

Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Caracterização microestrutural em compósitos de carbono/epóxi submetidos à compressão em fadiga.
Bolsista: Lucas Ueda Arata
Orientador (a): Vanderlei de Oliveira Gonçalves
Período a que se refere o relatório: Agosto de 2015 a Julho de 2016

Resumo

Este trabalho avalia os níveis de porosidade de compósitos de carbono/epóxi submetidos a esforços de compressão em fadiga, utilizando-se a técnica de imagem digital. Foram utilizadas amostras de compósitos, considerados de padrão aeronáutico, com reforços pré impregnados e curados em autoclave, com níveis de porosidade abaixo de 2%, considerado aceitáveis na indústria aeroespacial. Também foram utilizadas amostras fabricadas no laboratório de materiais (AMR) do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) com técnicas manuais de empilhamento de camadas e, portanto, com níveis de porosidades acima de 2%. Esses materiais foram submetidos a esforços de compressão em fadiga e posteriormente verificados os eventuais acúmulos de danos (poros). Foi utilizado o software *ImageJ*, que utiliza parâmetros de resolução de imagem, para detectar e quantificar o nível de porosidade nesses compósitos.

1. Introdução

A utilização de materiais compósitos na indústria aeroespacial tem crescido a cada dia, principalmente devido a massa específica inferior a 2 g/cm^3 e resistência mecânica superior 500 MPa (MATTHEWS, 1994, HULL, 1996). A indústria aeroespacial, em geral, utiliza níveis de porosidade, em componentes estruturais com valores inferiores a 2% de poros, que se caracteriza como um valor seguro para evitar falhas prematuras em fadiga (ABRAHAM, 1998, ANCELOTTI, 2011).

Os compósitos são materiais que consistem em duas ou mais fases distintas, sendo a primeira denominada reforço, que tem como finalidade suportar os esforços aplicados e a segunda denominada matriz, que tem como função aglutinar e distribuir os reforços (ANCELOTTI, 2011).

Os materiais compósitos possuem características anisotrópicas e heterogêneas, que dificultam seu estudo, principalmente em fadiga, quando comparados a materiais isotrópicos como, por exemplo, os metais (DEGRIECK, 2001).

A porosidade também é um fator que interfere significativamente na resistência mecânica, na rigidez e na vida em fadiga dos materiais compósitos, comprometendo seu desempenho estrutural, principalmente na indústria aeroespacial. Os principais fatores que colaboram para o aumento da porosidade são a presença de voláteis, diferentes ciclos de cura e composição química da matriz (resina), configuração dos reforços, esforços mecânicos, configuração dos reforços, entre outros. (NIU, 2000, RUBIN E COLABORADORES, 1993). A formação de poros ocorre, em geral, durante o processamento dos compósitos e são os principais pontos de concentração de tensão, principalmente quando submetidos à fadiga. O processo de ruptura dos compósitos submetidos a fadiga, de uma maneira geral, inicia-se pelo aparecimento de microtrincas na matriz seguido por delaminação entre as fibras e a matriz e finalmente pela ruptura dos reforços, normalmente com falha catastrófica. (ASM, INTERNATIONAL, 2010). O objetivo deste trabalho é quantificar o nível de porosidade dos compósitos antes e depois de submetidos a fadiga em compressão, comparar os resultados e avaliar se o método utilizado para a análise de quantificação de poros é adequado para tal finalidade.

2. Materiais e métodos

2.1 – Materiais

2.1.1 – Compósito de tecido prepreg bidirecional de carbono/resina epóxi, resina 8552/Hexcel, estilo *Plain Weave* (PW), 193 g/m² e 40% de conteúdo de resina por peso.

2.1.2 – Compósito de fita prepreg de carbono/resina epóxi unidirecional, resina 8552/Hexcel, 194 g/m², 35% de conteúdo de resina por peso.

2.1.3 – Compósito de tecido unidirecional de carbono/resina epóxi, resina epóxi Eposcast 50-A (*Huntsman*), 149 g/m² e endurecedor 9816.

2.1.4 – Compósito de tecido tipo *Plain Weave* (PW) de carbono/ resina epóxi, resina Eposcast 50-A (*Huntsman*), 193 g/m² e endurecedor 9816.

Os compósitos referentes aos itens 2.1.1 e 2.1.2 foram fabricados de acordo com as normas da indústria aeroespacial, com reforços prepreg, ciclos de cura em autoclave e com níveis de porosidade abaixo de 2%, denominados de padrão, e os compósitos referentes aos itens 2.1.3

e 2.1.4 foram fabricados na Divisão de Materiais (AMR) do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), com a técnica manual de empilhamento dos reforços deposição de resina (*Hand lay-up*).

Os ensaios de fadiga foram realizados em um equipamento de ensaios de materiais marca MTS (*Material Test System*), modelo 810.25 com célula de carga de 25 kN de fundo de escala. Foi utilizado um dispositivo desenvolvido pelo laboratório de ensaios estruturais ASA-E, para a aplicação dos carregamentos em compressão, estático e em fadiga. Este dispositivo foi elaborado e confeccionado baseado em um método de ensaio de compressão denominado CLC (*Combined Load Compression*) que permite a aplicação de esforços de compressão sem o amassamento na extremidade das amostras. Os ensaios de compressão em fadiga foram realizados para a obtenção da curva de tensão por número de ciclos (S-N), onde cada amostra foi submetida a um diferente nível de tensão.

Todos os ensaios de fadiga foram conduzidos com uma razão de tensão $R=10$, aplicação de carga na forma senoidal, com amplitude constante, frequência de 12 Hz e com limite máximo de 120.000 ciclos, que corresponde a aproximadamente duas vidas de uma aeronave civil (ANCELOTTI, 2006).

As amostras selecionadas para a análise de imagem digital foram as que resistiram aos 120.000 ciclos com o maior nível de tensão, ou seja, a condição mais severa. Foram feitos cortes transversais nessas amostras e embutidos em resina epóxi para a coleta das imagens, como mostrado na figura 1.

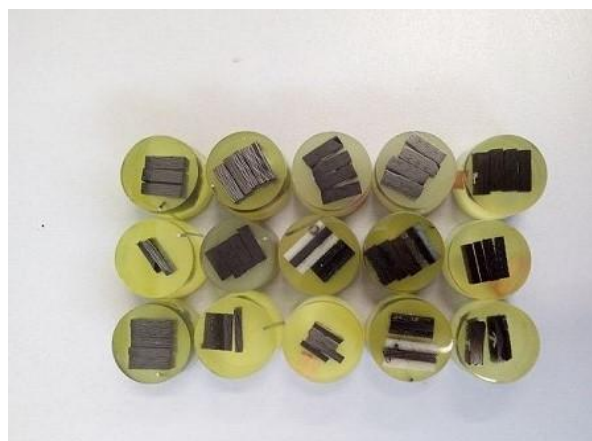


Figura 1 – Seções transversais dos compósitos ensaiados embutidos em resina epóxi

As imagens das amostras foram coletadas utilizando o Microscópio Óptico *Carl Zeiss Axiotech 100HD*, 45 10 07, G/180116.

A técnica de imagem digital pode ser utilizada na caracterização microestrutural de materiais para quantificar as eventuais falhas em compósitos submetidos a esforços de fadiga, tais como delaminação, falhas de empilhamento, orientação e porosidade. (PACIORNIK, 2009). Neste trabalho foi utilizado o aplicativo *ImageJ* que analisa imagens obtidas, normalmente em microscopia digital ou óptica e através de uma seleção manual das regiões mais escuras da imagem (*Threshold*), calcula a porcentagem de poros ou danos. Para isso é necessário a conversão da imagem obtida para 8-bits, fazendo com que a imagem apresente grau de tonalidade entre as cores pretas e brancas. A figura 2 mostra uma imagem de um compósito unidirecional obtida a partir da microscopia digital, onde é aplicado o *ImageJ* utilizando a ferramenta *Threshold*. Os pontos mostrados em vermelho representam os poros e vazios detectados e selecionados para a contagem.

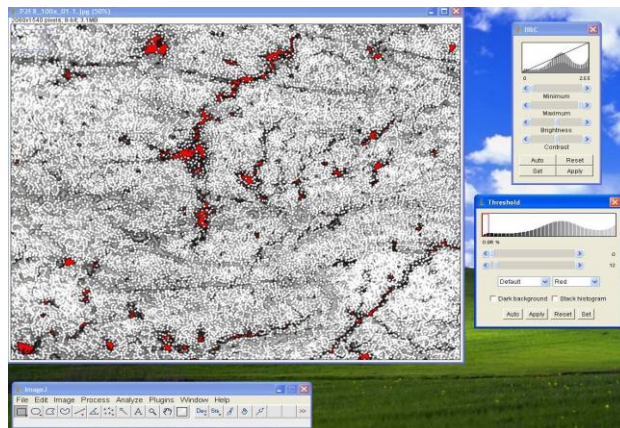


Figura 2 – Exemplo do uso do *ImageJ* em um compósito unidirecional

Foi realizado um estudo estatístico para se obter o número adequado de imagens que representassem estatisticamente toda a amostra. O estudo consistiu numa divisão uniforme da seção transversal da amostra analisada. Inicialmente foram capturadas nove imagens e calculada a média da porosidade, em seguida, na mesma amostra, foram capturadas oito imagens e repetido o processo sucessivamente até uma única imagem. A figura 3 apresenta o desvio padrão para o estudo realizado, sendo o eixo da ordenada o valor do desvio em (%) e o eixo da abscissa o número de imagens. É possível observar que a partir de quatro imagens o

desvio padrão se mantém relativamente constante e, portanto definiu-se o número de quatro imagens por amostra.

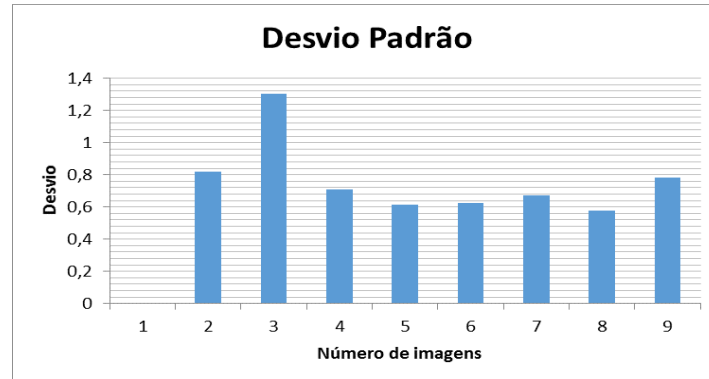


Figura 3 – Estudo do número de imagens adequada para cada amostra

3. Resultados

3.1 – Ensaio de fadiga

Foram realizados ensaios de fadiga nos quatro tipos de materiais estudados e obtidas as respectivas curvas S-N. A figura 4 representa a curva S-N do compósito *Plain Weave* fabricado na AMR (material 2.1.4). Para cada material foram ensaiadas cerca de 20 amostras com diferentes níveis de tensão.

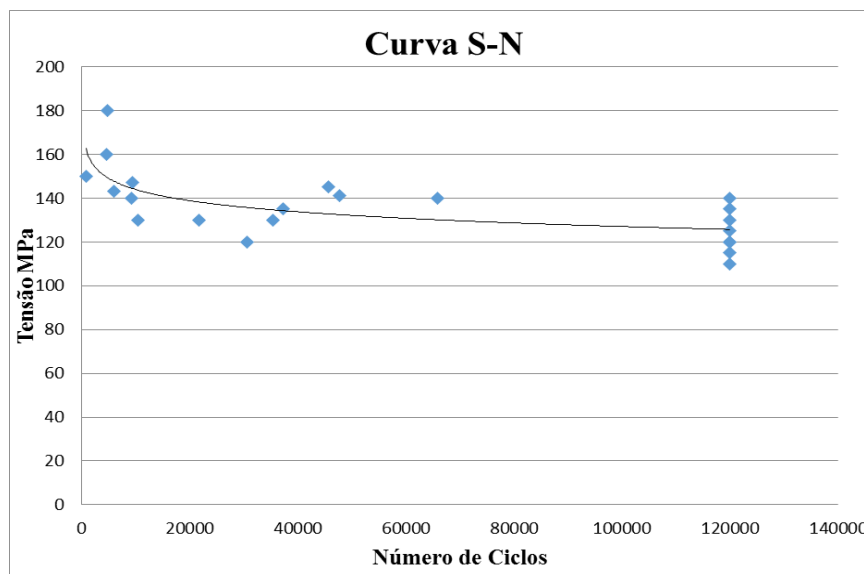


Figura 4 – Tensão aplicada em fadiga x Número de ciclos

Os pontos azuis representam os dados experimentais para cada amostra e a curva contínua representa uma curva de ajuste logarítmica dos dados experimentais. Os resultados obtidos para vida em fadiga dos materiais 2.1.1, 2.1.2, 2.1.3 e 2.2.4 foram de 389 MPa, 770.MPa, 270 MPa e 128.MPa, respectivamente.

3.2 – Medição da porcentagem de poros antes e depois da fadiga

A tabela 1 e a figura 5 apresentam os valores médios de porosidade obtidos antes e depois da fadiga para todos os compósitos estudados.

Tabela 1 – Médias das porosidades antes e depois de submetidos à fadiga

Identificação das amostras	Porosidade antes da fadiga (%)	Porosidade depois da fadiga (%)
2.1.1	1,2 ± 0,10	1,2 ± 0,20
2.1.2	1,1 ± 0,50	1,4 ± 0,20
2.1.3	5,8 ± 0,04	5,8 ± 0,20
2.1.4	4,9 ± 2,70	5,1 ± 2,50

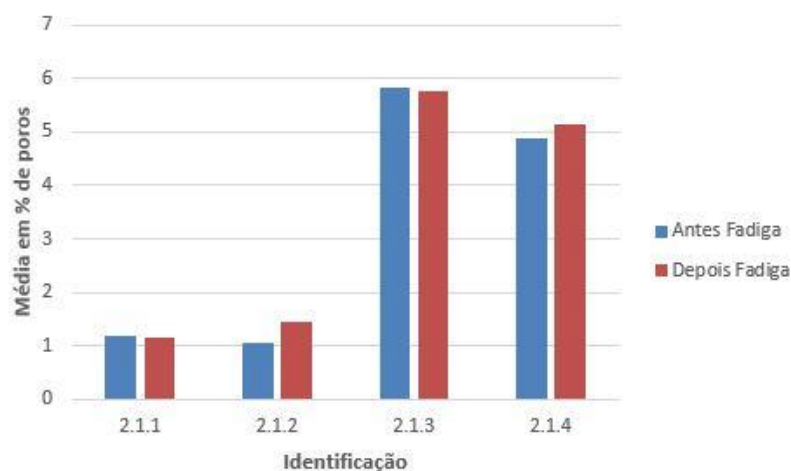


Figura 5 – Representação gráfica dos níveis de porosidade antes e depois da fadiga

É possível observar que os valores de porosidade encontrados nos compósitos 2.1.1 e 2.1.2 se aproximam aos valores da literatura, ou seja, abaixo de 2% e mostra coerência com o processo de fabricação utilizado na indústria aeroespacial. Porém, praticamente não apresentou diferença nos níveis de porosidade antes e depois da fadiga. Isso se deve,

provavelmente, porque a tensão aplicada aliada ao número de ciclos aplicados (120.000) não foram suficientes para gerar um acúmulo de danos significativos nesses compósitos.

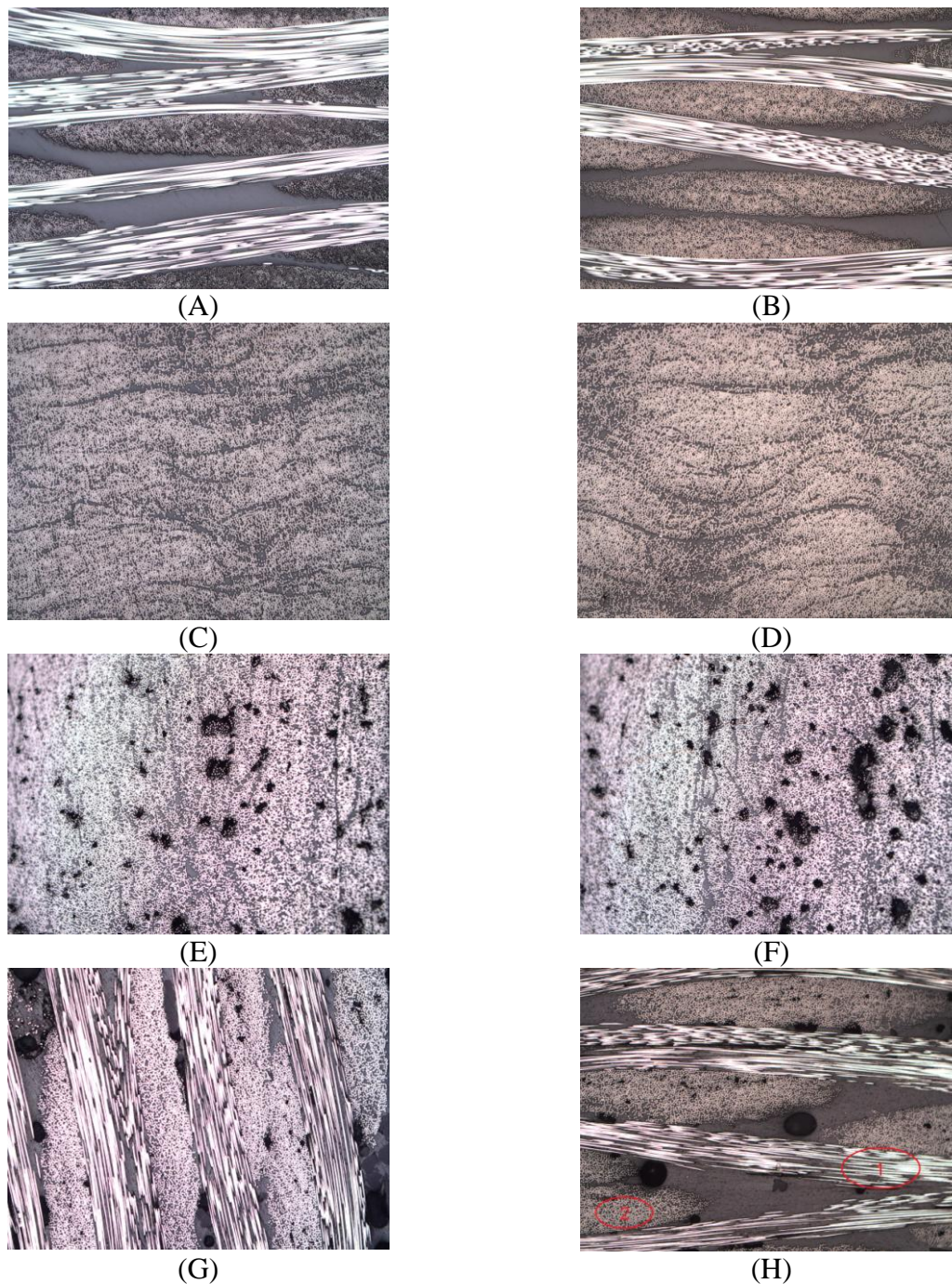


Figura 6 – Imagens obtidas dos compósitos padrão e dos fabricados na AMR

Já para os compósitos 2.1.3 e 2.1.4 os níveis de porosidade encontrados foram semelhantes entre si, entre 5% e 6%. Esses valores de porosidade também se mostram coerentes visto que

esses materiais foram obtidos por um método com deposição e empilhamento manual de resina. Nesse caso também não foi possível observar diferença significativa da porosidade antes e depois da fadiga provavelmente porque, como no caso anterior, os níveis de tensão e o número de ciclos também não foram suficientes para gerar um acúmulo de danos significativos.

A figura 6 mostra algumas imagens obtidas dos compósitos padrão e os dos fabricados na AMR. As figuras 6 (A) e (B) representam os compósitos de tecido *Plain Weave* padrão (2.1.1) antes e depois de submetidos a fadiga, respectivamente, onde é possível observar os reforços do tecido orientados a 0° e 90° , pontos cinzas e filamentos mais claros e a matriz em resina epóxi na cor mais acinzentada ao fundo. As figuras 6 (C) e (D) mostram os compósitos unidirecionais padrão (2.1.2) antes e depois de submetidos à fadiga, respectivamente, onde é possível observar todos os reforços orientados a 0° em relação ao plano de observação juntamente com a matriz em tom mais acinzentado. As figuras 6 (E) e (F) mostram os compósitos unidirecionais fabricados na AMR (2.1.3) antes e depois de submetidos à fadiga, onde é possível observar os reforços orientados a 0° em relação ao plano de observação, na cor mais clara e os poros na cor mais escura e finalmente as figura 6 (G) e (H) são os compósitos de tecido *Plain Weave* fabricados na AMR (2.1.4) antes e depois de submetidos a fadiga, onde é possível observar os reforços alinhados a 0° e 90° e os poros em tons mais escuros.

4. Conclusões

Foi feita uma análise estatística para se determinar a quantidade ideal de imagens para cada amostra. Cada amostra foi dividida entre uma e nove imagens e chegou-se a um número de quatro imagens por amostra. Essa metodologia mostrou uma relação adequada de número de imagem por desvio padrão e foi utilizada em todo o trabalho.

O aplicativo *ImageJ* se mostrou favorável para quantificar porosidade em materiais compósitos de uma maneira geral, pois obteve-se valores confiáveis de porosidade em todos os compósitos estudados. Deve-se, porém atentar para o fato de que é necessário um treinamento adequado, bem como, uma experiência do usuário para se determinar os pontos de falhas e porosidades nas imagens antes da análise.

A partir das microscopias e análise de imagens dos compósitos foi possível obter as porcentagens de poros. Os compósitos padrão 2.1.1 e 2.1.2 apresentaram porosidades abaixo

de 2%, o que confirma os níveis utilizados na indústria aeroespacial. Os compósitos fabricados na AMR apresentaram níveis de porosidade entre de 5% e 6% e que também estão coerentes com o tipo de processo de fabricação utilizado.

Os valores de porosidade obtidos antes e depois da fadiga para todos os compósitos não apresentaram diferença significativa. Provavelmente porque os níveis de tensão utilizados, bem como o número de ciclos (120.000) não foram suficientes para causar um acréscimo de danos (poros) nos compósitos.

Referências

ABRAHAM, D.; MATTHEWS, S. ; MCLLHAGGER, R. **A comparison of physical properties of Glass Fibre Epoxy composites produced by wet lay up with autoclave consolidation and resin transfer molding.** *Composites Part A*, Elsevier Science, 29A, pp. 795-801, 1998.

ASM INTERNATIONAL Void Analysis of Composite Materials. Em: **Optical Microscopy of Fiber-Reinforced Composites.** Publicação: p.147 - 158, 2010.

ANCELOTTI JUNIOR, A. C. **Efeito da Porosidade nas Propriedades Estáticas e de Fadiga de Compósitos de Fibra de Carbono/Resina Epóxi.** 2011. Tese de doutorado – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

ANCELOTTI JUNIOR, A. C. **Efeitos da Porosidade na Resistência ao Cisalhamento e nas Propriedades Dinâmicas de Compósitos de Fibra de Carbono/Resina Epóxi.** 2006. Tese de Mestrado - Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

DEGRIECK J., PAEPEGEM, W. V., Fatigue damage modeling of fibre-reinforced composite materials: Review, **Applied Mechanics Review**, v.54, n.4, p. 279-300, 2001.

HULL, D. & CLYNE, T. W. **An Introduction to Composite Materials**, Cambridge, UK (1996).



MATTHEWS, F. L. & Rawlings, R. D. *Composite Materials: Engineering and Science*, Chapman & Hall , London, UK (1994).

NIU, M. C. Y. *Composite Airframe Structures: Practical Design Information and Data*. 3.ed.: Hong Kong Conmilit Press Limited, 2000.

PACIORNIK, S.; D'ALMEIDA, J., Measurement of Void Content and Distribution in Composite Materials through Digital Microscopy. **Journal of Composite Materials** Vol. 43, No. 02/2009.

RUBIN, A., M., JERINA. K., L. **Evaluation of porosity in composite aircraft structures**, Mechanics of Composite Materials, Vol. 30, N ° 6, 1994.