluência.....	19
3.3.3. Recuperação	21
3.3.4. Linearidade.....	21
3.4. Comportamento dependente do tempo de compósitos poliméricos	22
3.4.1. Viscoelasticidade em compósitos poliméricos.....	22
3.4.2. Viscoplasticidade em compósitos poliméricos.....	23
3.4.3. Ruptura de compósitos poliméricos	24
3.4.4. Modelo de comportamento em fluência	27
3.5. Envelhecimento em polímeros	31
3.6. Processo de fabricação de compósitos poliméricos.....	32
3.7. Seleção de extensômetros.....	35
3.8. Compensação de temperatura para extensômetros.	37
4. REVISÃO DA LITERATURA.....	39
5. MATERIAIS E MÉTODOS.....	44
5.1. Materiais	44
5.1.1. Caracterização do compósito de matriz de resina epoxídica reforçada com fibra de carbono	44
5.1.2. Processo de fabricação dos corpos-de-prova	46
5.1.3. Geometria do corpo de prova.....	50
5.2. Ensaio	53

5.2.1. Ensaio de tração.....	53
5.2.2. Ensaio de fluência e ruptura por fluência	54
5.3. Equipamento de ensaio	57
5.4. Aquisição de dados.....	61
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES	64
6.1. Caracterização do compósito.....	64
6.2. Ensaio de tração	65
6.3. Ruptura por fluência.....	70
6.4. Fluência	75
6.4.1. Curvas de fluência.....	75
6.4.2. Curvas isócronas.....	86
6.4.3. Flexibilidade à fluência	92
6.4.4. Modelo de predição de comportamento à fluência.....	95
7. CONCLUSÕES	104
8. TRABALHOS FUTUROS.....	107
Anexo A - Princípio da superposição de Boltzmann.	108
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	111

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 3.1 – Reações da deformação ao degrau de carregamento constante.	18
FIGURA 3.2 – Curva clássica de fluência para metais puros.	20
FIGURA 3.3 – Curva típica deformação-tempo de um ensaio de fluência/recuperação sob tensão constante para materiais plásticos.	20
FIGURA 3.4 – Energias armazenadas e dissipadas, obtidas analiticamente a partir da curva mestra de um ensaio de fluência de compósito grafite/epóxi a 90°. A energia total é igual a soma das duas outras.	26
FIGURA 3.5 – Comparação entre a teoria R-W e dados experimentais de ruptura por fluência em compósitos de carbono/epóxi a 90° em função da tensão aplicada.	27
FIGURA 3.6 – Curva típica de um ensaio de fluência e recuperação para compósitos poliméricos.	29
FIGURA 3.7 – Relação entre a tensão aplicada com as constantes C e n do regime linear e os termos $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ do regime não linear.	31
FIGURA 3.8 – Possibilidades de enrolamento da fibra: a) enrolamento circunferencial; b) enrolamento helicoidal; e c) enrolamento polar.	33
FIGURA 4.1 – Curvas de flexibilidade à fluência em função do aumento da tensão aplicada.	42
FIGURA 5.1 – Placa de material compósito e suas dimensões finais.	47
FIGURA 5.2 – Deposição da fibra sobre o mandril. a) Passo de deposição da fibra de 1,2 mm. b) Direção longitudinal do mandril.	48
FIGURA 5.3 – Esquema de corte da placa de compósito para retirada dos corpos de prova com orientação da fibra a 0°.	48
FIGURA 5.4 – Esquema de corte da placa de compósito para retirada dos corpos de prova com orientação da fibra a 90°.	49
FIGURA 5.5 – Esquema de corte da placa de compósito para retirada dos corpos de prova com orientação da fibra a 60°.	49
FIGURA 5.6 – Geometria do corpo-de-prova.	51

FIGURA 5.7 – Esquema de corte da placa de compósito para obtenção de corpos-de-prova a 90° e 0°.	52
FIGURA 5.8 – Esquema de corte da placa de compósito para obtenção de corpos-de-prova de 60° e 0°.	52
FIGURA 5.9 – Envelope de ruptura por fluência.	55
FIGURA 5.10 – Ilustração do equipamento para ensaio de fluência. a) Vista lateral; b) Vista isométrica.	58
FIGURA 5.11 – Braço oscilante do equipamento de ensaio de fluência.	60
FIGURA 5.12 – Estrutura de sustentação do braço oscilante mostrando distância entre os pontos de apoio da articulação central (A) e da fixação do dispositivo de garra para o corpo-de-prova (B).	60
FIGURA 5.13 – Forma geométrica e dimensões do extensômetro: (a) comprimento ativo da grelha 6,35 mm; (b) largura da grelha 3,18 mm; (c) comprimento total 9,47 mm; e (d) largura total 3,18 mm.	63
FIGURA 6.1 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 0° com espessura de 1 mm, na temperatura de 25 °C.	67
FIGURA 6.2 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 0° com espessura de 1 mm, na temperatura de 70 °C.	67
FIGURA 6.3 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 90° com espessura de 2 mm, na temperatura de 25 °C.	68
FIGURA 6.4 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 90° com espessura de 2 mm, na temperatura de 70 °C.	68
FIGURA 6.5 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 60° com espessura de 2 mm, na temperatura de 25 °C.	69
FIGURA 6.6 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 60° com espessura de 2 mm, na temperatura de 70 °C.	69
FIGURA 6.7 – Ensaios de ruptura por fluência para corpos-de-prova a 90° na temperatura de 70 °C: a) Envelope de ruptura por fluência; b) Tempo para ruptura em função da tensão aplicada.	72
FIGURA 6.8 – Ensaios de ruptura por fluência para corpos-de-prova a 60° na temperatura de 70 °C: a) Envelope de ruptura por fluência; b) Tempo para a ruptura em função da tensão aplicada.	73
FIGURA 6.9 – Ensaios de fluência e ruptura para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.	76

FIGURA 6.10 – Deformação no tempo para corpos-de-prova <i>dummy</i> a 90° e temperatura de 70 °C sem a aplicação de carregamento.	77
FIGURA 6.11 – Ensaios de fluência e ruptura com curvas modificadas pelos valores das deformações médias dos <i>dummy</i> para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.	77
FIGURA 6.12 – Ensaios de fluência e ruptura para corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.	78
FIGURA 6.13 – Deformação no tempo para corpos-de-prova <i>dummy</i> a 60° e temperatura de 70 °C sem a aplicação de carregamento.	79
FIGURA 6.14 – Ensaios de fluência e ruptura com curvas modificadas com valores das deformações médias dos corpos-de-prova <i>dummy</i> para os compósitos a 60° e temperatura de 70 °C.	79
FIGURA 6.15 – Ensaios de fluência e ruptura para corpos-de-prova à 90° e temperatura de 25 °C.	80
FIGURA 6.16 – Ensaios de fluência e ruptura para corpos-de-prova a 60° na temperatura de 25 °C.	81
FIGURA 6.17 – Valores das deformações no carregamento ε_{0c} e descarregamento ε_{0r} do corpo-de-prova a 90°, temperatura de 70 °C e carregado a 35% da σ_{rupt}	82
FIGURA 6.18 – Ensaio de fluência de corpo-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C carregado a 50% da σ_{rupt} , modificado e não modificado pelos valores dos <i>dummy</i>	85
FIGURA 6.19 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.	87
FIGURA 6.20 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência modificadas com valores do <i>dummy</i> para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.	88
FIGURA 6.21 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.	89
FIGURA 6.22 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência modificadas com valores das deformações do corpo-de-prova <i>dummy</i> para compósitos a 60° e temperatura de 70 °C.	89

FIGURA 6.23 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25 °C.....	90
FIGURA 6.24 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.....	91
FIGURA 6.25 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.....	93
FIGURA 6.26 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25 °C.....	94
FIGURA 6.27 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.....	94
FIGURA 6.28 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.....	95
FIGURA 6.29 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.....	97
FIGURA 6.30 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25 °C.....	98
FIGURA 6.31 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.....	98
FIGURA 6.32 – Curvas de flexibilidade à fluência com comportamento linear (25, 30 e 40% da σ_{rupt}) e não linear (50% da σ_{rupt} mostrada para comparação) e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.....	99
FIGURA 6.33 – Curvas de flexibilidade à fluência com comportamento não linear e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.....	99
FIGURA 6.34 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C, com escala linear para o tempo.....	100

FIGURA 6.35 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25°C	102
FIGURA 6.36 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70°C	102
FIGURA 6.37 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25°C	103
FIGURA 6.38 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70°C	103
FIGURA A.1 – Representação gráfica do comportamento viscoelástico linear. Somatória de deformações na faixa linear resultante de tensões consecutivamente aplicadas.....	108

LISTA DE TABELAS

TABELA 5.1 – Dimensões utilizadas nos corpos-de-prova unidirecionais.	51
TABELA 5.2 – Redução da frequência de amostragem para os sinais de aquisição de dados.	62
TABELA 6.1 – Resultados dos ensaios de caracterização das placas de material compósito.	64
TABELA 6.2 – Valores médios das tensões e deformações na ruptura obtidos por ensaios estáticos de tração de corpos-de-prova nas direções de 0°, 90° e 60°, nas temperaturas de 25 e 70 °C.	66
TABELA 6.3 – Valores dos tempos e deformações na ruptura para corpos-de-prova orientados a 90° na temperatura de 70 °C.	71
TABELA 6.4 – Valores dos tempos e deformações na ruptura para os ensaios com corpos-de-prova a 60° na temperatura de 70 °C.	71
TABELA 6.5 – Valores dos tempos e deformações na ruptura para os ensaios com corpos-de-prova a 90° e 60° na temperatura de 25 °C.	75
TABELA 6.6 – Comparação entre os valores das deformações instantâneas nos carregamentos e descarregamentos.	83

1. INTRODUÇÃO

O projeto e a escolha dos materiais empregados em máquinas e estruturas de alto desempenho devem levar em consideração não somente os complexos estados de tensão e deformação, mas também a influência do meio no comportamento mecânico dos materiais, de modo que o empreendimento tenha pleno êxito técnico e comercial.

O cálculo do comportamento mecânico de componentes estruturais sob influência do meio requer que as diferentes variáveis envolvidas sejam relacionadas por equações fundamentais, podendo ser relacionadas como equações de equilíbrio, cinemáticas, de compatibilidade, constitutivas e suas correlações com as condições de contorno¹.

Particularmente, as equações constitutivas estabelecem a conexão entre um estímulo do meio sobre o material com a evolução da resposta ocorrida, ou seja, na maioria dos casos, este estímulo são forças externas, ou as tensões causadas por elas, com a resposta representada pelo histórico das deformações e temperaturas². Como exemplo, se o material está sob tensão e apresenta comportamento linear e independente do tempo, então a Lei de Hooke descreve as relações constitutivas, o que não deve ocorrer se o material apresenta um comportamento não linear e viscoelástico, também chamado de dependente do tempo.

Atualmente, muitos materiais de importância em engenharia, como exemplo, borrachas, polímeros termoplásticos e termofixos, reforçados ou não, e concreto, exibem significativo comportamento viscoelástico não linear quando submetidos a carregamento mecânico e a diferentes ambientes físicos, como umidade e temperatura³.

Os materiais poliméricos e os compósitos poliméricos podem apresentar uma variedade de comportamentos em razão das condições de trabalho, tais como carga, temperatura, umidade e tempo. Para a utilização destes materiais considerados como dependentes do tempo, além do conhecimento das propriedades mecânicas, térmicas e higroscópicas

instantâneas é necessária uma predição confiável da evolução destas propriedades com o tempo, incluindo as propriedades de resistência e desenvolvimento de dano.

A predição das propriedades do material após um determinado tempo de vida pode ser considerada como uma análise da durabilidade, com base no histórico estimado de carregamento mecânico e interagindo com diferentes condições ambientais. Esta análise representa a base necessária para uma estimativa da confiabilidade do componente⁴.

As informações de resistência e deformação durante o tempo em serviço ou em longo período são muitas vezes obtidas de dados de ensaios de curta duração, realizados sob condições de teste aceleradas, a qual envolve altos níveis de temperatura, tensão ou umidade e que são extrapolados para as condições de serviço mediante o uso de modelos de predição.

A exatidão desta predição depende da precisão do modelo, tanto quanto da sua validade na faixa de extrapolação de temperatura, tensão e tempo. Alguns destes modelos utilizados para polímeros e compósitos poliméricos são: analogia mecânica, integrais hereditárias, modelo de Findley, modelo de Schapery, teoria de ativação térmica, princípio da superposição tensão-temperatura-tempo (TTSSP) e lei da potência⁵.

Estes modelos apresentam uma ou mais características como a complexidade matemática; caracterização do comportamento com precisão apenas para materiais viscoelásticos lineares ou condições de contorno limitadas e, ainda, pode-se considerar as poucas caracterizações experimentais realísticas do comportamento à fluência encontradas na literatura, sobretudo para polímeros e compósitos poliméricos.

Considerando a grande variedade de fatores que influenciam as propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos, como por exemplo, os tipos de materiais constituintes, os processos de fabricação, as variáveis dos processos de cura e os arranjos geométricos, obtêm-se materiais com características próprias. Assim, é necessário o completo conhecimento de suas propriedades por meio da caracterização experimental para a utilização na fabricação de componentes estruturais³.

2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi a caracterização viscoelástica por meio de ensaios de fluência e ruptura por fluência sob carregamento constante em tração de um compósito de matriz de resina epoxídica com reforço unidirecional de fibra de carbono a 90° e 60° em relação à direção longitudinal do carregamento em temperaturas constantes de 25 e 70 °C e realizar a comparação de modelo de predição do comportamento à fluência encontrado na literatura com os dados práticos.

3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

3.1. Comportamento elástico

A maioria dos materiais comporta-se elasticamente sob baixos níveis de tensão. Uma deformação elástica imediata é obtida após a aplicação do carregamento, permanecendo constante enquanto o nível de tensão for mantido e desaparecendo imediatamente após a remoção da carga, conforme mostrado na FIG. 3.1. A principal característica da deformação elástica é a reversibilidade. A maioria dos materiais elásticos apresenta um comportamento elástico linear.

3.2. Comportamento plástico

O comportamento plástico ocorre em altos níveis de tensões, nos quais o comportamento deixa de ser elástico. Em seguida à completa aplicação da carga a deformação pode continuar a aumentar por um curto período de tempo, permanecendo constante enquanto o carregamento for fixo, mostrado na FIG. 3.1. Há deformação permanente após a remoção da carga, a qual é chamada inelástica.

3.3. Comportamento viscoelástico

Materiais viscoelásticos apresentam uma relação entre tensão e deformação que é dependente do tempo e da frequência. Lakes⁶ considera que todos os materiais exibem uma resposta viscoelástica, tanto que a elasticidade, ou o comportamento tipo mola, não existe em materiais reais. Contudo é apenas uma descrição aproximada do material para o qual o efeito viscoelástico é pequeno o bastante para ser desprezado.

Para os materiais que apresentam uma resposta viscoelástica em fluência a níveis apreciáveis, em uma determinada temperatura, seu comportamento é descrito com uma ação elástica em virtude do carregamento, seguido por um lento e contínuo aumento da deformação a uma taxa de variação da deformação decrescente com o tempo, ou seja, uma desaceleração do aumento da deformação. Quando a tensão é removida ocorre uma rápida

recuperação elástica seguida por uma recuperação da deformação dependente do tempo a uma taxa de variação continuamente decrescente, mostrado na FIG. 3.1. Materiais que apresentam este fenômeno são significativamente influenciados pelo nível de tensão e quanto maior o tempo passado em tensão constante, maior será a deformação correspondente. Deste modo, o tempo representa um fator muito importante no comportamento destes materiais.

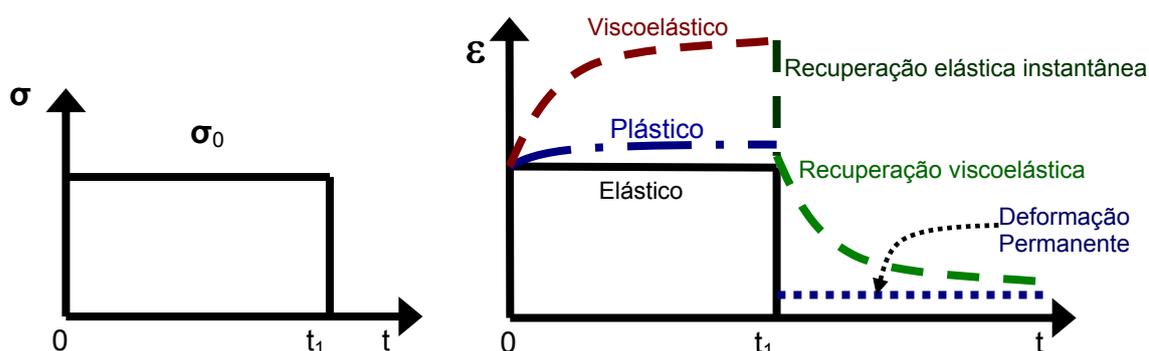


FIGURA 3.1 – Reações da deformação ao degrau de carregamento constante.

O comportamento dependente do tempo de materiais viscoelásticos deve ser expresso por equações constitutivas que incluem o tempo como uma variável em adição à tensão e à deformação.

Mesmo sob o mais simples programa de carregamento, como exemplo, carregamento constante ao longo do tempo, a forma da curva tempo-deformação pode ser bastante complexa. Como o tempo não pode ser mantido constante, invertido ou eliminado durante um experimento, o estudo experimental do comportamento mecânico de tais materiais pode ser mais complexa que o estudo de materiais independentes do tempo¹.

O comportamento viscoelástico manifesta-se de várias formas, incluindo fluência sob carregamento constante, relaxação de tensão sob deformação constante, recuperação da deformação dependente do tempo após a completa remoção da carga, ruptura por fluência dependente do tempo e dependência da frequência na resistência à fadiga.

Se após a remoção da carga uma porção mensurável da deformação não desaparece após um longo período de tempo, com esta porção residual sendo afetada pelo tempo de carregamento, então esta deformação é chamada

viscoplástica. Sólidos viscoelásticos podem ou não exibir viscoplasticidade³.

3.3.1. Funções do material dependente do tempo

Geralmente, as constantes de um material sólido considerando a teoria da elasticidade tornam-se “funções do material” em viscoelasticidade em função do tempo, conforme representação da EQ. (3.1):

$$\sigma(t) = E(t)\varepsilon_0 \quad (3.1)$$

sendo a tensão de tração $\sigma(t)$ a resposta dependente do tempo, a excitação do sistema ε_0 uma deformação com valor constante e o módulo de relaxação $E(t)$ uma propriedade do material¹.

O inverso da relação acima pode ser colocado como:

$$\varepsilon(t) = D(t)\sigma_0 \quad (3.2)$$

sendo $\varepsilon(t)$ a deformação em tração dependente do tempo, a excitação do sistema σ_0 uma tensão uniaxial aplicada em tração e a flexibilidade à fluência, do inglês *creep compliance*, transitória em tração $D(t)$ uma propriedade do material¹.

Deve ser destacado que não ocorre uma reciprocidade entre as funções $E(t)$ e $D(t)$, uma vez que estas são dependentes do tempo, ao contrário daquela que existe entre as constantes elásticas do material, $D = 1/E$, pois $E(t)$ e $D(t)$ dependem do tempo de um modo diferente. Assim, $E(t) \cdot D(t)$ deverá ser menor ou igual a unidade, ou seja, $E(t) \cdot D(t) \leq 1$, onde a igualdade é aplicada somente nos limites $t \rightarrow 0$ ou $t \rightarrow \infty$ ⁷.

3.3.2. Fluência

É uma deformação lenta e contínua de um material ao longo do tempo sob carregamento ou tensão. Pode ser descrita em termos de três diferentes estágios, em função da taxa de variação da deformação com o tempo:

- Primeiro estágio: ocorre fluência a uma taxa de variação da deformação decrescente;
- Segundo estágio: ocorre fluência a uma taxa aproximadamente constante; e

- Terceiro estágio: ocorre fluência a uma taxa crescente e termina em fratura.

Na FIG. 3.2 é mostrado um exemplo de curva de fluência para metais puros com a ocorrência destes três estágios, denominados respectivamente primário, secundário e terciário.

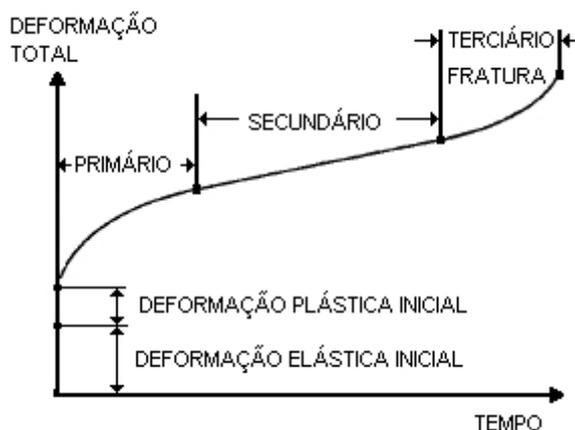


FIGURA 3.2 – Curva clássica de fluência para metais puros.

Materiais plásticos usualmente não exibem um pronunciado estágio secundário, iniciando a fluência a uma taxa muito rápida, imediatamente após o carregamento, e progredindo a uma taxa continuamente decrescente, conforme ilustrado na FIG. 3.3, no tempo entre 0 e t_a .

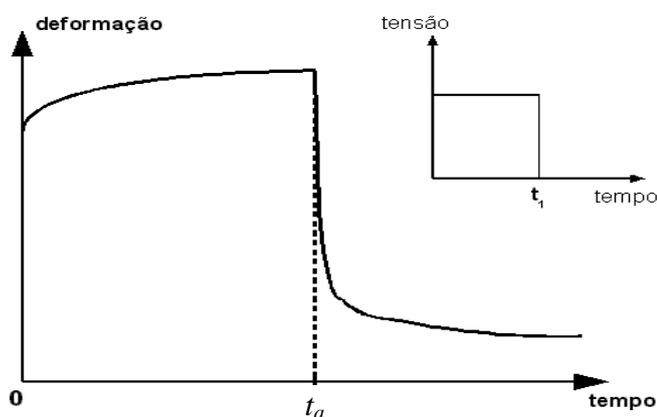


FIGURA 3.3 – Curva típica deformação-tempo de um ensaio de fluência/recuperação sob tensão constante para materiais plásticos.

3.3.3. Recuperação

Se a carga é removida, ocorrerá uma reversão da deformação elástica seguida pela recuperação de uma porção da deformação por fluência a uma taxa continuamente decrescente, conforme mostrado na FIG. 3.3, após o tempo t_a .

3.3.4. Linearidade

Um material apresentará comportamento no regime linear quando $D(t)$ for independente da tensão e $E(t)$ for independente da deformação, de outro modo ocorrerá o regime não linear. A linearidade do material pode ser verificada pela realização de uma série de ensaios de fluência a diferentes níveis de tensão e com os resultados apresentados em gráficos de tensão pela deformação em tempos iguais, sendo chamados de gráficos isócronos. O material será linearmente viscoelástico quando a linha que une os tempos iguais permanecer uma reta⁶.

Outro conceito de linearidade é considerado se a tensão for proporcional à deformação a um dado tempo e ocorrer o princípio da superposição linear, chamado de princípio da superposição de Boltzmann. Embora este princípio seja considerado um dos mais simples, é uma poderosa ferramenta para o estudo da física de polímeros⁸, pois determina a flexibilidade à fluência em tração por meio da relação entre a tensão e a deformação em um ensaio de fluência, conforme EQ. (3.2). Considera no cálculo todo o histórico das tensões aplicadas, as quais agem independentemente sobre o material, com as deformações resultantes somadas em seus respectivos tempos. No Anexo A foi apresentado a formulação deste princípio.

O princípio da superposição de Boltzmann é admitido como válido somente para baixos níveis de tensão e deformação⁹ e a maioria dos materiais apresenta comportamento próximo do linear sob condições restritas das variáveis tensão, deformação, tempo e temperatura, e não linear sob uma grande faixa de algumas destas variáveis. Para Findley et al.¹, se as deformações tornam-se maiores que um ou dois por cento (ou mesmo menos), a maioria dos materiais viscoelásticos pode exibir comportamento não linear, enquanto que Tschoegl⁷ estabelece que para polímeros de engenharia a teoria linear é aplicada frequentemente para deformações menores que 0,5%.

É comum se considerar o comportamento como viscoelástico linear para alguns materiais, tais como polímeros, quando analisado seu desempenho tanto para curtos como para longos períodos. No entanto, a suposição de linearidade é freqüentemente usada mesmo quando o comportamento não linear é significativo. Isto se deve provavelmente ao fato de que estes comportamentos ainda não serem bem entendidos e mesmo métodos teóricos e experimentais úteis estão indisponíveis para análise e caracterização viscoelástica não linear.

O rápido crescimento computacional e a disponibilidade de avançados programas de elementos finitos, que permitem o uso de modelos padronizados, parecem ter removido o aspecto computacional como um obstáculo ao progresso em considerar viscoelasticidade não linear em muitas aplicações. No entanto, as grandes necessidades atuais estão nas caracterizações teóricas realísticas e experimentais do comportamento mecânico dos materiais³.

3.4. Comportamento dependente do tempo de compósitos poliméricos

3.4.1. Viscoelasticidade em compósitos poliméricos

Compósitos poliméricos de alto desempenho exibem uma degradação dependente do tempo em módulo (relaxação), flexibilidade (fluência) e resistência (ruptura por fluência)¹⁰, sendo suas propriedades altamente dependentes das propriedades da matriz polimérica¹¹, como conseqüência da viscoelasticidade da mesma, do tipo da fibra e das condições ambientais, tais como temperatura e umidade.

A matriz, abaixo da temperatura de transição vítrea (T_g), apresenta as cadeias do polímero fortemente imobilizadas. Assim, as propriedades viscoelásticas no estado vítreo devem refletir movimentos moleculares localmente limitados. Alguns possíveis tipos destes movimentos são rotações ao redor das uniões da cadeia principal; rearranjos de configuração das cadeias laterais e rotação de grupos terminais de cadeias laterais⁸.

Considerando uma lâmina reforçada unidirecionalmente como o elemento básico de um material compósito, para a completa caracterização viscoelástica desta lâmina é necessário não só a obtenção dos resultados de ensaios dependentes do tempo em tração na direção transversal à fibra (90°), ou eventualmente compressão na mesma direção, como também a realização

destes ensaios em direções fora do alinhamento da fibra (*off-axis*). Tendo em vista que o comportamento na direção da fibra (0°) pode ser assumido como puramente elástico ou elastoplástico, tem-se que o comportamento de uma lâmina unidirecional poderá variar do elástico para o viscoelástico, conforme a orientação da fibra⁴.

Embora os princípios viscoelásticos lineares sejam úteis para a descrição das propriedades de longo prazo, eles são inadequados nos casos em que as tensões aplicadas atingem valores em que o comportamento não linear possa ser observado. Nestes casos, a resposta não linear deve ser considerada em projetos de estruturas em compósitos. Várias teorias têm sido desenvolvidas para a determinação da resposta viscoelástica não linear, mas a maioria delas leva a representações por integrais múltiplas complexas e relações tempo-deformação, as quais, embora satisfaçam as regras gerais da viscoelasticidade e os mecanismos dependentes do tempo, são difíceis de serem aplicadas.

Esforços para modelar o comportamento não linear de polímeros têm sido concentrados na formulação da superposição de Boltzmann, a qual apresenta excelente concordância com a região viscoelástica linear, e em tentativas de modificá-la para incluir o caso não linear. A primeira aproximação foi proposta por Leaderman¹², levando ao princípio da superposição modificado (MSP) a qual também foi usada por Findley¹.

Outra formulação foi desenvolvida por Schapery¹³, baseado nos princípios da termodinâmica. De acordo com este modelo, separadas funções dependentes da tensão expressam as várias não linearidades observadas na resposta viscoelástica de um sistema. Este modelo é mais geral, incluindo a aproximação de Leaderman, como um caso especial da resposta viscoelástica não linear, e também o princípio da superposição de Boltzmann, que descreve perfeitamente o comportamento viscoelástico linear^{14,15}.

3.4.2. Viscoplasticidade em compósitos poliméricos

A deformação por fluência, que aparece a altos níveis de tensão, não é completamente recuperada com o tempo após a remoção do carregamento de fluência.

Como para casos de deformações e tensões relativamente pequenas, o comportamento dependente do tempo dos compósitos poliméricos é

caracterizado por respostas viscoelásticas lineares e não lineares. No entanto, a aplicação de valores relativamente altos de tensões ou deformações pode resultar no escoamento e deformação inelástica dependente do tempo, chamada de viscoplasticidade. Em consequência, o comportamento dependente do tempo dos compósitos poliméricos tende a se desviar das previsões usando modelos viscoelásticos.

A predição usando modelos viscoplásticos apresenta boa concordância com os resultados experimentais para a resposta à fluência dependente do tempo de laminados poliméricos reforçados com fibra de carbono. Entretanto, dados sistemáticos para o comportamento à fluência de compósitos de matriz polimérica com configurações básicas de camadas sobre uma larga faixa de níveis de tensão são muito limitados. Além disso, na aplicação de modelos viscoplásticos, poucos estudos têm sido reportados para o comportamento à fluência de laminados de compósitos de matriz polimérica com reforços unidirecionais e multidirecionais a altos níveis de tensão e altas temperaturas. Ocorre ainda a necessidade de se ampliar os estudos para a verificação da aplicabilidade prática destes modelos de viscoplasticidade, propostos para descrever o comportamento inelástico dependente do tempo de compósitos de matriz polimérica¹⁶.

3.4.3. Ruptura de compósitos poliméricos

A aplicação de carregamentos constantes ou cíclicos durante longos períodos de tempo, mesmo em tensão abaixo daquela que causaria ruptura estática instantânea, pode causar a ruptura do material, ocasionando assim uma ruptura dependente do tempo de carregamento.

Geralmente a ruptura por fluência de um polímero é o resultado da interação de um ou mais eventos, tais como deformação viscoelástica, ruptura de ligações primárias ou secundárias, escoamento por cisalhamento e *crazing* (que envolve deslizamento entre cadeias - *chain slippage*, formação e crescimento de vazios e colapso das fibras), com defeitos intrínsecos e externos, culminando em iniciação e crescimento de trincas com a ruptura final. Em compósitos unidirecionais, ainda, a interface fibra/polímero e a resistência da interface também influenciam na resistência à ruptura. Dependendo do polímero, da sua estrutura e das suas interações com as condições de trabalho, tais como temperatura, tensão e tempo, ocorrerá um predomínio de alguns destes eventos.

A identificação de tais eventos predominantes é crucial para, primeiro, o desenvolvimento e aplicação de critérios de fratura para prever a ruptura por fluência e, segundo, a extrapolação confiável dos dados de ruptura por fluência das condições de ensaio para as condições de serviço¹⁰.

O comportamento seguro de um componente estrutural deve ser relacionado à fratura de alguma parte essencial deste conjunto, sendo analisado com base em algum limite específico ou por critérios de resistência. Para os materiais dependentes do tempo estes critérios estão relacionados às condições do ambiente e do tempo, incluindo e influenciando a análise da iniciação e crescimento de danos. A predição do tempo de vida pode ser dada pela simulação do desenvolvimento do dano, quando este atinge um valor crítico.

Quando alguma característica de um material, tensão ou deformação, atingir um valor inaceitável pode-se considerar como ocorrência de falha e diferenciada como falha local ou total. A falha total é o estado onde o componente estrutural é incapaz de realizar sua função. A falha local é a situação onde em uma determinada região não ocorre transferência de tensão em razão do desenvolvimento de dano, não implicando em falha total, com a transferência da tensão para uma região adjacente não danificada.

A falha deve ser considerada como parte de uma completa caracterização constitutiva para um compósito polimérico, sendo ela o estado final de um processo viscoelástico-viscoplástico e, ainda, tratada como um assunto separado da determinação das características de rigidez, módulo e resistência do material⁴. No presente estudo foi considerado somente a falha total do compósito, determinando o estado final do processo viscoelástico-viscoplástico, e descrito como ruptura, fratura ou apenas falha.

Um estudo de predição do tempo de vida foi realizado por Brinson¹⁷ comparando resultados de ensaios de ruptura com a teoria Reiner-Weissenberg. Esta teoria admite que quando um material viscoelástico é mantido sob carregamento, por exemplo, a uma tensão constante ocasionando fluência, ele armazena e dissipa energia. A energia total de deformação irá se modificar com o tempo e será a soma da energia armazenada ou livre, porção recuperável, com a energia dissipada, porção irre recuperável, mostrado na FIG. 3.4. Sugere, ainda, que a energia armazenada (livre) é a responsável pela falha. Assim a falha nunca ocorreria se a energia é dissipada mais rápido que armazenada, caso contrário a

falha ocorrerá, com a energia armazenada atingindo um estado crítico.

Para um ensaio de fluência, inicialmente as energias total e a armazenada apresentam o mesmo valor e, portanto, se a tensão aplicada for suficiente para alcançar o valor crítico da energia armazenada, ocorrerá a falha logo após o carregamento. Para menores valores de tensão, a dissipação de energia previne a falha até que um valor crítico de energia armazenada seja alcançado, FIG. 3.4.

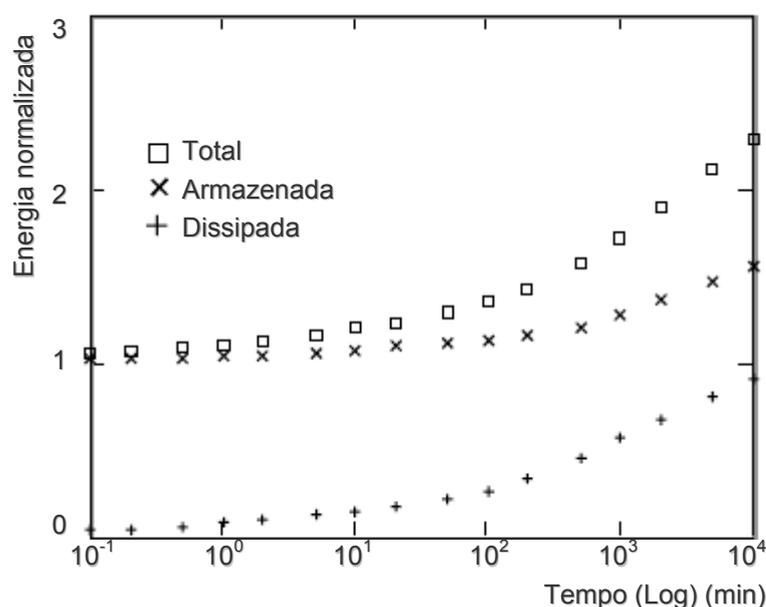


FIGURA 3.4 – Energias armazenadas e dissipadas, obtidas analiticamente a partir da curva mestra de um ensaio de fluência de compósito grafite/epóxi a 90°. A energia total é igual a soma das duas outras.¹⁷

Pela teoria R-W, como é chamada a teoria Reiner-Weissenberg, o valor crítico da energia armazenada para a ocorrência de falha, em diferentes níveis de tensão, será uma constante. Resultados de ensaios de ruptura por fluência em compósito grafite/epóxi a 90° e a predição teórica utilizando a teoria R-W são apresentados na FIG. 3.5, com o eixo das abscissas na escala logarítmica.

Uma extensão da predição do tempo para a ruptura por esta teoria durante duas décadas de tempo, além dos dados experimentais, conforme FIG. 3.5, mostra que a tensão de ruptura alcança um platô após o período citado, sendo bastante razoável dizer que ela torna-se uma constante nesta região.

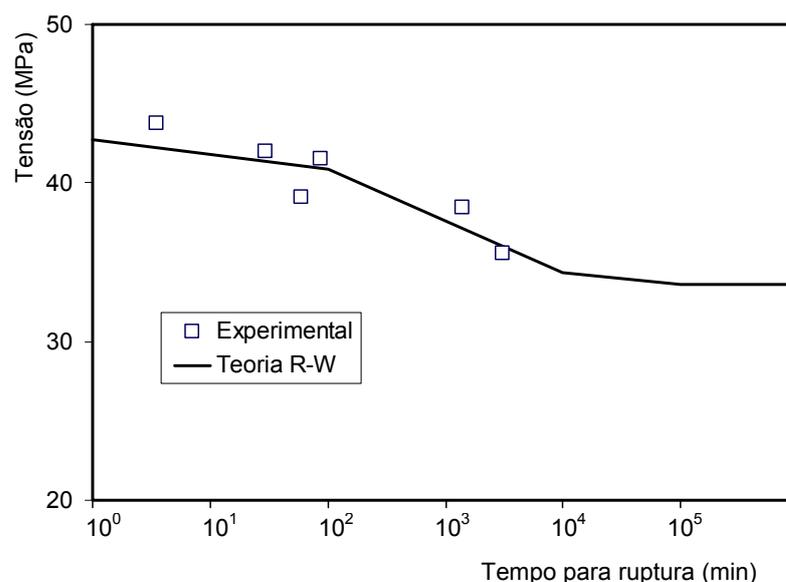


FIGURA 3.5 – Comparação entre a teoria R-W e dados experimentais de ruptura por fluência em compósitos de carbono/epóxi a 90° em função da tensão aplicada.¹⁷

3.4.4. Modelo de comportamento em fluência

A equação constitutiva de integral simples desenvolvida por Schapery¹³ a partir da teoria termodinâmica é um dos modelos mais largamente aplicados em estudos do comportamento em fluência em compósitos poliméricos, a qual é capaz de descrever com precisão o comportamento não linear dependente do tempo em muitos tipos de polímeros e compósitos poliméricos.

A equação de Schapery utiliza propriedades viscoelásticas lineares (módulo ou flexibilidade) e não lineares (quatro funções dependentes da deformação ou tensão). Para a aplicação com carregamento uniaxial esta equação apresenta uma forma muito similar a integral da superposição de Boltzmann, utilizada na teoria viscoelástica linear, resultando em um método de aplicação simples para a caracterização de materiais¹⁸.

A equação constitutiva de integral simples desenvolvida por Schapery para a descrição do comportamento não linear sob carregamento uniaxial constante e uma condição isotérmica é mostrada na EQ. (3.3):

$$\varepsilon(t) = g_0 D_0 \sigma_0 + g_1 \int_0^t \Delta D(\psi - \psi') \frac{d(g_2 \sigma)}{d\tau} d\tau \quad (3.3)$$

sendo $\Delta D(\psi)$ a componente transitória da flexibilidade dependente do tempo,

enquanto que ψ e ψ' são definidos como tempos reduzidos na forma:

$$\psi = \int_0^t \frac{dt'}{a_\sigma} \quad \text{e} \quad \psi' = \psi(\tau) = \int_0^\tau \frac{dt'}{a_\sigma}$$

e g_0 , g_1 , g_2 e a_σ funções não lineares do material e dependentes da tensão.

Cada uma destas funções está relacionada a um efeito não linear na flexibilidade do material. O fator g_0 define efeitos de temperatura e tensão na flexibilidade elástica instantânea e é mensurada pela variação da rigidez, enquanto que o fator da flexibilidade transitória g_1 influencia de modo similar no componente da flexibilidade à fluência e o fator g_2 considera a influência da taxa de carregamento na fluência e depende da tensão e temperatura. Por fim, a_σ é o fator de mudança da escala de tempo e é normalmente dependente da temperatura e tensão, modificando a resposta viscoelástica em função destes.

Para a caracterização do comportamento viscoelástico linear considera-se estas funções com valores iguais a 1, o que reduz a equação de Schapery ao princípio da superposição de Boltzmann, mostrado na EQ. (A.9) do Anexo A.

Para uma completa caracterização do comportamento do material, as funções D_0 , g_0 , g_1 , g_2 e a_σ podem ser obtidas de ciclos completos de ensaios de fluência e recuperação.

Retomando a curva típica de fluência e recuperação para polímeros e compósitos poliméricos, mostrada na FIG. 3.3, as deformações podem ser discriminadas como mostrado na FIG. 3.6, na qual ε_{0c} é a deformação elástica instantânea, $\varepsilon_c(t)$ a deformação dependente do tempo total em fluência, $\Delta\varepsilon_c$ a deformação dependente do tempo acumulada durante a fluência, ε_{0r} a recuperação elástica instantânea e $\varepsilon_r(t)$ a deformação dependente do tempo durante a recuperação.

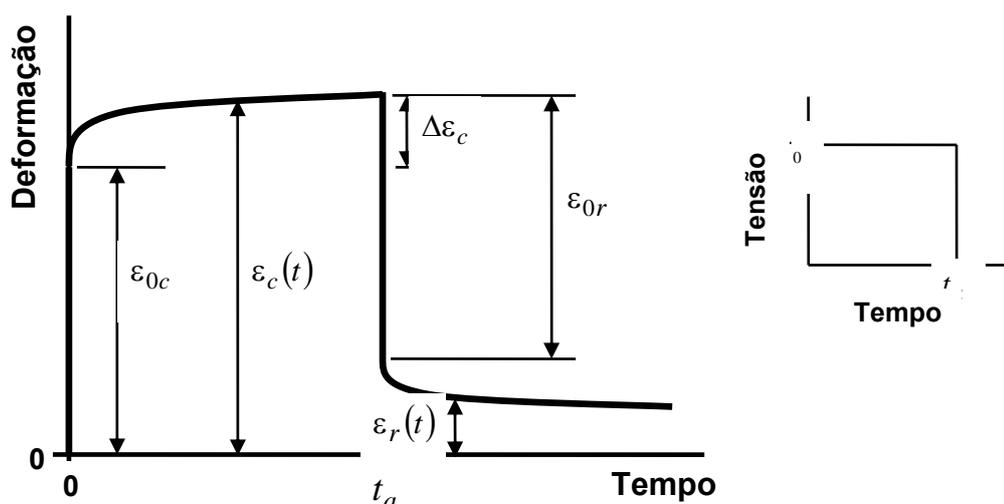


FIGURA 3.6 – Curva típica de um ensaio de fluência e recuperação para compósitos poliméricos.

Para um ensaio de fluência-recuperação onde uma tensão constante σ_0 é aplicada no tempo $t = 0$ e removida em $t = t_a$, como mostrado no detalhe da FIG. 3.6, o histórico da tensão para o período em fluência pode ser descrito como:

$$\sigma(t) = \sigma_0 H(t) \quad (3.4)$$

sendo $H(t)$ uma função degrau unitário (*Heaviside step function*) definida como

$$H(t) = \begin{cases} 0, & t < 0 \\ 1 & t \geq 0 \end{cases}$$

Substituindo o histórico da tensão, como descrito pela EQ. (3.4), na equação desenvolvida por Schapery, EQ. (3.3), pode-se obter a resposta da deformação em fluência e recuperação^{19,20}.

Assumindo-se que a função da flexibilidade à fluência ($\Delta D(\psi - \psi')$) na EQ. (3.3) é linear¹⁸ para muitos plásticos e metais e segue uma equação da potência, assim como, assumindo ser verdadeiro para compósitos, ou seja:

$$\Delta D(\psi - \psi') = C(\psi - \psi')^n \quad (3.5)$$

e considerando que C e n na EQ. (3.5) e o termo D_0 na EQ. (3.3) são constantes e independentes da tensão e do tempo¹⁸. Deste modo, da EQ. (3.3) os componentes transitórios e instantâneos da deformação por fluência (ε_c) são descritos em função da tensão aplicada σ_0 :

$$\varepsilon_c = \left[g_0 D_0 + C \frac{g_1 g_2}{a_\sigma^n} t^n \right] \sigma_0, \quad \text{para } 0 < t < t_a \quad (3.6)$$

Para baixos níveis de tensão os materiais compósitos podem exibir uma resposta linear, situação em que as funções g_0 , g_1 , g_2 e a_σ são assumidas iguais a unidade, assim tem-se que a EQ. (3.6) pode ser reduzida para:

$$\varepsilon_c = \left[D_0 + C t^n \right] \sigma_0 \quad (3.7)$$

Grégory et. al.²¹ utilizou a EQ. (3.6), reescrevendo-a para o regime não linear da seguinte forma:

$$\varepsilon_c = \left[D'_0 + C' t^n \right] \sigma_0 \quad (3.8)$$

sendo:

$$D'_0 = g_0 D_0 \quad \text{e} \quad C' = \frac{g_1 g_2}{a_\sigma^n} C$$

Estes autores utilizaram as equações EQ. (3.7) e (3.8) para descrever o comportamento de um material compósito no regime linear e não linear, respectivamente. Para a obtenção dos termos destas equações foram realizados ensaios de fluência a vários níveis de tensão, ajustando curvas teóricas baseadas nestas equações às curvas experimentais.

Efetuada a comparação destes resultados com os dados experimentais, os autores concluíram que para o regime linear tanto o termo C quanto n apresentaram valores muito próximos, viabilizando sua utilização como constantes, assim como especifica o modelo de Schapery. Para o regime não linear, entretanto, encontraram os termos C' e n como dependentes da tensão, com o primeiro crescendo exponencialmente e o segundo decrescendo linearmente com o aumento da tensão aplicada. Deste modo, propuseram reescrever a EQ. (3.8) na forma:

$$\varepsilon_c = \left[D'_0 + C(\sigma_0) t^{n(\sigma_0)} \right] \sigma_0 \quad (3.9)$$

Com os valores das constantes e dos termos, Grégory et al. construíram curvas para apresentar a variação destes em função da tensão aplicada, mostrado exemplo na FIG. 3.7, com a finalidade de realizar a predição do comportamento à fluência.

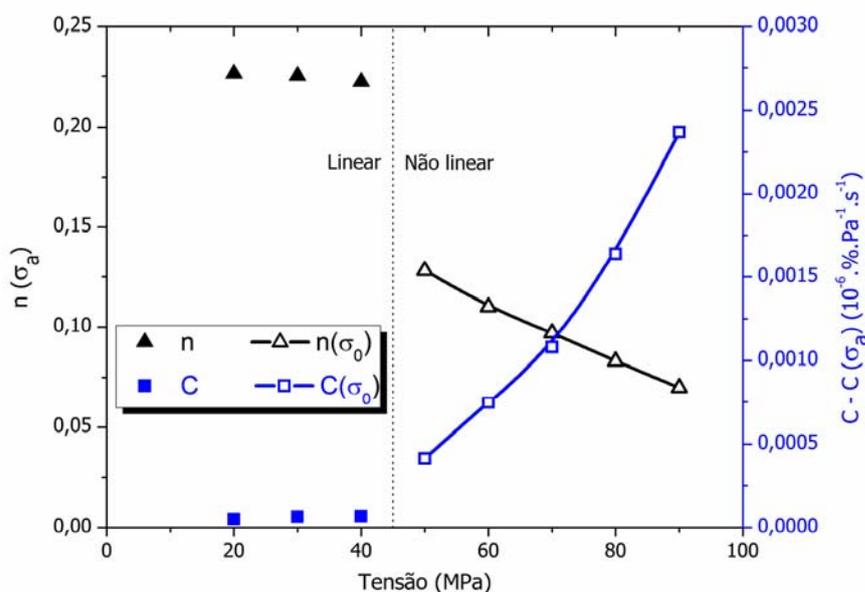


FIGURA 3.7 – Relação entre a tensão aplicada com as constantes C e n do regime linear e os termos $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ do regime não linear.²¹

3.5. Envelhecimento em polímeros

Polímeros em geral são considerados como materiais que não se encontram em um estado de equilíbrio termodinâmico em temperaturas abaixo da temperatura de transição vítrea (T_g)^{7,22}, o que pode ocasionar alterações em suas propriedades, especialmente quando mantido a temperaturas próximas à T_g .

Este processo pode produzir um envelhecimento térmico no material, o qual representa uma mudança nas propriedades causada por uma solicitação térmica, tomando-se por base um ponto de referência no tempo, sendo normalmente considerado o fim do processo de cura. Contudo, este envelhecimento não representa necessariamente uma degradação nas propriedades mecânicas do material.

Os mecanismos de envelhecimento podem ser modificados em consequência do tipo de polímero, das condições em que ocorre o envelhecimento com a variação da temperatura e presença de oxigênio, pelo processo de fabricação com os diversos ciclos de cura e de resfriamento e pela estrutura do material considerando sua geometria.

As alterações nas propriedades do material podem ser consideradas como mudanças físicas, quando ocorre um rearranjo na estrutura molecular com o tempo podendo ser reversível, ou mudanças químicas que ocasionam

alterações estruturais irreversíveis na cadeia das macromoléculas por causa de reações químicas, como exemplo, oxidações térmicas, ruptura de cadeias e um aumento da quantidade de ligações cruzadas ocorridas após a cura. Pequenas mudanças nas propriedades podem afetar a estrutura química das macromoléculas, a composição do material e, também, o estado físico com a variação da fração do volume livre e das tensões internas no material²².

3.6. Processo de fabricação de compósitos poliméricos

Compósitos são definidos como materiais formados pela combinação de dois ou mais materiais que diferem entre si na forma ou composição. Os materiais constituintes do compósito (matriz e reforço) mantêm suas características próprias não se dissolvendo mutuamente, de tal forma que suas características contribuem individualmente para o desempenho global do material.

Os principais produtos utilizados como matriz são as resinas epoxídica, poliéster e viniléster. Poliimidas e fenólicas, que exalam produtos de condensação durante a cura, são processadas com maior dificuldade. Atualmente, há também interesse na utilização de termoplásticos, notadamente pela facilidade de reciclagem. Para materiais de reforço podem ser utilizadas fibras naturais ou para compósitos estruturais, na qual são necessários altos módulos e resistências específicas, as fibras de vidro, de carbono ou aramida²³.

As resinas epoxídicas são utilizadas em revestimentos, circuitos impressos, encapsulamentos elétricos, adesivos, pisos e compósitos estruturais, podendo ser formuladas para os mais diversos processos, tais como enrolamento filamental, pultrusão, moldagem por transferência de resina, infusão a vácuo, estruturas sanduíche e *prepreg*. Com relação a outras resinas termofixas apresentam um maior custo, mas com muitas características superiores às resinas poliésteres e estervinílicas, por exemplo, a boa adesão com diversas cargas e reforços; grande variedade de resinas e agentes de cura; ausência de formação de água e com pouca liberação de produtos voláteis na reação de cura com o endurecedor propiciando uma menor contração em relação às resinas fenólicas e poliéster; e alta resistência química e bom isolamento elétrico após a cura.

Para a fabricação dos corpos-de-prova em compósito foi utilizado o processo de fabricação denominado de enrolamento filamental (*filament winding*),

que consiste de uma operação na qual um reforço contínuo é posicionado sobre um mandril rotativo seguindo uma orientação pré-determinada.

O processo foi realizado em uma máquina com o deslocamento longitudinal do cabeçote impregnador sincronizado com a rotação do mandril. Essa combinação estabelece o ângulo de enrolamento e garante o correto posicionamento do reforço, que pode ser enrolado em bandas adjacentes ou em repetidas configurações, cobrindo toda a superfície desejada do mandril. Sucessivas camadas são adicionadas após cada cobertura do mandril até se alcançar a espessura desejada para o laminado.

O ângulo de enrolamento pode variar desde baixos ângulos, próximos da direção longitudinal do mandril, até altos ângulos, quando se aproximam de 90° com relação à mesma direção, sendo neste caso chamado de enrolamento circunferencial ou *hoop*. Normalmente as estruturas fabricadas por esse processo utilizam configurações de enrolamento da fibra combinando a direção circunferencial e aquele em que a fibra faz um ângulo entre 0° e 90° com a direção longitudinal da peça, denominado de enrolamento helicoidal. Na FIG. 3.8 são representadas as três possibilidades de enrolamento da fibra.

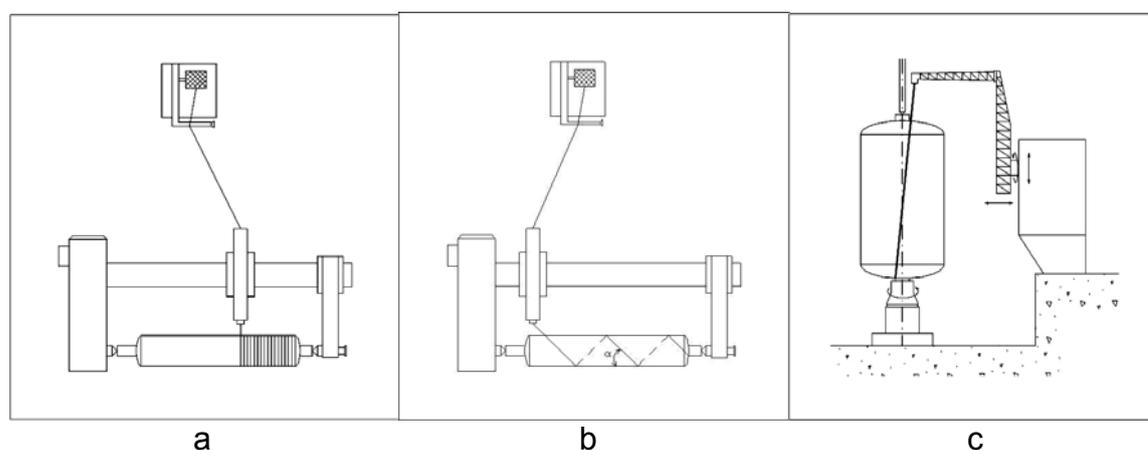


FIGURA 3.8 – Possibilidades de enrolamento da fibra: a) enrolamento circunferencial; b) enrolamento helicoidal; e c) enrolamento polar.

Uma matriz polimérica, normalmente termofixa, é utilizada como aglutinante para o reforço de fibra. No enrolamento úmido a matriz é aplicada na fibra durante o estágio de enrolamento, antes do posicionamento desta sobre o mandril, sendo tracionada e forçada a passar por um banho contendo a matriz

polimérica. A fração de massa ou volume de matriz no compósito é afetada diretamente por inúmeros parâmetros como viscosidade da resina, pressão na superfície do mandril, tensão do reforço durante o enrolamento, número de camadas e diâmetro do mandril. Um método de fabricação menos utilizado é aquele feito a “seco”, em que as fibras pré-impregnadas são enroladas dispensando o banho. No caso de matrizes termoplásticas, há a necessidade de um prévio aquecimento para fundir o material.

Finalizado o número de camadas, é realizada a cura da matriz, que segue um ciclo determinado para cada formulação e sem pressurização. Para o acabamento final, após a desmoldagem, podem ser necessárias operações de usinagem, como corte, por exemplo.

O processo de fabricação é sujeito a inúmeras variações, oferecendo um grande espectro de tipos de estruturas, características de desenho, combinações de materiais e equipamentos. As peças são normalmente fabricadas como superfícies de revolução e as geometrias finais podem ser cilindros ou tubos variando de poucos centímetros a vários metros e outros formatos específicos, como geodésicos, formando vasos de pressão e tanques de armazenamento com as extremidades fechadas.

As estruturas e peças podem ser projetadas para condições de carregamento específicas, tais como pressões internas ou externas e submetidas a carregamentos de torção, compressão ou tração. São possíveis de serem realizadas combinações de enrolamento no qual tubos termoplásticos ou vasos de pressão metálicos são reforçados, sendo dispensado o mandril e o enrolamento realizado diretamente sobre a peça a ser reforçada²³.

O método de enrolamento filamentar é considerado como um processo de fabricação de alta produtividade, tendo como vantagens a alta repetibilidade no posicionamento da fibra sobre o mandril, facilidade de orientação da fibra na direção do carregamento, obtenção de alta fração volumétrica de fibra e sendo desnecessário o uso de autoclave. Como desvantagens podem-se citar a necessidade do uso de mandril e dispositivos para sua remoção e investimentos em máquina de enrolamento²⁴.

3.7. Seleção de extensômetros

A utilização de extensômetros na leitura de deformação demanda uma série de cuidados básicos, os quais estão relacionados abaixo:

a) O extensômetro deve ser firmemente colado ao corpo-de-prova para que a deformação do filme metálico represente precisamente a deformação da estrutura.

Para que haja uma adequada fixação do extensômetro à superfície do compósito, esta deve ser apropriadamente preparada. Em casos de uma matriz termofixa, é requerido apenas um desengraxe e um aumento da rugosidade da superfície antes da colagem do extensômetro. Para compósitos, os extensômetros são quase sempre colados com epóxi ou cianoacrilato, entretanto o primeiro tem um melhor desempenho a temperaturas acima de 70 °C. Estes adesivos são compatíveis quimicamente com os constituintes da maioria dos polímeros termofixos¹¹.

Apesar de apresentar uma limitação de temperatura, que de acordo com o fabricante é de 80 °C, o cianoacrilato apresenta como vantagens a obtenção e manuseio relativamente fáceis. Assim, optou-se pelo uso deste adesivo, que demonstrou ser eficaz para as condições de realização dos ensaios.

b) Não deve reforçar localmente a estrutura, do contrário o campo de deformação na vizinhança da grelha será perturbado realizando uma leitura incorreta da deformação.

Existem evidências experimentais e analíticas de que a resistência mecânica do extensômetro pode produzir um significativo erro de medida quando instalado em materiais de baixo módulo, tais como plásticos^{25,26}. Este resultado pode também ser considerado na aplicação em alguns tipos de materiais ortotrópicos (plásticos reforçados unidirecionalmente), os quais são caracterizados por um módulo elástico baixo na direção transversal à fibra. Perry^{25,26} considera que estes erros de leitura podem ser significantes quando o módulo elástico apresenta valores abaixo de 7 GPa. Sullivan²⁷ encontrou um erro de leitura de aproximadamente 6% para materiais com um módulo de 4 GPa e com o aumento do módulo considera que este erro diminuirá.

c) O filme metálico deve ser eletricamente isolado da estrutura, sendo solucionado pelo material de sustentação da grelha metálica do extensômetro que mantém a geometria da grelha durante o manuseio e o isola eletricamente;

d) A estrutura e o extensômetro podem ser deformados por outros mecanismos além da carga aplicada. A mais comum é a mudança na temperatura. Se uma estrutura composta de um material homogêneo é livre para expandir ou contrair, então uma mudança uniforme na temperatura causará uma expansão ou contração uniforme na estrutura, ocasionando uma “deformação térmica aparente” não associada à tensão, na qual pode ser minimizada pelo controle e manutenção de uma temperatura constante.

Na seleção de um extensômetro, algumas características merecem atenção e são importantes por exercerem influência na utilização. O material do extensômetro, incluindo a liga do filme metálico e o material de sustentação, o comprimento e largura sensíveis da grelha, a forma geométrica, a resistência elétrica e o número auto-compensador de temperatura, o qual é citado na subseção 3.8, estão entre os parâmetros que devem ser considerados numa especificação.

Adicionalmente, devem ser considerados o material da estrutura a ser ensaiada e as condições de realização dos ensaios, com o controle da geometria da amostra e a proximidade de cantos vivos; as propriedades térmicas de expansão e condutividade; níveis de deformação; simplicidade de uso e custo do sistema.

A utilização de extensômetros em materiais compósitos pode apresentar surpresas e comportamento não usual se comparado com o uso em materiais isotrópicos²⁸, requerendo certos cuidados especiais para se evitar interpretações errôneas dos resultados experimentais.

a) O campo de deformação de um compósito exhibe deformações localizadas em razão das não homogeneidades do material. No entanto, os extensômetros registram uma média das deformações ocorridas, não sendo sensíveis a deformações localizadas. Para isto seria aconselhável o uso de extensômetros de pequenas dimensões, menores que 3 mm de comprimento ativo da grelha, para a minimização do efeito de leitura de deformações médias. Porém, há algumas desvantagens associadas a essas pequenas dimensões como uma maior possibilidade de erro no posicionamento, degradação da estabilidade do material, diminuição das alongações máximas e dificuldade de manuseio.

b) Os compósitos não apresentam boa condutibilidade térmica e o uso de extensômetros de pequenas dimensões apresentaria uma maior densidade de energia quando comparado a outros extensômetros de mesma resistência e maior tamanho. Esta maior densidade de energia gerada deve ser considerada para compósitos por causa da sua baixa condutividade térmica, o que poderia ocasionar no material ensaiado tensões localizadas, mudanças nas propriedades e um aumento na taxa de fluência, resultando assim em erros de medição.

Em razão destas observações, foi considerado que a área da grelha deve ser a maior possível, utilizando comprimentos maiores que 3 mm. A resistência elétrica do filme metálico também deve ser a maior possível, sendo necessária a utilização de valores acima de 350 Ω , e para o nível da voltagem de excitação deve ser utilizado o menor possível, abaixo de 3 V, contudo analisando o nível de ruído do sinal em consequência da menor sensibilidade da baixa tensão^{11,29}.

3.8. Compensação de temperatura para extensômetros.

Além das considerações relacionadas ao próprio extensômetro e ao material a ser ensaiado, as condições em que serão realizados os ensaios também influenciam na obtenção de uma leitura precisa. Quando um extensômetro é montado em um corpo-de-prova o qual estará sujeito a carregamento mecânico e a variação de temperatura, o resultado da medida obtida será uma combinação das deformações induzidas por ambos os efeitos, sendo necessário separar o resultado desejável (carregamento mecânico) daquele ocasionado pela variação da temperatura.

A auto-compensação de temperatura S-T-C (*self-temperature compensation*) é um dos recursos utilizados para a compensação da variação de temperatura durante um ensaio. Porém, não é apropriado para compósitos, sobretudo porque os coeficientes de expansão térmica destes variam com a direção, seqüência de empilhamento de camadas, histórico de carregamento térmico e mecânico, conteúdo de umidade e grau de falhas e danos, dificultando a escolha de uma adequada S-T-C. Para este tipo de material é apropriado a utilização de um corpo-de-prova *dummy* (simulado) ou uma curva de pré-calibração.

O método mais comum de compensação é o uso do *dummy*, o qual é submetido a mesma variação de temperatura do corpo-de-prova a ser ensaiado, mas permanecendo descarregado mecanicamente. Os dois extensômetros devem ser instalados em lados adjacentes do circuito da ponte de Wheatstone, obtendo-se assim uma compensação automática da temperatura. Para que haja precisão de medida devem-se considerar idênticas características dos compósitos em termos de material de fabricação e históricos mecânicos, térmicos e ambientais, além das características semelhantes dos extensômetros em termos de modelo e instalação.

Outro método é a curva de pré-calibração, em que anteriormente a realização do ensaio desejado, um corpo-de-prova *dummy* é submetido às mesmas condições de variação térmica do ensaio, mas sem o carregamento mecânico e com uma aquisição de dados própria. A curva gerada de deformação aparente deverá ser subtraída da curva do ensaio real. As mesmas considerações quanto às precauções sobre a precisão na medida para o uso do *dummy* são válidas para este método. A desvantagem deste é a necessidade de um processamento posterior dos dados e com a vantagem de possibilitar a realização de vários ensaios nas mesmas condições de variação de temperatura com apenas uma pré-calibração²⁹.

4. REVISÃO DA LITERATURA

Nordin et al.³⁰ consideram que a teoria termodinâmica desenvolvida por Schapery³¹ é a mais consistente para representar o comportamento de materiais viscoelásticos e viscoplásticos não lineares. Contudo, a determinação prática dos parâmetros não lineares utilizados nesta teoria, os quais são necessários para o desenvolvimento de uma metodologia confiável de redução de dados, apresentam problemas não resolvidos. Portanto, utilizaram a teoria de Schapery e ensaios práticos para demonstrar que os valores da deformação elástica, resultantes de um dado carregamento, variam conforme o aumento do tempo decorrido para a completa aplicação do carregamento, assim como no descarregamento. Consideram que isto ocorre em razão da deformação viscoelástica desenvolvida durante o aumento do intervalo de tempo para a aplicação do carregamento. Esta variação pode acarretar uma determinação incorreta dos parâmetros não lineares dependentes da tensão utilizados na teoria de Schapery e, por consequência, uma predição incorreta do comportamento à fluência.

Muliana et al.³² realizaram ensaios de fluência de curta duração por 30 minutos em corpos-de-prova de matrizes de resinas viniléster e poliéster, ambas reforçadas com fibra de vidro, com a variação da temperatura entre 24 e 65,5 °C (75 e 150 °F). Utilizaram um modelo de Schapery modificado para predição do comportamento, realizando uma separação dos parâmetros não lineares entre dependentes da tensão e outros dependentes da temperatura, obtendo bons resultados de predição de comportamento à fluência. A comparação entre os parâmetros lineares utilizados no modelo de predição para diferentes orientações da fibra indicou um comportamento dependente do tempo mais pronunciado para corpos-de-prova off-axis pois, além do domínio da matriz, ocorre cisalhamento. Do mesmo modo, apresentaram maiores valores de deformação na região não linear, tensões acima de 40% da tensão de ruptura, quando comparados aos *on-axis*. Para os corpos-de-prova de matriz de poliéster obtiveram um aumento de 108% na flexibilidade dependente do tempo do material

com o aumento da temperatura na faixa ensaiada, considerando a tensão de 40% da tensão de ruptura na referência a 24 °C.

Guedes³³ verificou a adequação de modelos de predição de tempo de vida em fluência para materiais viscoelásticos, utilizando para a análise modelos com critérios baseados na energia crítica e na teoria da mecânica da fratura estendida para meios viscoelástico. Para a primeira análise utilizou o critério de Reiner-Weissenberg (R-W) a qual estabelece que a falha ocorrerá quando a energia armazenada alcançar um valor limite (FIG. 3.4), sendo esta energia considerada como uma constante do material. Este critério foi comparado com dados de fratura por fluência, obtidos na literatura, em compósitos de polipropileno reforçado com fibra de vidro e de matriz de resina epoxídica reforçada com fibra de carbono, o qual apresentou um alto grau de confiança, mostrando um notável potencial para a extrapolação dos dados experimentais de ruptura por fluência. Para a análise pelos princípios da mecânica da fratura realizou uma comparação entre três teorias, sendo a primeira o critério desenvolvido por Christensen estabelecida com base em uma formulação da cinética da trinca. O segundo critério foi a lei do dano cumulativo linear (LCD) desenvolvido por Miyano et al., e o terceiro critério foi desenvolvido por Reifsnider et al. e chamado de integral da evolução da resistência (SEI). Estes três critérios apresentaram a mesma forma da curva de ruptura por fluência apresentando relacionamentos similares para o tempo de falha e para as propriedades viscoelásticas.

Sawant et al.³⁴ apresentaram um algoritmo de elementos finitos para ser utilizado na predição do comportamento viscoelástico termo-mecânico não linear de um meio ortotrópico, incluindo o efeito do tempo e da temperatura. Como base do algoritmo foi empregado o modelo constitutivo não linear de integral simples de Schapery e modificado para incluir o efeito da tensão e da temperatura na resposta dependente do tempo do material, a qual foi verificada sua adequação pela comparação com resultados de ensaios de fluência para três materiais, sendo compósitos *off-axis* de matriz de resina viniléster reforçada com fibra de vidro com duração de cada ensaio de 1800 segundos, resina epoxídica isotrópica com duração de 900 segundos e resina epoxídica reforçada com fibra de vidro por 200 horas. Foram realizados uma série de combinações de tensões e temperaturas para os materiais e também de ângulos de orientações para os

compósitos. O algoritmo mostrou uma boa capacidade em prever o comportamento viscoelástico não linear em comparação com os resultados práticos durante o tempo ensaiado.

Lin et al.³⁵ utilizaram o modelo constitutivo não linear de integral simples de Schapery caracterizado por ensaios de fluência de curta duração sob flexão, com configuração a quatro pontos de apoio, em compósitos de matriz de HDPE reforçados com madeira pulverizada, realizando a comparação com os ensaios e a extrapolação dos dados para a predição do comportamento em longa duração. As funções do material, utilizadas no modelo, foram determinadas analítica e experimentalmente pelo método de redução de dados proposto por Papanicolaou et al.²⁰, obtendo uma boa predição do comportamento do material em fluência.

Akshantala e Brinson³⁶ estudaram a influência do dano microestrutural nas propriedades dependentes do tempo de um compósito laminado termoplástico, na qual consideraram os efeitos causados pelas trincas na matriz sobre o comportamento viscoelástico e envelhecimento térmico. Foi utilizado um compósito termoplástico de matriz de poliimida reforçado com fibra de carbono na configuração $[\pm 45/90_3]_S$ de T_g igual a 240 °C. Foi gerado inicialmente danos na microestrutura do compósito por meio de carregamentos quase estáticos a níveis de deformação até 0,8% sob temperatura ambiente. Seguindo uma série de envelhecimentos térmicos por até 48 h a 225 °C para cada nível de carregamento e, assim como, em corpos-de-prova sem geração de dano. Em sequência a cada envelhecimento, foi feito um ensaio de fluência sob tração dentro da região viscoelástica linear, a 225 °C, durante 10% do tempo passado sob envelhecimento. A comparação dos resultados mostra que ocorreu um ligeiro aumento na flexibilidade inicial por causa da geração de dano, contudo não ocasionou uma mudança significativa na forma da curva. Em contrapartida, o aumento do tempo passado sob envelhecimento, para um mesmo nível de dano, ocasionou uma diminuição da flexibilidade. Neste mesmo estudo foram realizados ensaios de tração quase estáticos, com uma reduzida taxa de deformação, da temperatura ambiente até 225 °C, da qual demonstram que com o aumento da temperatura ocorreu uma pequena diminuição do módulo no início da curva tensão-deformação de aproximadamente 10% e o comportamento não linear iniciou-se antes, com uma inclinação mais acentuada na curva.

Ahci e Talreja³⁷ utilizaram um compósito de matriz de resina poliimida reforçada com fibra de carbono para a realização de ensaios de fluência e recuperação a temperaturas próximas, mas inferiores, à T_g , com até 5 h de duração de carregamento. Nos ensaios à diferentes valores de temperatura na mesma tensão, verificaram maiores valores de deformação por fluência com o aumento da temperatura. Nos ensaios à diferentes valores de tensão aplicada, a temperatura constante, verificaram o aumento da flexibilidade à fluência com o tempo de ensaio e o deslocamento vertical das curvas de flexibilidade com o aumento da tensão aplicada, conforme mostrado na FIG. 4.1. Na faixa viscoelástica linear, abaixo de 90 MPa (13 ksi), ocorreu uma pequena separação entre as curvas, o qual consideram ser causada pelas trincas na matriz induzidas pela deformação térmica em razão da alta temperatura na qual os ensaios foram realizados, contudo as curvas seriam coincidentes sem a existência das trincas.

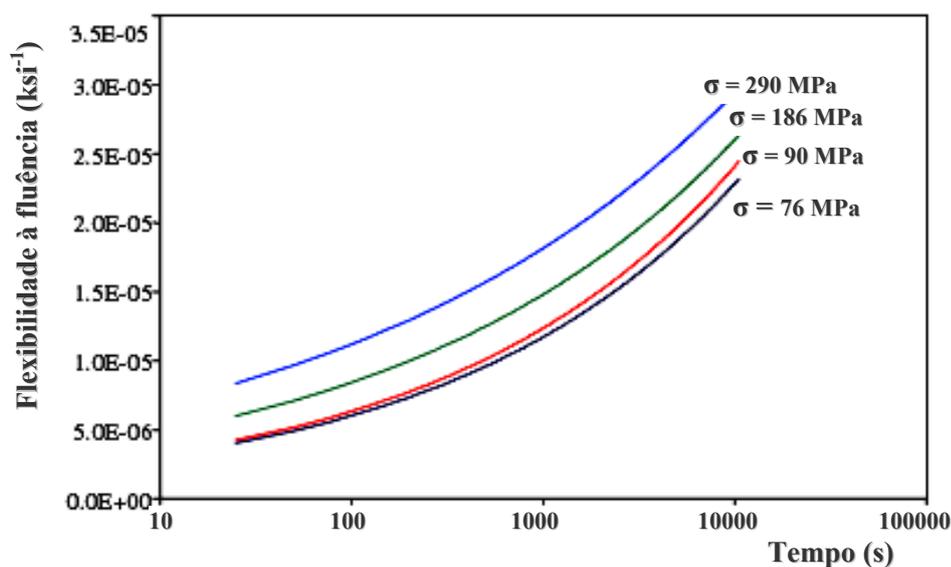


FIGURA 4.1 – Curvas de flexibilidade à fluência em função do aumento da tensão aplicada.

Grégory et al.²¹ realizaram ensaios de fluência em compósitos de resina viniléster reforçada com fibra de vidro tipo E picada, na temperatura de 20 °C, mantidos sob carregamento por 1000 h e em recuperação por 250 h em uma larga faixa de tensões, com referência na tensão estática de ruptura, obtendo

o limite viscoelástico linear entre 38 e 48% da tensão de ruptura. Dos resultados, procederam a um ajuste das curvas de fluência para descrever o comportamento linear e não linear do material utilizando uma modificação do modelo de Schapery, conseguindo boa compatibilidade com os dados experimentais. Este modelo modificado foi descrito com maiores detalhes na subseção 3.4.4 deste estudo.

5. MATERIAIS E MÉTODOS

5.1. Materiais

O presente estudo utilizou corpos-de-prova em compósito de matriz polimérica de resina epoxídica DGEBA e fibra de carbono HT (*High Tensile*) de alta resistência mecânica com 6000 filamentos.

Para a fabricação dos corpos-de-prova foi utilizado o processo de enrolamento filamentar (*filament winding*) com um mandril bi-plano de faces paralelas, obtendo-se placas retangulares. A cura foi feita em estufa à pressão atmosférica e temperatura de até 150 °C com resfriamento lento ao ar na própria estufa. Após o resfriamento, as placas foram desmoldadas e cortadas utilizando-se disco de corte diamantado, cujas direções de corte foram de 0°, 60° e 90° em relação ao eixo longitudinal da aplicação da força.

A geometria e dimensões dos corpos-de-prova foram baseadas nas recomendações da norma ASTM D3039/3039M – 95a “*Standard Test Methods for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials*”, item 8³⁸.

5.1.1. Caracterização do compósito de matriz de resina epoxídica reforçada com fibra de carbono

Para a fabricação do compósito deste estudo foi utilizada a resina epoxídica líquida do tipo éter diglicidílico de bisfenol A (GY260 do fabricante Huntsman). A reação de cura da resina foi realizada com a adição do agente de cura ou endurecedor à base de anidrido metiltetrahidroftálico (HY917 da Huntsman) e o acelerador de amina terciária benzildimetilamina (DY062 da Huntsman). As proporções usadas de resina, endurecedor e acelerador na formulação da matriz foram de 100, 88 e 0,5 partes em massa, respectivamente.³⁹

O reforço utilizado foi a fibra de carbono HT do tipo T300 com 6000 filamentos, apresentando as seguintes características, fornecidas pelo fabricante⁴⁰: tensão de ruptura de 3950 MPa; módulo de elasticidade de 238 GPa; alongação na ruptura de 1,7%; diâmetro do filamento de 7 µm; e densidade de 1,76 g.cm⁻³.

As frações de massa da matriz e da fibra foram obtidas por termogravimetria (TGA) que consistiu da retirada de uma pequena quantidade de material das placas, geralmente de 15 a 30 mg. O processo consistiu da queima da matriz polimérica e coletada a massa restante que é considerada como formada apenas pelos elementos de reforço, as fibras. Para não ocorrer a queima das fibras, é necessário manter a câmara em atmosfera inerte, evitando-se perda de massa de fibra. Deste modo, no forno do TGA foi utilizado uma atmosfera de nitrogênio ultra puro.

As frações volumétricas de fibra (v_f), de matriz (v_m) e de vazios (v_v) foram obtidas utilizando-se as EQ. (5.1) a (5.3):

$$v_f = f_{mf} \frac{d_c}{d_f} \quad (5.1)$$

$$v_m = f_{mm} \frac{d_c}{d_m} \quad (5.2)$$

$$v_v = 100 - d_c \left(\frac{f_{mm}}{d_m} + \frac{f_{mf}}{d_f} \right) \quad (5.3)$$

sendo, respectivamente, f_{mf} e f_{mm} as frações mássicas de fibra e de matriz; d_f e d_m as densidades da fibra e da matriz e d_c a densidade do compósito.

A densidade do compósito foi obtida pelo método de deslocamento de água (densidade hidrostática). Inicialmente foram cortadas amostras do compósito na forma de pequenos elementos de geometria quadrada com massa de até 50 g, seguido de limpeza e pesagem desta amostra seca (P_s) em balança analítica. A seguir foi pesado o filamento metálico de sustentação da amostra (P_a) imerso num becker contendo água deionizada, seguida da obtenção do peso do conjunto amostra-filamento metálico submerso em água (P_i). A temperatura da água no becker deve ser anotada para se obter a densidade da mesma a esta temperatura (d_l) em g.cm^{-3} . Deste modo, foi obtida a densidade da amostra em g/cm^3 , utilizando-se relação da EQ. (5.4):

$$d_c = \frac{P_s}{P_s + P_a - P_i} d_l \quad (5.4)$$

A temperatura de transição vítrea da matriz (T_g), que estabelece a temperatura na qual o material passa de uma condição rígida, atribuída como

vítrea, para uma condição amolecida, atribuída como borrachosa, foi determinada utilizando-se um calorímetro exploratório diferencial (DSC). Para efeitos práticos, a T_g pode ser considerada como a temperatura limite na qual uma matriz polimérica mantém suas propriedades e permite a utilização do compósito com segurança.

O DSC é uma técnica na qual se mede a diferença de energia fornecida para a amostra e para o material de referência inerte, em função de uma programação controlada de temperatura.

Existem duas modalidades mais utilizadas para se obter os dados de DSC. No DSC de compensação de potências, a amostra e a referência são aquecidos separadamente (fornos independentes), de maneira que suas temperaturas são mantidas iguais durante a análise e realizando a medição das diferenças entre os suprimentos independentes de energia⁴¹. No DSC de fluxo de calor, a diferença no fluxo de calor na amostra e na referência é medida conforme a temperatura é aumentada ou diminuída linearmente.

Considerando a determinação da T_g , a passagem do estado vítreo para o estado borrachoso apresenta uma mudança na capacidade calorífica do material ocorrendo um desvio em relação à linha de base.

Os ensaios de DSC foram realizados num calorímetro Mettler-Toledo, pelo método de fluxo de calor. Foi utilizada uma razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e as amostras submetidas a uma atmosfera inerte de nitrogênio ultra puro com vazão de $50\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$. Os resultados representam a média entre dois ensaios para cada placa de material compósito

5.1.2. Processo de fabricação dos corpos-de-prova

No presente trabalho, o enrolamento filamental para a obtenção dos corpos-de-prova foi realizado sobre um molde de alumínio em forma de placa retangular, com duas faces úteis, planas e paralelas, dispondo de um eixo em seu centro de rotação para fixação na placa rotativa da máquina de enrolamento. As dimensões gerais foram de 340 mm de largura por 500 mm de comprimento e 40 mm de espessura, dispondo de uma área útil de fabricação de 340 mm de largura por 260 mm de comprimento. Desta forma, foram obtidas duas placas por operação de fabricação, com dimensões externas de 344 mm ou 342 mm de largura, em virtude da espessura da placa de compósito de 2 mm ou 1 mm,

respectivamente, por 260 mm de comprimento, conforme ilustração na FIG. 5.1 na qual está apresentada uma face da placa desmoldada.

O enrolamento foi realizado em uma máquina que utiliza um comando numérico CNC, com a fibra mantida pré-tencionada antes de passar pelo banho de impregnação. O recipiente que contém a matriz foi mantido numa temperatura de 70 °C de modo a manter uma viscosidade da matriz polimérica adequada à impregnação da fibra. Assim como, o mandril foi mantido aquecido durante todo o processo de deposição da fibra por circulação interna de óleo.

A deposição da fibra sobre o mandril foi controlada automaticamente pelo comando CNC com passo de avanço de 1,2 mm por volta, medido na direção longitudinal do eixo do mandril, como mostrado na FIG. 5.2, e a deposição de uma camada é realizada em sentido contrário ao da inferior⁴².

Após a desmoldagem, foi realizado o corte das laterais utilizando-se discos diamantados para a separação das duas placas. Destas placas foi retirada uma moldura lateral com largura de 20 mm aproximadamente, de modo que fosse eliminada a possibilidade de imperfeições do material em virtude da acomodação das fibras e escoamento da matriz não curada pelas laterais da placa. Com a placa plana foi realizado o corte dos corpos-de-prova a 0°, 90° e 60°, e de cada placa foram obtidos corpos-de-prova com somente uma orientação da fibra. Nas FIG. 5.3 a 5.5 são mostrados os esquemas de corte para as orientações de 0°, 90° e 60° respectivamente.

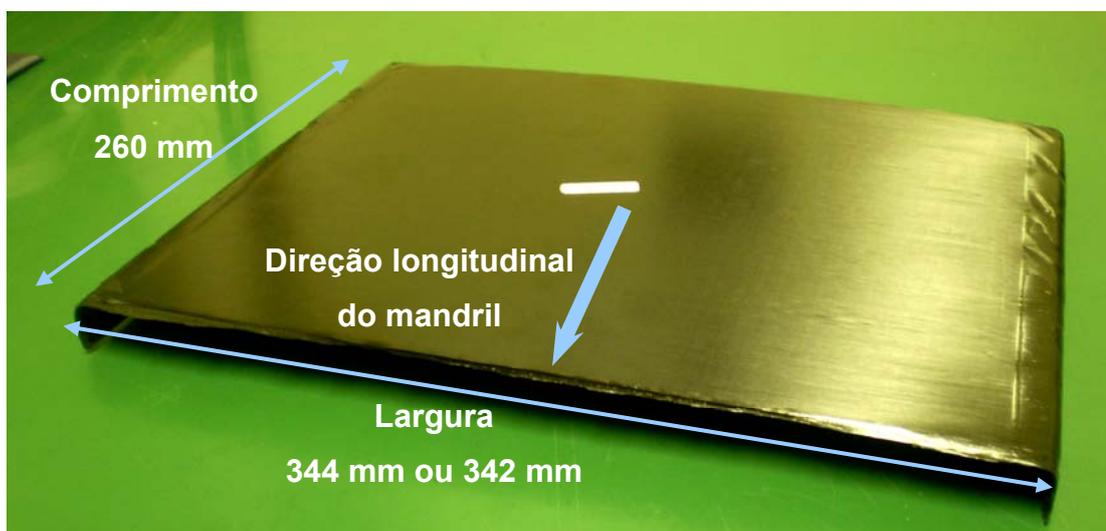


FIGURA 5.1 – Placa de material compósito e suas dimensões finais.

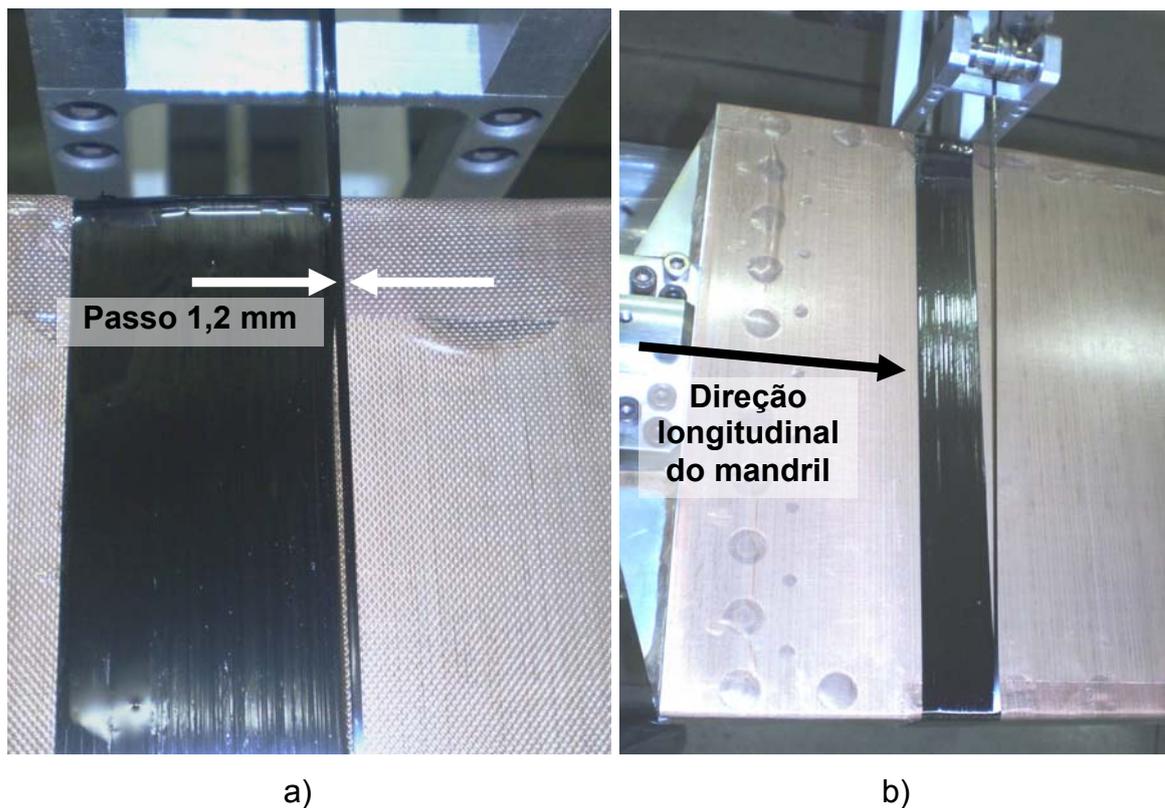


FIGURA 5.2 – Deposição da fibra sobre o mandril. a) Passo de deposição da fibra de 1,2 mm. b) Direção longitudinal do mandril.

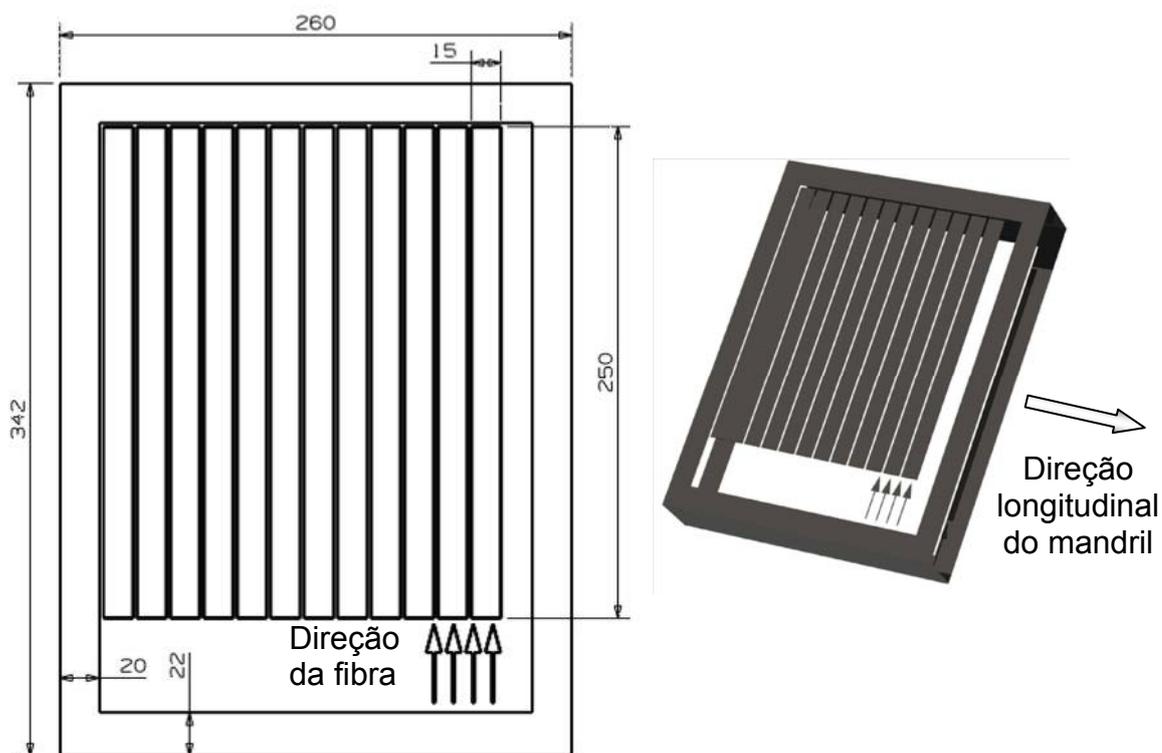


FIGURA 5.3 – Esquema de corte da placa de compósito para retirada dos corpos de prova com orientação da fibra a 0° .

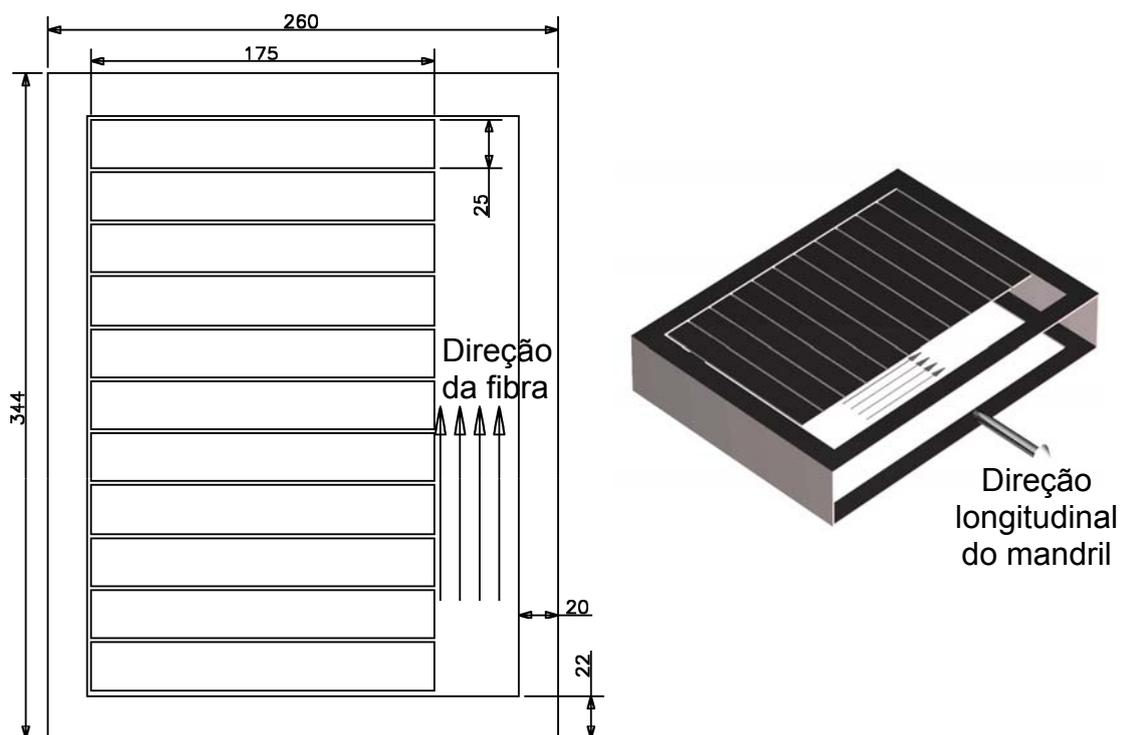


FIGURA 5.4 – Esquema de corte da placa de compósito para retirada dos corpos de prova com orientação da fibra a 90° .

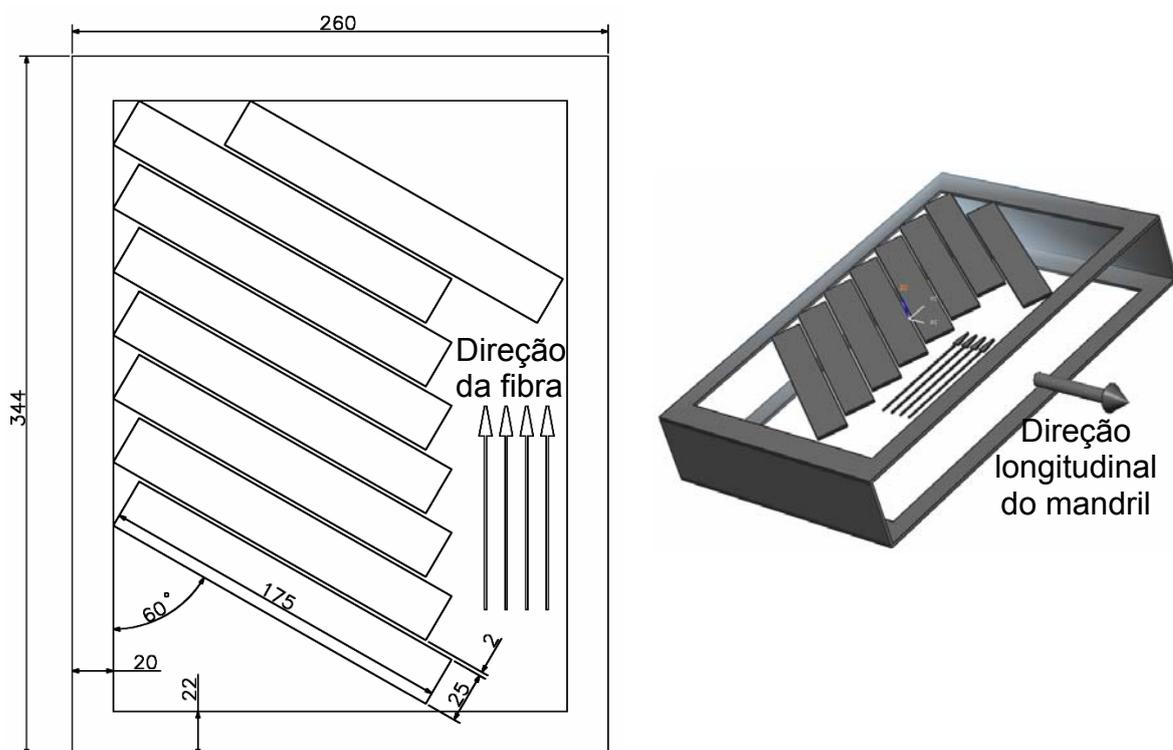


FIGURA 5.5 – Esquema de corte da placa de compósito para retirada dos corpos de prova com orientação da fibra a 60° .

5.1.3. Geometria do corpo de prova

Foram utilizados corpos-de-prova unidirecionais com a direção do reforço nos ângulos de 0°, 60° e 90° em relação ao eixo de aplicação da força. Foi seguida a orientação da norma ASTM D3039/3039M – 95a para as dimensões dos corpos-de-prova, na qual há recomendações para espessuras, larguras e comprimentos, para os corpos-de-prova e os *tabs*. Como a norma não apresenta uma definição para as dimensões dos corpos-de-prova em ângulo (*off-axis*), optou-se por fabricar os exemplares de 60° com as mesmas dimensões daqueles de 90°.

Segundo a norma, os valores da largura e da espessura dos corpos-de-prova devem ser apropriadamente selecionados para se obter a falha na seção de medição, isto é, na área livre entre os *tabs* onde o corpo-de-prova recebe o carregamento e é colado o extensômetro, e ainda para assegurar que a área transversal contenha um número suficiente de fibras que represente estatisticamente o material.

A medida do comprimento do corpo-de-prova deve ser suficientemente longa para minimizar tensões de flexão pelas excentricidades no aperto da garra; evitar a influência da garra na seção de medição; e manter uma quantidade significativa de material sob tensão para a obtenção de resultados estatisticamente significantes. É sugerido como comprimento mínimo a somatória entre as medidas do comprimento das garras, de duas vezes a largura do corpo-de-prova e do comprimento do extensômetro³⁸. Deste modo, se for considerada apenas a recomendação para a largura de um corpo-de-prova unidirecional a 90°, que será de 25 mm, a medida do comprimento será quatro vezes a largura, somada com a dimensão do extensômetro utilizado, obtendo para este caso um comprimento mínimo de 106 mm. Com a finalidade de padronização a norma sugere a utilização dos valores especificados na TAB. 5.1 para os corpos-de-prova a 0° e 90° e a geometria retangular mostrada na FIG. 5.6.

TABELA 5.1 – Dimensões utilizadas nos corpos-de-prova unidirecionais.

Orientação da fibra	Largura (mm)	Comprimento total (mm)	Espessura (mm)	Comprimento do <i>tab</i> (mm)	Espessura do <i>tab</i> (mm)
Unidirecional 0°	15	250	1,0	56	1,3
Unidirecional 90° e 60°	25	175	2,0	25	1,3

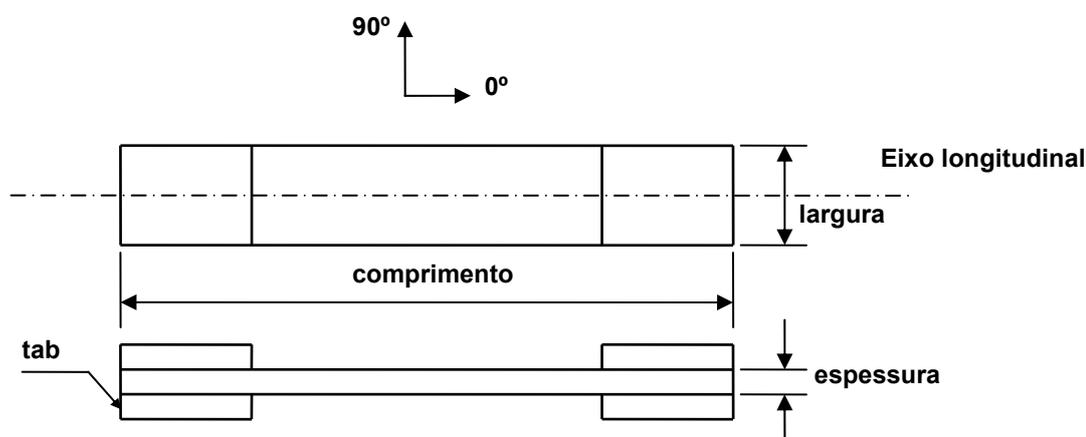


FIGURA 5.6 – Geometria do corpo-de-prova.

Foi considerada a possibilidade de se utilizar corpos-de-prova para os ensaios estáticos de tração na direção de 0° com espessura de 2 mm, de modo a otimizar o aproveitamento das placas fabricadas para corpos-de-prova de 90° e 60°, conforme mostrado respectivamente nas FIG. 5.7 e 5.8. Entretanto, os resultados foram insatisfatórios, pois na ruptura ocorreu o descolamento dos *tabs* e o cisalhamento do compósito na direção longitudinal ao carregamento, resultando em valores das tensões de ruptura inferiores aos obtidos para os corpos-de-prova a 0° de placas com espessura de 1 mm, a qual foi necessária sua fabricação.

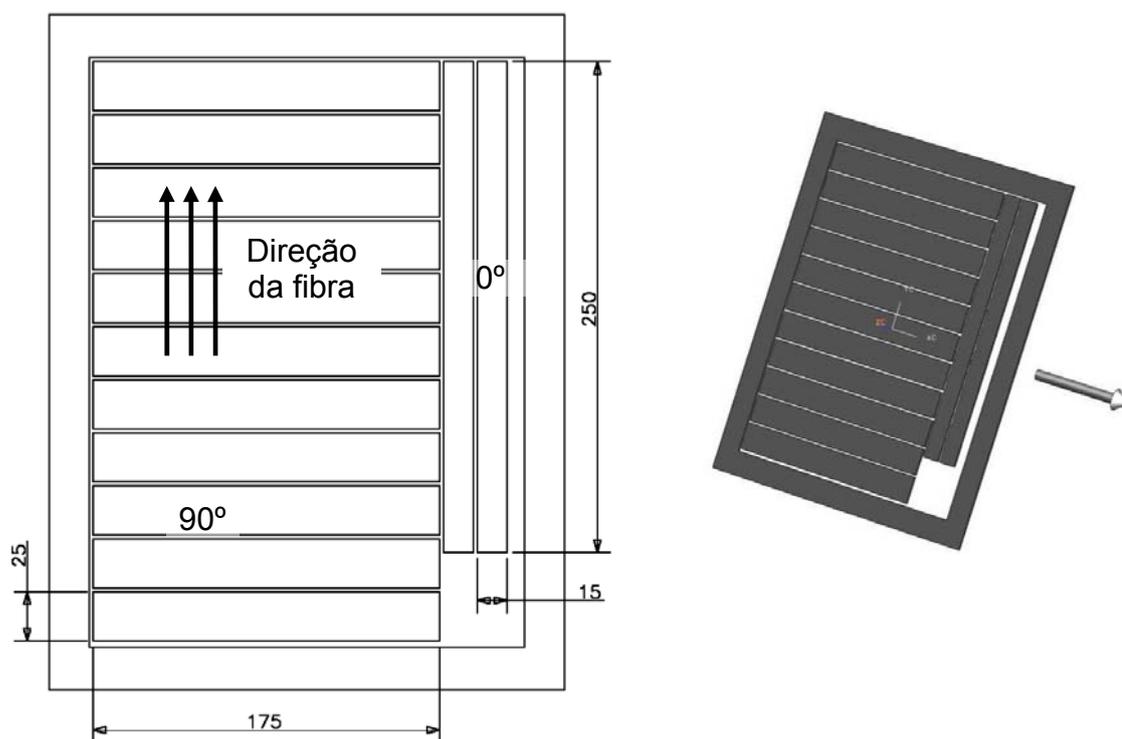


FIGURA 5.7 – Esquema de corte da placa de compósito para obtenção de corpos-de-prova a 90° e 0°.

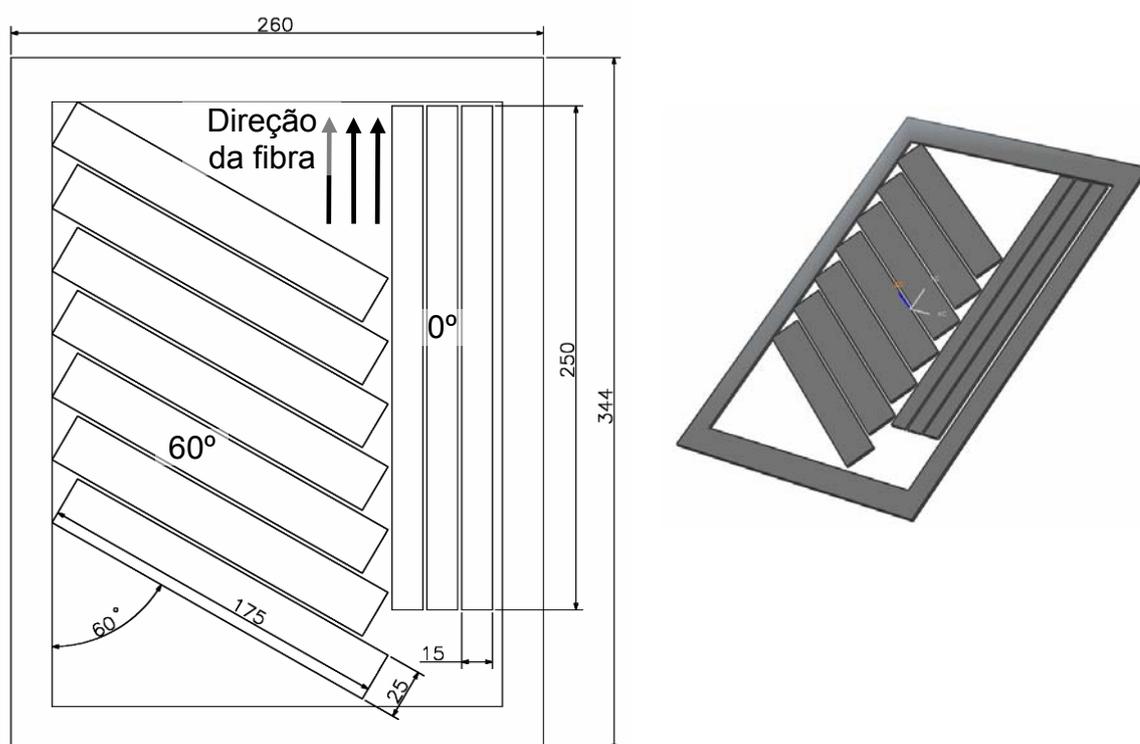


FIGURA 5.8 – Esquema de corte da placa de compósito para obtenção de corpos-de-prova de 60° e 0°.

Para se determinar a necessidade do uso de *tabs* devem ser avaliados os resultados dos ensaios. Assim, consideram-se os modos de falha e suas localizações nos corpos de prova, pois se estas falhas ocorrerem de forma aceitável não haverá razões para mudanças no método de fixação utilizado. Contudo para ensaios em materiais compósitos com reforço unidirecional a norma recomenda a utilização dos *tabs* para a prevenção de danos que possam ser causados pelas garras de fixação.

Os corpos-de-prova utilizados dispunham de *tabs* de papelão, conforme a dimensão de comprimento que consta na TAB. 5.1 e largura suficiente para cobrir o material base. A espessura padrão desse tipo de material foi 1,3 mm.

5.2. Ensaios

5.2.1. Ensaios de tração

Nos ensaios de fluência e ruptura por fluência a carga (tensão) a ser aplicada no corpo-de-prova foi determinada com base numa fração da carga máxima suportada pelo material obtida de ensaios de tração de curta duração (estáticos). Deste modo, foi feita uma completa caracterização mecânica no compósito para se determinar a resistência (tensão máxima) e o módulo de elasticidade.

Os ensaios de tração em corpos-de-prova unidirecionais foram feitos em uma máquina universal de ensaios com garras de fixação em cunha e velocidade de deslocamento constante (*constant head-speed test*) de $2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, conforme orientação da norma ASTM D3039/3039M – 95a.

A monitoração do carregamento foi realizada por uma célula de carga instalada em série com o corpo-de-prova e a medição da deformação por extensômetros elétricos colados diretamente sobre o corpo-de-prova, alinhados na direção longitudinal e transversal e posicionados de um mesmo lado, efetuando-se a gravação dos dados em computador. Informações complementares do sistema de aquisição de dados das deformações são apresentadas na seção 5.4 – Aquisição de dados.

Foram caracterizados corpos-de-prova com ângulos de 0° , 90° e 60° , nas temperaturas de 25 e 70 °C, sendo mantidas estas temperaturas constantes

durante a realização do ensaio. Embora as propriedades do compósito a 0° não faça parte do escopo de caracterização viscoelástica deste trabalho, o ensaio teve o propósito da formação de um banco de dados para comparação entre placas fabricadas para futuros trabalhos. Para ângulos de 90° e 60° nas temperaturas de 25 e 70 °C, além do objetivo citado para a orientação a 0°, os dados obtidos serviram como parâmetros para a realização dos ensaios de fluência e ruptura por fluência, de modo que os valores da tensão estática de ruptura (σ_{rupt}) obtidos dos ensaios de tração foram considerados como valores de referência.

Os valores dos módulos de elasticidade foram calculados por meio das curvas de tensão-deformação pelo método da corda, onde é medida a inclinação de uma reta com seu ponto inicial na deformação de 1000 *microstrain* e seu ponto final em 3000 *microstrain*.

5.2.2. Ensaio de fluência e ruptura por fluência

O comportamento viscoelástico do compósito unidirecional foi caracterizado por meio de ensaios de fluência e ruptura por fluência, seguindo orientações da norma ASTM D2990-95 “*Standard Test Methods for Tensile, Compressive, and Flexural Creep and Creep-Rupture of Plastics*”⁴³, que consiste em realizar medições, respectivamente, da deformação em função do tempo e do tempo para a ruptura em corpos de prova sujeitos a carregamento constante a uma dada temperatura também constante.

Os dados de fluência e ruptura por fluência foram obtidos por tração dos corpos-de-prova realizados em um equipamento que utiliza uma determinada massa que exerce uma carga constante na direção longitudinal dos corpos de prova. O equipamento foi projetado para a execução deste trabalho e fabricado para atender as condições do presente estudo e tem com base a norma ASTM D2990-95.

No ensaio de ruptura por fluência, o objetivo básico foi a determinação do tempo para que a falha ocorra para uma dada carga e temperatura, constantes nos ensaios. Destes tempos para ruptura foi plotada uma curva de deformação versus tempo para ruptura em vários níveis de tensão, chamada de “envelope de ruptura por fluência”, conforme representação na FIG. 5.9, que indica o limite de tempo do material suportar o carregamento à temperatura ensaiada.

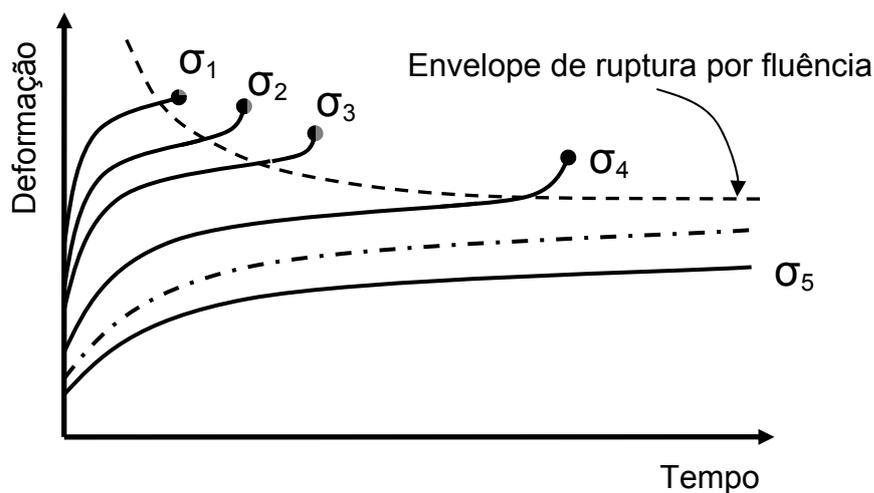


FIGURA 5.9 – Envelope de ruptura por fluência.

O envelope de ruptura por fluência determina a tensão máxima na qual um ensaio de fluência possa ser conduzido sem que ocorra a falha do material antes de 1000 h de ensaio, sendo este um dos requisitos da norma ASTM D2990-95 para a realização do ensaio.

Estes limites do tempo de vida em função do carregamento podem também ser utilizados para o desenvolvimento e aplicação de critérios de falha para a predição da ruptura por fluência.

A escolha das tensões para a realização dos ensaios de ruptura por fluência deve ser feita de modo que ocorra a ruptura dos corpos-de-prova nas durações de ensaio de 1, 10, 30, 100, 300 e 1000 h, realizando dois ensaios para cada tensão escolhida, conforme orientação contida na norma. Contudo, tais tempos de ruptura podem ser considerados como guia para a realização dos ensaios. Na prática o cumprimento destes tempos tornou-se inviável, pois, em grande parte, as inúmeras variáveis relacionadas ao ensaio e as incertezas relacionadas ao próprio material em estudo tornaram vaga a predição das cargas a serem utilizadas para o cumprimento dos tempos especificados.

Deste modo, os ensaios foram conduzidos com relação à variação da tensão, ao invés de serem considerados em função do tempo, e realizados com a redução gradativa da tensão em comparação a tensão estática de ruptura do material (σ_{rupt}).

Os ensaios de longa duração (1000 horas) foram determinados experimentalmente, de modo que a redução gradativa da tensão aplicada não

provocasse a ruptura do corpo-de-prova. Foram selecionados os valores do carregamento com variações decrescentes e regulares da tensão em relação à porcentagem da σ_{rupt} , para cada temperatura e ângulo de posicionamento da fibra, com um corpo-de-prova diferente para cada experimento. Os dados obtidos foram plotados em gráficos de deformação versus tempo, para a obtenção do comportamento à fluência.

Nos ensaios as medições das deformações dos corpos-de-prova foram monitoradas continuamente por extensômetros, sendo as leituras realizadas por um equipamento de aquisição de dados.

Para a realização dos ensaios foi cumprido um procedimento experimental onde inicialmente os corpos-de-prova foram medidos, com um micrômetro externo calibrado, em largura e espessura em três pontos distintos para a determinação de sua área média.

Com relação à fração da σ_{rupt} a ser utilizada, o peso morto foi calculado dividindo-se a tensão pela área do corpo-de-prova e deste resultado dividido por oito, pois este valor representa o fator de multiplicação do braço oscilante do equipamento.

Os corpos-de-prova foram presos nas garras do equipamento de ensaio de fluência tendo-se o cuidado de posicionar os *tabs* entre os parafusos de fixação da garra e alinhados por meio de um esquadro, seguido do aperto dos parafusos com chave manual. Posicionado o conjunto garras e corpo-de-prova dentro da estufa, o corpo-de-prova foi aquecido ao ar até a temperatura de ensaio e mantido sem aplicação de carga nesta condição por no mínimo 1 hora. Procedimento similar pode ser encontrado na literatura em Masuko e Kawai⁴⁴. Num outro estudo conduzido por Muliana et al.⁴⁵, os autores mantiveram os corpos-de-prova de compósitos de fibra de vidro com resina viniléster e fibra de vidro com resina poliéster por 30 minutos no forno antes de iniciar os ensaios.

O medidor de temperatura foi posicionado próximo à região do extensômetro de modo a assegurar uma medição correta nesta região. Assim, a temperatura durante o ensaio manteve-se dentro de uma variação menor que 1 °C, contudo foi realizada uma rastreabilidade no interior da estufa na temperatura de 70 °C. O procedimento foi medir a temperatura em três pontos, sendo a primeira leitura realizada próximo ao extensômetro e a segunda e terceira

leituras realizadas nas regiões próximas as garras inferior e superior. Foi encontrada uma variação de até 5 °C entre as leituras inferiores e superiores.

Para minimizar a variação de temperatura no interior da câmara de aquecimento durante os ensaios de ruptura por fluência, foi montado no interior da estufa um tubo de alumínio que envolvia o corpo-de-prova, sendo feito novamente um rastreamento da temperatura no interior deste tubo, seguindo-se os mesmos procedimentos da etapa anterior sem o tubo. Este arranjo permitiu que a variação da temperatura fosse reduzida para 3 °C entre os pontos de leitura inferior e superior. Esta conduta foi realizada apenas nos ensaios de ruptura por fluência na temperatura de 70 °C, onde uma variação de temperatura ao longo do corpo-de-prova poderia influenciar o processo de falha e modificar os tempos para a ruptura.

Nos ensaios de fluência esta variação de temperatura foi desconsiderada uma vez que não ocorre a ruptura e a variação de temperatura ao longo do extensômetro foi considerada desprezível, isto é, menor que a variação que ocorre ao longo do tempo do ensaio. Outro método para minimizar esta variação de temperatura no interior da câmara seria a instalação de uma ventoinha para a circulação de ar, contudo sua instalação não havia sido prevista acarretando uma indisponibilidade de espaço.

Transcorrido o tempo determinado para o ensaio de fluência, a carga foi removida de maneira suave e o corpo-de-prova mantido dentro da estufa por um tempo considerado razoável para apresentar uma tendência de comportamento sob recuperação. Contudo, estes tempos passados sob recuperação, na ocorrência de uma deformação viscoplástica, são baixos para a determinação deste valor, pois são recomendados tempos de até dez vezes o período mantido sob carregamento em fluência. Entretanto, tais tempos seriam impraticáveis no presente estudo, considerando a limitação do tempo disponível para os experimentos e da quantidade de equipamentos, a qual demandaria uma grande quantidade de máquinas de ensaios e de aquisição de dados.

5.3. Equipamento de ensaio

O equipamento projetado e fabricado para o presente estudo, num total de quatro unidades, consiste de um braço oscilante com uma articulação próxima ao centro de massa, fulcro, no qual em um lado foi fixado o corpo de prova e no

outro colocado a massa de peso morto, com valor especificado para a obtenção da carga desejada. A diferença entre os comprimentos de cada lado da articulação tem o intuito de reduzir a massa do peso morto e facilitar o seu manuseio para a preparação do ensaio. Na FIG. 5.10 é mostrado um desenho esquemático do equipamento utilizado.

Foram considerados no projeto o alinhamento do corpo de prova para se evitar tensões de flexão, a manutenção da carga para que permaneça constante durante o ensaio e também a aplicação rápida e suave da carga de teste dentro do tempo requerido por norma, de 1 a 5 segundos.

Para que a aplicação da carga no corpo-de-prova fosse realizada suavemente, sem choques, o braço oscilante foi nivelado e um fuso de regulagem de nivelamento, acoplado em série ao conjunto do corpo-de-prova e garras, era ajustado para a retirada da folga do conjunto.

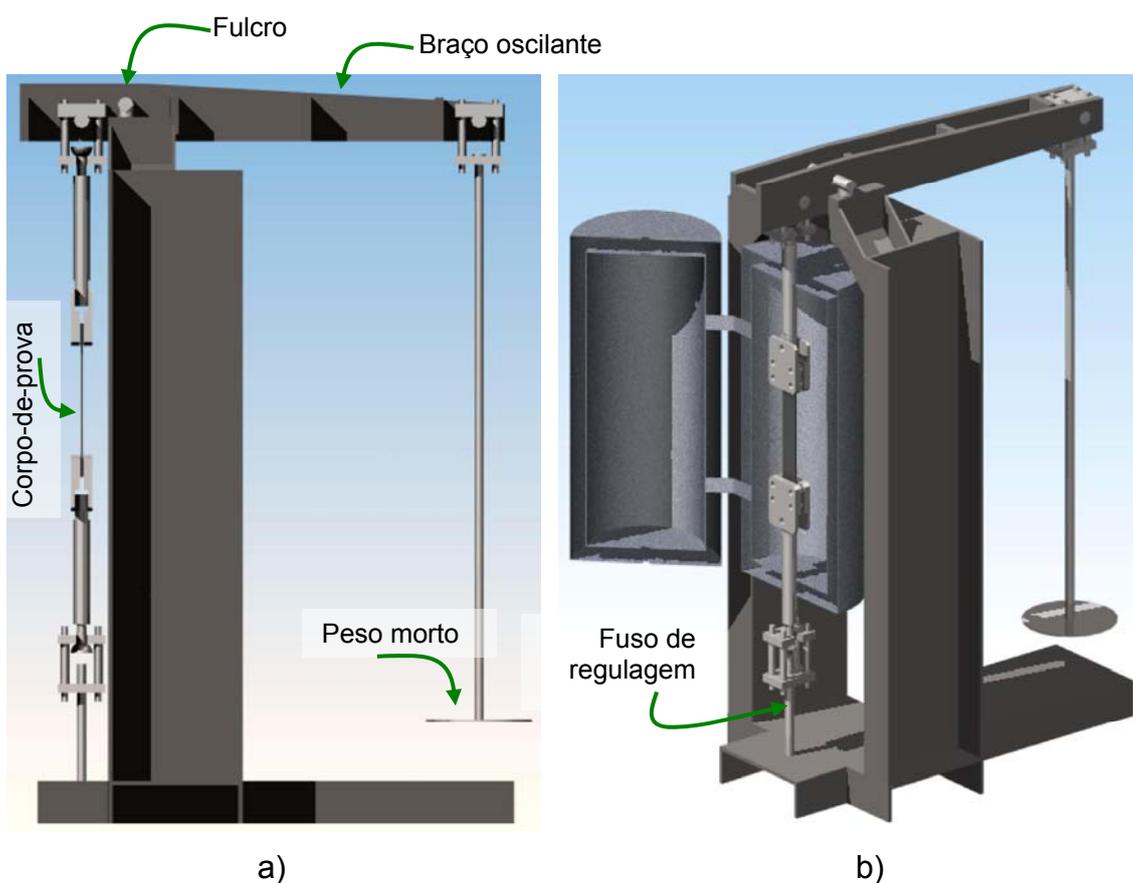


FIGURA 5.10 – Ilustração do equipamento para ensaio de fluência. a) Vista lateral; b) Vista isométrica.

O fator de multiplicação da carga entre o ponto de aplicação do peso morto e o ponto de fixação do corpo-de-prova com o fulcro foi de 8:1, reduzindo assim a massa a ser manipulada para a obtenção da carga desejada. Especial atenção durante o projeto e fabricação do equipamento foi dada para garantir dimensões e geometrias do braço oscilante e do corpo do equipamento.

O braço oscilante foi fabricado com duas chapas de aço paralelas e soldadas a placas internas para a união entre elas. As furações para a colocação dos pinos das articulações do peso morto, do fulcro e do corpo-de-prova foram realizadas de maneira precisa, com relação às dimensões horizontais e verticais, pois um erro nessas medidas influenciaria a repetibilidade entre os dados dos ensaios obtidos nas quatro máquinas. Para isto, foi realizada com base em uma linha imaginária a qual passa pelas tangentes superiores dos círculos de articulação do corpo-de-prova e do peso morto e pela tangente inferior do círculo da articulação do apoio central. As dimensões para a obtenção do fator de multiplicação de carga também foram marcadas entre estes três pontos, mostradas na FIG. 5.11.

Depois de fabricados, os braços oscilantes foram medidos em uma máquina de medição tridimensional, alcançando-se valores de erro máximo de 0,1 mm entre as referências estabelecidas, tanto na medida horizontal quanto na vertical.

A estrutura de sustentação do braço oscilante foi construída com barras de aço de perfil "U" soldadas. As furações dos pontos de apoio da articulação central e de fixação do dispositivo de garra para o corpo-de-prova, pontos A e B mostrados na FIG. 5.12, foram realizadas em um centro de usinagem CNC e procedendo a medição em máquina de medição tridimensional. Deste modo obteve-se, assim como no braço oscilante, um erro máximo de 0,1 mm, mostrada na FIG. 5.12. Esta medida tem influência sobre o alinhamento do corpo-de-prova para que sejam evitadas tensões de flexão, mas sem afetar o cálculo do fator de multiplicação da carga.

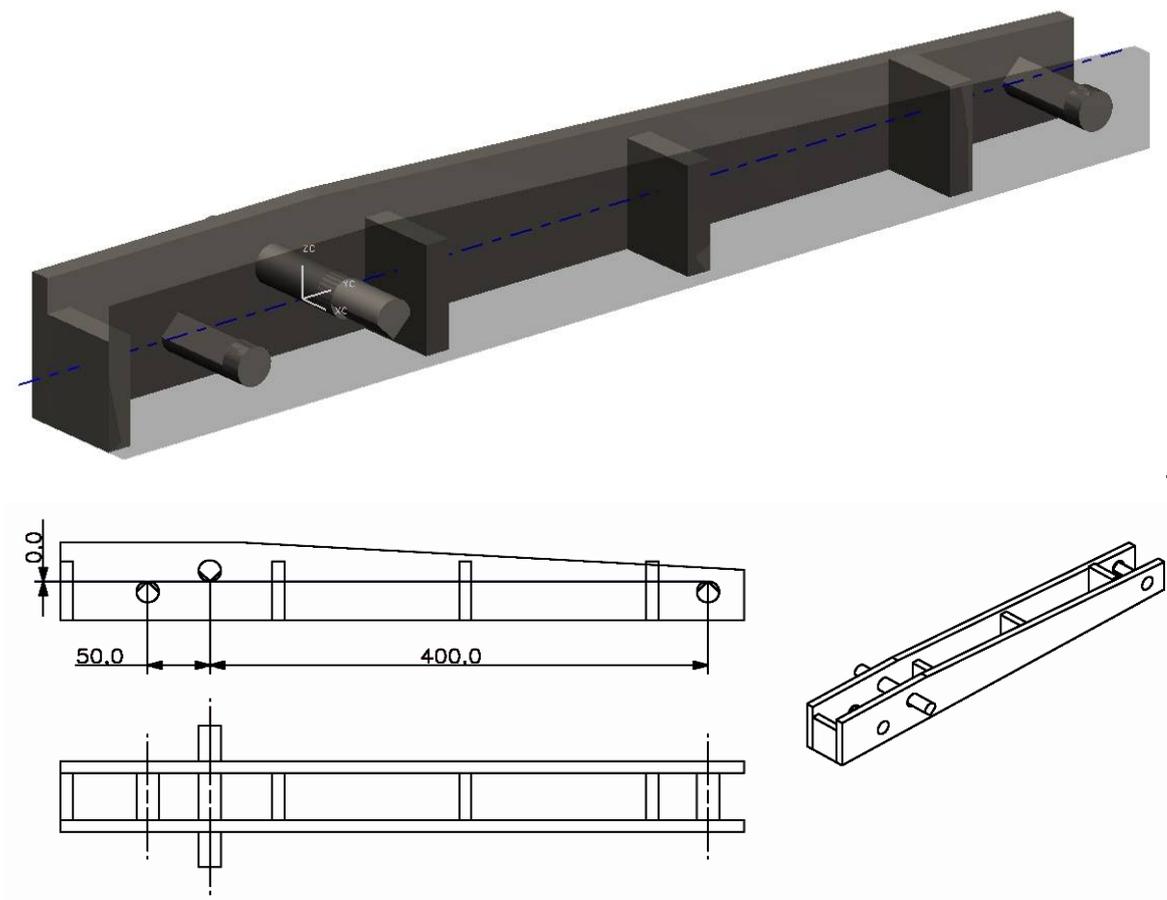


FIGURA 5.11 – Braço oscilante do equipamento de ensaio de fluência.

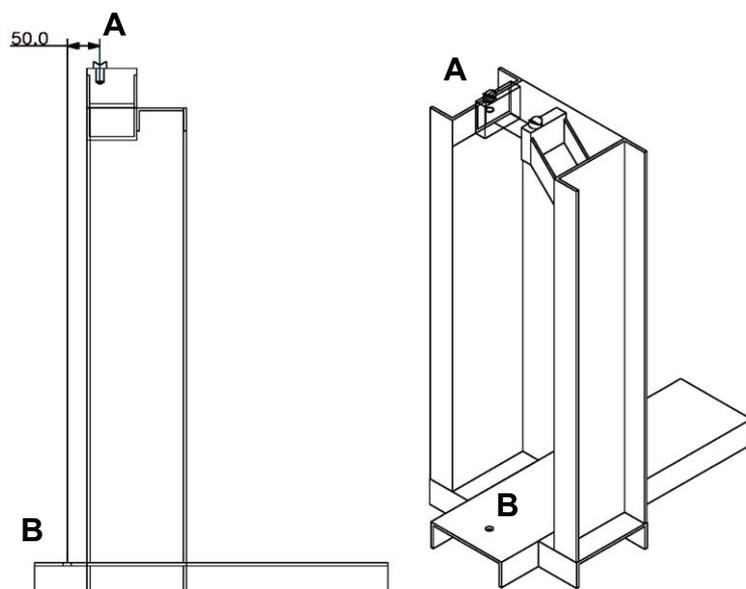


FIGURA 5.12 – Estrutura de sustentação do braço oscilante mostrando distância entre os pontos de apoio da articulação central (A) e da fixação do dispositivo de garra para o corpo-de-prova (B).

Acoplado ao equipamento, foi montada uma estufa com aquecimento por resistência elétrica e medição de temperatura por uma termoresistência tipo PT100, com faixa de medição de -200 a 530 °C, posicionada próximo ao extensômetro. O controle da temperatura interna da estufa foi realizado por um controlador digital microprocessado marca Contemp, modelo TCM45, procedendo a leitura da temperatura pela termoresistência e controlando a passagem de corrente elétrica para a resistência elétrica por um relé de estado térmico, marca Contemp.

5.4. Aquisição de dados

A aquisição dos dados de deformação dos corpos-de-prova nos ensaios de fluência, ruptura por fluência e estáticos de tração foi realizada por meio de extensômetros elétricos (*strain gages*) colados diretamente sobre a superfície do corpo-de-prova.

A excitação do extensômetro, feita em voltagem de 2,5 V, e a leitura do sinal analógico em corrente foram realizadas por um equipamento de aquisição de dados de fabricação nacional, marca Lynx, modelo ADS0500, com possibilidade de realização de até oito medições simultâneas. A conversão do sinal analógico para digital foi feita pelo equipamento de aquisição por um conversor de 12 bits e a leitura da deformação foi realizada com uma frequência de amostragem de 4 Hz durante todo o período de ensaio. Este sinal digital foi enviado a um computador para processamento em software específico do equipamento de aquisição de dados e para gravação.

Em razão da frequência de amostragem de 4 Hz e do tempo de ensaio foram obtidos um número muito grande de pontos de dados. Deste modo, para facilitar a manipulação posterior dos dados obtidos, foi feita uma redução do número de pontos pela média aritmética entre uma determinada quantidade de pontos de leitura, tendo-se a cautela de não interferir na visualização posterior dos gráficos. Na TAB. 5.2 está discriminada a redução da frequência em função do período do ensaio, a frequência de amostragem final, o tempo entre dois pontos após a redução de dados e o número de pontos utilizados no cálculo da média aritmética.

TABELA 5.2 – Redução da frequência de amostragem para os sinais de aquisição de dados.

Período de ensaio	Frequência de amostragem (Hz)	Tempo entre os pontos (s)	Número de pontos para cálculo da média aritmética
de 0 a 2 min	4	0,25	1
de 2 min a 1 h	0,1	10	40
de 1 h a 1 min antes do descarregamento	0,01	100	400
de 1 min antes a 1 min após o descarregamento	1	1	4
1 min após o descarregamento ao término do ensaio	0,01	100	400

Além das considerações apresentadas sobre a seleção de extensômetros na subseção 3.7, foram também analisados os requisitos de preço, disponibilidade e facilidade de aquisição, deste modo procurou-se utilizar itens do mercado nacional, como os extensômetros produzidos pela empresa Excel Sensores Ltda.

Para esse trabalho, foi selecionado o modelo unidirecional PA-06-250BA-350-L, com o material do filme metálico em *Constantan* e o da base em poliimida, resistência elétrica de 350 Ω , fator de sensibilidade (k) igual a 2,1 e com a forma geométrica e dimensões discriminadas na FIG. 5.13 com: (a) comprimento ativo da grelha de 6,35 mm; (b) largura da grelha de 3,18 mm; (c) comprimento total de 9,47 mm; e (d) largura total de 3,18 mm.

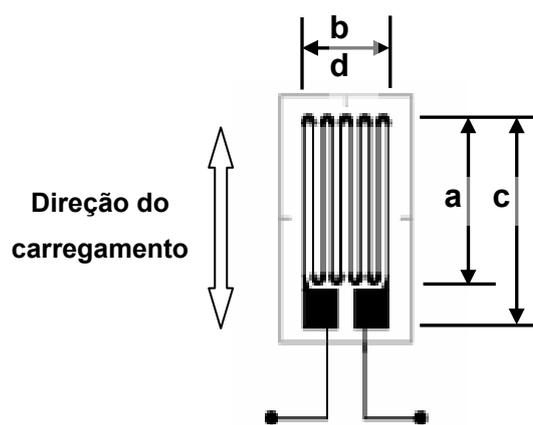


FIGURA 5.13 – Forma geométrica e dimensões do extensômetro: (a) comprimento ativo da grelha 6,35 mm; (b) largura da grelha 3,18 mm; (c) comprimento total 9,47 mm; e (d) largura total 3,18 mm.

Vale ressaltar que inicialmente alguns ensaios apresentaram oscilações na leitura da deformação entre o período diurno e noturno em razão da ligação do extensômetro ao equipamento de aquisição ter sido feita por dois fios, o que causa variação da resistência dos fios com a mudança da temperatura externa ao forno. Contudo, não ocorrem modificações no compósito, como aquela relacionada ao envelhecimento térmico. Esta situação foi solucionada com a ligação do extensômetro com três fios, o que minimiza a variação da temperatura externa.

No presente estudo a temperatura permaneceu constante durante a realização de cada ensaio. Deste modo, a utilização dos métodos de compensação de temperatura seriam dispensáveis. Entretanto, foi utilizada uma leitura pelo método da curva de pré-calibração para se averiguar a ocorrência de envelhecimento térmico do material durante o decurso dos ensaios de fluência nas temperaturas constantes de 25 e 70 °C.

6. RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1. Caracterização do compósito

A caracterização das placas de material compósito foi realizada conforme os métodos relatados na subseção 5.1.1, por termogravimetria (TGA) para a obtenção das frações volumétricas da fibra, da matriz e de vazios, o método do deslocamento de água para a determinação da densidade do compósito e a realização de ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC) obtendo-se a temperatura de transição vítrea. Estes resultados são mostrados na TAB. 6.1 para as placas de compósitos utilizadas nos ensaios de fluência e ruptura por fluência, correspondendo ao valor médio entre duas amostras por placa.

TABELA 6.1 – Resultados dos ensaios de caracterização das placas de material compósito.

Placa	Densidade do compósito d_c (g.cm ⁻³) (±0,02) *	Fração volumétrica da fibra v_f (%)	Fração volumétrica da matriz v_m (%)	Fração volumétrica de vazios v_v (%)	Transição vítrea do compósito T_g (°C) (±3) *
07/07	1,57	67,4	30,9	1,7	123
08/07	1,58	69,6	28,5	1,9	124
09/07	1,57	67,4	30,1	2,5	125
03/08	1,56	66,6	31,3	2,1	122
Média	1,57	67,8	30,2	2,1	123,5
Desvio padrão	0,01	1,3	1,2	0,3	1,3

* Erro de leitura do equipamento de ensaio.

Foram utilizados os valores fornecidos pelos fabricantes para a densidade da fibra $d_f = 1,77 \text{ g.cm}^{-3}$ e para a densidade da matriz $d_m = 1,22 \text{ g.cm}^{-3}$.

Observa-se que a variação ocorrida entre as placas de material compósito foi pequena, com um desvio um pouco maior para a fração de vazios. Apesar das muitas variáveis relacionadas ao processo de fabricação, como anteriormente descritas, pode-se considerar que as placas apresentaram uma boa repetibilidade.

6.2. Ensaio de tração

Como descrito anteriormente, as placas para retirada dos corpos-de-prova foram fabricadas com espessuras de 1 e 2 mm, atendendo recomendação da norma ASTM D3039, respectivamente para os corpos-de-prova a 0° e para a 90° e 60° . Os esquemas dos cortes são mostrados nas FIG. 5.3 a 5.5, respectivamente nas direções de 0° , 90° e 60° .

Os resultados dos ensaios de tração para corpos-de-prova nas direções de 0° , 90° e 60° com temperaturas de 25 e 70 °C são mostrados na TAB. 6.2, com as curvas típicas nas FIG. 6.1 a 6.6. Conforme se observa, especialmente para as direções de 90° e 60° , o aumento de temperatura causou alteração nos valores das tensões de ruptura, módulo de elasticidade e deformação na ruptura. Por exemplo, quando o comportamento do material é dominado pela matriz polimérica, em que a direção do carregamento não é alinhada com o posicionamento da fibra, como no caso dos ensaios a 90° e 60° , foi observada uma variação nos valores obtidos para estes parâmetros. Para o ângulo de 90° , onde incide somente tensões de tração sobre o material, ocorreu uma diminuição considerável nos valores do módulo de elasticidade e da tensão na ruptura e sem maiores influências sobre a deformação na ruptura. Contudo, para o ângulo de 60° , onde além de tensões de tração há a incidência de tensões de cisalhamento, ocorreu uma grande variação dos valores com diminuições do módulo de elasticidade e da tensão na ruptura e uma aumento acentuado da deformação na ruptura, ocasionando ainda uma modificação da inclinação na curva tensão-deformação.

Quando o comportamento do material é dominado pela fibra, direção

do carregamento paralelo ao posicionamento da fibra no corpo-de-prova a 0°, não ocorreu uma alteração considerável de valores dos três parâmetros analisados com a mudança na temperatura dos ensaios, houve apenas uma redução de 1,3% no valor da tensão de ruptura e 1,6% no valor do módulo de elasticidade e um aumento da deformação na ruptura de 3,0%.

TABELA 6.2 – Valores médios das tensões e deformações na ruptura obtidos por ensaios estáticos de tração de corpos-de-prova nas direções de 0°, 90° e 60°, nas temperaturas de 25 e 70 °C.

Ângulo de orientação da fibra e temperatura	Espessura do corpo-de-prova (mm)	Tensão na ruptura (MPa)	Deformação na ruptura (%)	Módulo de rigidez de flexibilidade (GPa) [GPa ⁻¹]
Âng. 0° - 25 °C	1	2339	1,45	153,1 [6,5x10 ⁻³]
Âng. 0° - 70 °C	1	2309	1,49	150,7 [6,6x10 ⁻³]
Varição (Referência 25 °C)		-1,3%	3,0%	-1,6%
Âng. 90° - 25 °C	2	62,5	0,56	10,04 [0,100]
Âng. 90° - 70 °C	2	54,0	0,55	9,58 [0,104]
Varição (Referência 25 °C)		-13,6%	-1,8%	-4,6%
Âng. 60° - 25 °C	2	80,5	0,74	11,52 [0,087]
Âng. 60° - 70 °C	2	69,0	1,09	10,49 [0,095]
Varição (Referência 25 °C)		-14,3%	47,0%	-8,9%

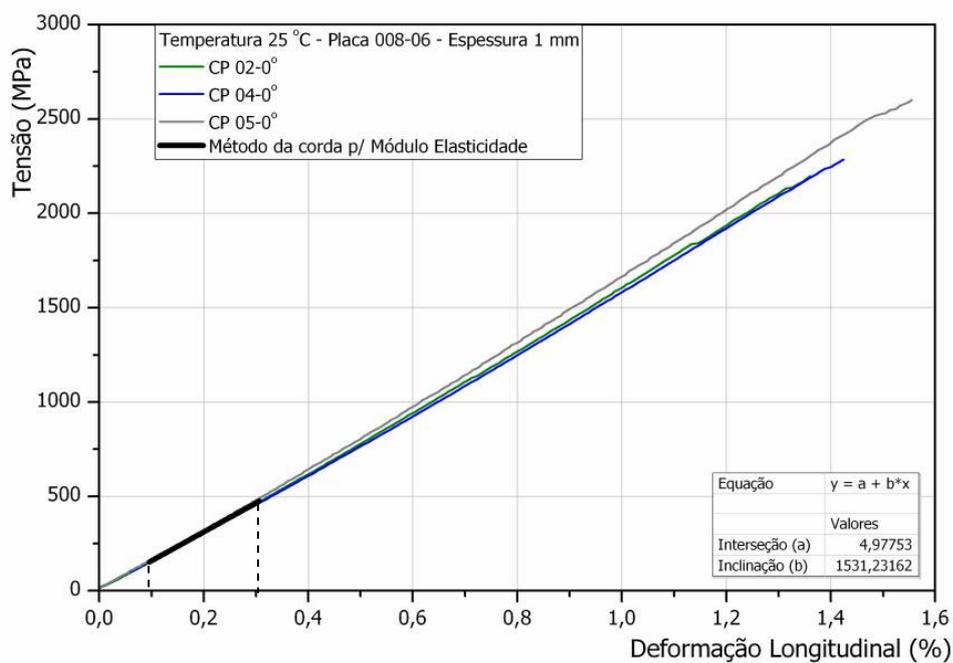


FIGURA 6.1 – Ensaio estático de tração em corpos-de-prova a 0° com espessura de 1 mm, na temperatura de 25 °C.

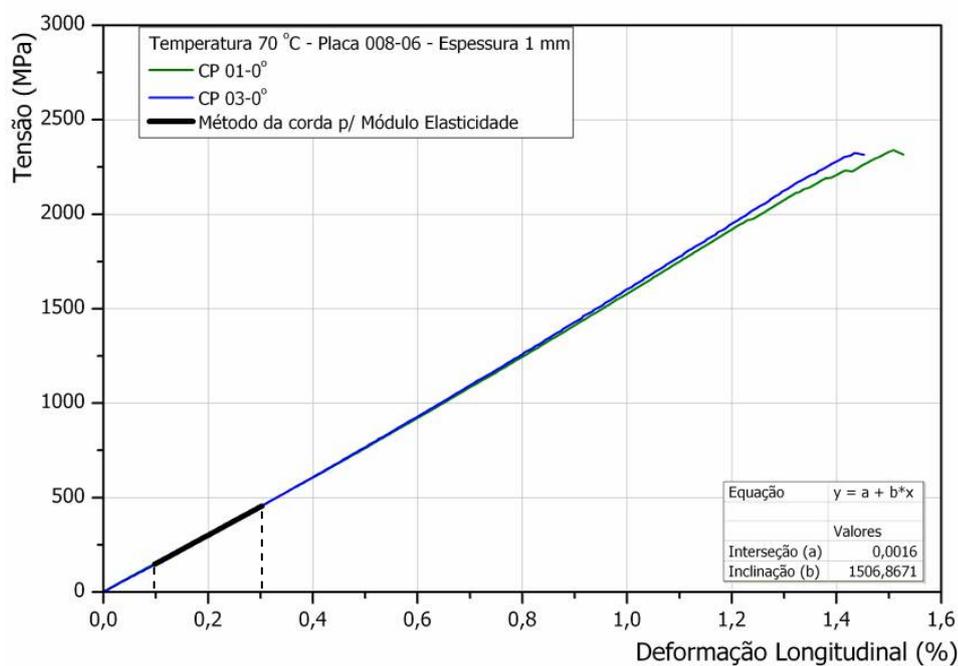


FIGURA 6.2 – Ensaio estático de tração em corpos-de-prova a 0° com espessura de 1 mm, na temperatura de 70 °C.

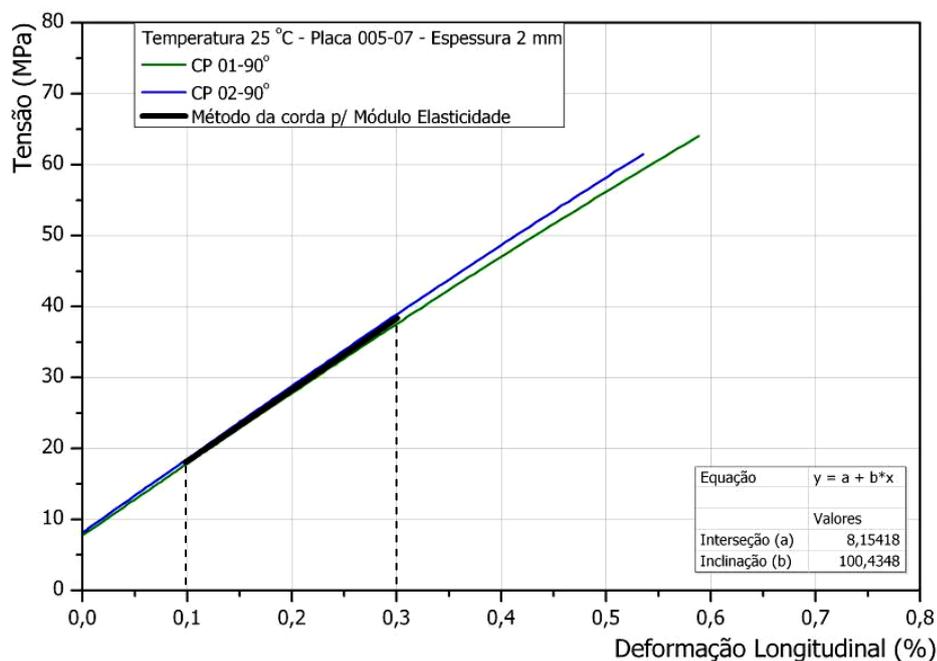


FIGURA 6.3 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 90° com espessura de 2 mm, na temperatura de 25 °C.

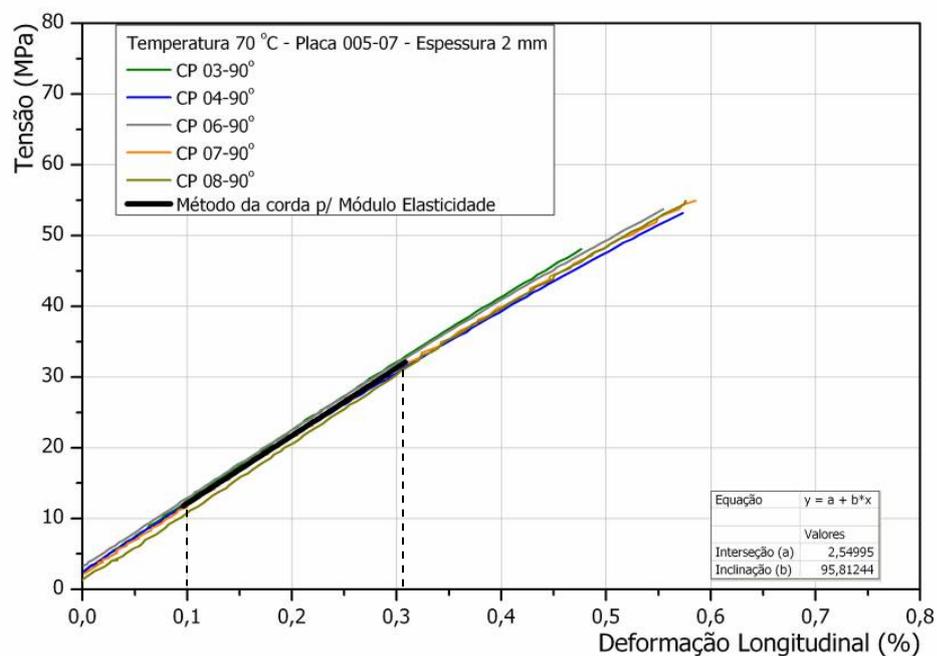


FIGURA 6.4 – Ensaios estáticos de tração em corpos-de-prova a 90° com espessura de 2 mm, na temperatura de 70 °C.

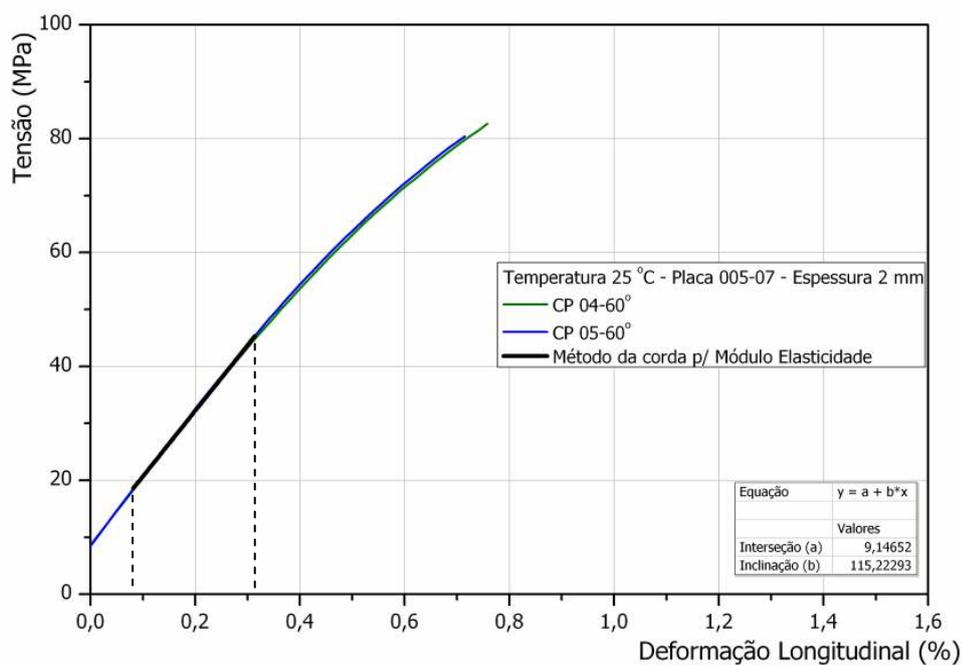


FIGURA 6.5 – Ensaio estático de tração em corpos-de-prova a 60° com espessura de 2 mm, na temperatura de 25 °C.

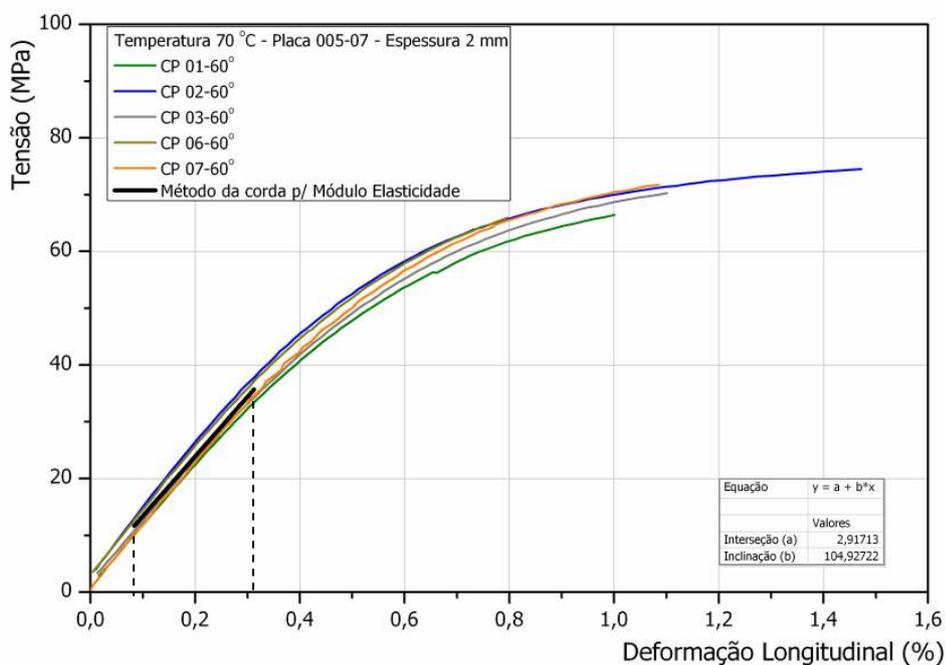


FIGURA 6.6 – Ensaio estático de tração em corpos-de-prova a 60° com espessura de 2 mm, na temperatura de 70 °C.

6.3. Ruptura por fluência

Os limites de tensão para os ensaios de fluência determinados pelos gráficos denominados “envelope de ruptura por fluência”, no qual a deformação em fluência está em função do tempo, demonstrado anteriormente na FIG. 5.9, conforme orientação da norma ASTM, não apresentou o resultado desejado. Isto ocorreu em razão de uma dispersão nos pontos de ruptura, com uma grande variação das deformações, conforme TAB. 6.3 e 6.4, não sendo conclusiva a determinação da tensão para a realização dos ensaios de fluência, como mostrado nas FIG. 6.7a e 6.8a, respectivamente para os ensaios dos compósitos a 90° e 60°, na temperatura de 70 °C.

Deste modo, optou-se por representar a ruptura por fluência em gráficos relacionando-se a tensão aplicada com o tempo, mostrados nas FIG. 6.7b e 6.8b. Nos gráficos, os eixos correspondem aos tempos para ruptura em horas, na escala logarítmica, em função das tensões aplicadas nos corpos-de-prova. No detalhe, há os gráficos com escalas lineares para o tempo. Observa-se que com a diminuição da tensão aplicada inicialmente houve uma variação pequena nos tempos para a ruptura, seguido de um repentino crescimento.

As rupturas dos corpos-de-prova nos gráficos de escala logarítmica seguem uma tendência linear com a diminuição da tensão, assim como apresentado por Brinson¹⁷ que relacionou os ensaios com a teoria R-W. No presente estudo, para os ensaios com corpos-de-prova de 90° e 60°, foram obtidas rupturas antes das 1000 h, respectivamente para valores iguais e maiores de 50% e 54% da σ_{rupt} . Novamente relacionando com a teoria R-W, que sugere a existência de um platô de tensão na qual abaixo deste a falha não ocorreria, as curvas não apresentaram a inclinação que indicaria a existência deste platô. Porém, há de se considerar que para tensões abaixo destes valores não ocorreu a ruptura dos corpos-de-prova durante o período de realização dos ensaios de fluência na temperatura de 70 °C.

TABELA 6.3 – Valores dos tempos e deformações na ruptura para corpos-de-prova orientados a 90° na temperatura de 70 °C.

	Corpo-de-prova	Tensão aplicada (MPa)	Tempo p/ ruptura (h)	Deformação (%)
1*	P0707 CP0890	39,9 MPa (74%)	0,59	0,51
2	P0707 CP0990	38,9 MPa (72%)	5,57	0,57
3	P0707 CP0290	31,3 MPa (58%)	10,50	0,44
4	P0807 CP0190	29,1 MPa (54%)	28,07	0,42
5	P0807 CP0290	27,0 MPa (50%)	511,02	0,42
6	P0907 CP0590	27,0 MPa (50%)	829,63	0,49

* Número identificador do ponto de ruptura do corpo-de-prova na FIG. 6.7.

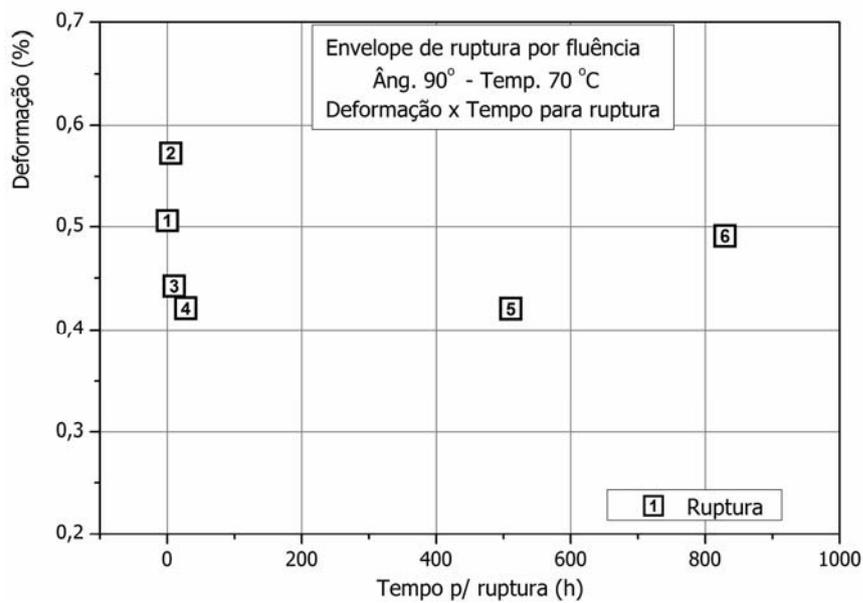
**Os valores entre parênteses representam a porcentagem da tensão aplicada em função da tensão de ruptura dos ensaios estáticos de tração ($\sigma_{rupt} = 54$ MPa).

TABELA 6.4 – Valores dos tempos e deformações na ruptura para os ensaios com corpos-de-prova a 60° na temperatura de 70 °C.

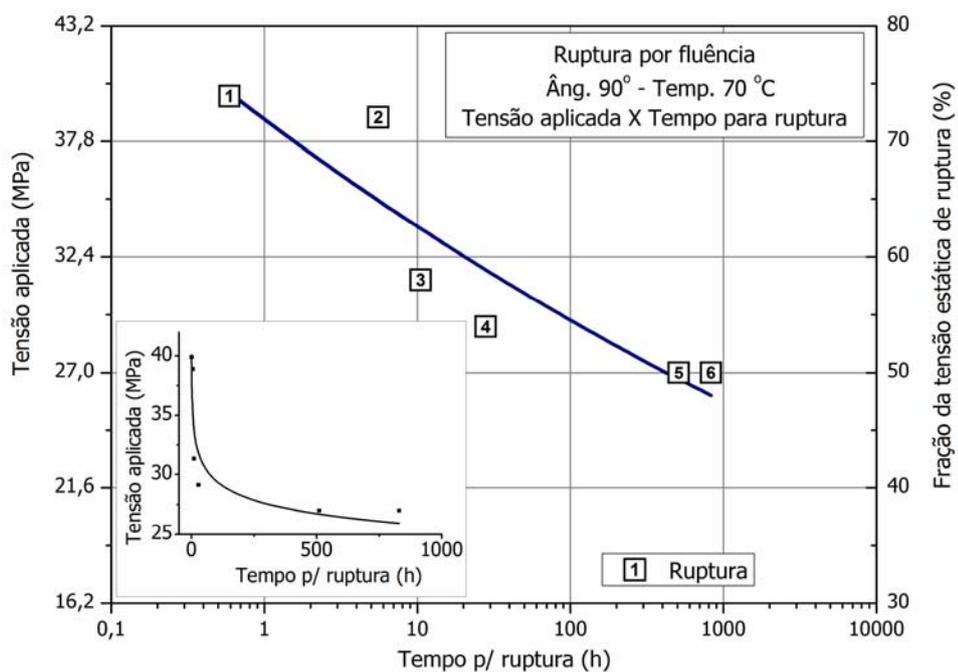
	Corpo-de-prova	Tensão aplicada (MPa)	Tempo p/ ruptura (h)	Deformação (%)
1*	P0707 CP0160	46,9 (68%)**	2,19	1,44
2	P0707 CP0260	44,3 (64%)	7,65	1,14
3	P0807 CP0160	42,2 (61,2%)	26,31	1,40
4	P0707 CP0460	37,3 (54%)	417,10	1,27

* Número identificador do ponto de ruptura do corpo-de-prova na FIG. 6.8.

**Os valores entre parênteses representam a porcentagem da tensão aplicada em função da tensão de ruptura dos ensaios estáticos de tração ($\sigma_{rupt} = 69$ MPa).

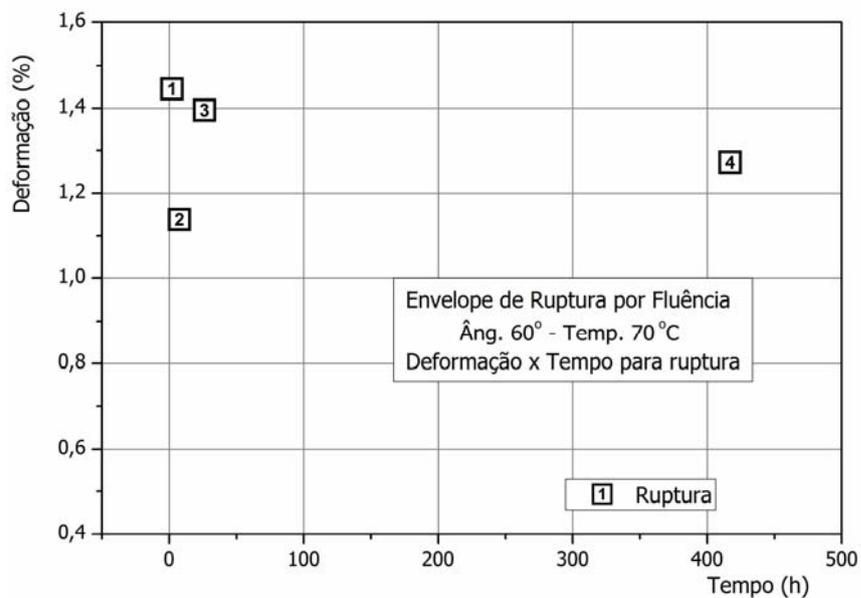


a)

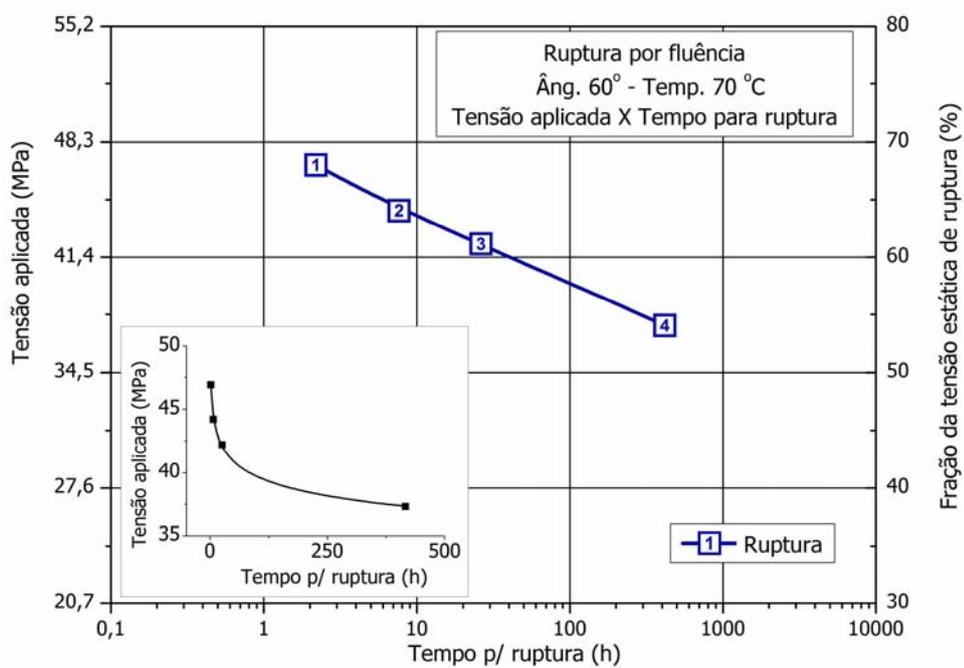


b)

FIGURA 6.7 – Ensaio de ruptura por fluência para corpos-de-prova a 90° na temperatura de 70 °C: a) Envelope de ruptura por fluência; b) Tempo para ruptura em função da tensão aplicada.



a)



b)

FIGURA 6.8 – Ensaios de ruptura por fluência para corpos-de-prova a 60° na temperatura de 70 °C: a) Envelope de ruptura por fluência; b) Tempo para a ruptura em função da tensão aplicada.

Os ensaios de ruptura à temperatura de 25 °C apresentaram dificuldade em virtude da variação dos resultados obtidos e pela indisponibilidade de tempo para ampliar a quantidade de ensaios realizados, tornando as apresentações gráficas dos compósitos a 90° e 60° pouco representativas, os quais foram apresentados na TAB. 6.5. Assim, foram realizados ensaios de fluência para o compósito a 90° sob tensão até 55% da σ_{rupt} sem a ocorrência de ruptura. Para o compósito a 60° sob carregamento a 77% da σ_{rupt} não apresentou ruptura durante as 1000 h de ensaio, embora em outro ensaio tenha ocorrido ruptura sob carregamento a 75% no tempo de 688,88 h.

Uma variação de resultados foi também constatada por Raghavan e Meshii¹⁰, que observaram uma dificuldade na realização de ensaios de ruptura por fluência em compósitos unidirecionais a 90° de carbono/epóxi pré-impregnados para as temperaturas abaixo de 100 °C quando comparados aos ensaios realizados em 130 e 160 °C em virtude de uma grande dispersão de resultados. Estes autores fazem citação ao trabalho de Wu e Ruhmann⁴⁶ os quais observaram que 50% dos corpos-de-prova fraturaram durante a aplicação do carregamento de fluência a níveis de tensão maiores que 50% da tensão estática de ruptura. Assim, consideram que por causa desta estatística de ruptura, para a realização de ensaios nestas temperaturas seria necessária a aplicação de carregamentos a níveis muito baixos, contudo ocasionaria um grande aumento no tempo para a ruptura tornando os ensaios muitas vezes inviáveis.

Pelos resultados dos ensaios de ruptura por fluência, pode-se constatar a influência da temperatura no comportamento dos compósitos, pois os corpos-de-prova, tanto o de 90° quanto o de 60°, apresentaram uma redução das tensões que provocaram ruptura antes das 1000 h, tanto para a fração da tensão estática de ruptura quanto em termos de tensões absolutas, quando se elevou a temperatura de 25 para 70 °C. Assim como, o aumento da temperatura ocasionou maiores valores de deformações na ruptura quando se compara os mesmos valores da fração da σ_{rupt} .

TABELA 6.5 – Valores dos tempos e deformações na ruptura para os ensaios com corpos-de-prova a 90° e 60° na temperatura de 25 °C.

Corpo-de-prova	Tensão aplicada (MPa)	Tempo p/ ruptura (h)	Deformação (%)
Ângulo 90° ($\sigma_{rupt} = 62,5$ MPa)			
1	P0308 CP0990	40,6 (65%)*	0,04
2	P0308 CP0390	39,0 (62,5%)	0,02
3	P0308 CP0190	37,5 (60%)	202,91
4	P0308 CP0290	36,0 (57,5%)	0,15
Ângulo 60° ($\sigma_{rupt} = 80,5$ MPa)			
1	P0308 CP0360	63,6 (79%)	74,05
2	P0308 CP0460	60,4 (75%)	688,88

* Os valores entre parênteses representam a porcentagem da tensão aplicada em função das tensões de ruptura dos ensaios estáticos de tração, $\sigma_{rupt} = 62,5$ MPa para 90° e $\sigma_{rupt} = 80,5$ MPa para 60°.

6.4. Fluência

6.4.1. Curvas de fluência

Os ensaios de fluência para o compósito orientado a 90° na temperatura de 70 °C foram realizados nas tensões de 13,5; 16,2; 18,9 e 21,6 MPa, que correspondem respectivamente a 25, 30, 35 e 40% da σ_{rupt} . As curvas de deformação versus tempo são mostradas na FIG. 6.9, as quais representam os resultados obtidos diretamente da leitura dos extensômetros. Dois ensaios adicionais na tensão de 27,0 MPa a 50% σ_{rupt} também são apresentados na figura, porém estes corpos-de-prova romperam antes do tempo programado de ensaio, os quais foram utilizados para comparação na análise dos resultados de flexibilidade.

Pela análise das curvas, observa-se uma diminuição da deformação na fase inicial do carregamento para os quatro menores valores de tensões aplicadas. Este comportamento pode ser explicado como resultado do envelhecimento térmico que ocorre na matriz, o qual foi comprovado por meio dos

ensaios pelo método da curva de pré-calibração com o uso de corpos-de-prova *dummy*, onde é monitorada a deformação nas mesmas condições de temperatura e tempo do ensaio de fluência, porém sem a aplicação de carregamento e por uma aquisição de dados própria. Nos dois ensaios sob tensão de 50% da σ_{rupt} não foi observada a contração inicial, que podem ter sido compensadas pela maior deformação ocorrida a esta tensão.

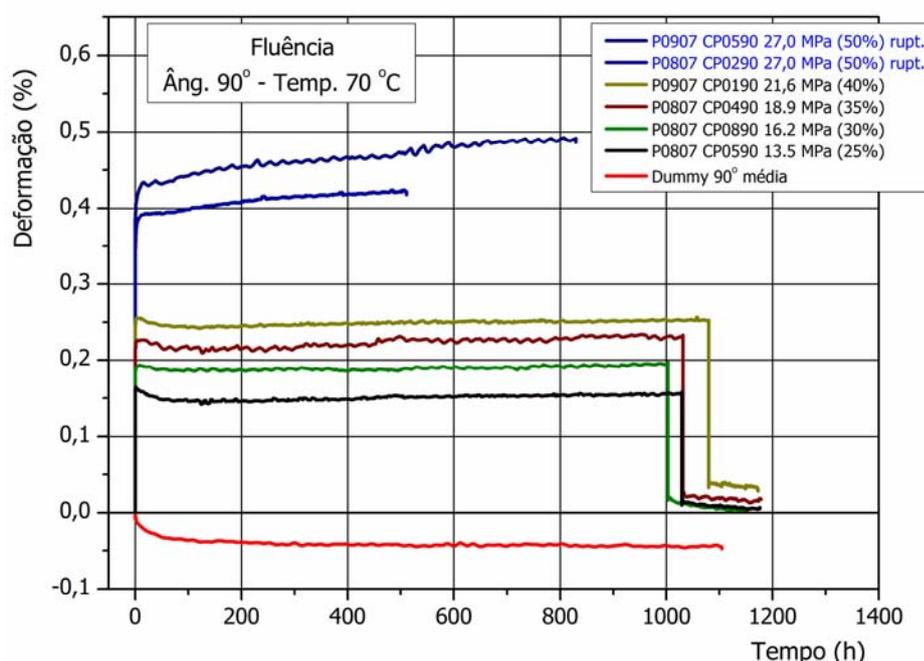


FIGURA 6.9 – Ensaios de fluência e ruptura para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

Foram realizados ensaios com dois corpos-de-prova *dummy*, com os resultados mostrados na FIG. 6.10. Observa-se inicialmente uma redução da deformação com altas taxas de variação, seguida de uma diminuição contínua até a estabilização em aproximadamente 300 horas. Com as curvas dos *dummy* determinadas, foi feita a subtração dos valores médios das deformações nas curvas de fluência mostradas na FIG. 6.9 e os resultados destas subtrações são apresentados na FIG. 6.11. Como consequência, as curvas de 25 a 40% da σ_{rupt} tiveram sua inclinação invertida, apresentando um comportamento típico das curvas de fluência para materiais poliméricos, com aumento da deformação a taxas de variação continuamente decrescentes.

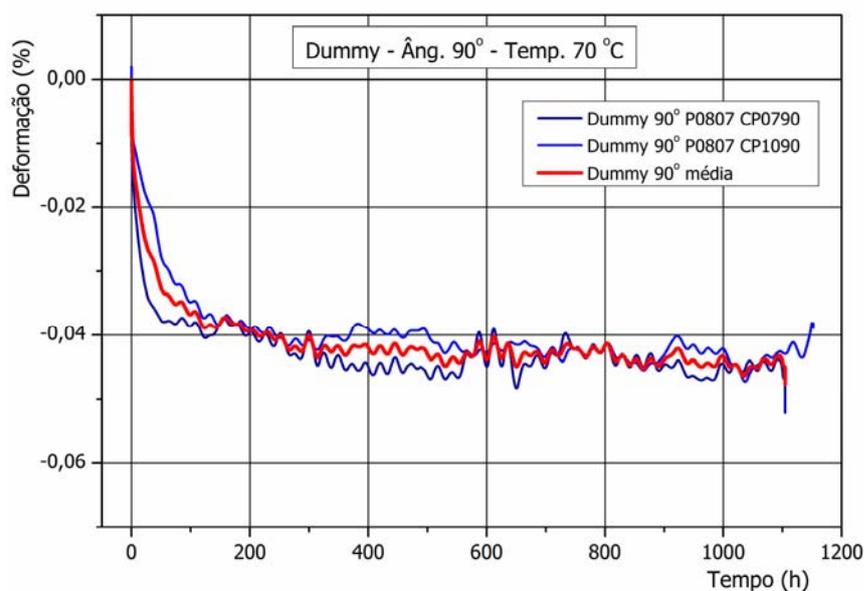


FIGURA 6.10 – Deformação no tempo para corpos-de-prova *dummy* a 90° e temperatura de 70 °C sem a aplicação de carregamento.

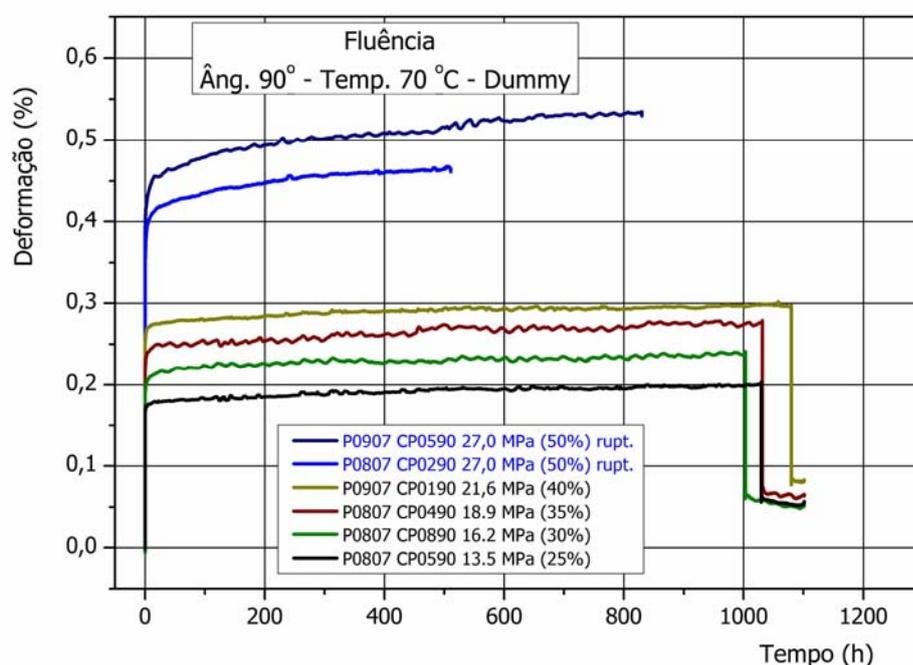


FIGURA 6.11 – Ensaio de fluência e ruptura com curvas modificadas pelos valores das deformações médias dos *dummy* para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

Os ensaios de fluência para o compósito orientado a 60° na temperatura de 70 °C foram realizados nas tensões de 20,7; 24,2; 27,6 e 34,5 MPa, que correspondem respectivamente a 30, 35, 40 e 50% da σ_{rupt} e os

resultados apresentados pelas curvas mostradas na FIG. 6.12. Nestes gráficos foram inseridos também dois ensaios que apresentaram ruptura nas tensões de 37,3 e 42,2 MPa, que correspondem respectivamente a 54 e 61,2% da σ_{rupt} , os quais foram utilizados para comparação na análise dos resultados de flexibilidade. As curvas da figura representam os resultados obtidos diretamente da leitura dos extensômetros. Nestes ensaios, não foi observada uma diminuição das deformações após a aplicação do carregamento, como nos exemplares a 90°, em razão dos maiores níveis de deformações viscoelásticas.

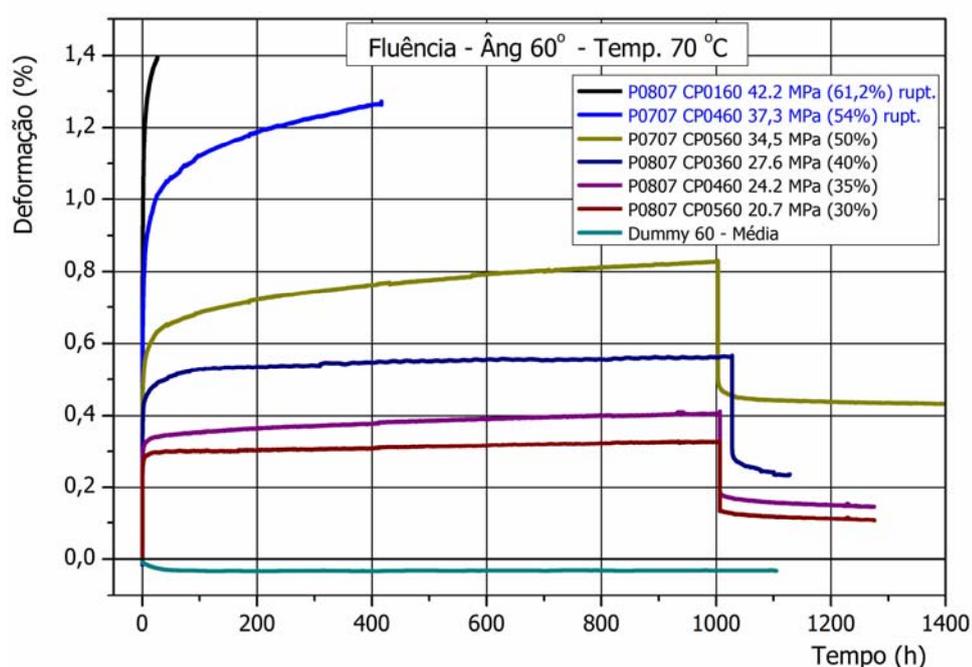


FIGURA 6.12 – Ensaio de fluência e ruptura para corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.

Para este compósito na temperatura de 70 °C, também foram realizados ensaios de envelhecimento térmico, com os resultados mostrados na FIG. 6.13. Comparados com os corpos-de-prova *dummy* de 90°, ocorreu uma maior dispersão entre os ensaios, a qual pode ser relacionada a utilização de exemplares retirados de diferentes placas de compósito, mas houve uma semelhança no comportamento, com a estabilização da deformação em aproximadamente 200 horas, embora ocorrendo num menor tempo que a 90°. Realizada a subtração dos valores médios de deformação dos dois ensaios de *dummy* nas curvas de fluência, foram obtidas as curvas mostradas na FIG. 6.14,

que apresentaram um comportamento típico das curvas de fluência para materiais poliméricos.

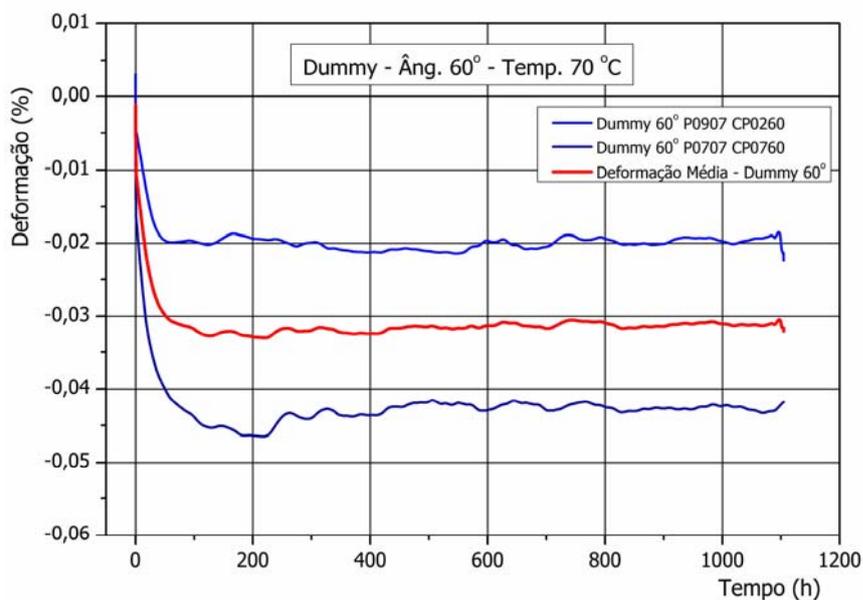


FIGURA 6.13 – Deformação no tempo para corpos-de-prova *dummy* a 60° e temperatura de 70 °C sem a aplicação de carregamento.

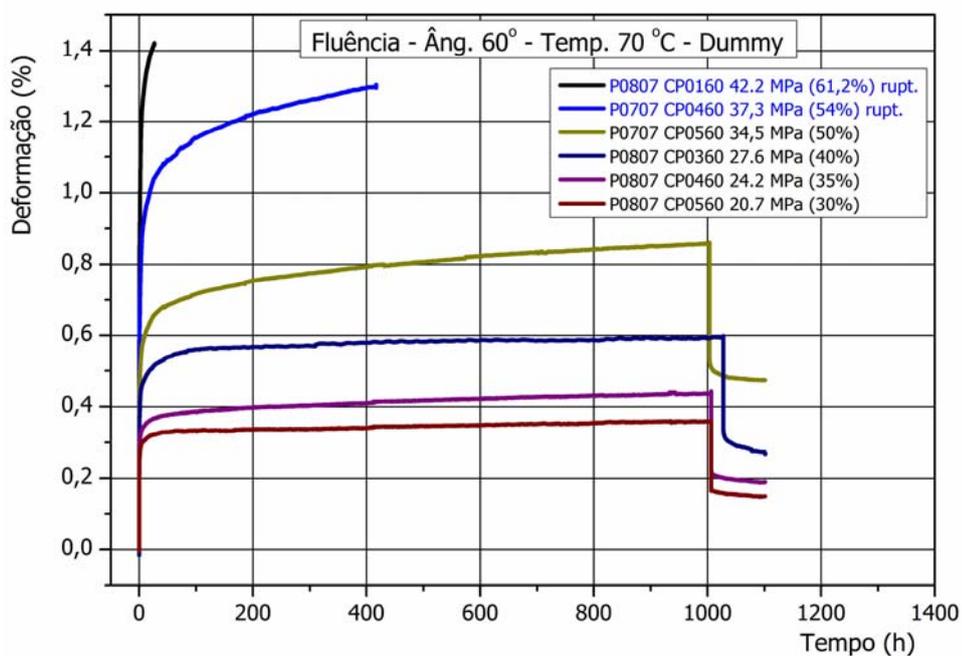


FIGURA 6.14 – Ensaio de fluência e ruptura com curvas modificadas com valores das deformações médias dos corpos-de-prova *dummy* para os compósitos a 60° e temperatura de 70 °C.

Os ensaios de fluência para o compósito orientado à 90° na temperatura de 25 °C foram realizados nas tensões de 18,7; 25,0; 31,2; 34,4 e 35,9 MPa, que correspondem respectivamente a 30, 40, 50, 55 e 57,5% da σ_{rupt} (62,5 MPa), além de um ensaio com 37,5 MPa (60% da σ_{rupt}) que apresentou ruptura, para comparação na análise dos resultados de flexibilidade. As curvas dos ensaios são mostradas na FIG. 6.15, as quais representam os resultados obtidos diretamente da leitura dos extensômetros.

Nestes ensaios, atribuída a ausência de temperatura elevada, não foi observada uma diminuição da deformação após a aplicação do carregamento relacionada ao envelhecimento térmico da matriz, como ocorreu nos ensaios a 90° e temperatura de 70 °C. Apesar disso, foi anteriormente realizado um ensaio pelo método da curva de pré-calibração com corpo-de-prova *dummy* na temperatura de 25 °C durante 1100 h, não tendo sido observado qualquer alteração dimensional durante este período, não ocorrendo, portanto, envelhecimento térmico a temperatura de 25 °C. Considerando-se este comportamento, julgou-se desnecessário realizar este tipo de ensaio para o compósito a 60° nesta temperatura.

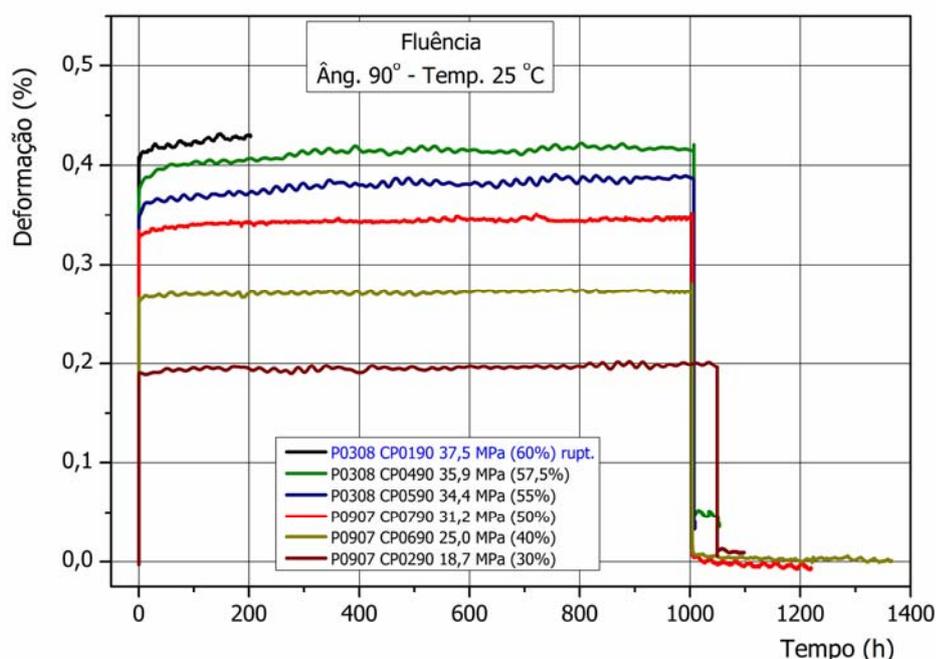


FIGURA 6.15 – Ensaio de fluência e ruptura para corpos-de-prova à 90° e temperatura de 25 °C.

Os ensaios de fluência para o compósito orientado a 60° na temperatura de 25 °C foram realizados nas tensões de 20,1; 24,2; 32,2; 40,2; 44,4; 48,3; 52,4 e 62,0 MPa que correspondem respectivamente a 25, 30, 40, 50, 55, 60, 65 e 77% da σ_{rupt} (80,5 MPa), além de dois ensaios com 60,4 e 63,6 MPa, que correspondem respectivamente as tensões de 75 e 79% da σ_{rupt} , que apresentaram ruptura. As curvas dos ensaios são mostradas na FIG. 6.16 as quais representam os resultados obtidos diretamente da leitura dos extensômetros e apresentam uma forma típica da fluência para compósitos poliméricos.

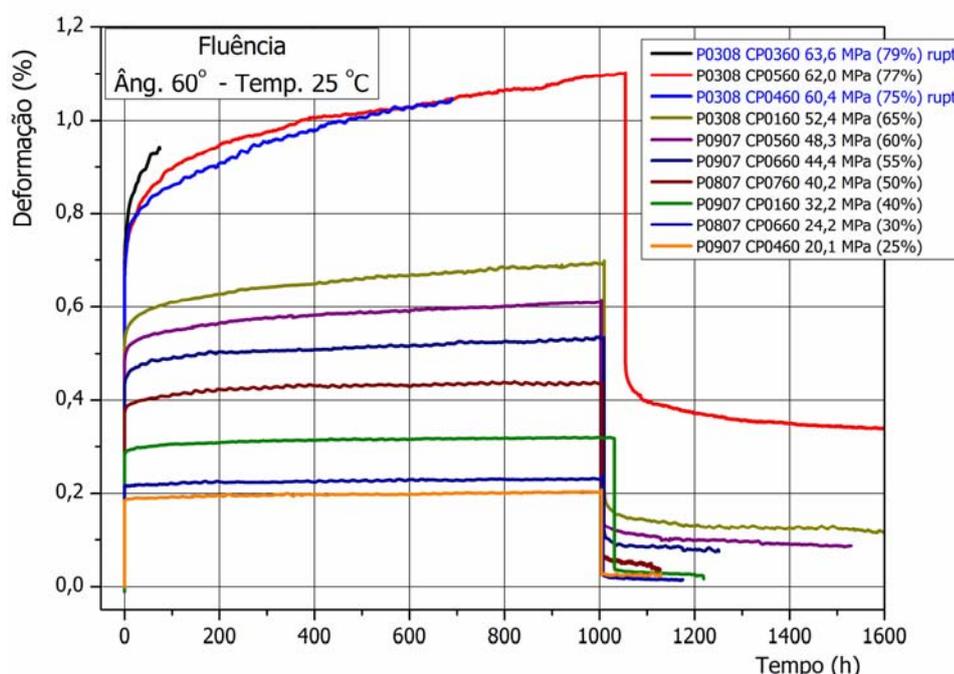


FIGURA 6.16 – Ensaios de fluência e ruptura para corpos-de-prova a 60° na temperatura de 25 °C.

Nos ensaios foi observada uma deformação dependente do tempo em resposta ao carregamento aplicado, com maiores valores da deformação com o aumento da tensão e da temperatura, taxas de variação (velocidade de crescimento) da deformação decrescente com o tempo e a ausência do terceiro estágio da fluência com uma taxa de variação da deformação crescente.

Finalizado o tempo programado para os ensaios de fluência e realizado o descarregamento, as curvas apresentaram os valores das recuperações elásticas instantâneas próximos daqueles obtidos no momento do carregamento, chamada de deformação elástica instantânea², a qual é reversível e desaparece

com a retirada do carregamento, conforme pode ser verificado na TAB. 6.6 com a comparação entre as colunas “Deformação no carregamento” e “Deformação no descarregamento - diferença”. Na segunda coluna são apresentados os valores da deformação elástica instantânea (ε_{0c}) que ocorre no momento da aplicação do carregamento, no instante $t = t_0$, e na última a recuperação elástica instantânea (ε_{0r}), calculada pela subtração das deformações antes ($\varepsilon_c(t)$) e após ($\varepsilon_r(t)$) o descarregamento, no instante $t = t_a$, conforme ilustração na FIG. 3.6. Um exemplo da obtenção destes valores é mostrado na FIG. 6.17 para o ensaio sob tensão de 35% da σ_{rupt} para o corpo-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

Atribui-se esta proximidade entre as deformações elásticas instantâneas e as recuperações elásticas instantâneas no comportamento linear em razão da ausência de danos e de crescimento de trincas. Para o comportamento não linear ocorreriam menores valores para a recuperação elástica instantânea², o qual pode estar relacionado ao dano, crescimento de trincas e escoamento. Entretanto foi observada a similaridade de valores para o não linear ou, de outro modo, não pode ser determinada com precisão em virtude da pequena ordem de grandeza da variação.

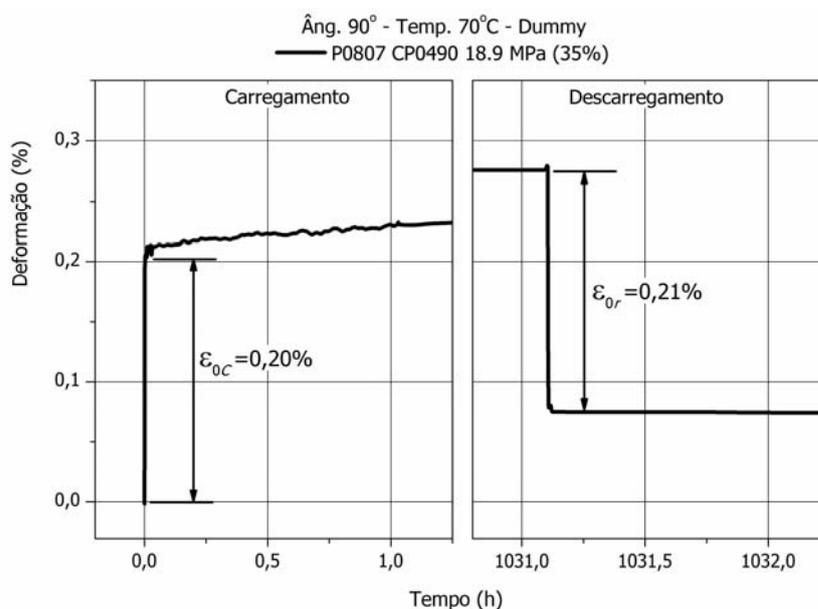


FIGURA 6.17 – Valores das deformações no carregamento ε_{0c} e descarregamento ε_{0r} do corpo-de-prova a 90°, temperatura de 70 °C e carregado a 35% da σ_{rupt} .

TABELA 6.6 – Comparação entre os valores das deformações instantâneas nos carregamentos e descarregamentos.

Tensão aplicada (MPa)	Deformação no carregamento (%) ε_{0c}	Deformação no descarregamento $t = t_d$ (%)		
		antes $\varepsilon_c(t)$	após $\varepsilon_r(t)$	diferença ε_{0r}
Ângulo 90° - Temperatura 70 °C				
21,6 (40%)	0,24	0,29	0,03	0,26
18,9 (35%)	0,20	0,28	0,07	0,21
16,2 (30%)	0,17	0,24	0,07	0,17
13,5 (25%)	0,16	0,20	0,06	0,14
Ângulo 60° - Temperatura 70 °C				
34,5 (50%)	0,35	0,86	0,54	0,32
27,6 (40%)	0,26	0,60	0,34	0,26
24,2 (35%)	0,23	0,44	0,22	0,22
20,7 (30%)	0,20	0,36	0,17	0,19
Ângulo 90° - Temperatura 25 °C				
35,9 (57,5%)	0,36	0,42	0,05	0,37
34,4 (55%)	0,34	0,38	0,05	0,33
31,2 (50%)	0,32	0,35	0,02	0,33
25,0 (40%)	0,25	0,28	0,02	0,26
18,7 (30%)	0,18	0,20	0,01	0,19
Ângulo 60° - Temperatura 25 °C				
62,0 (77%)	0,58	1,10	0,52	0,58
52,4 (65%)	0,47	0,70	0,22	0,48
48,3 (60%)	0,46	0,61	0,16	0,45
44,4 (55%)	0,41	0,53	0,12	0,41
40,2 (50%)	0,36	0,44	0,09	0,35
32,2 (40%)	0,28	0,32	0,05	0,27
24,2 (30%)	0,21	0,24	0,03	0,21
20,1 (25%)	0,18	0,21	0,02	0,19

Nota: Os valores para os corpos-de-prova na temperatura de 70 °C estão modificados pelos valores dos ensaios com *dummy*.

Em sequência a recuperação elástica instantânea, em todos os ensaios de fluência realizados foi verificada uma deformação residual, no instante $t = t_a$ após o descarregamento e mostrada na TAB. 6.6 pelos valores da coluna $\varepsilon_r(t)$, acompanhada pela recuperação viscoelástica retardada. Nos ensaios a 70 °C foram consideradas as subtrações dos valores dos *dummy*.

Nos ensaios realizados a 25 °C nas frações da σ_{rupt} de 30, 40 e 50% para os compósitos a 90° e nas frações de 25, 30 e 40% para os compósitos a 60° foi verificado que os valores das deformações dependentes do tempo durante a recuperação ($\varepsilon_r(t)$) no fim do monitoramento dos ensaios, aproximadamente 1200 h, foram próximos a zero ou mesmo sem deformação, as quais demonstraram uma completa recuperação viscoelástica retardada. Vale relatar, que as tensões em que estes ensaios foram realizados encontravam-se no regime linear, como apresentado na subseção 6.4.2.

Para os ensaios não relacionados no parágrafo anterior a completa recuperação viscoelástica retardada não foi observada. Entretanto, estes valores não puderam ser conclusivos em virtude do pouco tempo passado sob monitoramento para alguns ensaios. Por isto, seria impreciso afirmar que o material apresentou uma deformação viscoplástica residual, a qual representa uma deformação irreversível.

Para uma verificação da ocorrência da deformação viscoplástica, o ensaio a 50% da σ_{rupt} do compósito a 60° e 70 °C, mostrado na FIG. 6.18, foi mantido sob monitoramento até próximo a 2000 h, tendo permanecido com uma deformação residual, mas apresentando uma recuperação viscoelástica, mesmo a menores taxas quando comparadas com aquelas durante a fluência, ou seja, uma deformação de recuperação mais lenta que a deformação sob carregamento. Isto demonstra a necessidade de um maior tempo para uma completa recuperação em relação ao tempo sob fluência e conseqüente obtenção do valor da deformação viscoplástica residual.

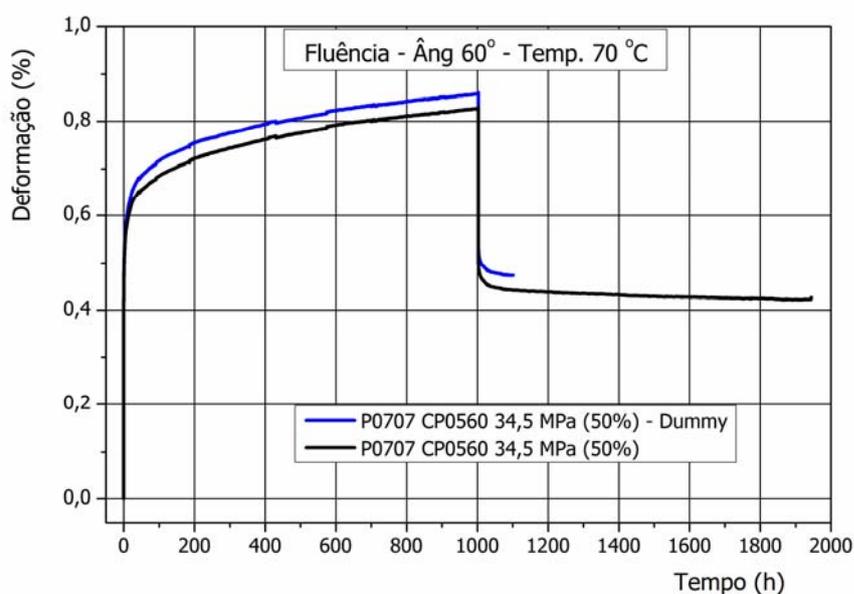


FIGURA 6.18 – Ensaio de fluência de corpo-de-prova a 60° e temperatura de 70°C carregado a 50% da σ_{rupt} , modificado e não modificado pelos valores dos *dummy*.

Foi feita uma comparação entre temperaturas com relação aos valores das deformações, mostradas na TAB. 6.6. Para um mesmo ângulo de orientação das fibras, pode-se verificar uma dependência do comportamento em fluência com o aumento da temperatura, considerando tensões absolutas da mesma ordem de grandeza. Nota-se que ocorreu um aumento das deformações dependentes do tempo, viscoelástica. Como exemplo, para o compósito a 60° e tensão aplicada de 24,2 MPa, a deformação elástica instantânea após o carregamento (ε_{0c}) apresentou valores aproximadamente idênticos nas temperaturas de 25 e 70°C , respectivamente 0,21% e 0,23%. Contudo, para a deformação viscoelástica no instante antes do descarregamento ($\varepsilon_c(t)$) foram respectivamente de 0,24% e 0,44%.

Para ampliar a interpretação da TAB. 6.6 quanto à influência da temperatura no desempenho do material foi feita uma comparação das deformações elásticas instantâneas e viscoelásticas considerando as mesmas frações da σ_{rupt} .

Como exemplo, para o compósito a 60° com a fração de 30% da σ_{rupt} , a ε_{0c} apresentou novamente valores aproximadamente idênticos nas

temperaturas de 25 e 70 °C, respectivamente 0,21% e 0,20%, que correspondem às tensões de 24,2 MPa e 20,7 MPa. Entretanto, as deformações viscoelásticas $\varepsilon_c(t)$, nas mesmas temperaturas, foram respectivamente 0,24% e 0,36%.

Para o compósito a 90° as variações destas deformações analisadas não foram significativas, como a que ocorreu para a fração de 40% da σ_{rupt} em que os valores foram aproximadamente idênticos. Para ε_{0c} na temperatura de 25 °C e tensão de 25,0 MPa a deformação foi de 0,25% enquanto que para 70 °C e tensão de 21,6 MPa foi 0,24%. Para $\varepsilon_c(t)$ na temperatura de 25 °C a deformação foi de 0,28% enquanto que para 70 °C foi de 0,29%.

Para esta análise considerando as mesmas frações da σ_{rupt} , a temperatura foi pouco representativa para a deformação elástica, entretanto, influenciou a deformação dependente do tempo somente para a orientação a 60°, a qual demonstra a necessidade de ser considerada quando da utilização prática deste compósito.

6.4.2. Curvas isócronas

A determinação da tensão limite em que o comportamento linear ocorre pode ser determinado pela representação gráfica chamada de curvas isócronas. Estas curvas foram plotadas a partir dos valores da deformação em tempos iguais a vários níveis de tensão dos ensaios de fluência. Assim, pela interpretação do gráfico, o comportamento pode ser assumido linear no trecho reto em que existe proporcionalidade entre tensão e deformação, enquanto que para a não linearidade este comportamento não ocorre.

Nas FIG. 6.19 e 6.20 são mostradas as curvas isócronas do compósito a 90° e temperatura de 70 °C respectivamente com valores da leitura direta dos extensômetros e aquelas em que foram subtraídas as deformações pelo envelhecimento térmico. Cada curva do gráfico representa o valor da deformação num tempo fixo de ensaio, por exemplo, a 1 h, correspondente às frações da tensão mostradas nos gráficos de fluência, os quais estão inclusos os dois ensaios sob tensão de 27,0 MPa (50% da σ_{rupt}), que mesmo apresentando ruptura antes de 1000 h foram utilizados para verificação do comportamento acima de 40% da σ_{rupt} .

Há evidência de que até a tensão de 40% da σ_{rupt} o material apresenta comportamento linear, como pode ser verificado pela curva de aproximação linear, FIG. 6.20, que representa o crescimento da deformação linearmente. Acima deste valor observa-se a inclinação das curvas isócronas que demonstra uma alteração do comportamento para não linear. Portanto a transição entre o comportamento linear para o não linear parece ocorrer para tensões entre 40 e 50% da σ_{rupt} .

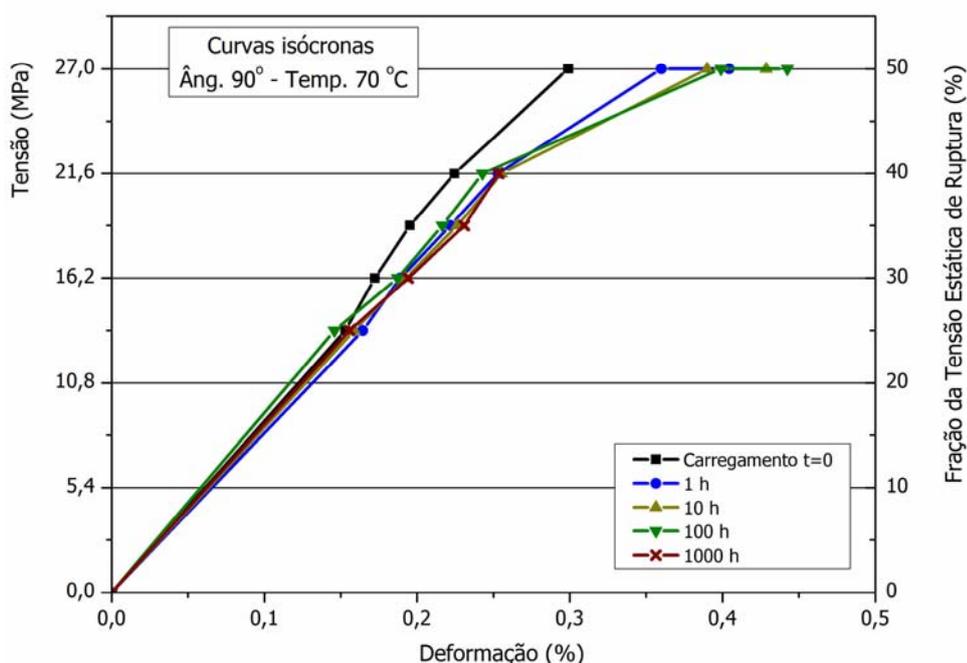


FIGURA 6.19 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

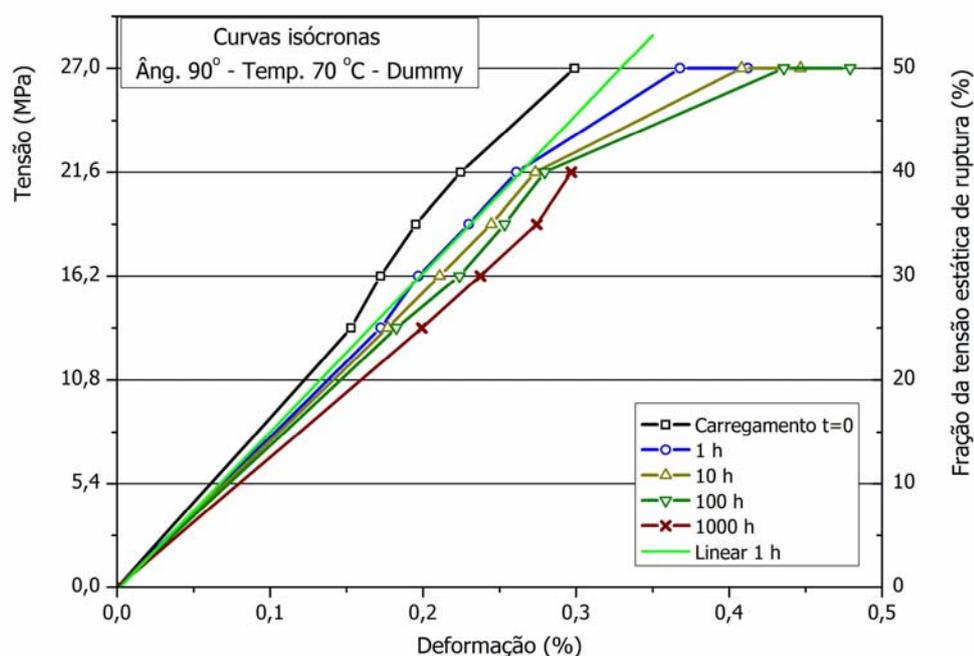


FIGURA 6.20 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência modificadas com valores do *dummy* para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

Nas FIG. 6.21 e 6.22 são mostradas as curvas isócronas do compósito a 60° e temperatura de 70 °C com valores, respectivamente, da leitura direta dos extensômetros e subtraída a deformação causada pelo envelhecimento térmico, inclusos os valores do ensaio a tensão de 37,3 MPa (54% σ_{rupt}) que apresentou ruptura. Pode ser verificado pela curva de aproximação linear, no instante a 1 h, houve um comportamento linear até 35% da σ_{rupt} , reduzindo para 30% da σ_{rupt} considerando a deformação dependente do tempo, pelas curvas a partir de 100 h. Deste modo, na temperatura de 70 °C, o comportamento não linear para o compósito *off-axis* com ângulo de 60° inicia-se com as frações de tensões um pouco mais baixas que aquelas a 90°.

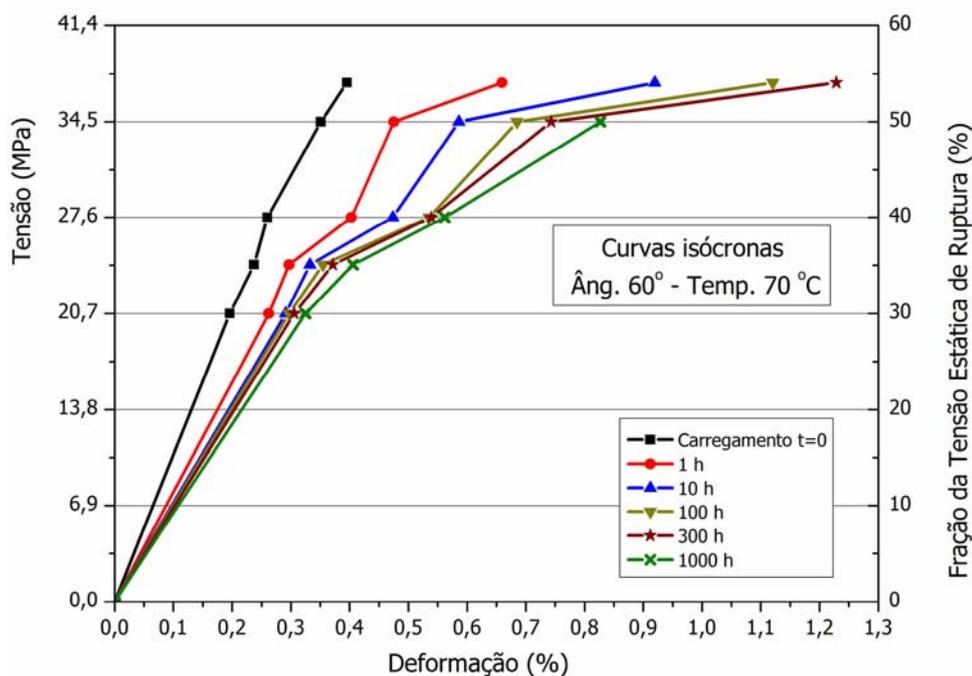


FIGURA 6.21 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.

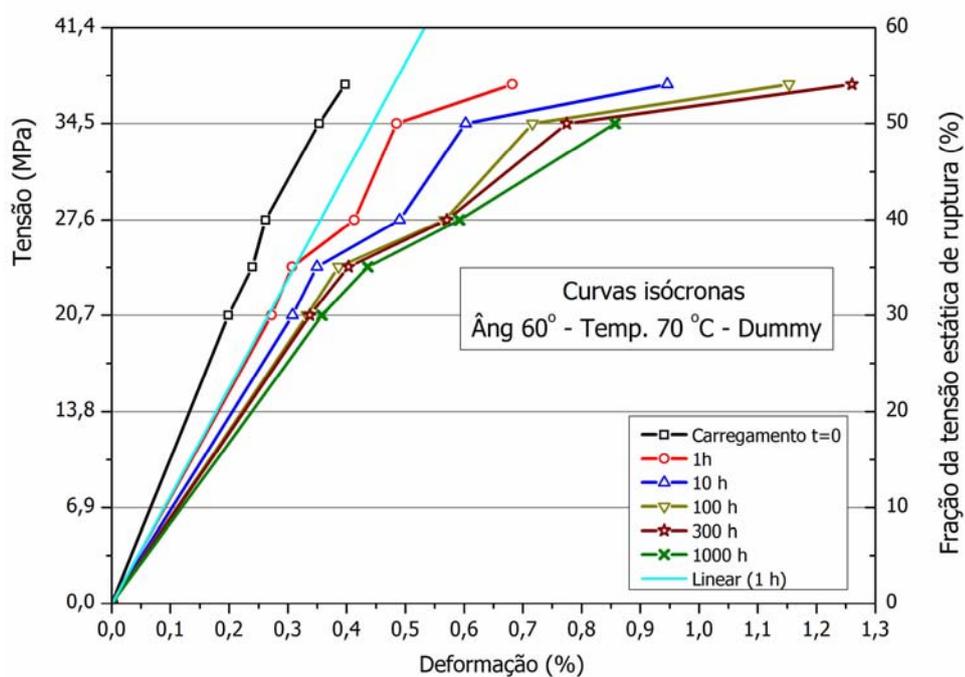


FIGURA 6.22 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência modificadas com valores das deformações do corpo-de-prova *dummy* para compósitos a 60° e temperatura de 70 °C.

A alteração do comportamento de linear para não linear não foi modificado com a subtração dos valores das deformações pelo envelhecimento térmico para as duas orientações de fibra a 70 °C. Comparando-se as curvas isócronas do compósito a 90°, FIG. 6.19 com a 6.20, ocorreu a separação e afastamento das curvas, como seria esperado para materiais viscoelásticos, em razão da modificação das formas de algumas das curvas de fluência. Para o compósito a 60°, FIG. 6.21 com a 6.22, houve somente o aumento das deformações em valores absolutos sem a alteração do arranjo das curvas.

Na FIG. 6.23 são mostradas as curvas isócronas do compósito a 90° e temperatura de 25 °C com valores da leitura direta pelos extensômetros, inclusos os valores do ensaio a tensão de 37,5 MPa (60% σ_{rupt}) que apresentou ruptura. Observa-se um comportamento linear até a tensão 57,5% da σ_{rupt} , verificada pela análise da curva de aproximação linear das deformações em 1 h. O comportamento não linear pode ser considerado como tendo ocorrido somente em uma estreita faixa acima de 57,5% da σ_{rupt} , pois com a tensão de 60% da σ_{rupt} o material apresentou ruptura por fluência em 202,91 h.

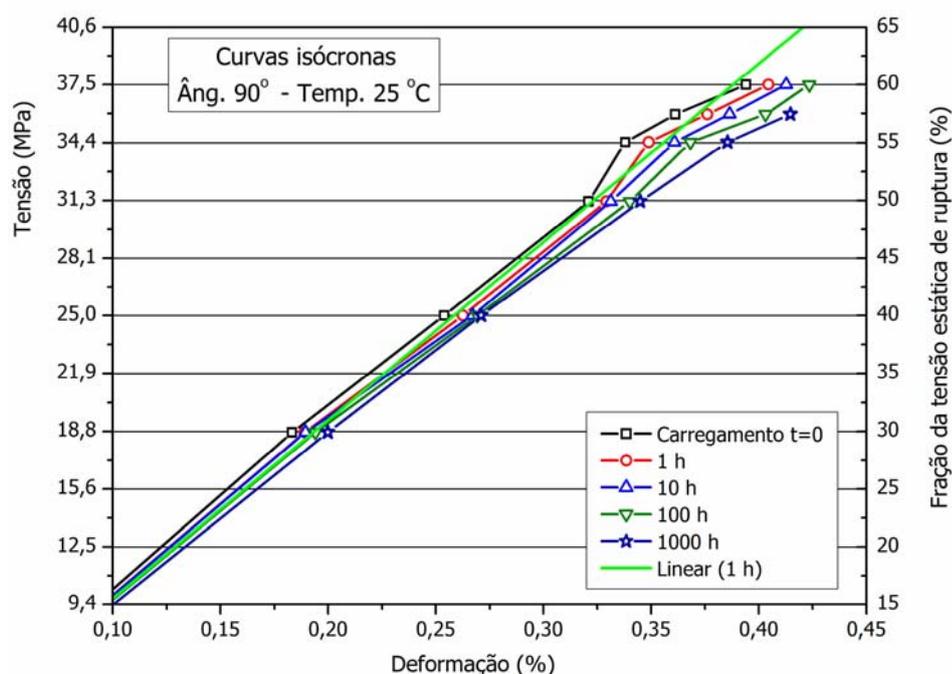


FIGURA 6.23 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25 °C.

Na FIG. 6.24 são mostradas as curvas isócronas do compósito a 60° e temperatura de 25 °C, com a ocorrência do comportamento não linear acima de 40% da σ_{rupt} , verificada pela análise da curva de aproximação linear obtida das deformações em 1 h. Nestas curvas estão mostrados os valores relativos aos ensaios nas tensões de 60,4 e 63,6 MPa, respectivamente 75% e 79% da σ_{rupt} , mesmo estes tendo apresentado ruptura em 688,88 e 74,05 h, respectivamente.

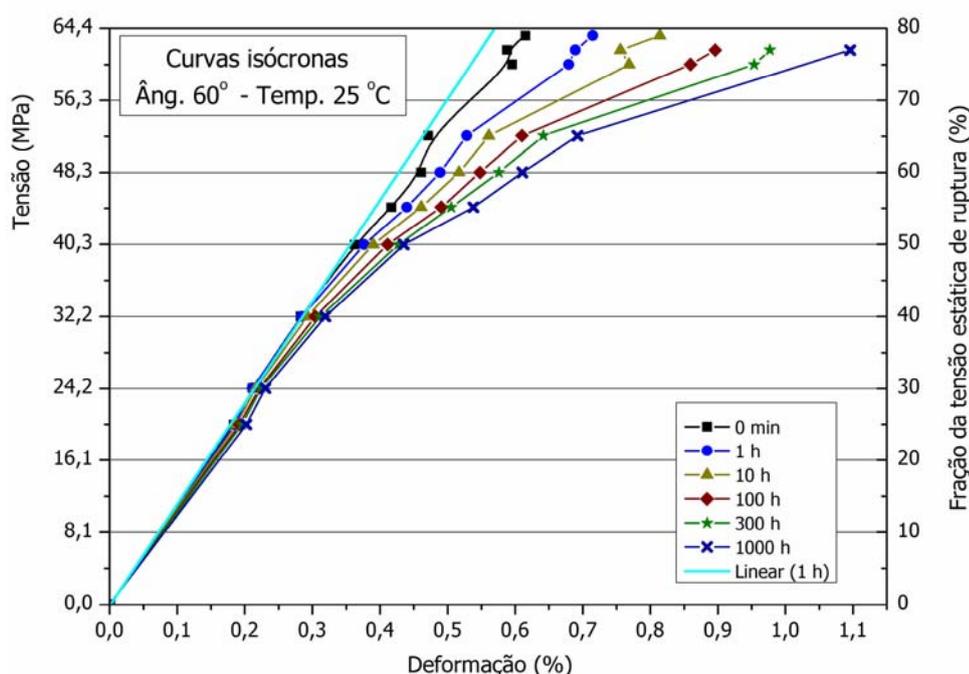


FIGURA 6.24 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência para corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.

Com as curvas isócronas, pôde-se novamente constatar que o aumento da temperatura influenciou no comportamento dos compósitos estudados reduzindo os valores das tensões da transição do comportamento linear para não linear, quando se considera compósitos com a mesma orientação, tanto com relação às tensões absolutas quanto em relação à fração da tensão estática de ruptura σ_{rupt} .

Para os compósitos a 90° e temperatura de 25 °C a transição ocorreu para valores de tensão acima de 34,4 MPa, 55% da σ_{rupt} , enquanto que na temperatura de 70 °C a transição ocorreu acima de 21,6 MPa, 40% da σ_{rupt} . Para os compósitos a 60°, para as mesmas temperaturas, as transições ocorreram

respectivamente para tensões superiores a 32,2 MPa, 40% da σ_{rupt} , e para aproximadamente 24,15 MPa, 35% da σ_{rupt} .

6.4.3. Flexibilidade à fluência

Outra análise considerada foi a determinação da flexibilidade à fluência transitória em tração, calculada pela relação entre a deformação ao longo do tempo e a tensão aplicada no ensaio de fluência, conforme a EQ. (3.2) e mostradas nas FIG. 6.25 e 6.26 para os compósitos a 90° nas temperaturas de 70 e 25 °C e nas FIG. 6.27 e 6.28 para os compósitos a 60° a 70 e 25 °C. Ainda, os gráficos dos ensaios a 70 °C foram modificados pelos valores dos ensaios com corpos-de-prova *dummy*.

Para permitir uma melhor comparação dos valores entre as temperaturas, num mesmo ângulo de orientação do reforço, os gráficos apresentam escalas iguais no eixo das ordenadas, que indicam a flexibilidade à fluência. Acrescenta-se que nos gráficos assinalados, estão indicados os respectivos valores da flexibilidade estática, obtidos pelos ensaios estáticos de tração, relacionados na TAB. 6.2. Os resultados permitiram analisar o comportamento da flexibilidade à fluência com relação a importantes parâmetros com relação ao tempo, temperatura, tensão aplicada e orientação da fibra.

Primeiramente, verificou-se uma tendência de crescimento da flexibilidade a fluência no decorrer do tempo para todas as condições de ensaio, ocorrendo variações mais acentuadas para os ensaios a temperatura de 70 °C, demonstrando uma dependência desta propriedade com a temperatura.

Com relação à tensão aplicada, de modo que, obteve-se uma relação direta entre elas, com o aumento da flexibilidade à fluência ao longo do tempo com maiores valores de tensão. Isto foi verificado notadamente para a maioria das curvas, com as poucas exceções ocorrendo no regime linear em razão do agrupamento entre as curvas.

Conforme relatado por Ahci e Talreja³⁷, as curvas de flexibilidade à fluência no regime linear foram próximas umas das outras e poderiam ser coincidentes caso não houvesse a ocorrência de trincas no material estudado. As curvas obtidas no presente estudo demonstram uma proximidade e agrupamento entre elas durante o regime linear, com a separação e distanciamento das curvas

quando da passagem para o regime não linear, que apresenta concordância com o relatado pelos autores citados. Este comportamento pôde ser verificado nas curvas para o compósito a 90° na temperatura de 70 °C de 25 a 40% da σ_{rupt} e para 25 °C de 30 a 55% da σ_{rupt} e nas curvas para o compósito a 60° e 70 °C de 30 e 35% da σ_{rupt} e para a 25 °C de 20 a 40% da σ_{rupt} .

Para o ângulo de orientação da fibra, as maiores variações da flexibilidade à fluência ocorreram para os corpos-de-prova a 60°, com os maiores aumentos durante o tempo de ensaio comparado com aquele do instante após a aplicação do carregamento.

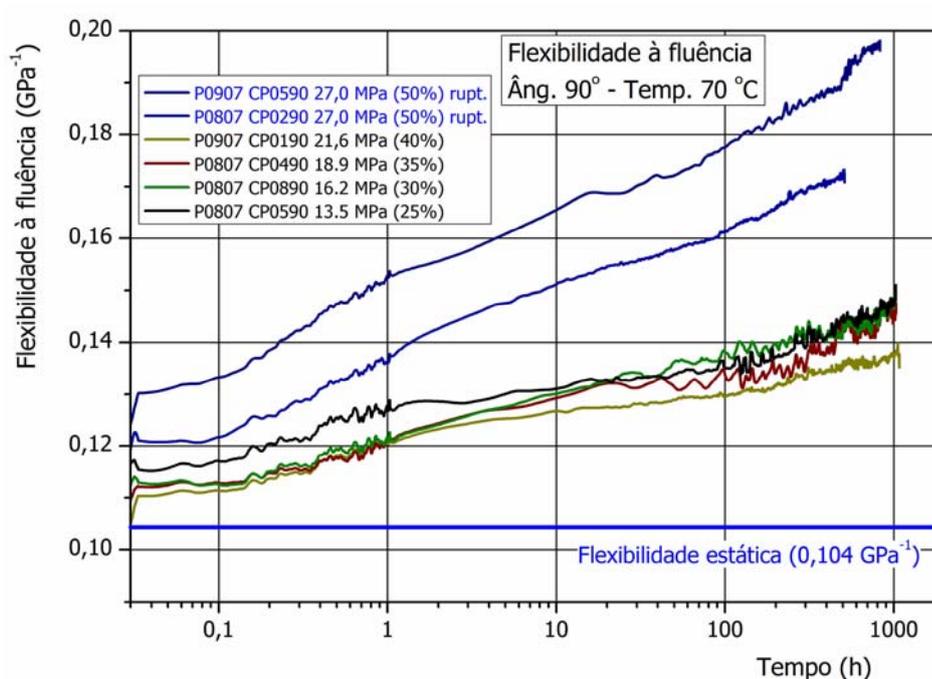


FIGURA 6.25 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

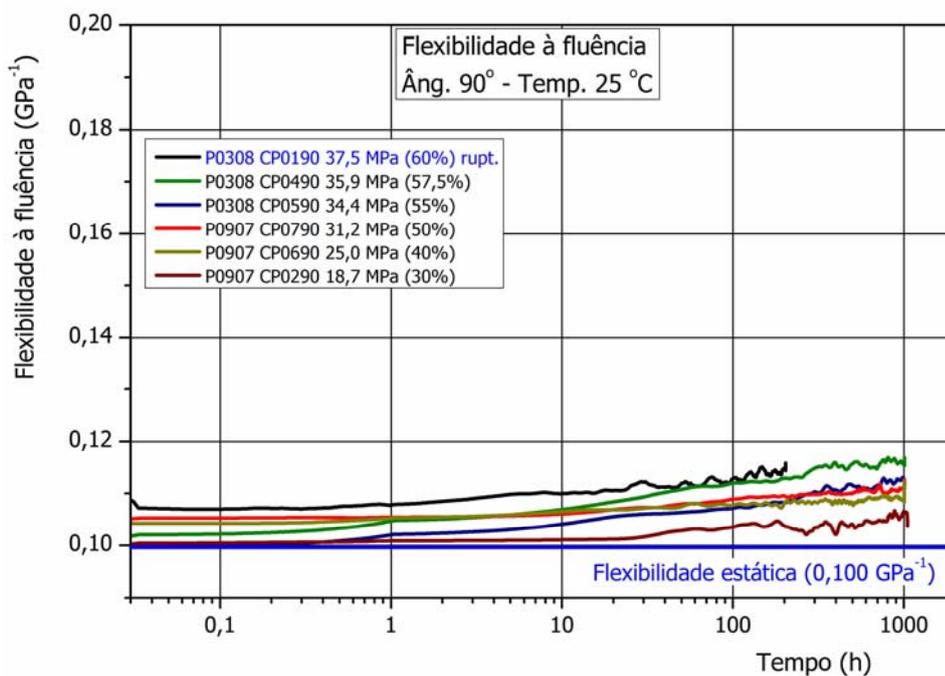


FIGURA 6.26 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25 °C.

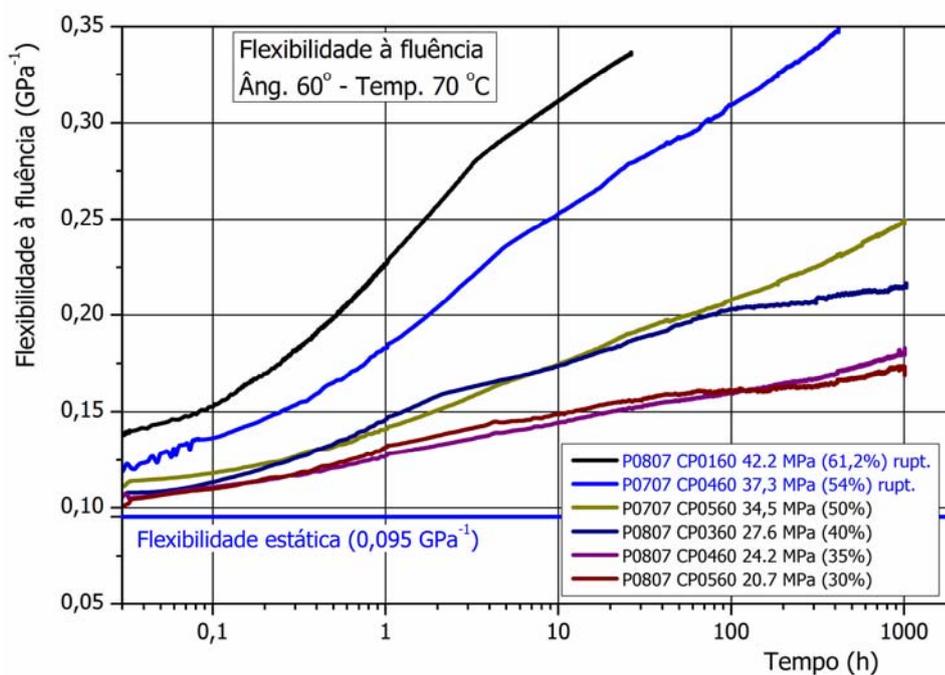


FIGURA 6.27 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.

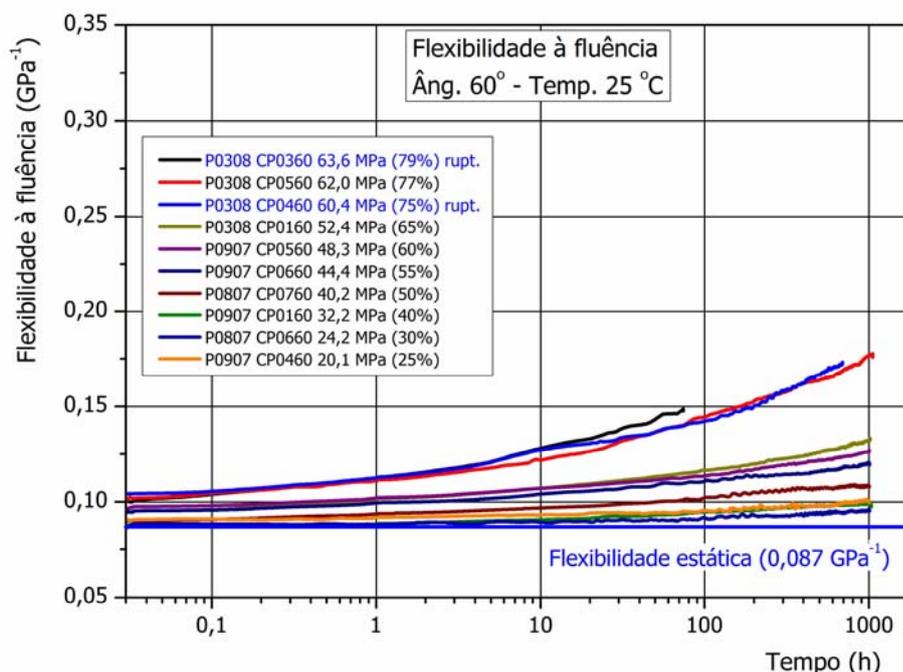


FIGURA 6.28 – Flexibilidade à fluência para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.

6.4.4. Modelo de predição de comportamento à fluência

A descrição do comportamento à fluência teve como base o método apresentado por Grégory et al.²¹, que propuseram um novo procedimento para a predição da deformação sob fluência. Os autores reescreveram a equação de integral simples de Schapery na forma de uma equação de potência, $y = a + bx^c$, que considera a EQ. (3.7) para o regime linear e a EQ. (3.9) para o não linear.

As curvas provenientes destas equações foram ajustadas às curvas de flexibilidade à fluência, obtidas a partir das curvas práticas de deformação pelo tempo, obtendo-se os termos a , b e c para cada nível de tensão aplicada, ou seja, D_0 , C e n para a EQ. (3.7) e D'_0 , $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para a EQ. (3.9) e verificada a tendência de variação destes em função da tensão aplicada.

Para facilitar a interpretação e apresentação dos resultados, foi feita uma manipulação nas EQ. (3.7) e (3.9), de modo a torná-las como apresentado respectivamente nas EQ. (6.1) e (6.2), transferindo-se o termo da tensão aplicada (σ_0) para o lado esquerdo da fórmula nas duas equações. Assim, para o regime linear, a EQ. (3.7) tornou-se:

$$\frac{\varepsilon_C}{\sigma_0} = D_0 + Ct^n$$

sendo $\varepsilon(t) = D(t)\sigma_0$ durante o período sob fluência, tem-se que:

$$D(t) = D_0 + Ct^n \quad (6.1)$$

Para o regime não linear a EQ. (3.9) tornou-se:

$$\frac{\varepsilon_C}{\sigma_0} = D'_0 + C(\sigma_0) t^{n(\sigma_0)}$$

e do mesmo modo:

$$D(t) = D'_0 + C(\sigma_0) t^{n(\sigma_0)} \quad (6.2)$$

Para o ajuste das curvas geradas pelas EQ. (6.1) e (6.2) com as curvas de flexibilidade à fluência, os valores de D_0 e D'_0 foram inseridos ao procedimento de ajuste de modo manual, tendo sido usados os valores do instante após a completa aplicação do carregamento a cada tensão aplicada.

As curvas ajustadas pelo método proposto por Grégory et al. e respectivas curvas práticas de flexibilidade são mostradas nas FIG. 6.29 a 6.33 para todos os compósitos ensaiados. Pode-se verificar que houve uma boa concordância entre cada par de curvas, ajustadas e práticas, a cada tensão aplicada, especialmente para tempos acima de 100 h, onde se encontra o maior número de pontos de dados, determinando uma maior aproximação entre as curvas. Portanto, o tempo decorrido no ensaio exerceu influência nos valores de C , n , $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$, de modo semelhante como citado por Zaoutsos et al.¹⁴, que encontraram o termo n da equação de Schapery dependente do tempo de realização do ensaio de fluência.

As curvas para o compósito a 60° e 25 °C foram divididas em dois gráficos em razão do maior número de curvas, caso contrário a visualização poderia ter sido prejudicada. No primeiro, FIG. 6.32, são mostradas as curvas no regime linear e a curva a 50% da σ_{rupt} , que mesmo estando no regime não linear foi incluída para a comparação entre a ordem de grandeza dos valores. No segundo, FIG. 6.33, são mostradas as curvas do regime não linear, incluindo a curva a 50% da σ_{rupt} .

Os gráficos apresentados nas FIG. 6.29 a 6.33, em escala logarítmica para o tempo oferecem uma apresentação mais didática em relação a uma

apresentação com escala linear. Isto porque com o uso da escala logarítmica pode-se, com maior facilidade, verificar a tendência de comportamento que o material apresenta ao longo do tempo, nas quais se constata o crescimento da flexibilidade à fluência com o tempo. Além disto, é possível examinar a aproximação entre as duas curvas, práticas e ajustadas, em períodos de tempo muito baixos, isto é, logo após o carregamento. Na FIG. 6.34 tem-se um exemplo de uma representação na escala linear, na qual são mostradas algumas curvas de flexibilidade à fluência com as respectivas curvas ajustadas pelo método proposto para o compósito a 90° e 70 °C.

Entretanto as curvas na escala linear para o tempo permitiram uma melhor visualização da proximidade ocorrida entre as curvas em tempos acima de 100 h, nas quais se constatou a boa concordância entre as curvas praticas e teóricas, confirmando a tendência de crescimento da flexibilidade à fluência que foi verificada anteriormente pelo uso da escala logarítmica.

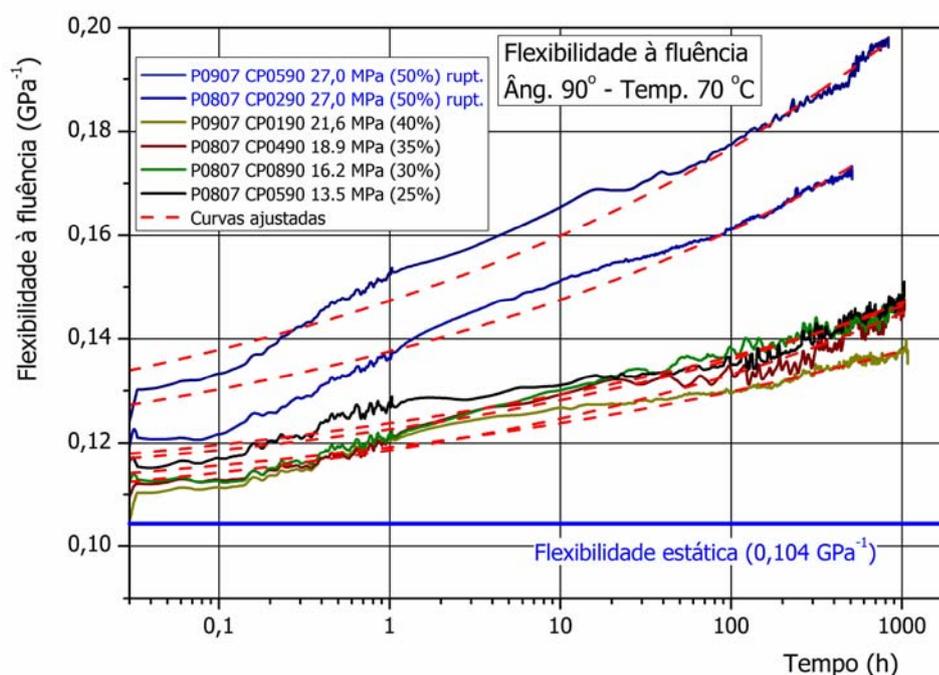


FIGURA 6.29 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C.

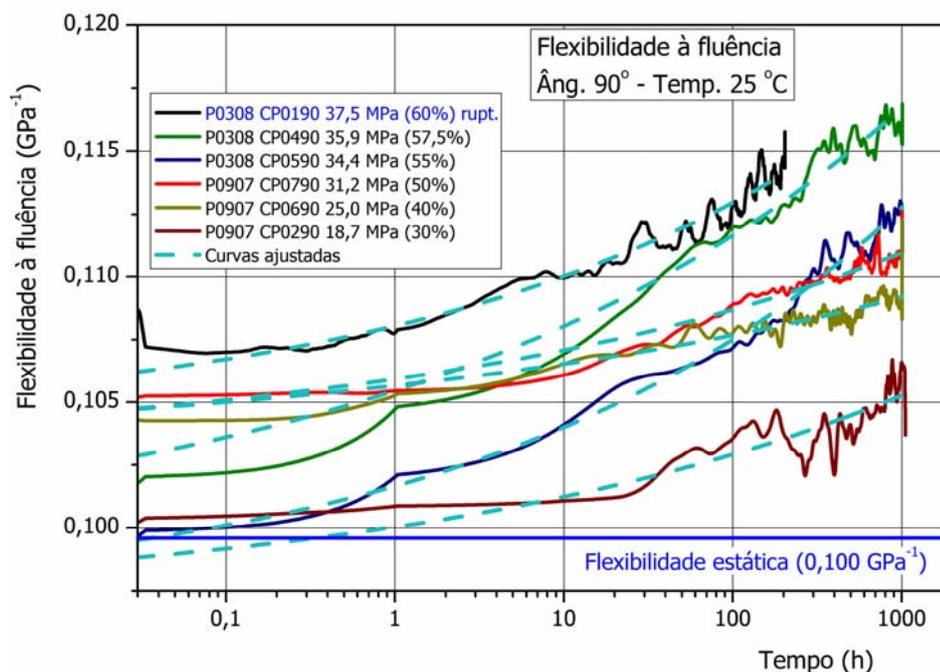


FIGURA 6.30 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25 °C.

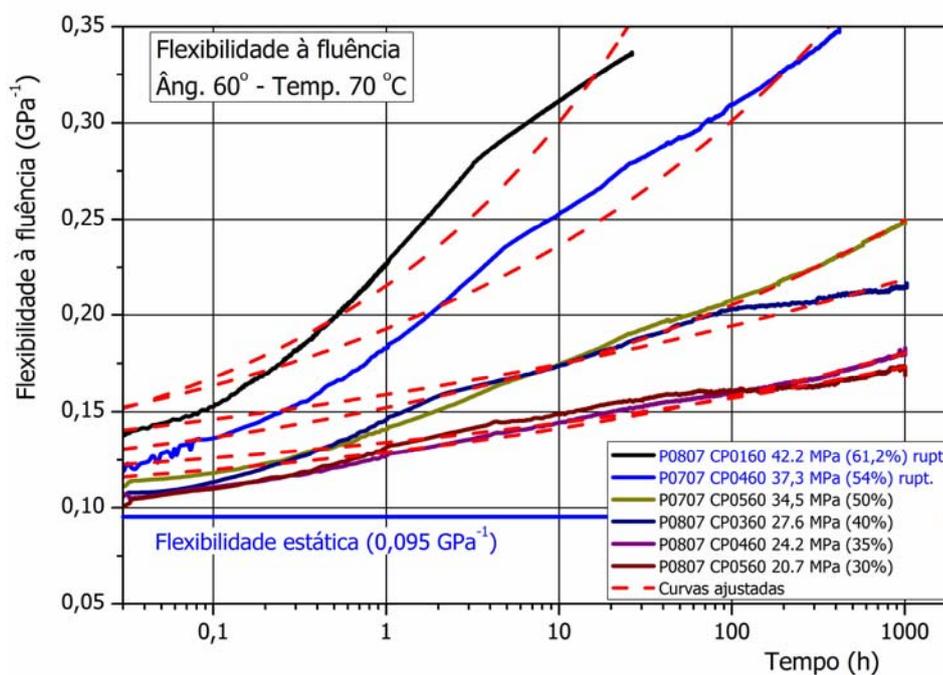


FIGURA 6.31 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70 °C.

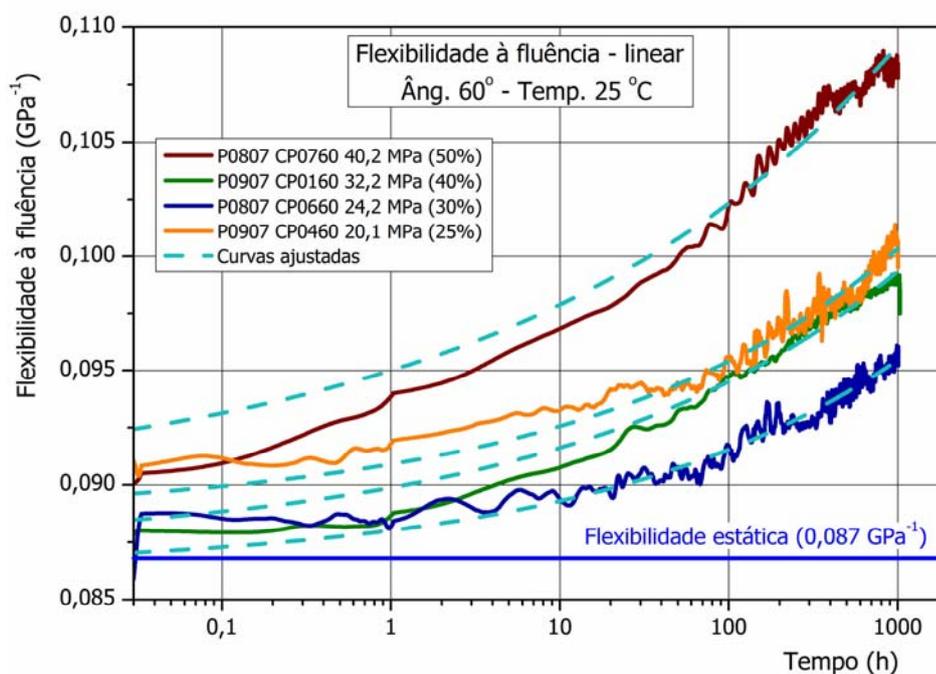


FIGURA 6.32 – Curvas de flexibilidade à fluência com comportamento linear (25, 30 e 40% da σ_{rupt}) e não linear (50% da σ_{rupt} mostrada para comparação) e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.

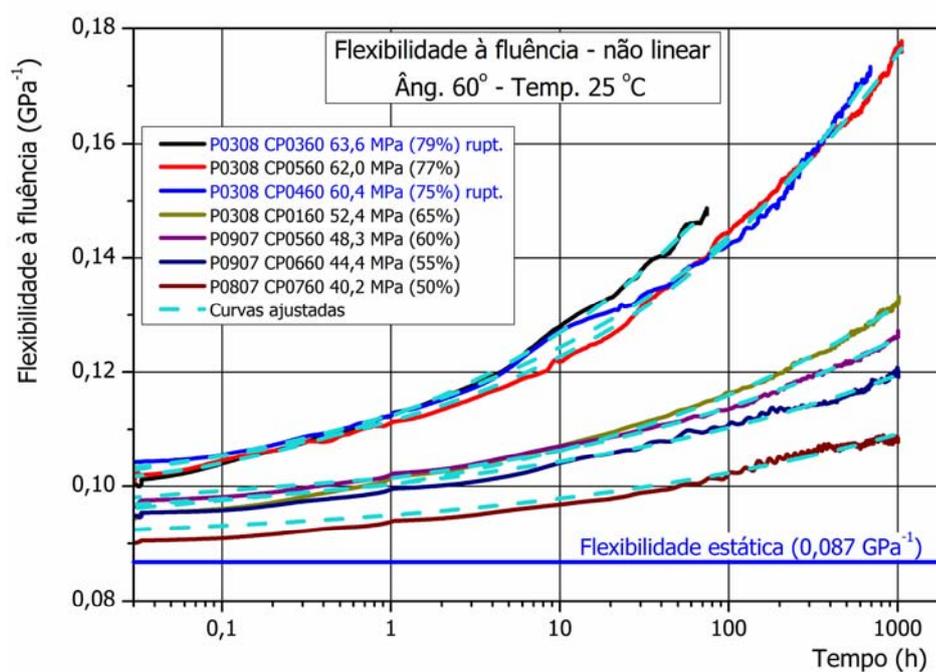


FIGURA 6.33 – Curvas de flexibilidade à fluência com comportamento não linear e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25 °C.

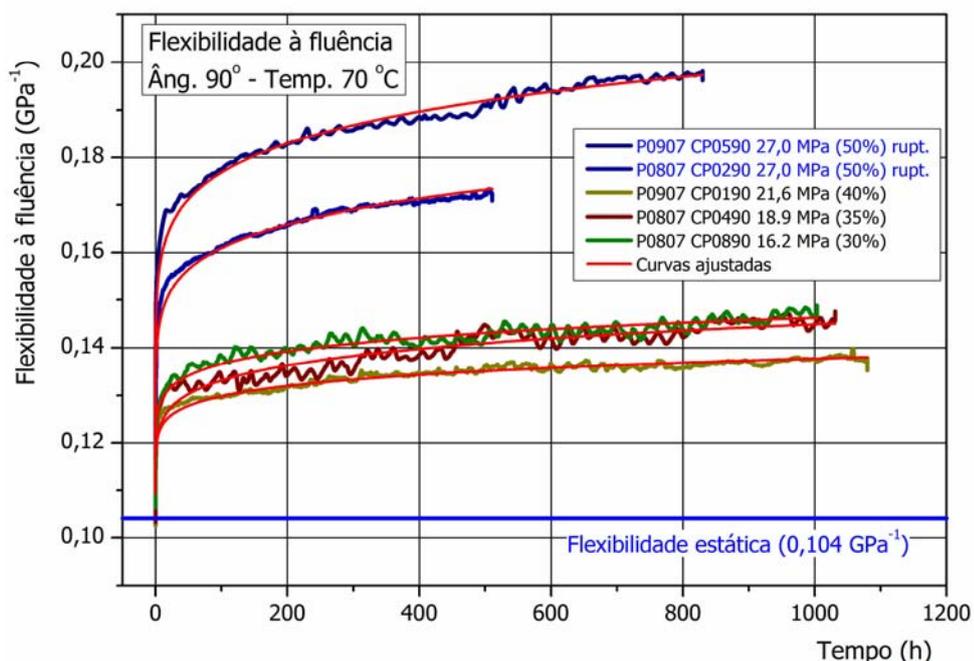


FIGURA 6.34 – Curvas de flexibilidade à fluência e as respectivas curvas de aproximações teóricas para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70 °C, com escala linear para o tempo.

Vale lembrar que as curvas ajustadas, mostradas nas FIG. 6.29 a 6.34, foram obtidas das curvas de flexibilidade à fluência e utilizadas para a obtenção dos valores dos termos C , n , $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para cada tensão aplicada. A boa concordância entre cada par de curvas mostrou que as EQ. (6.1) e (6.2) foram capazes de representar o comportamento à fluência. Contudo, para a utilização deste procedimento na predição do comportamento à fluência faz-se necessário a determinação da tendência de variação destes valores e sua dependência com a tensão e temperatura em relação ao ângulo de posicionamento do reforço.

Nas FIG. 6.35 a 6.38 são mostradas as curvas obtidas dos valores dos termos lineares C e n e não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ provenientes das curvas ajustadas apresentadas anteriormente. Foram utilizadas as mesmas escalas para as ordenadas em todos os gráficos a fim de permitir uma melhor comparação entre elas.

Para todos os compósitos analisados, os valores de C e n demonstraram uma tendência aproximadamente constante, inclusive para o compósito a 60° e 70 °C com apenas dois pontos no regime linear, mas com pequena variação entre eles. Esta tendência constante dos valores era esperada

para o regime linear, no qual teoricamente as curvas de flexibilidade à fluência deveriam ser coincidentes. Deste modo, pode ser considerada como correta a denominação de C e n como constantes lineares.

As tendências de variação dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ foram possíveis de serem verificadas somente para os compósitos a 60°, os quais indicam uma variação de valores com o aumento da tensão. O pequeno número de dados para $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ dos compósitos a 90° nas duas temperaturas impossibilitou a determinação da tendência de variação com a tensão, mas apresentaram valores da mesma ordem de grandeza das constantes lineares.

Como proposto por Grégory et al., de posse de dados experimentais limitados a apenas uma temperatura de ensaio, com a mudança do regime linear para o não linear, estes termos passariam do comportamento constante para uma variação linearmente decrescente, $n(\sigma_0)$, e exponencialmente crescente, $C(\sigma_0)$. O decréscimo de $n(\sigma_0)$, o qual atua na inclinação da curva, e o crescimento de $C(\sigma_0)$, que age principalmente no deslocamento vertical das curvas, com relação ao aumento da tensão aplicada, demonstra que a formação de danos no início do período em fluência contribui predominantemente para a deformação em fluência ($\varepsilon_c(t)$), em compensação, ocorre a diminuição da influência da deformação viscoelástica.

Nos compósitos a 60°, verificou-se em 25 °C que na transição do regime linear para o não linear ocorreu, como proposto por Grégory et al., uma diminuição do valor de $n(\sigma_0)$ comparado com o valor de n . Porém com aumento da tensão aplicada, ocorre a inversão desta tendência de variação, com o crescimento de $n(\sigma_0)$, o qual foi determinado pela maior inclinação nas curvas de flexibilidade à fluência. Para a temperatura de 70 °C, com o aumento da tensão aplicada, não ocorreu a diminuição inicial nos valores $n(\sigma_0)$ na transição do regime linear para o não linear, como em 25 °C, mas um crescimento contínuo.

Os valores do termo não linear $C(\sigma_0)$ para o compósito a 60° nas duas temperaturas apresentaram, como descrito por Grégory et al., um crescimento contínuo com o aumento da tensão aplicada, a qual representa um crescente deslocamento vertical entre as curvas de flexibilidade à fluência.

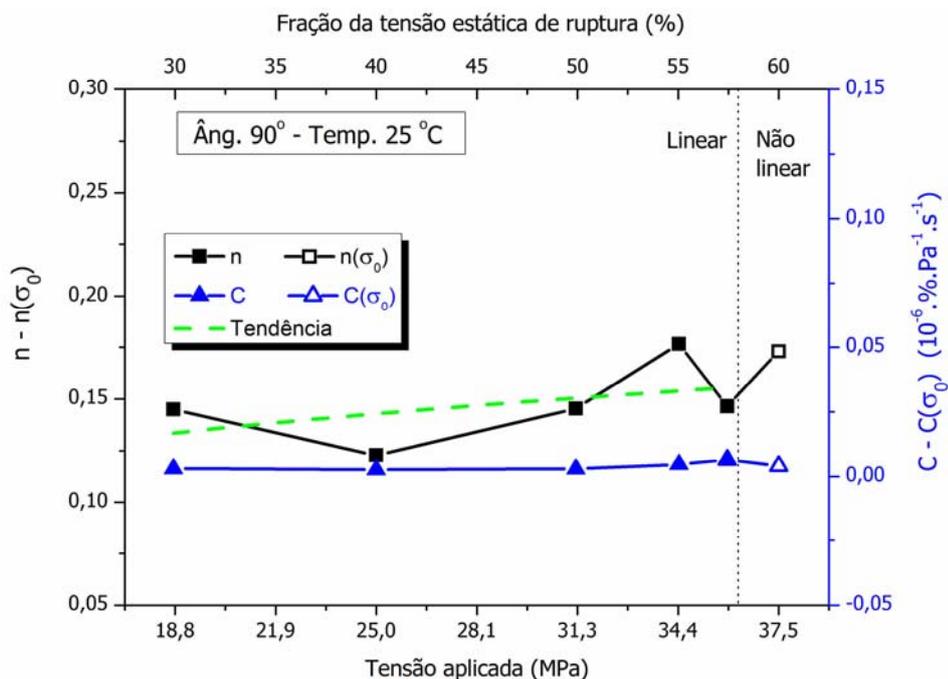


FIGURA 6.35 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 25°C .

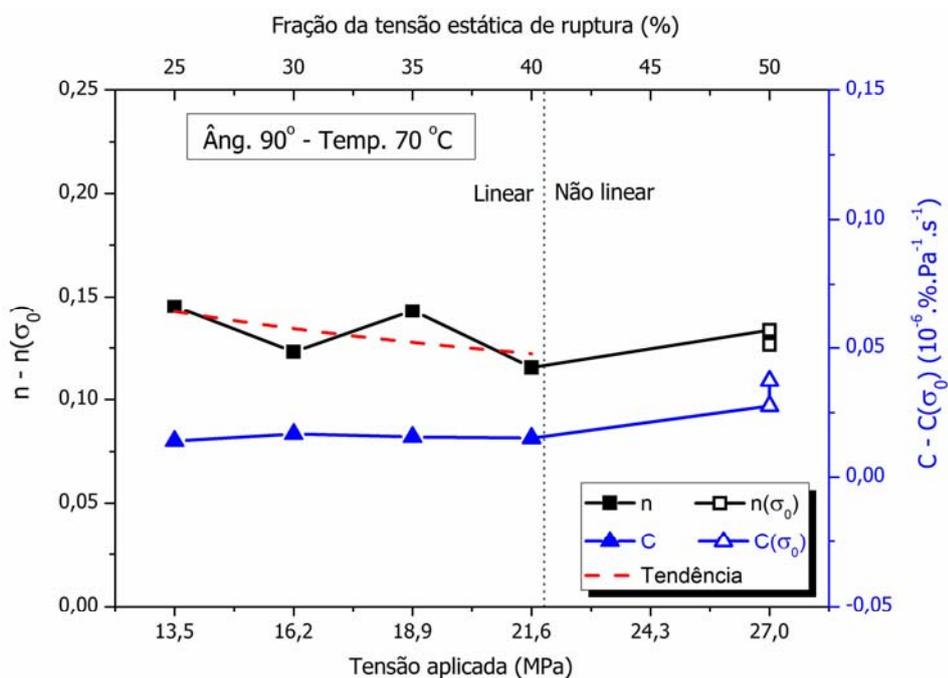


FIGURA 6.36 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 90° e temperatura de 70°C .

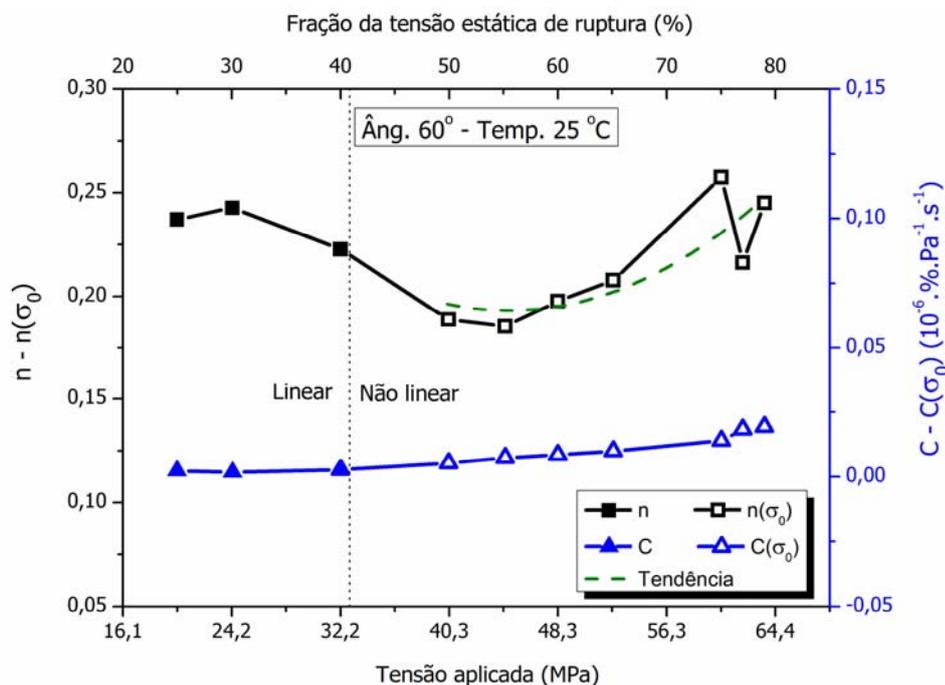


FIGURA 6.37 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 25°C .

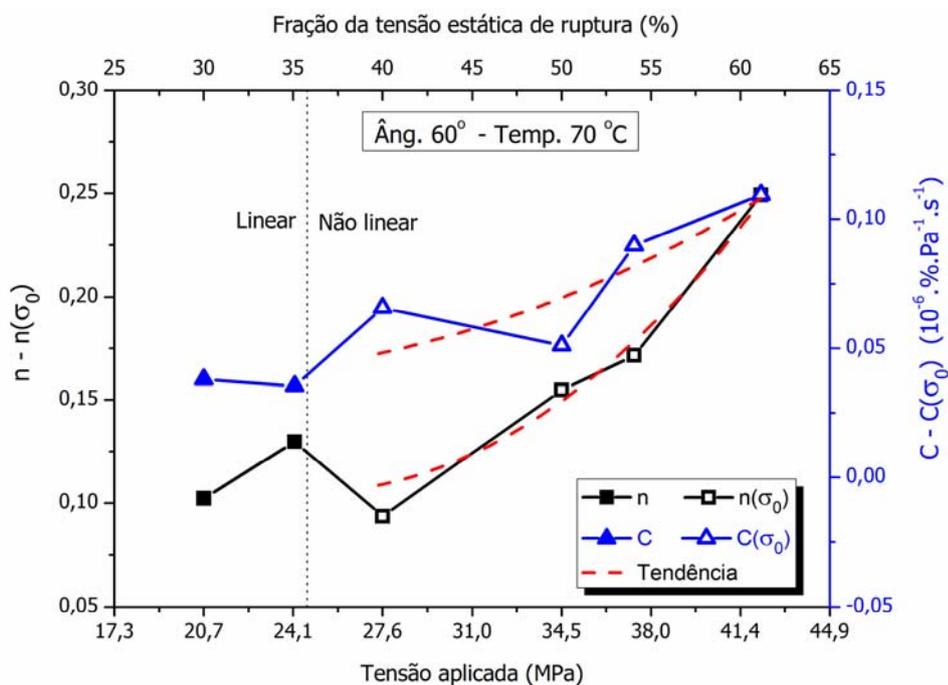


FIGURA 6.38 – Comportamento das constantes lineares C e n e dos termos não lineares $C(\sigma_0)$ e $n(\sigma_0)$ para os corpos-de-prova a 60° e temperatura de 70°C .

7. CONCLUSÕES

Embora não transparente ao leitor, o equipamento de ensaio, considerando o projeto e a fabricação, absorveu tempo apreciável e tem-se que poderá contribuir para estudos futuros envolvendo o assunto. Em razão dos longos períodos de ensaios, chegando a aproximadamente 2000 h para cada valor de carregamento em fluência, seguida da recuperação, haveria a necessidade de se utilizar equipamentos confiáveis. Os equipamentos de fluência com peso morto apresentaram características mecânicas e precisões dimensionais compatíveis com a severidade dos requisitos exigidos para a execução dos ensaios, o que colaborou para aumentar a confiabilidade dos resultados.

As pequenas variações nos resultados dos ensaios estáticos de tração, frações volumétricas e temperatura de transição vítrea, foram obtidas pelo acerto no processo de fabricação, que apresentou uma excelente repetibilidade nas diversas placas fabricadas para atender aos objetivos do estudo proposto. Deste modo, os ensaios de fluência e ruptura por fluência realizados em corpos-de-prova retirados de diferentes placas podem ser considerados como representativos do compósito estudado.

Os ensaios de ruptura por fluência confirmaram a dependência das propriedades dos compósitos em relação ao tempo, mostrando que este parâmetro influenciou diretamente na falha do material, mesmo para tensões baixo do limite estático de ruptura. Notadamente sob a influência da temperatura, a ruptura por fluência ocorreu para até 50% da tensão estática de ruptura para o compósito a 90° e temperatura de 70 °C. Quanto à orientação do reforço e considerando a fração da tensão estática de ruptura, foi verificada uma menor suscetibilidade a falha para o compósito a 60°, no qual, além das tensões de tração, ocorrem tensões de cisalhamento.

Nos ensaios de fluência realizados nos compósitos a 90° na temperatura de 70 °C foi observado uma contração da deformação com o tempo, após a completa aplicação do carregamento. Para analisar a influência desta contração no comportamento dependente do tempo do material, foram realizados

ensaios com corpos-de-prova *dummy*, que evidenciou a ocorrência de envelhecimento térmico no compósito para as duas orientações de reforço com a estabilização da deformação acima de 200 h de ensaio. Não foi verificada esta ocorrência para ensaios a 25 °C.

Os ensaios de fluência também confirmaram a dependência das deformações em relação ao tempo em resposta aos carregamentos constantes aplicados, destacando-se maiores valores de deformação com o aumento da tensão e da temperatura; taxas de variação da deformação decrescente com o tempo típico do primeiro estágio da fluência, ausência do segundo e terceiro estágios da fluência e dependência do ângulo da fibra com maiores valores em compósitos *off-axis*.

As transições do comportamento linear para o não linear, determinadas pelas curvas isócronas, ocorreram para menores valores da fração da tensão estática de ruptura com o aumento da temperatura. Assim como, a orientação do reforço influenciou a transição para o comportamento não linear, com menores valores da fração da tensão estática de ruptura para os compósitos *off-axis*.

Em razão do compósito a 90° apresentar ruptura por fluência em tensão pouco acima do início do comportamento não linear, seria possível considerar para a predição do comportamento à fluência somente o regime linear, devendo ser verificada sua aplicação por estudos complementares. Para o compósito a 60° o menor valor encontrado para o início do regime não linear foi a partir de 30% da tensão estática de ruptura, demonstrando que este comportamento deve ser considerado em aplicações práticas acima deste valor.

A análise da flexibilidade à fluência mostrou mais uma vez o comportamento dependente do tempo do compósito estudado, sua dependência com o aumento da temperatura e o ângulo de orientação da fibra, na qual pode ser observada também a tendência do agrupamento entre as curvas no regime linear.

A verificação do comportamento dependente do tempo foi realizado pela adequação do método proposto por Grégory baseado na equação de integral simples de Schapery. As equações propostas demonstraram ser capazes de representar o comportamento da flexibilidade à fluência, entretanto deve ser levada em consideração a determinação dos termos destas equações, além da variação destes com a tensão aplicada e o tempo decorrido de ensaio.

Os diversos eventos do comportamento dependente do tempo puderam ser analisados pelas curvas de fluência, pelas curvas isócronas e pelas curvas de flexibilidade à fluência. Para a primeira, foram obtidas a tendência de comportamento e os valores das deformações instantâneas e transitórias, enquanto que para a segunda foram obtidas as transições do comportamento linear para não linear e valores de deformações a tempos específicos. Para a terceira, a caracterização da rigidez ao longo do tempo, a tendência de agrupamento das curvas no regime linear e a predição do comportamento em fluência. Deste modo, uma conclusão considerando apenas um tipo específico de análise poderia ser imprecisa e vaga.

Pelos ensaios de fluência e ruptura por fluência foi verificada uma modificação no comportamento do material, com relação à resistência, rigidez e deformação, quando comparada com os ensaios estáticos de tração, demonstrando que estas propriedades foram afetadas pelo tempo. Em especial quando associado à temperatura de trabalho acima da temperatura ambiente, que ocasiona também alterações na matriz relacionadas ao envelhecimento térmico.

Embora este estudo não tenha como proposta cobrir todas as características do comportamento do material em fluência, evidencia, no entanto, a necessidade de considerar as propriedades dependentes do tempo no projeto e uso de compósitos poliméricos, tanto com relação ao comportamento mecânico quanto ao limite de resistência à fratura.

8. TRABALHOS FUTUROS

- Caracterização viscoelástica de compósitos $\pm 45^\circ$.
- Caracterização viscoelástica de compósitos de fibra de vidro e de aramida.
- Caracterização viscoelástica de compósitos a temperaturas próximas à T_g .
- Estudo da ocorrência de danos e crescimento de trincas no comportamento viscoelástico não linear.
- Caracterização viscoelástica de compósitos sob ambiente agressivo, como exemplo, meio ácido.

Anexo A - Princípio da superposição de Boltzmann.⁹

O princípio da superposição de Boltzmann considera que um experimento no qual uma tensão σ_1 é aplicada, não a $t = 0$, mas a algum tempo arbitrário, designado s_1 . Para esta experiência a equação da flexibilidade à fluência (EQ. (3.2)) se torna:

$$\begin{aligned}\varepsilon(t) &= \sigma_1 D(t - s_1) & t \geq s_1 \\ \varepsilon(t) &= 0 & t < s_1\end{aligned}\quad (\text{A.1})$$

Considere agora a aplicação de dois incrementos de tensão σ_0 e σ_1 , nos tempos $t = 0$ e $t \geq s_1$, respectivamente. Pelo princípio da superposição de Boltzmann as duas tensões agem independentemente e as resultantes das deformações são somadas linearmente nos seus respectivos tempos de aplicação, representadas graficamente na FIG. A.1. Assim:

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 D(t) + \sigma_1 D(t - s_1) \quad (\text{A.2})$$

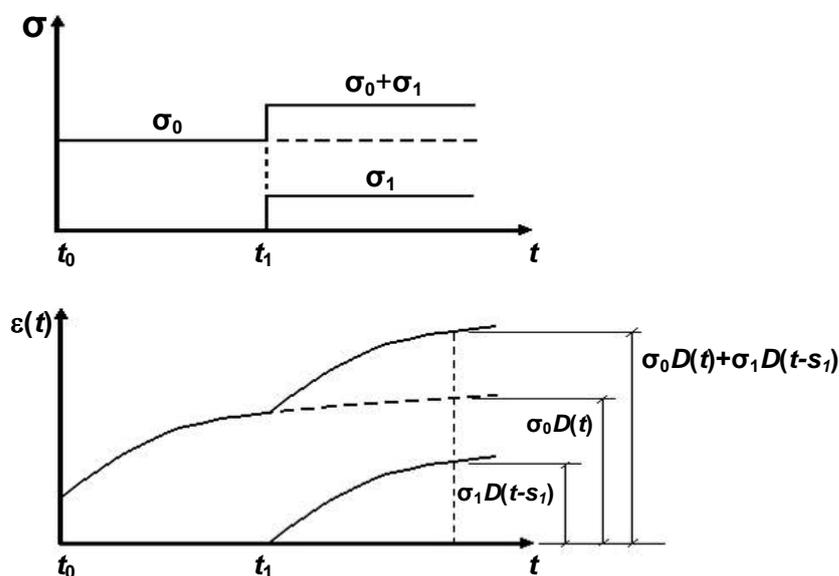


FIGURA A.1 – Representação gráfica do comportamento viscoelástico linear. Somatória de deformações na faixa linear resultante de tensões consecutivamente aplicadas.

Considerando um experimento que consiste de incrementos discretos de tensão $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \dots, \sigma_n$ aplicados nos tempos $t = s_1, s_2, s_3, \dots, s_n$, obtém-se:

$$\varepsilon(t) = \sum_{i=1}^n \sigma_i D(t - s_i) \quad (\text{A.3})$$

O somatório das tensões individuais σ_i representa a tensão total, considerando a aplicação de uma tensão contínua $\sigma(s)$. Substituindo o somatório por uma integração obtém-se:

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^t \frac{\partial \sigma(s)}{\partial s} D(t - s) ds \quad (\text{A.4})$$

Na EQ. (A.4), t se tornou o tempo *fixo* da observação da deformação e, com a finalidade de integração, pode ser considerado como uma constante. A história da tensão é considerada em termos da falsa variável de integração s . Para o limite inferior da integração é utilizado $-\infty$, porque toda a história da tensão contribui para a deformação observada. O limite superior é t , tempo de observação da deformação, pois tensões aplicadas após t podem não ter efeito na deformação observada.

De uma maneira análoga pode-se derivar uma expressão relacionando a tensão $\sigma(t)$ com a deformação em um corpo que experimentou alguma história de deformação contínua dada como função de $\varepsilon(t)$:

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t \frac{\partial \varepsilon(s)}{\partial s} E(t - s) ds \quad (\text{A.5})$$

As EQ. (A.4) e (A.5) são frequentemente apresentadas em uma forma alternativa. Integrando por partes a EQ. (A.4), tem-se:

$$\int u dv = uv - \int v du$$

Onde:

$$v = \sigma(s) \quad dv = \frac{\partial \sigma(s)}{\partial s} ds$$

$$u = D(t - s) \quad du = \frac{\partial D(t - s)}{\partial s} ds$$

Obtém-se:

$$\varepsilon(t) = D(t - s)\sigma(s) \Big|_{-\infty}^t - \int_{-\infty}^t \sigma(s) \frac{\partial D(t - s)}{\partial s} ds \quad (\text{A.6})$$

Assumindo que $\sigma(-\infty)$ é igual a zero; isto é, a amostra estava inicialmente sem histórico de tensão e $(t - s)$ é igual a τ , uma nova variável, e

observando novos limites de integração em virtude desta mudança de variável, obtém-se:

$$\varepsilon(t) = D_0 \sigma(t) + \int_0^\infty \sigma(t-\tau) \frac{\partial D(\tau)}{\partial \tau} d\tau \quad (\text{A.7})$$

De uma maneira análoga, a EQ. (A.5) torna-se:

$$\sigma(t) = E_0 \varepsilon(t) + \int_0^\infty \varepsilon(t-\tau) \frac{\partial E(\tau)}{\partial \tau} d\tau \quad (\text{A.8})$$

Baseado no comportamento linear entre tensão e deformação, Boltzmann sugeriu uma formulação para caracterizar a resposta da deformação viscoelástica $\varepsilon(t)$, modificando a EQ. (A.7), com a aplicação de um degrau de carregamento com tensão constante σ_0 em um material no tempo $t = 0$:

$$\varepsilon(t) = D_0 \sigma_0 + \int_0^t \Delta D(t-\tau) \frac{d\sigma}{d\tau} d\tau \quad (\text{A.9})$$

sendo D_0 a componente inicial independente do tempo da flexibilidade e $D(t)$ a componente transitória da flexibilidade dependente do tempo. Esta EQ. (A.9) é chamada de integral hereditária e sua expressão mostra que a deformação a um dado tempo depende do histórico completo de tensões aplicadas anteriormente ao tempo $t = 0$, ou seja, durante todo o tempo τ .

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) FINDLEY, W.N.; LAI, J.S.; ONARAN, K. Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials, with an introduction to linear viscoelasticity, 2.ed., North-Holland Publishing Company, 1976;
- (2) HADDAD, Y.M. Viscoelasticity of engineering materials, Chapman & Hall, New York, 1995
- (3) SCHAPERLY, R.A. Nonlinear viscoelastic solids, International Journal of Solids and Structures, v. 37, p. 359-366, 2000;
- (4) CARDON, A.H.; QIN, Y; VAN VOSSOLE, CHR.; BOUQUET, P. Prediction of the residual structural integrity of a polymer matrix composite construction element, Mechanics of Time-Dependent Materials, v. 4, p. 155-167, 2000;
- (5) RAGHAVAN, J.; MESHII, M. Creep of polymer composites, Composites Science and Technology, v. 57, p. 1673-1688, 1997;
- (6) LAKES, R. S. Viscoelastic measurement techniques, Review of scientific instruments, v. 75, nº 4, 2004;
- (7) TSCHOEGL, N. W. Time dependence in material properties: an overview, Mechanics of time-dependent materials, v. 1, p. 3-31, 1997;
- (8) FERRY, J.D. Viscoelastic properties of polymers 3.ed. John Wiley & Sons, Inc, 1996;
- (9) SHAW, M.T.; MACKNIGHT, W.J. Introduction to polymer viscoelasticity, 3rd Ed. John Wiley & Sons, Inc, 2005;
- (10) RAGHAVAN, J.; MESHII, M. Creep rupture of polymer composites, Composites Science and Technology, v. 57, p. 375-388, 1997;
- (11) SULLIVAN, J.L. Creep testing of composites, Manual on experimental methods for mechanical testing of composites by Jenkins C.H., editor – 2nd ed., Society for Experimental Mechanics, p. 111-120, 1998;
- (12) LEADERMAN, H. Elastic and Creep Properties of Filamentous Materials and other High Polymers, Textile Foundation, Washington, DC, 1943;
- (13) SCHAPERLY, R.A. On a thermodynamic constitutive theory and its application to various nonlinear materials. IUTAM Symposium on thermoinelasticity, East Kilbride, UK, Proceedings..., p. 259-284, 25-28 June 1968;

-
- (14) ZAOUTSOS, S.P.; PAPANICOLAOU, G.C.; CARDON, A.H. On the non-linear viscoelastic behaviour of polymer-matrix composites, *Composites Science and Technology*, v. 58, p. 883-889, 1998;
 - (15) PAPANICOLAOU, G.C.; ZAOUTSOS, S.P.; KONTOU, E.A. Fiber orientation dependence of continuous carbon/epoxy composites nonlinear viscoelastic behavior, *Composites Science and Technology*, v. 64, p. 2535-2545, 2004;
 - (16) KAWAI, M.; MASUKO, Y. Creep behavior of unidirectional and angle-ply T800H/3631 laminates at high temperature and simulations using phenomenological viscoplasticity model, *Composites Science and Technology*, v. 64, p. 2373-2384, 2004;
 - (17) BRINSON, H.F. Matrix dominated time dependent failure predictions in polymer matrix composites, *Composite Structures*, v. 47, p. 445-456, 1999;
 - (18) LOU, Y.C., SCHAPERY, R.A. Viscoelastic characterization of a nonlinear fiber-reinforced plastic, *J. Composite Materials*, v. 5, p. 208-234, 1971;
 - (19) PAPANICOLAOU, G.C.; ZAOUTSOS, S.P.; CARDON, A.H. Prediction of the non-linear viscoelastic response of unidirectional fiber composites, *Composites Science and Technology*, v. 59, p.1311–1319, 1999;
 - (20) PAPANICOLAOU, G.C.; ZAOUTSOS, S.P.; CARDON, A.H. Further development of a data reduction method for the nonlinear viscoelastic characterization of FRPs, *Composites: Part A*, v. 30, p.839–848, 1999;
 - (21) GRÉGORY, A.; VOGEL, D.; BÉGUELIN, PH., GENSLER, R.; KAUSCH, H.H.; JAEGER, M.; VAN BUREN, A. A viscoelastic analysis of the creep behaviour of chopped strand mat e-glass fibre reinforced vinylester resin, *Mechanics of Time-Dependent Materials*, v. 3, p. 71-84, 1999;
 - (22) LÉVÊQUE, D.; SCHIEFFER, A.; MAVEL, A.; MAIRE, J-F. Analysis of how thermal aging affects the long-term mechanical behavior and strength of polymer-matrix composites, *Composites Science and Technology*, v. 65, p. 395-401, 2005;
 - (23) LUBIN, G. Edited by, *Handbook of composites*, Sponsored by the Society Plastics Engineers, 1982;
 - (24) PETERS, S.T.; HUMPHREY, W.D.; FORAL R.F. *Filament winding composite structure fabrication*, Sampe International Business Office, Covina CA, 1991;
 - (25) PERRY, C.C. Strain-gage reinforcement effects on orthotropic materials, *Manual on experimental methods for mechanical testing of composites*, by Jenkins C.H., editor – 2nd ed., Society for Experimental Mechanics, p. 49-54, 1998;

-
- (26) PERRY, C.C. Strain-gage reinforcement effects on low-modulus materials, Manual on experimental methods for mechanical testing of composites, by Jenkins C.H., editor – 2nd ed., Society for Experimental Mechanics, p. 55-58, 1998;
- (27) SULLIVAN, J.L. Measurement of composite creep, Experimental Techniques, Sept/Oct, pg. 32-37, 1991;
- (28) TUTTLE, M.E. Fundamental strain gage technology, Manual on experimental methods for mechanical testing of composites, by Jenkins C.H., editor – 2nd ed., Society for Experimental Mechanics, p. 25-34, 1998;
- (29) SLAMINKO, R. Strain gages on composites – Gage-selection criteria and temperature compensation, Manual on experimental methods for mechanical testing of composites, by Jenkins C.H., editor – 2nd ed., Society for Experimental Mechanics, p. 35-40, 1998;
- (30) NORDIN, L-O.; VARNA, J. Methodology for parameter identification in nonlinear viscoelastic material model, Mechanics of time-dependent materials, v. 9, p. 259-280, 2006;
- (31) SCHAPERLY, R. A. Nonlinear viscoelastic and viscoplastic constitutive equations based on thermodynamics, Mechanics of time-dependent materials, v. 1, p. 209-240, 1997;
- (32) MULIANA, A.; NAIR, A.; KHAN, K. A.; WAGNER, S. Characterization of thermo-mechanical and long-term behaviors of multi-layered composite materials, Composites Science and Technology, v. 66, p. 2907-2924, 2006;
- (33) GUEDES, R. M. Durability of polymer matrix composites: Viscoelastic effect on static and fatigue loading, Composites Science and Technology, v. 67, p. 2574-2583, 2007;
- (34) SAWANT, S.; MULIANA, A. A thermo-mechanical viscoelastic analysis of orthotropic materials, Composite Structures, v. 83, p. 61–72, 2008;
- (35) LIN, W.S.; PRAMANICK, A.K.; SAIN, M. Determination of material constants for nonlinear viscoelastic predictive model, Journal of composite materials, v. 38, n° 1, p. 19-29, 2004;
- (36) AKSHANTALA, N.V.; BRINSON, L.C. Experimental study of viscoelastic effects and aging on elevated temperature damage and failure in polymer composites, Mechanics of Time-Dependent Materials, v. 7, p. 1-19, 2003;
- (37) AHCI, E.; TALREJA, R. Characterization of viscoelasticity and damage in high temperature polymer matrix composites, Composites Science and Technology, v. 66, n° 14, p. 2506-2519, 2006
- (38) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS Standard test methods for tensile properties of polymer matrix composite materials, (ASTM D3039/3039M – 95a), 1995;

-
- (39) NISHITSUJI, D.A. Desenvolvimento de matrizes epoxídicas e estudo dos parâmetros de cura por feixe de elétrons para fabricação de compósitos poliméricos, Dissertação, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, 2008.
- (40) Delivery programme and characteristics for Tenax[®] HTA / HTS filament yarn. Produced by Toho Tenax Europe GmbH <<http://www.tohotenax-eu.com/fileadmin/tohotenax/downloads/Produkte/Technische%20Datenblaetter/en/HTA40%20%26%20HTS40%20en.pdf>>. Acesso em: 12 jan. 2009;
- (41) BROWN, M.E. Introduction to thermal analysis Techniques and applications, Kluwer Academic Publishers, 2. ed., 2001;
- (42) CARVALHO, O. Influência da configuração de bobinagem no comportamento mecânico de cilindros de compósito polimérico, Dissertação, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, 2006.
- (43) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS Standard test methods for tensile, compressive, and flexural creep and creep-rupture of plastics, (ASTM D2990 – 95), 1995;
- (44) MASUKO, Y.; KAWAI, M. Application of a phenomenological viscoplasticity model to the stress relaxation behavior of unidirectional and angle-ply CFRP laminates at high temperature, Composites: Part A, v. 35, p. 817–826, 2004;
- (45) MULIANA, A.; NAIR, A.; KHAN, K. A.; WAGNER, S. Characterization of thermo-mechanical and long-term behaviors of multi-layered composite materials, Composites Science and Technology, v. 66, p. 2907-2924, 2006;
- (46) WU E.M.; RUHMANN D.C. Stress rupture of glass-epoxy composites : Environmental and stress effects, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 580, n. 580, p. 263-287, 1975;