



Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA E ANÁLISE DE IMAGEM DE COMPÓSITOS DE MATRIZ HÍBRIDA C/SiC REFORÇADOS COM FIBRA DE CARBONO

Bolsista: Jaqueline Cotillo Pazini

Orientador(a): Christian F. A. Von Dollinger

Período a que se refere o relatório: Outubro de 2015 a julho de 2016

Resumo

A fibra de carbono é um material baseado na força das ligações carbono/carbono, no grafite, e na leveza do átomo de carbono. Os compósitos de matriz híbrida de Carbono/SiC reforçados com fibras de carbono (CRFC/SiC) são amplamente estudados e utilizados em sistemas de escudo térmico, material ablativo, elementos de fricção, componentes de vortação, gerenciamento de energia por apresentar características de baixo peso, alta resistência e grande rigidez.

O objetivo do trabalho proposto é avaliar a porosidade e distribuição da fase de reforço em compósitos de matriz híbrida Carbono/SiC reforçados com fibra de carbono, variando a concentração de Si, por meio de microscopia óptica em luz refletida e luz polarizada.

Neste trabalho será descrita a obtenção dos compósitos com tecidos de fibras de carbono com a matriz fenólica modificada com partículas de SiC, em proporções de 5%, 10%, 15%, 20% e 40% por massa, o processo de carbonização e a preparação de corpos de prova para ensaios metalográficos (microscopia óptica), envolvendo corte preparação, observação, registro de imagens. Será realizada uma análise quantitativa da porosidade e distribuição das partículas de reforço com a utilização do software do domínio público ImageJ.

O estudo realizado possibilitou a observação do comportamento do Si no material visando do preenchimento dos poros no compósito pela formação de SiC.

Palavras chaves: ensaios metalográficos, fibras de carbono, compósitos, matriz híbrida Carbono/SiC.

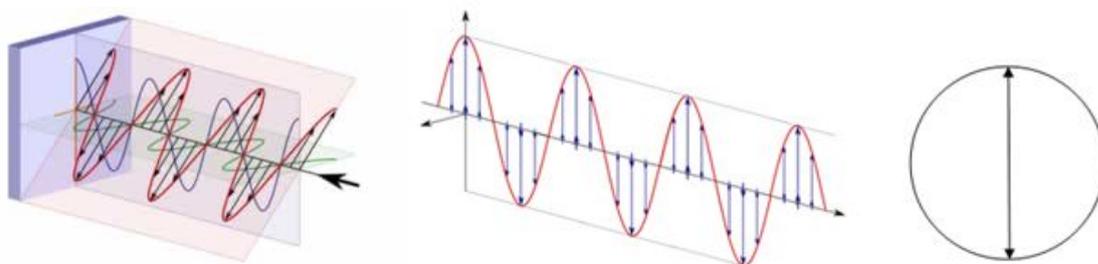
1. Introdução

As aplicações de compósitos termoestruturais baseados em compósito carbono/carbono são destinadas a escudo térmico, material ablativo, elementos de fricção, componentes de vortação, gerenciamento de energia, entre outras. Dentre esses usos, destaca-se a utilização em gargantas de tubeira de foguete a propelente sólido e câmaras de combustão de propelentes líquidos. As características que essas aplicações demandam são isolamento, baixa massa específica, desgaste controlado, dissipação térmica controlada, baixo coeficiente de expansão, coeficiente de atrito, e permitem que o material se comporte como reservatório de calor.

No presente trabalho utilizou-se de fibras de carbono, com matriz de resina fenólica com porcentagens diferentes de Si e submetidas a carbonização e em seguida a tratamento térmico para a obtenção de carbetto de silício.

O carbetto de silício (SiC) tem sido extensivamente utilizado em várias aplicações, inclusive na área aeroespacial, como material estrutural por causa de suas características como excelente propriedade mecânica em alta temperatura, estabilidade térmica e química e resistência à oxidação em atmosferas ricas em oxigênio e alta emissividade de calor. Uma possibilidade de aplicação na área espacial está na composição de sistemas de proteção térmica de veículos orbitais recuperáveis.

O objetivo do trabalho proposto é a obtenção e caracterização do compósito CFRC/SiC, avaliar a porosidade e distribuição da fase de reforço em compósitos de matriz híbrida Carbono/SiC reforçados com fibra de carbono, variando a concentração de Si, por meio de microscopia óptica em luz refletida e luz polarizada (aplicação de um filtro de modo que as ondas eletromagnéticas que compõe a luz vibrem em apenas um plano)



2. Materiais e métodos

Assim como no relatório parcial o compósito utilizado foi do tipo C/C Si descrito a seguir:

Na elaboração do compósito foi utilizado tecido de fibra de carbono ex- PAN do tipo Plain 282 o tecido foi fornecido pela empresa Hexcel Co. O tecido foi cortado com dimensões 11 cm x 11 cm, para cada corpo de prova foram utilizadas 50 camadas do tecido, a fim de se obter um compósito com espessura de aproximadamente 15 mm. Para a impregnação preparou-se uma mistura homogênea de resina/Si. A resina empregada para a impregnação foi a CR-2830 tipo resol, disponibilizado pela empresa SI Group Crios Resinas S.A. Por fim, o silício (Si) em pó (grade AX 10) com pureza de 99.995%, adquirido da empresa H.C. Starck GmbH & Co.KG. Utilizou-se 5 diferentes proporções para a mistura sendo elas 5, 10, 15, 10, e 40% em massa de silício em relação a massa total da mistura resina-silício.

Estes compósitos foram submetidos a um processo de cura utilizando-se o método de moldagem por prensagem à vácuo. Colocou-se a bolsa de vácuo contendo o compósito em uma prensa hidráulica térmica com pressão mínima de compactação.

Ciclo térmico de cura:

80°C por 15 minutos, 100°C por 15 minutos, 120°C por 15 minutos, 130°C por 15 minutos, 150°C por 1 hora, 180°C por 1 hora. O início da contagem do tempo de cada patamar foi após a estabilização de cada temperatura.

Finalizado o processo de cura, esperou-se a amostra chegar à temperatura ambiente. O compósito foi desmoldado e cortado com serra diamantada para diferentes dimensões. Após a desmoldado e cortado, amostras de 5, 10, 15, 20 e 40% foram submetidas à tratamento térmico – carbonização à 1000°C com taxa de 2° por minuto, mantida a essa temperatura por 30 minutos, e resfriada até a temperatura ambiente.

Obteve-se então o compósito de carbono reforçado com fibras de carbono modificado por Si (CRFC/Si).

Em seguida, realizou-se tratamento térmico neste lote de amostras em cadinho de grafite e preenchida com grãos de coque até 1600°C, com taxa de 4,2°C/min, permanecendo nessa temperatura por 30 min, e resfriada até a temperatura ambiente.

Dos materiais foram retiradas pequenas amostras, através de cortes utilizando, novamente lâmina de diamante, e em seguida embutidas com resina Pol. O. para dar início à análise materialográfica.

O embutimento materiográfico é realizado com o objetivo de facilitar a preparação da amostra para a análise, pois as amostras em geral são muito pequenas, facilmente desagregáveis, irregulares e porosas.

Após o embutimento, lixou-se as amostras em lixadeira mecânica da marca Struers modelo Knuth Rotor 2.

O lixamento da amostra é uma etapa muito importante na preparação do corpo de prova, pois através deste se retiram deformações provocadas na amostra pelo corte. No lixamento, o poder do desgaste é avaliado pela granulometria da lixa. Neste trabalho utilizou-se lixas de granulometria 220 para retirar a resina que cobria a amostra, granulometria 400, granulometria 500 e por fim granulometria 1200 para o acabamento final, para tal foram utilizadas lixadeiras a água, utilizou-se lixamento com água para amenizar o aquecimento e o empastamento, com técnica de inverso de 90° para retirar possíveis riscos deixados das lixas anteriores.

Em seguida realizou-se o polimento, esta operação tem como objetivo o acabamento superficial que retira possíveis riscos deixado pela lixa.

O polimento foi feito passando-se primeiramente usando um abrasivo de diamante com granulometria 3 μ m, 1 μ m, e por fim, sílica coloidal 0,05 μ m como abrasivo para acabamento, para tal procedimento utilizou-se uma politriz da marca Pantec modelo Polipan-2.

Com as amostras devidamente lixadas e polidas pode-se então fazer fotos para a análise microestrutural no microscópio da marca Zeiss com aumentos de 50x, 100x e 200x e para todas as amostras.

3. Resultados

No que diz respeito aos resultados, em efeitos de organização separou-se estes em resultados a partir de análises quantitativas e qualitativas.

3.1 Resultados a partir da análise qualitativa

Uma imagem representativa para o compósito C/C impregnado com resina resol com adição de Si metálico é apresentada na Figura 1. Observam-se fibras longitudinais (trama), fibras transversais (urdume) e regiões impregnadas, caracterizadas pela presença de uma fase clara depositada na parede dos poros, numa posição adjacente às fibras de carbono.

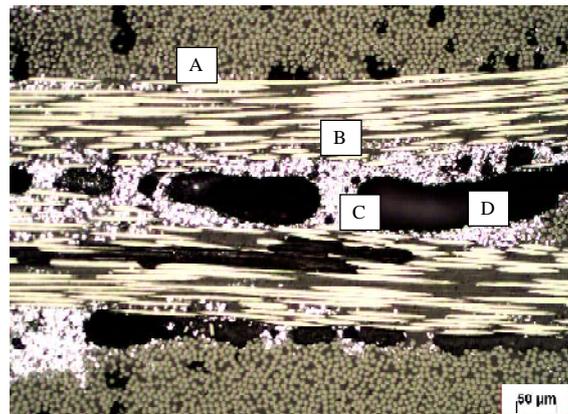


Figura 1. Imagem representativa da microestrutura de uma amostra de compósito C/C impregnado com resina e partículas de Si. Fibra de Carbono. A – Urdume; B - Fibra de carbono (trama); C – Preenchimento parcial do poro por resina impregnada com Si; D - Poro não preenchido

Após a obtenção do compósito verde, este foi submetido a carbonização a 1000°C e posteriormente grafetizado a 1600 °C. Como consequência do tratamento térmico o Si reagiu com o carbono da amostra se convertendo em SiC e outros carboneto. Na microscopia óptica esses carbonetos apresentaram-se nu tom de cor semelhante à fibra, dificultando a visualização. Utilizou-se então microscopia com luz polarizada. A figura a seguir faz uma comparação entre uma mesma imagem luz branca e utilizando luz polarizada.

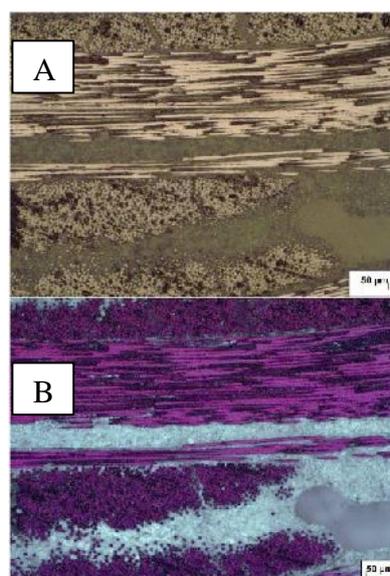


Figura 2. Comparação entre imagens utilizando luz branca – A e luz polarizada - B.

A porosidade dos compósitos verde, carbonizado a 1000°C e após reação a 1600°C, nesta ordem, pode ser observada na figura 3.

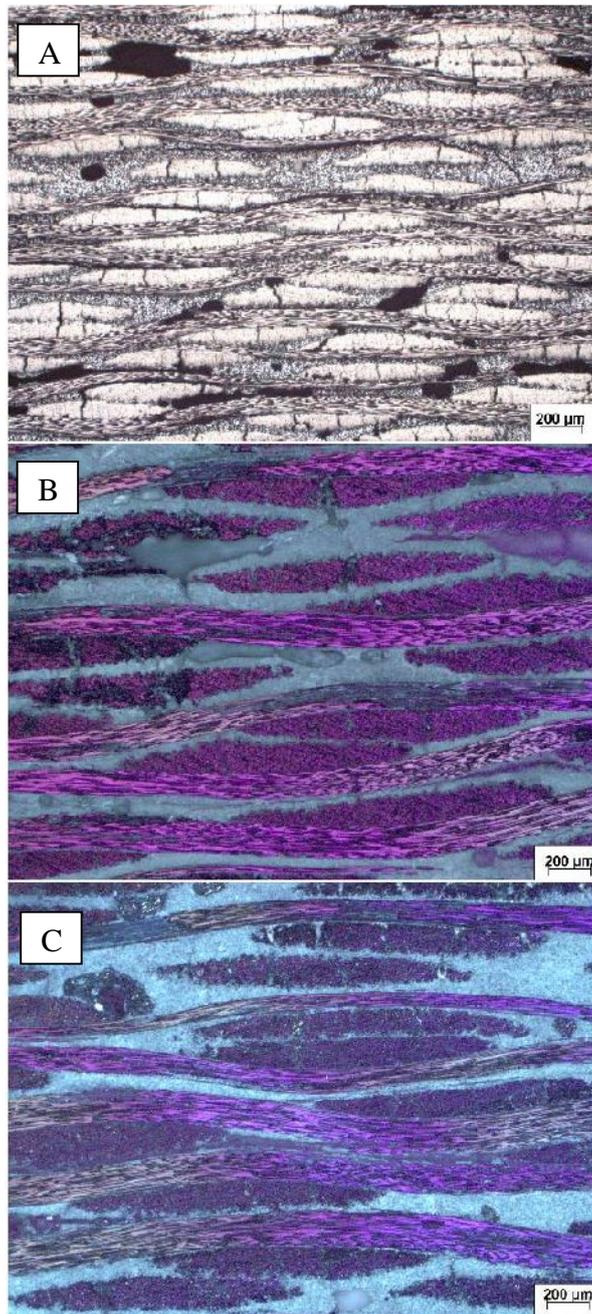


Figura 3. Sequência de imagens representativas, obtidas com aumentos nominais de 50x, para os compósitos impregnados com resina e Si verde - A, carbonizada a 1000°C - B e após reação a 1600°C - C.

Nota-se que com o aumento da temperatura ocorreu a evaporação da resina e, portanto, a formação de poros, estes foram preenchidos com SiC formado. Pode-se observar também que o preenchimento ocorreu preferencialmente em posições adjacentes às fibras de carbono transversais. Esse fato pode ter sido causado pela aplicação de pressão na etapa de moldagem à vácuo

A partir de um aumento nominal de 500x na amostra de 40% de Si, após reação a 1600°C podemos observar os SiC formados na figura 4.

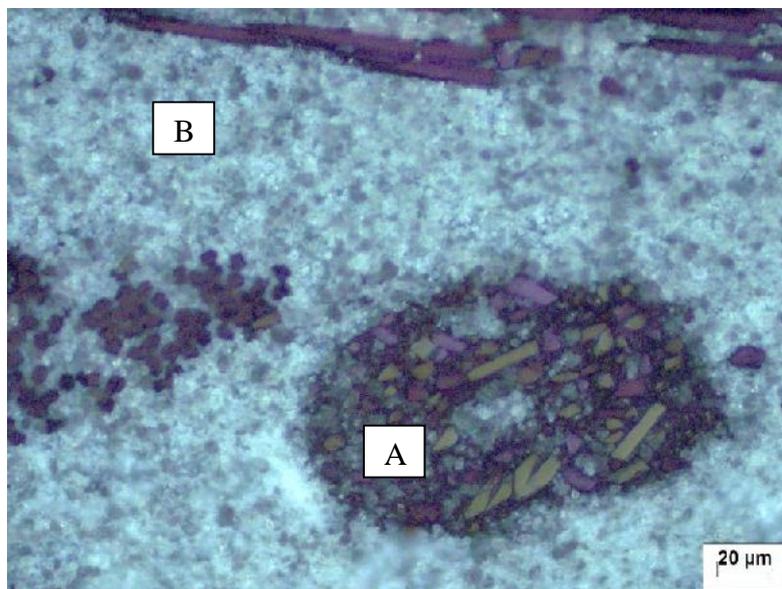


Figura 4. Imagem representativa da formação do Carbeto de Silício - A, e Si não reagido - B. A presença de estruturas angulares cercadas de Si confirma a formação do SiC.

3.2 Resultados a partir da análise quantitativa

Para a análise quantitativa, utilizou-se o software de domínio público de ImageJ, com a sequência de comandos: Captura – 8 Bits – Contraste – Threshold – Medições. Podemos observar então, para um mesmo campo a imagem em luz refletida, em seguida a imagem em luz polarizada, através do Image J pode-se calcular a porcentagem em poros e, por fim, mostrar o preenchimento das fibras pelo SiC, na figura 5.

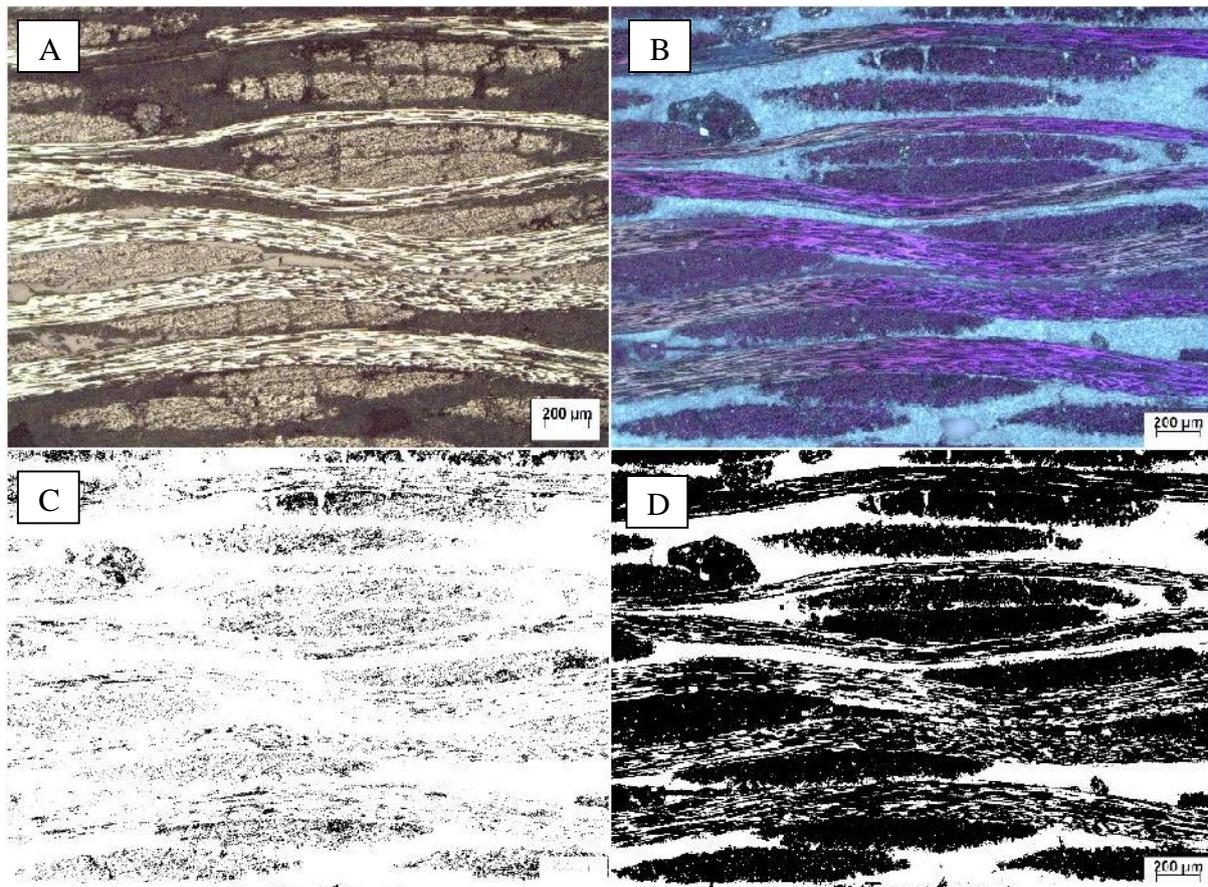


Figura 5. Na sequência, imagem capturada a luz branca - A, em seguida com luz polarizada - B, medição de poros - C, medição de preenchimento - D.

A partir do cálculo das massas específicas, das imagens obtidas e da utilização do software de domínio público de ImageJ, podemos fazer uma comparação do valor calculado com o valor experimental (Tabela 1).

Tabela 1 : Variação da porosidade medida e calculada em cada etapa de processo para os compósitos com frações de silício

Fração Si na Matriz	Propriedades	Compósito Curado	Compósito Carbonizado	Compósito após reação a 1600°C
5%	Porosidade Calculada (%)	19	30	33
	Porosidade Medida (%)	18	33	36
10%	Porosidade Calculada (%)	20	30	33
	Porosidade Medida (%)	22	35	37
15%	Porosidade Calculada (%)	21	32	40
	Porosidade Medida (%)	23	40	47
20%	Porosidade Calculada (%)	20	36	38
	Porosidade Medida (%)	21	41	45
40%	Porosidade Calculada (%)	5	26	41
	Porosidade Medida (%)	6	24	38

Nota-se que não houve diferenças significativas entre os resultados dos cálculos da massa específica e da porosidade nas diferentes frações de silício na matriz. Tal fato se deve à pequena massa de silício em comparação a massa da resina.

4. Conclusões

Foram obtidos compósitos CRFC/SiC pela adição de silício à matriz de resina fenólica, através da reação a 1600°C.

A captura feita através da utilização de luz polarizada permitiu aproximar os resultados teóricos dos experimentais.

A análise de imagem permitiu observar que quanto maior a porcentagem de silício adicionada a resina, maior será o preenchimento e homogeneização dos poros do compósito. Os tratamentos térmicos aumentaram a porcentagem de poros devidos a evaporação da resina.

A diferença de resultados calculados e medidos se deve principalmente a dificuldade de separar os tons de cinza preenchimento das fibras no programa ImageJ.



5. Divulgação dos Resultados

O trabalho intitulado “Caracterização microestrutural de compósitos Carbono/Carbono densificados com silício para aplicação aeroespacial” foi submetido ao 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT. (trabalho 204-018)

Referências

Prado, V. J. S., “Molding of Composites by the Resin Infusion Process :Proper Correlation” MSc. Thesis, Technology Institute of Aeronautics, São José dos Campos, SP, 2009.

Lamicq, P., Macé, J., Pérez, B., “4 D Carbon/Carbon High Temperature Thermal Evaluation”, Proceedings of 15th Biennial Conference on Carbon, Philadelphia, USA, pp. 528-529, 1981.

Savage, G., 1993, “Carbon-Carbon Composites”, Chapman & Hall, London, UK.

Pardini, L. C., Gonçalves A. Journal of Aerospace Technology and Management, V.1, n 2, Jul – Dec, 2009.

CALLISTER JR., W. D. Materials science and engineering: an introduction. 4. ed. New York: J. Wiley & Sons, 1997.

W. Kowbel, C.A. Bruce, K.L. Tsou, K. Patel, J.C. Withers, G. E. Youngblood, J. Nuclear Mater. 283-287 (2000) 570

C.F. A. Von Dollinger, Williane O. Souza, L. C. Pardini, Evaluation of porosity during pyrolysis of carbon fiber/ phenolic resin composites, Technology of Aeronautics, São José dos Campos, SP, Br 2009