

5

Discussão dos resultados experimentais

5.1

Análise Termogravimétrica dos materiais estudados

Inicialmente, foi realizada a análise termogravimétrica (TGA) da amostra de resina isoftálica sem reforço. A partir do resultado do ensaio, a curva da Termogravimetria Derivativa (DTG) também foi construída. Os gráficos da perda de massa relativa ao aumento da temperatura e a primeira derivada desta curva são apresentados na Figura 28. Como mencionado no capítulo 4.1, não foi possível confeccionar uma placa de resina fenólica sem reforço para realização da TGA para resina pura. Os gráficos e análises estatísticas deste trabalho foram desenvolvidos no *software* Origin 8.5.

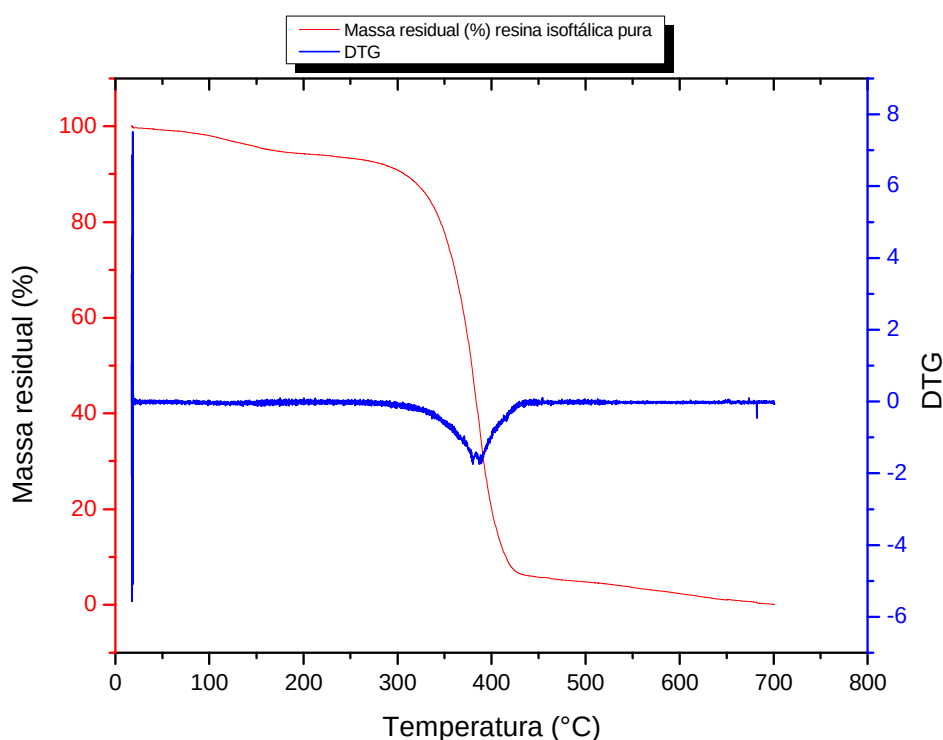


Figura 28 - TGA e DTG da resina isoftálica sem reforço.

A quantidade de massa residual ao final da TGA da resina isoftálica pura, a uma temperatura de 700 °C, foi de apenas 0,02037 %. Este valor será utilizado, junto com a massa residual do compósito de matriz isoftálica, para uma estimativa da quantidade de reforço neste material.

Um resumo dos resultados da análise termogravimétrica para o compósito de resina poliéster isoftálica e para o compósito de resina fenólica são apresentados nas Tabelas 5 e 6, respectivamente. As tabelas 5 e 6 mostram os percentuais de perda de massa ao final do ensaio e os valores das temperaturas para um e cinco por cento de perda de massa.

Apesar das amostras terem sido retiradas dos mesmos materiais, observa-se uma diferença significativa nos valores encontrados para as temperaturas de um por cento e cinco por cento de perda de massa. Este fato pode ser explicado em função da heterogeneidade do material compósito, quando amostras de um mesmo material podem apresentar diferentes frações de fibra e vazio. Desta forma, foi importante, no caso dos materiais compósitos, realizar os ensaios considerando um número maior de amostras. O mesmo procedimento não foi necessário para a amostra de resina isoftálica pura, por se tratar de um material homogêneo, bastando apenas um ensaio.

Tabela 5 - Resultados da TGA para o compósito de resina isoftálica pura.

Compósito resina poliéster isoftálica	T 1% perda de massa (°C)	T 5% perda de massa (°C)	Perda de massa ao final do ensaio (%)
Isoftálica 001	263,3	361,4	24,3
Isoftálica 002	219,9	326,2	29,3
Isoftálica 003	274,5	376,5	18,8
Isoftálica 004	200,3	308,6	35,2
Isoftálica 005	246,7	339,5	29,5
Isoftálica 006	217,1	319,0	33,6
Média	236,9	338,5	28,5
Desvio Padrão	29,1	26,0	6,0

Tabela 6 - Resultados da TGA para o compósito de resina fenólica.

Compósito resina fenólica	T 1% perda de massa (°C)	T 5% perda de massa (°C)	Perda de massa ao final do ensaio (%)
Fenólica 001	240,3	570,6	7,4
Fenólica 002	325,6	589,8	6,7
Fenólica 003	123,1	520,0	9,2
Fenólica 004	232,4	562,2	7,3
Média	230,3	560,7	7,6
Desvio padrão	83,0	29,5	1,1

Comparando os resultados apresentados nas Tabelas 5 e 6, observa-se que as temperaturas médias para perda de um por cento de massa para o compósito isoftálico e para o compósito fenólico são bastante semelhantes, entretanto para cinco por cento de perda de massa, a temperatura média dos compósitos de resina fenólica é bem mais elevada comparada à do material em resina isoftálica. Isto se deve ao fato das resinas fenólicas serem materiais altamente resistentes a temperaturas elevadas, quando comparadas a outros materiais poliméricos. Fato este que pode ser verificado também pela perda de massa total ao final do ensaio, bastante superior para o compósito de resina isoftálica.

A Figura 29 mostra uma comparação entre uma curva típica obtida através da TGA para a amostra de material compósito de resina isoftálica e outra curva para a amostra do compósito de resina fenólica. As curvas das análises termogravimétricas para as demais amostras ensaiadas encontram-se no Apêndice A.

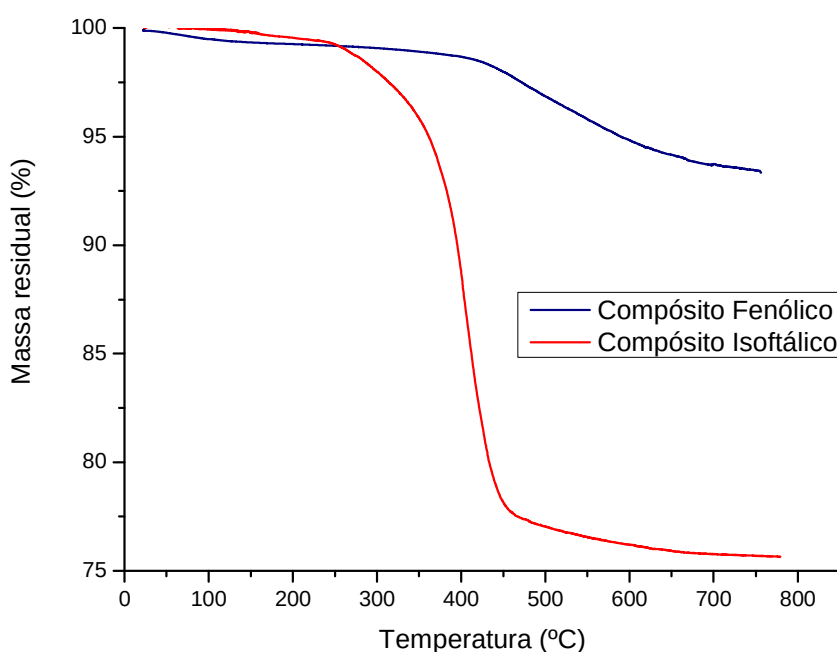


Figura 29- Comparação entre as curvas obtidas nos ensaios TGA para compósitos de resina isoftálica e fenólica.

Analisando os resultados das Tabelas 5 e 6 e da Figura 29, conforme mencionado acima, observa-se que o compósito de resina isoftálica apresenta um

decaimento na massa residual muito mais acentuado que o encontrado para o composto de resina fenólica. O compósito de resina isoftálica apresenta uma perda média de massa ao final do ensaio de 28,5 %, enquanto que o compósito de resina fenólica apresenta uma perda menor, terminando o ensaio termogravimétrico com um resíduo médio de 92 % de material.

Esta diferença na quantidade de resíduo entre os dois materiais estudados é explicada pelo fato da resina fenólica gerar, quando exposta a temperaturas elevadas, maior quantidade de produto carbonizado. Diferentemente do comportamento da resina isoftálica, que apresenta maior perda de massa, devido à produção de maior quantidade de produtos volatizados, o aquecimento do composto de resina fenólica mantém a massa da amostra praticamente inalterada.

A TGA fornece informações importantes quanto às etapas de degradação relativas aos intervalos de temperatura. Segundo pesquisas anteriores (BORGES, 2004) para o composto de resina fenólica, a perda de massa inicial, para temperaturas abaixo de 300 °C, está relacionada à liberação de água resultante da condensação e de alguns monômeros que não reagiram na reação de formação do material. Também haverá liberação de amônia quando HMTA for utilizada como agente de cura.

Por fim, comparando as curvas da Figura 29 com as curvas das Figuras 13 e 15, de ensaios termogravimétricos encontrados na literatura para compósitos de resina isoftálica e fenólica, observa-se que as curvas dos ensaios realizados neste trabalho, tanto para o compósito isoftálico quanto para o fenólico, seguem o mesmo padrão de perda de massa relativa ao aumento de temperatura de estudos anteriores (MOURITZ e GIBSON, 2006). Assim, conclui-se que os resultados das análises térmicas obtidos nos ensaios do presente trabalho estão concordantes com os encontrados na revisão bibliográfica.

Com os valores de massa residual da análise termogravimétrica da resina isoftálica pura e do compósito de matriz isoftálica reforçado com fibra de vidro, pode-se estimar o percentual em massa de reforço presente no material pultrudado como 71,5 %. A mesma avaliação não é conclusiva para a resina fenólica, visto a alta produção de resíduo carbonizado desta matriz quando exposto à alta temperatura. O material residual da análise termogravimétrica do composto fenólico inclui esse resíduo carbonizado, além da fibra de vidro não degradada.

5.2

Avaliação da microestrutura dos materiais

Amostras dos materiais estudados, um composto de resina poliéster isoftálica e um de resina fenólica, foram observadas pelas técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. As Figuras 30 e 31 apresentam imagens capturadas por microscópio óptico dos materiais compósitos de resina isoftálica e de resina fenólica, respectivamente. Com essas imagens, é possível identificar os diferentes tons de cinza das fases presentes, o tom mais escuro da matriz, o cinza mais claro das fibras e o brilhante das cargas, quando existentes. Pode-se observar a existência de carga na matriz isoftálica, assim como a presença de uma grande quantidade de vazios na resina fenólica. Grande parte destes vazios é resultante das bolhas de vapor de água que ficam presas no interior do compósito fenólico durante a polimerização. A água é o principal subproduto da reação de condensação entre o fenol e o formaldeído e, portanto, essas bolhas de vapor são comuns neste tipo de material polimérico.

Apesar da possibilidade de uma avaliação qualitativa, não foi possível segmentar os componentes presentes nos materiais nas imagens da microscopia óptica. Como pode ser observado nas Figuras 30 e 31, as imagens da microscopia óptica mostram as fibras de vidro com um contorno bastante irregular, como se estivessem quebradas, tornando difícil a separação das fibras do fundo, ainda que com recursos avançados de processamento digital de imagens.

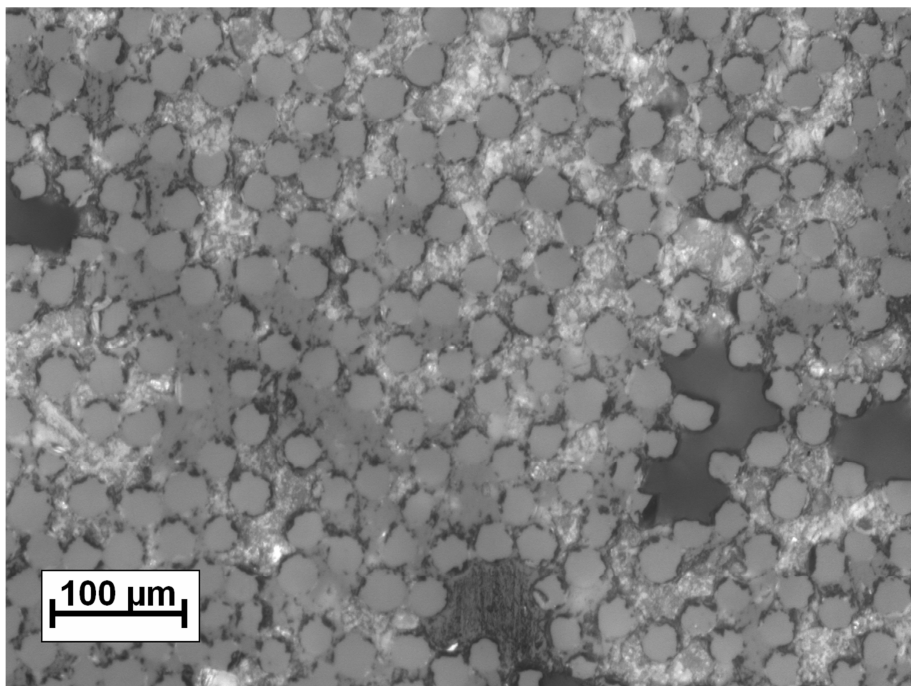


Figura 30 - Imagem do compósito de resina poliéster isoftálica capturada por microscópio óptico com lente de 20 X.

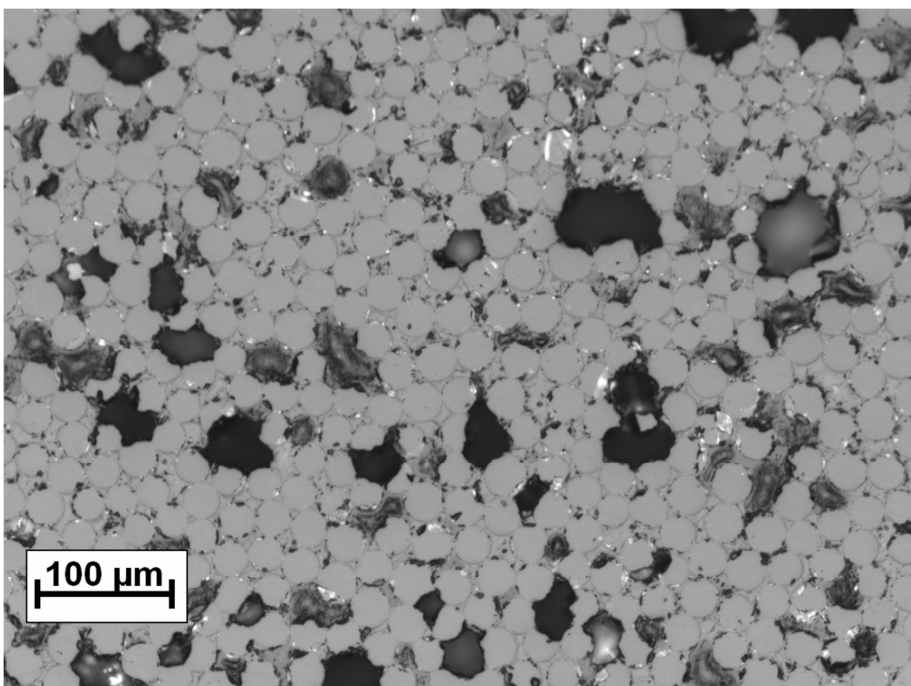


Figura 31 - Imagem do compósito de resina fenólica capturada por microscópio óptico com lente de 20 X.

As imagens da microscopia eletrônica de varredura se mostraram melhores que as capturadas pela microscopia óptica, com melhor resolução e maior contraste entre as fases constituintes do material. Assim, estas imagens

foram utilizadas para as análises quantitativas desenvolvidas neste trabalho. As Figuras 32 e 37 mostram, respectivamente, algumas das imagens para o composto de resina isoftálica e para o composto de resina fenólica capturadas pelo MEV.

Pela Figura 32, de imagens capturadas por microscopia eletrônica de varredura para o composto de resina isoftálica, observa-se os constituintes presentes neste material e que as fases dispersas não são distribuídas de maneira uniforme na matriz. Por estas mesmas imagens da Figura 32 confirma-se a existência de carga no material, de coloração cinza intermediário, já identificada pela microscopia óptica.

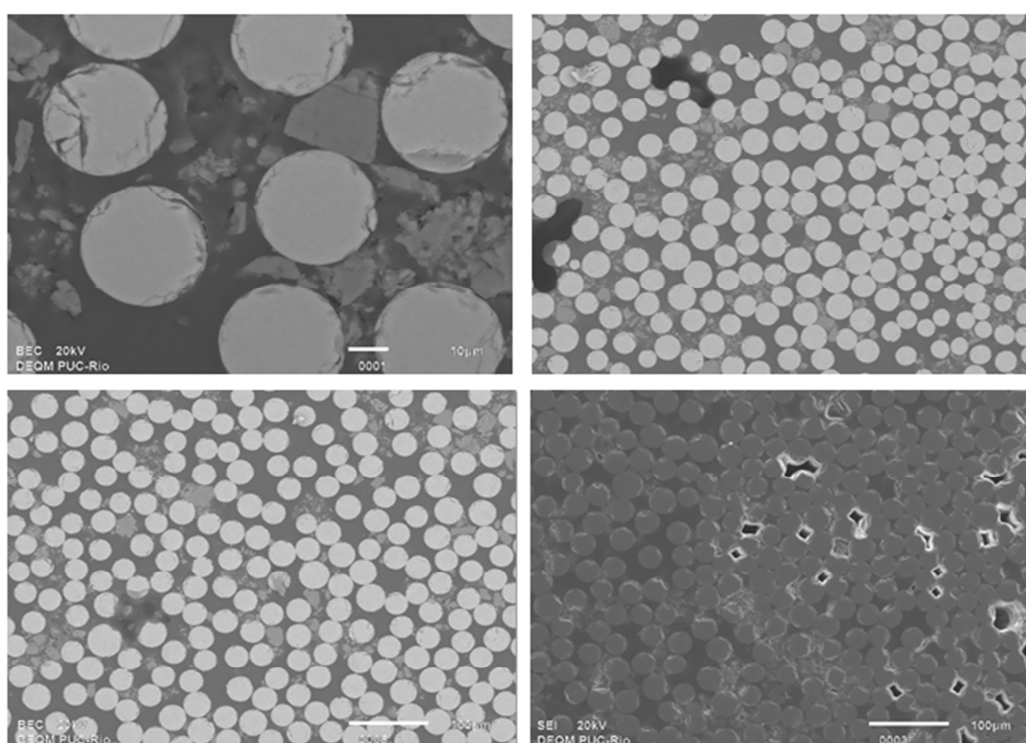
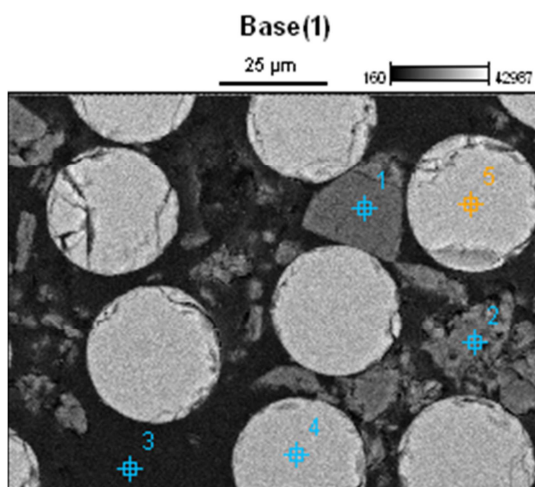


Figura 32 - Composição de algumas imagens do composto de resina isoftálica capturadas por MEV.

Umas das vantagens do uso do MEV é a possibilidade de identificar os elementos constituintes de cada fase do material, ou seja, da resina, da fibra e no caso do material isoftálico, da carga, pela utilização do detector de raios X característicos. As Figuras 34, 35 e 36 mostram os elementos constituintes das fases identificadas pelos números 1, 3 e 5 da Figura 33. Pela Figura 34, observamos que a carga (ponto 1 da Figura 33) é formada por alumínio e oxigênio, sugerindo a identificação do aditivo como alumina tri-hidratada. Este

componente atua como retardante de chama e supressor de fumaça no material polimérico.



Compósito Isoftálico

ImageName: Base(1)

Accelerating Voltage:
20.0 kV

Magnification: 1000

Detector: NanoTrace

Figura 33 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura do compósito de resina isoftálica com identificação de pontos para análise dos elementos constituintes.

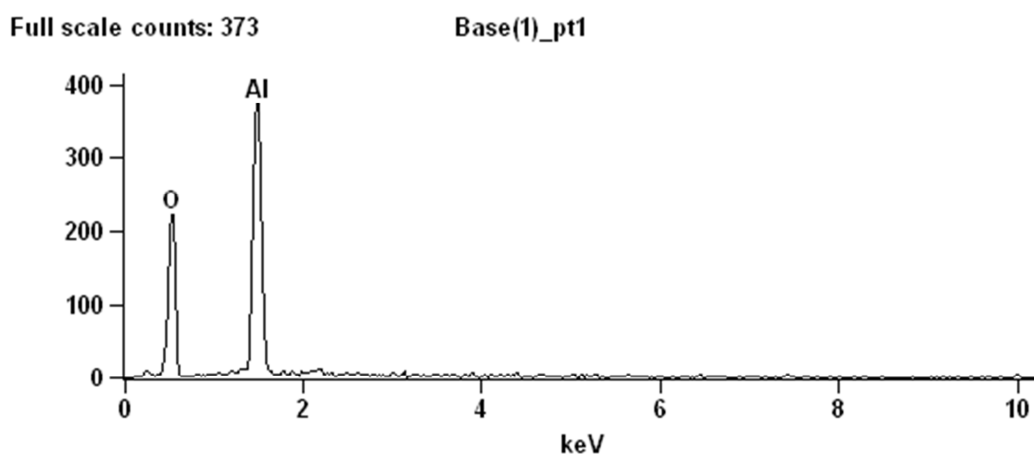


Figura 34 - Elementos constituintes do ponto 1 da Figura 33 – aditivo anti chama.

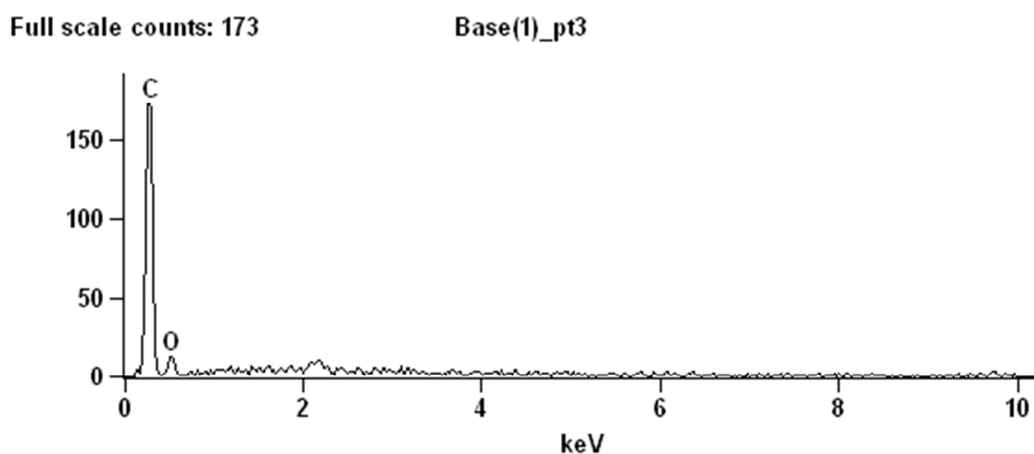


Figura 35 - Elementos constituintes do ponto 3 da Figura 33 – matriz isoftálica.

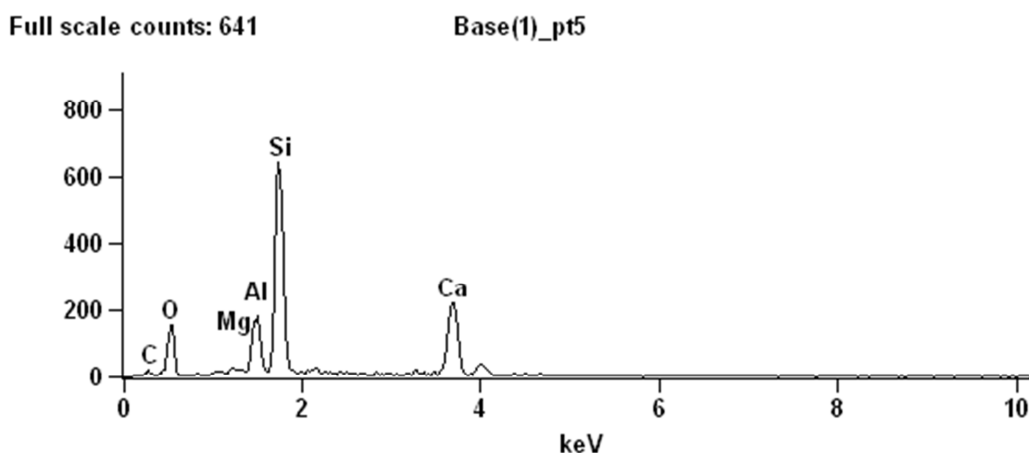


Figura 36 - Elementos constituintes do ponto 5 da Figura 33 – fibra de vidro.

A Figura 35 mostra os elementos constituintes para a matriz isoftálica (ponto 3 da Figura 33), identificando a presença de carbono e oxigênio, principais constituintes do material polimérico. A Figura 36, relativa ao ponto 5 da Figura 33 (o reforço de fibra), apresenta picos de silício, cálcio, alumínio, magnésio, além do oxigênio, que representam, respectivamente, o dióxido de silício ou sílica (SiO_2), principal componente das fibras de vidro, óxido de cálcio (CaO), óxido de alumínio (Al_2O_3) e óxido de magnésio (MgO).

Em comparação ao compósito de resina fenólica, observou-se que o compósito de matriz isoftálica apresenta menor quantidade de vazios. Entretanto, é possível observar alguns defeitos nas fibras, que podem ser resultantes do processo de fabricação dos perfis.

As imagens capturadas para o composto de resina fenólica, como já destacado acima (Figura 37), evidenciam a existência de um número muito maior de vazios no interior da matriz, característicos da polimerização por condensação deste tipo de resina. Além desses poros característicos da resina fenólica, foram identificados alguns outros defeitos, semelhante aos vazios, entretanto que parecem estar relacionados à falta de impregnação das fibras com a resina. Este fato pode ser explicado pela alta fração de fibra de vidro utilizada nesses compósitos e também pela alta viscosidade da matriz fenólica, o que dificulta a penetração da resina entre as fibras. Outro ponto verificado foi que em algumas regiões do material compósito, tanto fenólico quanto isoftálico, a distribuição das fibras não se apresentou de forma homogênea, algumas fibras estavam muito juntas, muitas vezes tocando umas nas outras, o que pode ser relativo a algum

problema de processamento. Além disso, é possível observar algumas fibras quebradas decorrentes do processo de fabricação por pultrusão.

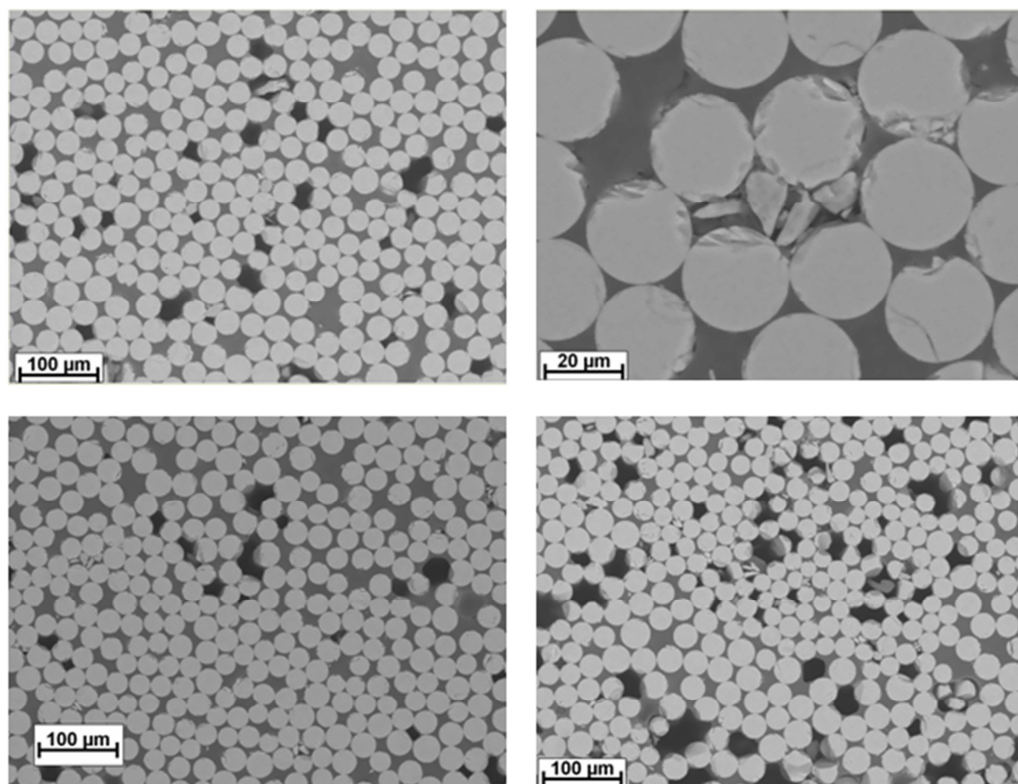
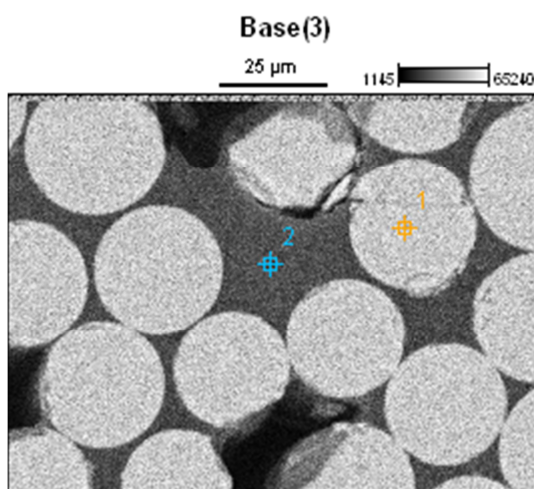


Figura 37 - Composição de algumas imagens do composto de resina fenólica capturadas por MEV.

A falta de impregnação de resina nas fibras é prejudicial ao comportamento mecânico do material compósito, visto que nesta configuração a matriz não transmite a carga de maneira eficiente para o reforço.

A Figura 38, capturada por microscopia eletrônica de varredura, apresenta os constituintes presentes no compósito de resina fenólica: o reforço de fibras, a fase contínua da matriz e os vazios. A observação desta figura evidencia a não existência de carga para a resina fenólica, o que pode ser explicado pelo fato da própria resina apresentar propriedades de não propagação de chamas. A Figura 39 indica os elementos constituintes do reforço de fibra de vidro, representada pelo ponto 1 da Figura 38. O ponto 2 da figura 38 representa a matriz do material compósito, cujos elementos são apresentados na Figura 40.



Compósito Fenólico

ImageName: Base(3)

Accelerating Voltage:
20.0 kV

Magnification: 1000

Detector: NanoTrace

Figura 38 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura do compósito de resina fenólica com identificação de pontos para análise dos elementos constituintes.

Full scale counts: 772

Base(3)_pt1

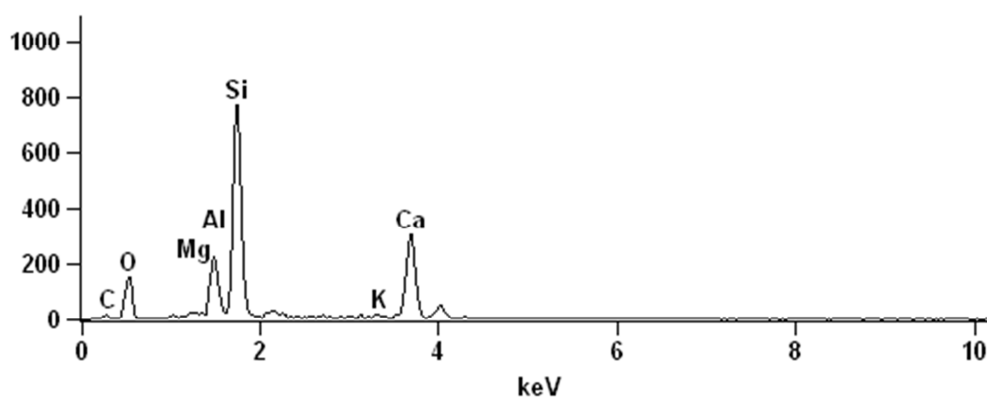


Figura 39 - Elementos constituintes do ponto 1 da Figura 36 – fibra de vidro.

Full scale counts: 610

Base(3)_pt2

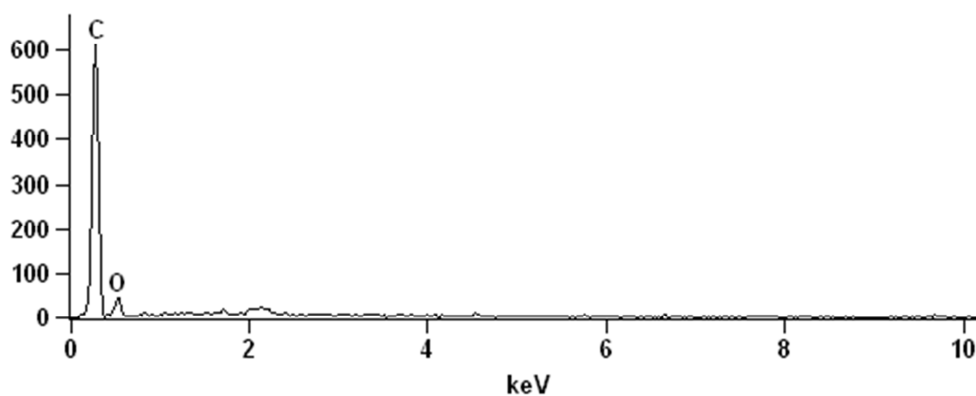


Figura 40 - Elementos constituintes do ponto 2 da Figura - matriz fenólica.

Um dos objetivos da avaliação microestrutural foi possibilitar a análise micromecânica, onde a heterogeneidade do compósito é reconhecida e as propriedades do mesmo são obtidas a partir das propriedades e frações das fases constituintes. Para isso, foi necessário obter especificamente a fração de área que cada componente ocupava nas imagens resultantes da microscopia eletrônica de varredura.

A partir de técnicas de processamento digital de imagens é possível obter informações quantitativas sobre a microestrutura dos materiais. A fração de área de cada componente dos compósitos estudados é indicada nas tabelas 7 e 8. Para esta análise foram escolhidas 12 imagens de cada um dos compósitos capturadas no MEV.

Tabela 7 - Percentual de área dos componentes do material compósito de resina isoftálica.

Percentual de área - Compósitos de resina Isoftálica				
Amostra	Fibra	Carga	Vazio	Resina
1	66,6	1,7	0,6	35,7
2	55,7	2,3	0,3	41,8
3	54,1	6,0	4,5	35,2
4	49,9	16,1	0,2	33,8
5	65,4	0,4	2,0	32,2
6	55,3	1,7	1,4	41,6
7	49,4	2,4	2,0	46,2
8	52,4	5,2	0,0	42,4
9	59,0	4,1	2,9	34,0
10	54,2	14,1	0,0	31,8
11	56,2	3,0	0,2	40,6
12	54,1	4,1	0,3	41,5
Média	56,0	5,1	1,2	38,1
Desvio Padrão	5,4	5,0	1,4	4,8

Tabela 8 - Percentual de área dos componentes do material compósito de resina fenólica.

Percentual de área - Compósitos de resina Fenólica			
Amostra	Fibra	Vazio	Resina
1	69,9	8,8	21,3
2	63,4	12,6	24,0
3	66,8	10,8	22,4
4	68,8	7,3	23,9
5	75,3	2,0	22,7
6	78,7	0,0	21,3
7	72,6	4,1	23,3
8	73,6	3,2	23,3
9	62,4	8,0	29,6
10	71,4	3,0	25,6
11	62,6	4,0	33,5
12	70,0	4,9	25,1
Média	69,6	5,7	24,7
Desvio padrão	5,1	3,8	3,6

As frações de área indicadas nas Tabelas 7 e 8 são diretamente correlacionadas a fração volumétrica, considerando que os comprimentos do compósito, das fibras e da matriz são iguais. Assim, a fração volumétrica de cada componente corresponde ao valor encontrado para fração de área. De forma a comparar os valores obtidos pela avaliação microestrutural com o resultado da análise termogravimétrica (TGA), é necessário passar estes últimos dados para a base volumétrica.

Para avaliação dos resultados obtidos pela TGA em base volumétrica, foi necessário fabricar corpos de prova de dimensões conhecidas para pesagem em uma balança de precisão ($\pm 0,0001\text{g}$) e determinação de uma densidade aparente do material compósito (ρ_c). Ou seja, a razão entre o valor da média das massas medidas do material em relação ao volume. Foram confeccionados 3 corpos de prova de cada material, na forma de um quadrado de comprimento de lado igual a 20 mm e espessura média de 5 mm.

A densidade dos componentes de cada compósito foi obtida da literatura. Estudos anteriores (MICHELENA et al, 2013) mostram que a densidade da fibra

de vidro é 2,6 g/cm³ e da resina fenólica pura é 1,2 g/cm³. A densidade da resina poliéster está avaliada entre 1,04 e 1,46 g/cm³ (CALLISTER, 2007).

A fração volumétrica de fibras no compósito V_f é calculada em função da fração mássica M_f obtida pela TGA e das densidades do compósito e das fases presentes, a partir das seguintes equações.

$$V_f = \frac{v_f}{v_c} \quad (5.2.1)$$

onde v_f refere-se ao volume de fibras e v_c ao volume do compósito.

A densidade de fibras ρ_f é definida como a razão entre a massa de fibras m_f pelo volume de fibras v_f , a partir da equação 5.2.2:

$$\rho_f = \frac{m_f}{v_f} \quad (5.2.2)$$

A fração mássica de fibras M_f é dada pela razão entre a massa das fibras m_f e a massa do compósito m_c , de acordo com a equação 5.2.3:

$$M_f = \frac{m_f}{m_c} \quad (5.2.3)$$

Utilizando as equações 5.2.1, 5.2.2 e 5.2.3, pode-se definir a fração volumétrica de fibras, em função da fração mássica e das densidades de fibras e do compósito.

$$V_f = \frac{\rho_c}{\rho_f} \cdot M_f \quad (5.2.4)$$

Devido à formação de resíduo carbonizado na análise termogravimétrica para o compósito de resina fenólica, não foi possível estimar a fração mássica de fibras neste material em função da massa residual ao final do ensaio, que no caso do compósito de matriz isoftálica corresponde basicamente apenas à massa das fibras. Para o compósito isoftálico, com base nos valores de massa residual da resina isoftálica pura e do compósito reforçado com fibra de vidro, estimou-se o percentual em massa de reforço do material pultrudado como 71,5 %. O perfil deste compósito apresentou variação de espessura e, desta forma, dois volumes teóricos foram calculados, considerando a maior e a menor espessura. Assim, a densidade experimental do compósito isoftálico variou de 1,708 e 1,751 g/cm³.

Considerando esta faixa de densidade e a equação 5.3.4, estimou-se a fração volumétrica de fibras para o compósito isoftálico variando entre a 47 e 48,2 %.

5.3

Análise micromecânica pela regra das misturas

Na análise micromecânica, a modelagem das propriedades do material compósito é realizada a partir das propriedades das fases constituintes, o reforço e a matriz, utilizando a distribuição espacial destes constituintes. A partir das quantidades destes materiais, pode-se utilizar a regra da mistura para determinação do módulo de elasticidade. Para a resina isoftálica, como a carga não representa um elemento de reforço, ela não será considerada nos cálculos.

Com os resultados de fração de fibra e de resina pela análise microestrutural, foram estimados os valores dos módulos de elasticidade longitudinal (E_l) e transversal (E_t) do material compósito.

Conforme mencionado no início deste trabalho, assumiu-se 77 GPa para o módulo de elasticidade do reforço (E_r), 4,0 GPa para o módulo da resina isoftálica (E_{mi}) (CHACÓN, 2008) e 5,3 GPa para o módulo da resina fenólica (E_{mf}) (MICHELENA et al, 2013).

Considerando o compósito e seus constituintes como materiais de comportamento linear-elástico, o módulo de elasticidade longitudinal (E_l) é calculado conforme a regra das misturas. Assume-se que a interface entre as fibras e a matriz permanece íntegra na solicitação mecânica do material, ou seja, não há escorregamento entre estes componentes e existe uma condição de iso-deformação entre eles e o próprio material compósito. A equação (5.3.1) apresenta a regra das misturas para um material compósito de fibras longitudinais carregado na direção das fibras.

$$E_{lc} = E_r V_r + E_m V_m \quad (5.3.1)$$

Onde V_r e V_m são, respectivamente, as frações volumétricas do reforço e da matriz. Estas frações volumétricas são extraídas dos resultados da avaliação das imagens da microscopia eletrônica de varredura, considerando que os comprimentos do compósito, das fibras e da matriz são iguais, a fração

volumétrica corresponde à fração de área de cada componente. Apenas a fração de carga na matriz isoftálica não foi considerada, pois não atua como um elemento de reforço. A Tabela 9 apresenta um resumo dos módulos de elasticidade dos componentes e respectivas frações volumétricas utilizadas para o cálculo do módulo longitudinal dos compósitos a partir da regra das misturas.

Tabela 9 - Resumo dos módulos dos componentes e respectivas frações volumétricas.

	Compósito de resina Isoftálica	Compósito de resina Fenólica
Módulo da Fibra (GPa)	77	77
Fração volumétrica de Fibra	0,5601	0,6962
Módulo da Resina (GPa)	4,0	5,3
Fração volumétrica de Resina	0,3806	0,2466

Com os dados da Tabela 9 foi possível estimar o módulo longitudinal dos materiais compósitos pela análise micromecânica. Os resultados estão indicados abaixo:

Módulo longitudinal compósito de resina isoftálica: $E_{lci} = 44,7$ GPa

Módulo longitudinal compósito de resina fenólica: $E_{lcf} = 54,9$ GPa

Quando o carregamento é aplicado no material compósito na direção transversal às fibras, assumindo novamente que os materiais apresentam um comportamento linear elástico, tem-se uma condição de iso-tensão. Os módulos transversais são calculados segundo a equação (5.3.2) da regra das misturas para carregamento transversal, também conhecida como modelo de Reuss.

$$\frac{1}{E_c} = \frac{V_m}{E_m} + \frac{V_f}{E_f} \quad (5.3.2)$$

Com os dados da Tabela 9 e a equação da regra das misturas, avaliou-se o módulo transversal dos materiais compósitos pela análise micromecânica. Os resultados estão indicados abaixo:

Módulo transversal compósito de resina isoftálica: $E_{tci} = 9,8$ GPa

Módulo transversal compósito de resina fenólica: $E_{tcf} = 18,0$ GPa

5.4

Resultados e análises dos ensaios de flexão sem degradação térmica (como recebido)

Embora se reconheça que as propriedades dos materiais compósitos sejam anisotrópicas, com a análise macromecânica a unidade básica desses materiais é tratada como um material homogêneo. No presente trabalho, para avaliação macromecânica dos materiais, foram realizados ensaios de flexão em três pontos. Este ensaio tem como objetivo a obtenção das propriedades mecânicas do material a partir da curva força *versus* deslocamento, até a ruptura do perfil ou queda brusca da carga resistente durante o ensaio.

A partir de ensaios de flexão em três pontos pode-se estimar o desempenho mecânico de um material quando submetido a um carregamento, além de obter valores de resistência máxima, módulo de elasticidade à flexão e energias de iniciação e propagação de trinca. Para compósitos, este ensaio é normalizado pelas normas ASTM D790 (ASTM, 2010) e ISO 178 (ISO, 2010) e mede a força necessária para dobrar o corpo de prova em uma condição de carregamento em três ou quatro pontos de apoio.

Com mencionado anteriormente, com as curvas Força *versus* Deslocamento obtidas nos ensaios de flexão, podem ser elaboradas as curvas Tensão *versus* Deformação e, a partir destas curvas, pode-se determinar os parâmetros de Resistência à flexão (σ_f), Módulo de Elasticidade (E) e as Energias de Iniciação e Propagação da trinca.

A tensão desenvolvida durante o ensaio de flexão é a tensão máxima de tração nas fibras externas e pode ser calculada segundo a equação (5.4.1), em conformidade com a norma ASTM D790 (ASTM, 2010).

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bd^2} \quad (5.4.1)$$

Onde:

σ_f é a tensão à flexão, em MPa;

F é a carga aplicada, em N;

L é o vão entre os suportes, em mm;

b é a largura do corpo de prova, em mm;

d é a espessura do corpo de prova, em mm.

A deformação à flexão é calculada segundo a equação (5.4.2) da norma ASTM D790 (ASTM, 2010):

$$\varepsilon_f = \frac{6Dd}{L^2} \quad (5.4.2)$$

Onde:

ε_f é a deformação à flexão, adimensional ou percentual;

D é a deflexão máxima do centro do corpo de prova no ensaio, em mm.

Outra importante propriedade obtida pelo ensaio de flexão é o Módulo à flexão. O módulo de elasticidade é definido como a rigidez ou resistência do material à deformação elástica e quanto maior seu valor, mais rígido é o material e menor a deformação elástica em consequência a uma aplicação de tensão. De acordo com a norma ASTM D790 (ASTM, 2010), o módulo de elasticidade tangente é calculado em conformidade com a equação (5.4.3), utilizando coeficiente angular (inclinação) da região linear da curva Força *versus* Deslocamento.

$$E_B = \frac{L^3 m}{4bd^3} \quad (5.4.3)$$

Onde

E_B é o módulo tangente de elasticidade à flexão, MPa;

L é o vão definido para o ensaio, mm;

b é a largura do corpo de prova, mm;

d é a espessura do corpo de prova, mm;

m é a inclinação da região linear da curva Força *versus* Deslocamento, N/mm.

A energia de iniciação, obtida pelo ensaio de flexão, é o valor da energia até o início da geração de danos macroscópicos no material. A energia de propagação está associada à propagação dos danos até a ruptura final do corpo de prova ou até um valor de queda acentuada da tensão de flexão durante o ensaio.

A comparação dos resultados obtidos nos ensaios antes e após o processo de degradação térmica possibilita a avaliação da influência da temperatura no desempenho mecânico do compósito após a exposição a uma elevação de temperatura.

Os resultados das avaliações da resistência à flexão e módulo para cada corpo de prova ensaiado como recebido são apresentados nas Tabelas 10 (compósito de resina isoftálica) e 11 (compósito de resina fenólica). Na Figura 41 são apresentadas as curvas tensão-deformação relacionadas ao ensaio de flexão dos compósitos de resina isoftálica. As curvas tensão-deformação para o ensaio dos compósitos em resina fenólica são exibidas na Figura 42.

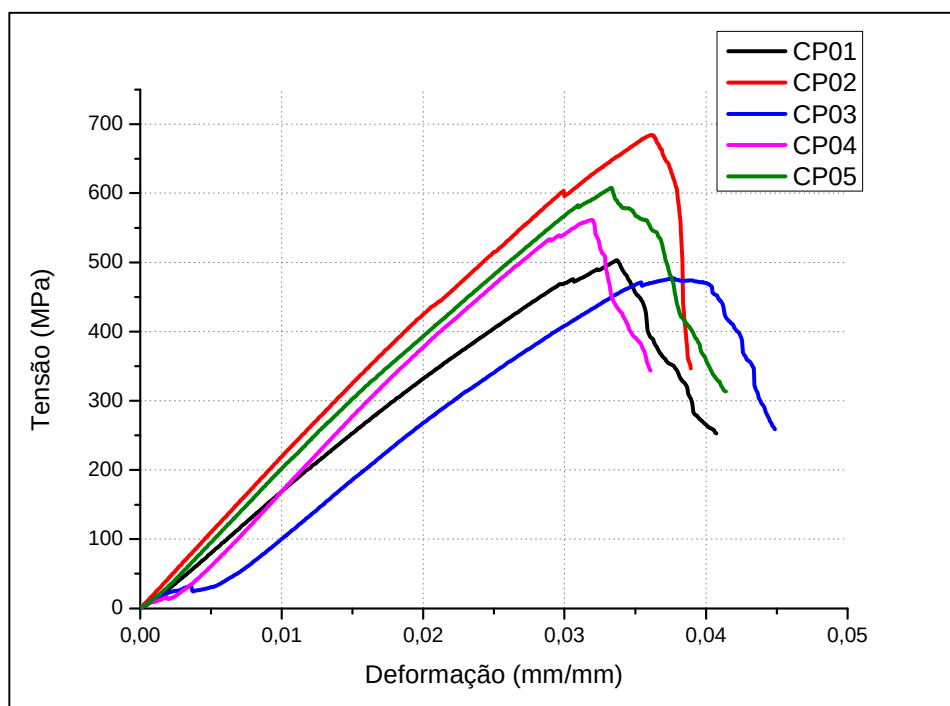


Figura 41 - Curvas Tensão-Deformação para o compósito de resina isoftálica sem degradação térmica (como recebido).

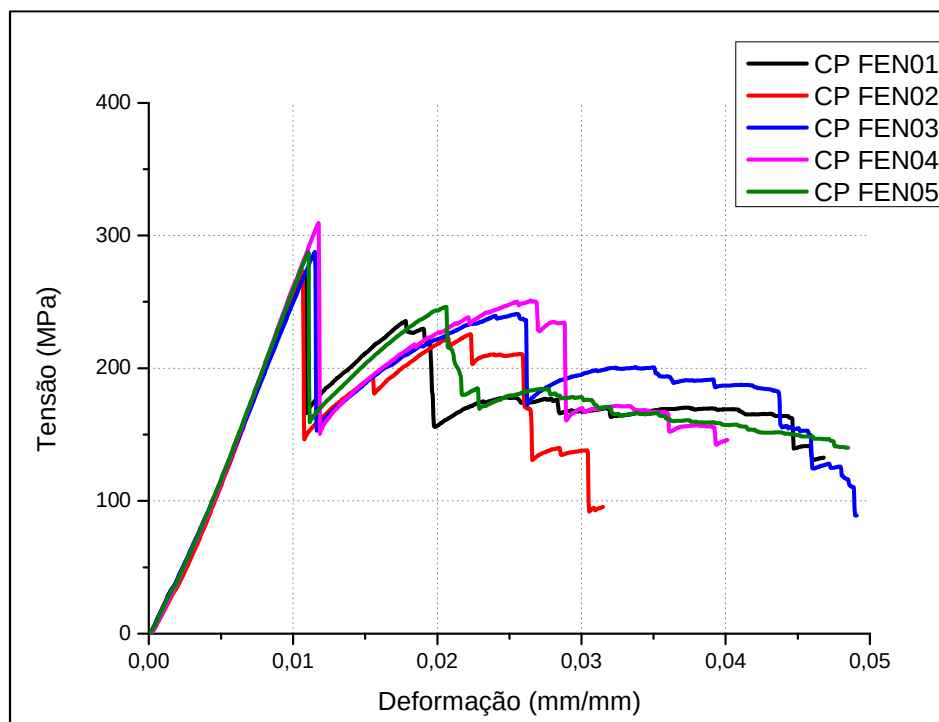


Figura 42 - Curvas Tensão-Deformação para o compósito de resina fenólica sem degradação térmica (como recebido).

A energia de iniciação foi definida como a energia elástica absorvida para a trinca ser desenvolvida e foi calculada como a área sob a curva tensão *versus* deformação até o ponto do limite de resistência à flexão ou, então, o ponto de ocorrência de uma queda expressiva da tensão desenvolvida no ensaio. Da mesma forma, a energia de propagação foi definida como o trabalho realizado para a propagação da trinca e foi avaliada como a área sob a curva deste o ponto de tensão máxima, até o ponto no qual a tensão apresentou queda significativa. No presente estudo, esse ponto foi definido como um valor em torno de 50 % do limite de resistência, quando os ensaios foram interrompidos. As Figuras 43 e 44 mostram as curvas tensão *versus* deformação para os compósitos de resina isoftálica e de resina fenólica, respectivamente, indicando as áreas relativas às energias de iniciação (marcadas em cinza).

Comparando-se as curvas das Figuras 43 e 44, conclui-se que os compósitos de resina isoftálica armazenam uma quantidade de energia para iniciação de um defeito muito superior ao dos compósitos de resina fenólica.

As energias de propagação das trincas dos dois materiais, assim como um resumo das principais propriedades obtidas dos ensaios de flexão são apresentadas

nas Tabelas 10 (compósito de resina isoftálica) e 11 (compósito de resina fenólica).

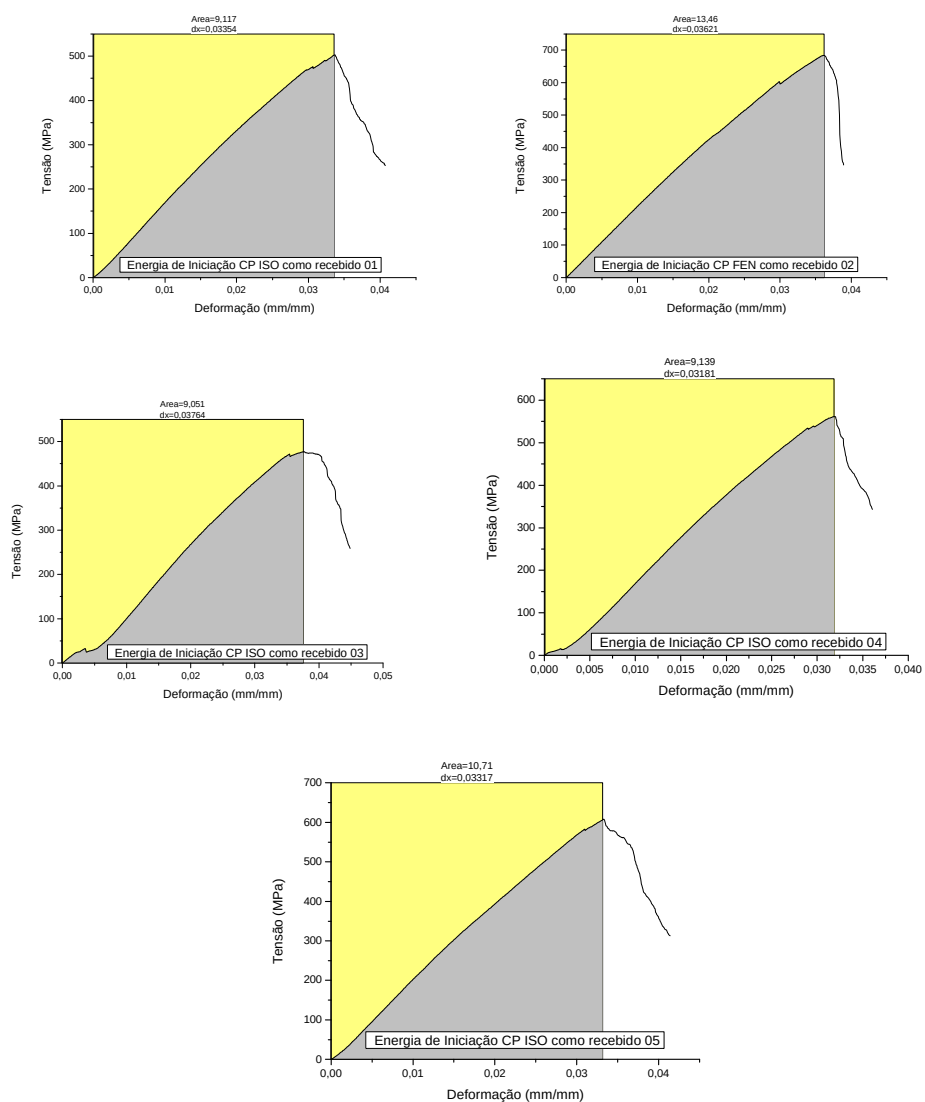


Figura 43 - Energias de iniciação para os compósitos de resina isoftálica (como recebido).

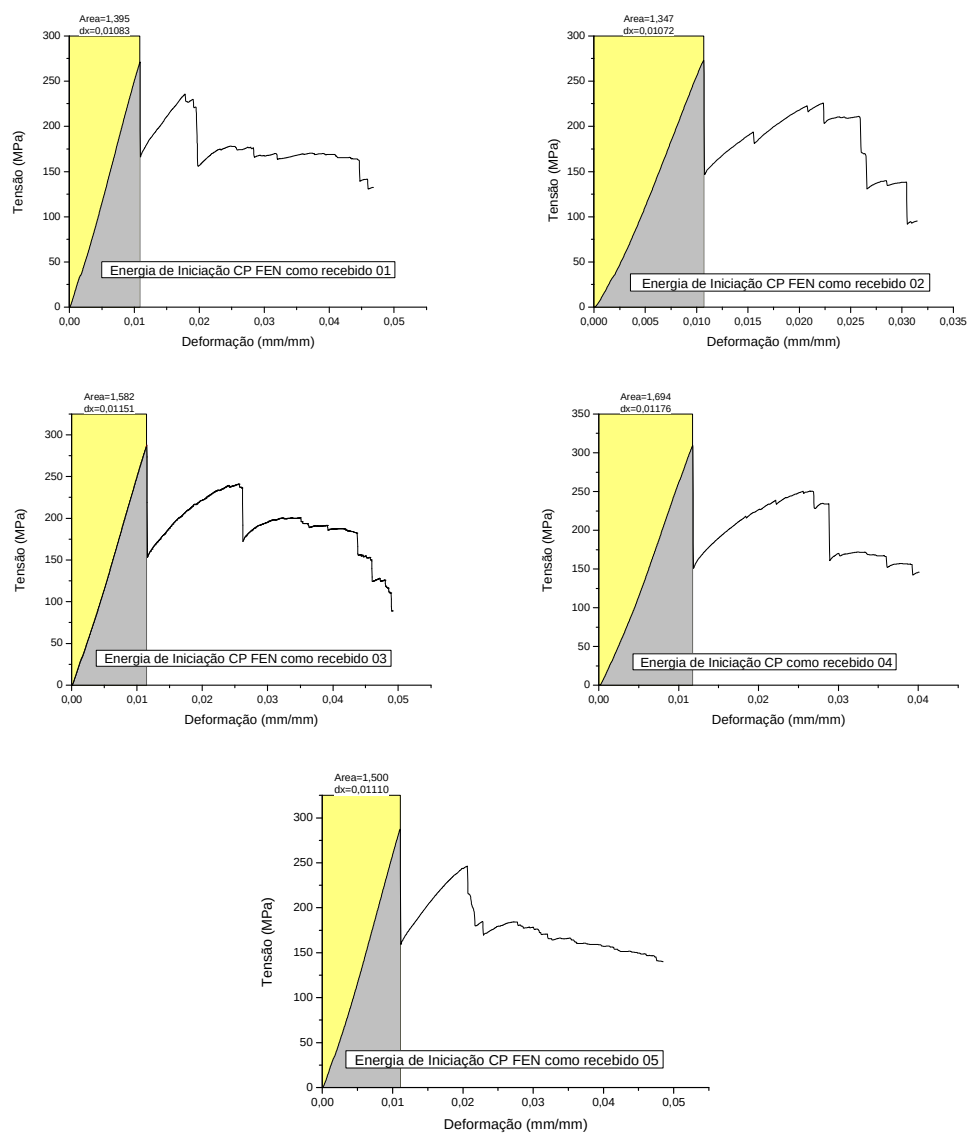


Figura 44 - Energias de iniciação para os compósitos de resina fenólica (como recebido).

Tabela 10 – Resumo das propriedades mecânicas obtidas para o compósito de resina isoftálica (como recebidos).

Corpos de Prova Resina Isoftálica Ensaio de Flexão a 3 pontos (perfil quadrado como recebido)						
Corpos de Prova	Resistência máxima à flexão [MPa]	Módulo à flexão [GPa]	Deformação máxima [mm/mm]	Área total [J/ mm ³]	Energia de Iniciação [J/ mm ³]	Energia de Propagação [J/ mm ³]
CP 01 ISO	503,0	16,2	0,041	11,7	9,1	2,6
CP 02 ISO	684,0	21,6	0,039	15,0	13,5	1,6
CP 03 ISO	476,9	16,4	0,045	12,1	9,1	3,0
CP 04 ISO	561,4	21,3	0,036	11,0	9,1	1,9
CP 05 ISO	607,7	21,0	0,041	14,6	10,7	3,8
Média	566,6	19,3	0,040	12,9	10,3	2,6
Desvio Padrão	83,0	2,8	0,003	1,8	1,9	0,9

Tabela 11 - Resumo das propriedades mecânicas obtidas para o compósito de resina fenólica (como recebidos).

Corpos de Prova Resina Fenólica Ensaio de Flexão a 3 pontos (material como recebido)						
Corpos de Prova	Resistência máxima à flexão [MPa]	Módulo à flexão [GPa]	Deformação máxima [mm/mm]	Área total [J/ mm ³]	Energia de Iniciação [J/ mm ³]	Energia de Propagação [J/ mm ³]
CP 01 FEN	271,1	27,3	0,047	7,8	1,4	6,3
CP 02 FEN	273,2	26,5	0,031	5,1	1,4	3,7
CP 03 FEN	287,9	26,3	0,049	8,8	1,6	7,2
CP 04 FEN	309,6	27,5	0,040	7,3	1,7	5,6
CP 05 FEN	287,2	27,1	0,048	8,1	1,5	6,6
Média	285,8	26,9	0,043	7,4	1,5	5,9
Desvio Padrão	15,4	0,5	0,007	1,4	0,1	1,3

Comparando os valores das tabelas 10 e 11, pode-se constatar, considerando os materiais ensaiados, que o compósito de resina poliéster isoftálica, na condição de como recebido, apresenta um limite de resistência à flexão bem maior que o do compósito de resina fenólica na mesma condição. Ou seja, o compósito isoftálico avaliado foi capaz de resistir a um valor superior de

carga de flexão por unidade de área do corpo de prova. Além disso, os compósitos de resina isoftálica apresentaram tenacidade mais elevada em relação ao compósito fenólico.

Os corpos de prova de compósitos em resina fenólica apresentam maior módulo de elasticidade à flexão. Esse material possui uma maior rigidez à deformação elástica, deformando menos para um mesmo valor de tensão aplicado.

Pela observação das Figuras 41 e 42, que apresentam as curvas tensão *versus* deformação para os corpos de prova do compósito em resina isoftálica e do compósito em resina fenólica, pode-se constatar que os modos de falha apresentados para estes materiais diferem entre si. Para o compósito de resina isoftálica, a curva Tensão *versus* Deformação mostra apenas um pico, enquanto para o compósito de resina fenólica esta curva possui mais de um pico. Este fato pode ser explicado em função dos corpos de prova deste último compósito apresentarem falta de impregnação de resina nas fibras, o que, dentre outras consequências, ocasionou a delaminação do material, com separação das camadas internas. Este rompimento das camadas internas é representado pelos picos secundários encontrados na curva Tensão *versus* Deformação para o compósito de resina fenólica (Figura 42).

Como mencionado acima, após o ensaio de flexão em três pontos, foi verificado que os corpos de prova de compósitos em resina fenólica apresentaram um modo de falha diferente do compósito em resina isoftálica, o que pode ser visualizado também pelas fotos dos corpos de provas tiradas após os ensaios, nas Figuras 45, 46 e 47. Enquanto os corpos de prova em resina isoftálica apresentam apenas a marca pela deformação do material na região do ponto de aplicação da carga, com alguma pouca separação das fibras nessa região, para os corpos de prova em resina fenólica, pode-se observar a presença de delaminação, isto é, separação entre as camadas, caracterizadas por uma trinca aproximadamente no meio da seção transversal do material, além de uma deformação no ponto de aplicação de carga menos acentuada. Ou seja, concluiu-se que os corpos de provas constituídos de resina isoftálica falharam por flexão, enquanto que os de resina fenólica falharam por cisalhamento; com os perfis apresentando delaminação.

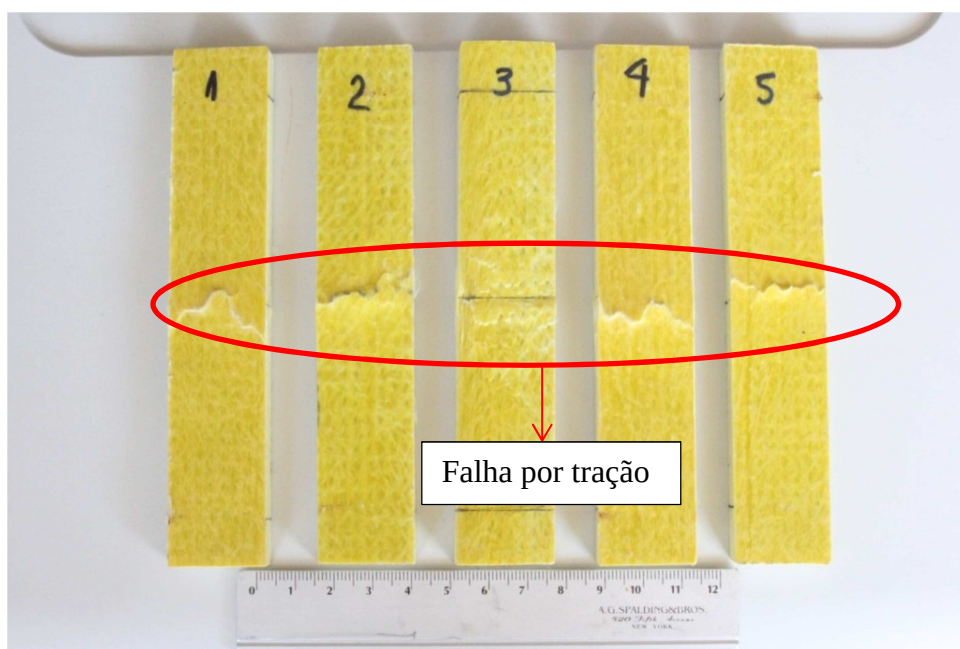


Figura 45 - Copos de Prova de compósito em resina isoftálica após ensaio de flexão em três pontos, mostrando ruptura por tração da camada mais externa do material.



Figura 46 - Corpos de prova de compósito em resina fenólica após ensaio de flexão em três pontos.

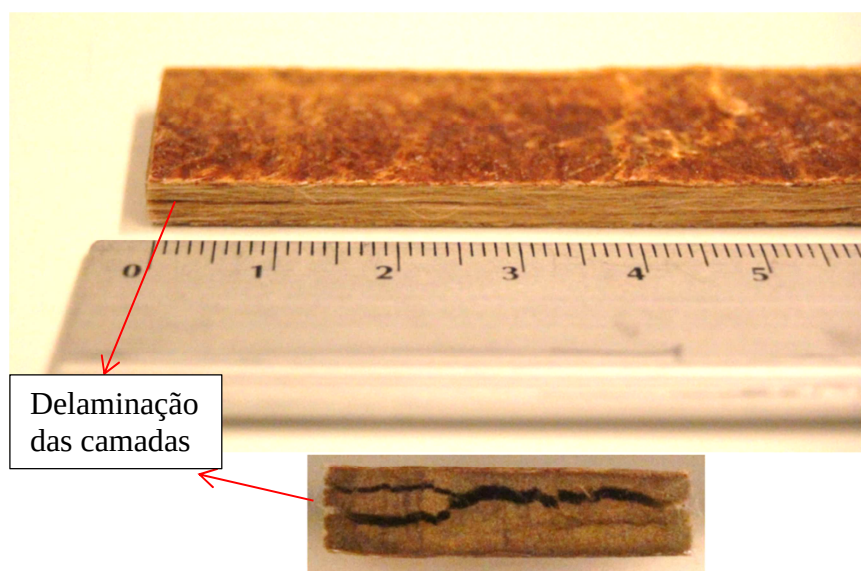


Figura 47– Detalhe das delaminações ocorridas nos corpos de prova do compósito em resina fenólica após ensaio de flexão em três pontos.

5.5

Comparação dos resultados da análise micromecânica com os ensaios de flexão

As propriedades encontradas na literatura são para um compósito de resina isoftálica com 40 por cento de fibra de vidro e com 30 por cento de fibra para o compósito de resina fenólica. Nos dois casos, os compósitos do presente estudo apresentam uma fração volumétrica maior que nas referências bibliográficas indicadas (PEPPER, 2012 e MICHELENA et al, 2013). Desta forma, os resultados obtidos das análises micro e macromecânica nesse trabalho realmente devem apresentar valores mais elevados.

Tabela 12 - Comparação dos resultados para o compósito de resina isoftálica (Fonte: PEPPER, 2012)

Compósito de resina isoftálica				
Micromecânica	Macromecânica		Literatura	
Módulo (GPa)	Resistência (MPa)	Módulo (GPa)	Resistência (MPa)	Módulo (GPa)
9,8	482,9	16,9	240,0	7,6

Tabela 13 – Comparação dos resultados para o compósito de resina fenólica (Fonte: MICHELENA et al, 2013).

Compósito de resina fenólica				
Micromecânica	Macromecânica		Literatura	
Módulo (GPa)	Resistência (MPa)	Módulo (GPa)	Resistência (MPa)	Módulo (GPa)
18,0	285,8	27,5	120,1	13,3

5.6

Resultados do ensaio de degradação térmica

As imagens dos corpos de prova dos compósitos de matriz isoftálica após exposição à 250 °C podem ser observadas nas Figuras 48, 49, 50 e 51. Para o tempo de exposição térmica de 60 minutos, foram utilizados apenas quatro corpos de prova para o compósito de resina isoftálica, pois um corpo de prova havia sido utilizado inicialmente para avaliar o comportamento do forno, em um ensaio preliminar. A escolha desse tempo de exposição para o ensaio com um espécime a menos não foi baseada em nenhum critério técnico. As figuras indicam que houve perda de coloração, além de uma queima da superfície externa do material para os maiores tempos de exposição. As Figuras 52, 53, 54 e 55 apresentam os compósitos de matriz fenólica após o ensaio de degradação térmica.

Um fato que merece destaque, é que durante a exposição térmica dos compósitos de matriz isoftálica foi observada muita fumaça com odor característico da resina na exaustão do forno mufla. Já para o compósito fenólico, praticamente não houve geração de fumaça.

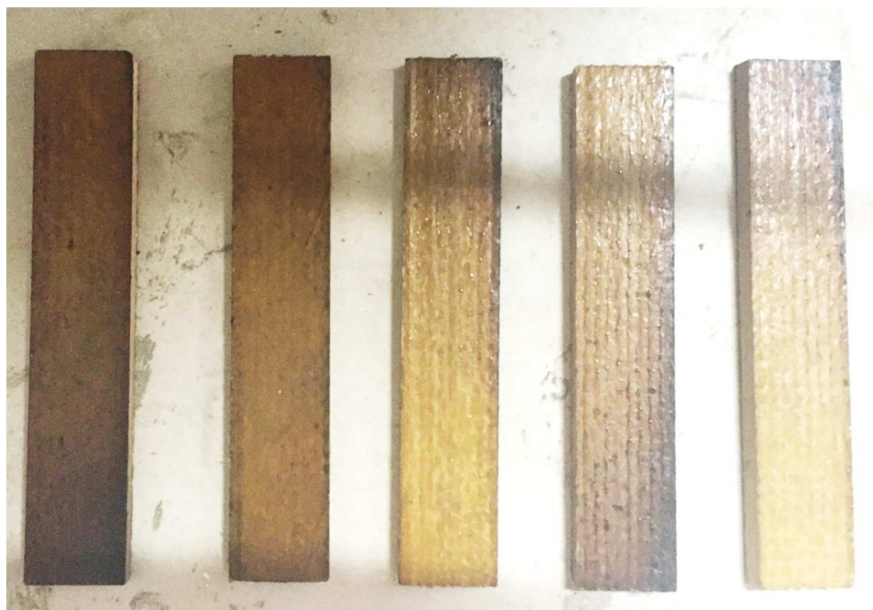


Figura 48 - Corpos de prova de compósitos de matriz isoftálica após ensaio de exposição a 250 °C por 30 minutos.

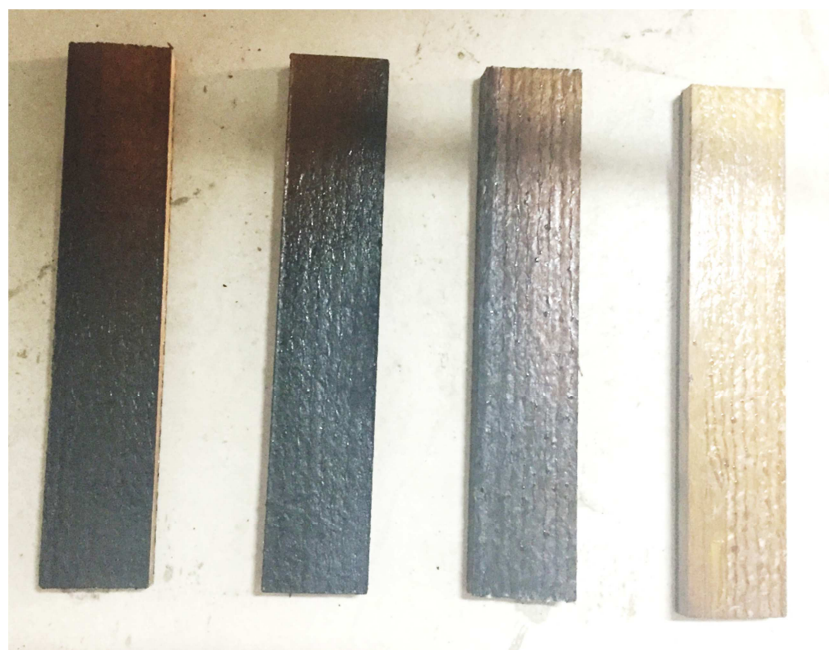


Figura 49 - Corpos de prova de compósitos de matriz isoftálica após ensaio de exposição a 250 °C por 60 minutos.

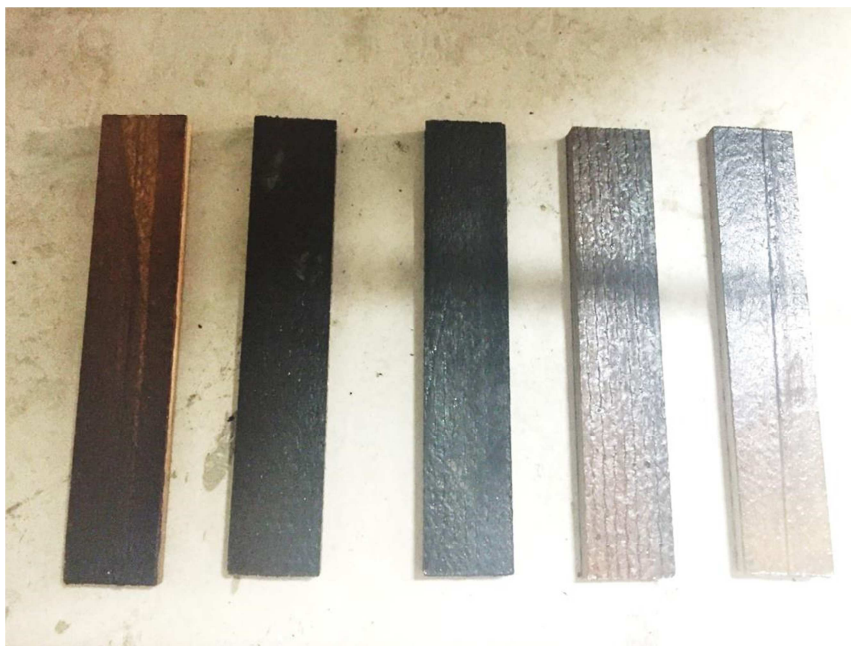


Figura 50 - Corpos de prova de compósitos de matriz isoftálica após ensaio de exposição a 250 °C por 90 minutos.

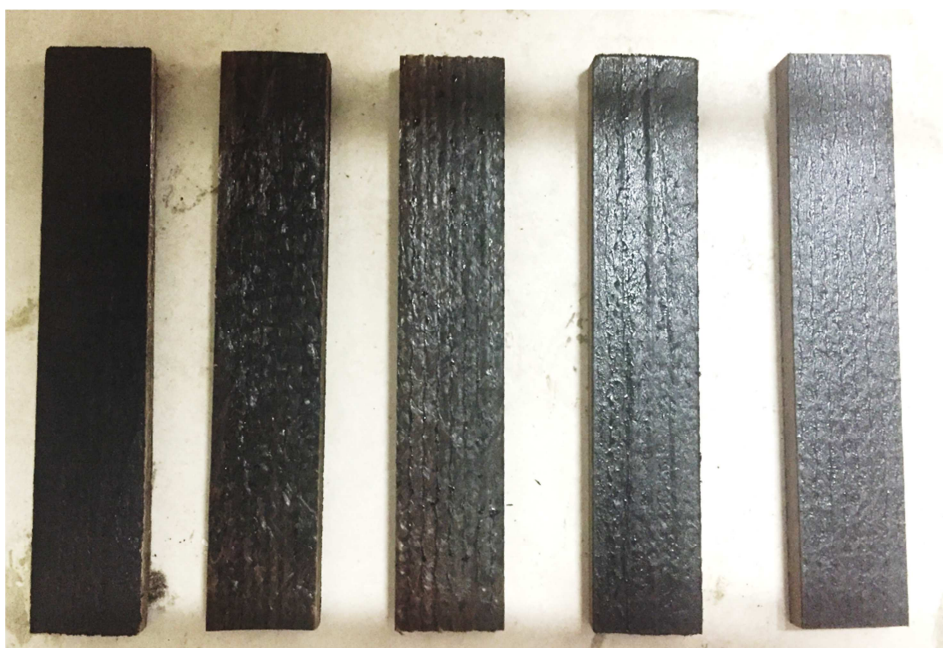


Figura 51 - Corpos de prova de compósitos de matriz isoftálica após ensaio de exposição a 250 °C por 120 minutos.



Figura 52 - Corpos de prova de compósitos de matriz fenólica após ensaio de exposição a 250 °C por 30 minutos.

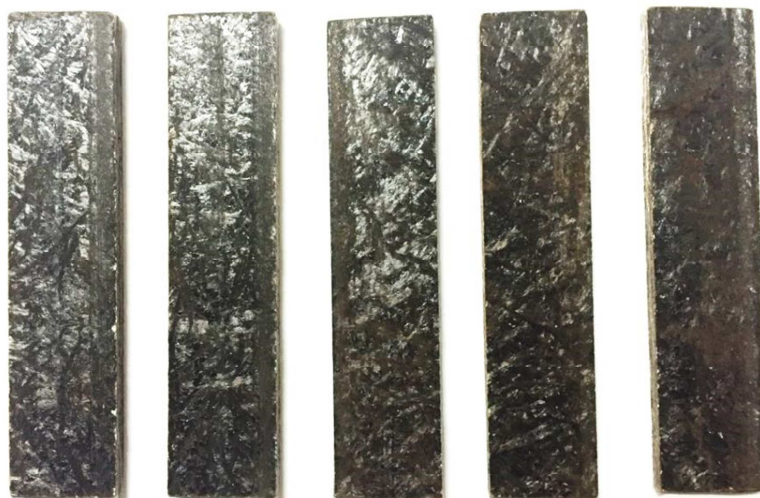


Figura 53 - Corpos de prova de compósitos de matriz fenólica após ensaio de exposição a 250 °C por 60 minutos.



Figura 54 - Corpos de prova de compósitos de matriz fenólica após ensaio de exposição a 250 °C por 90 minutos.

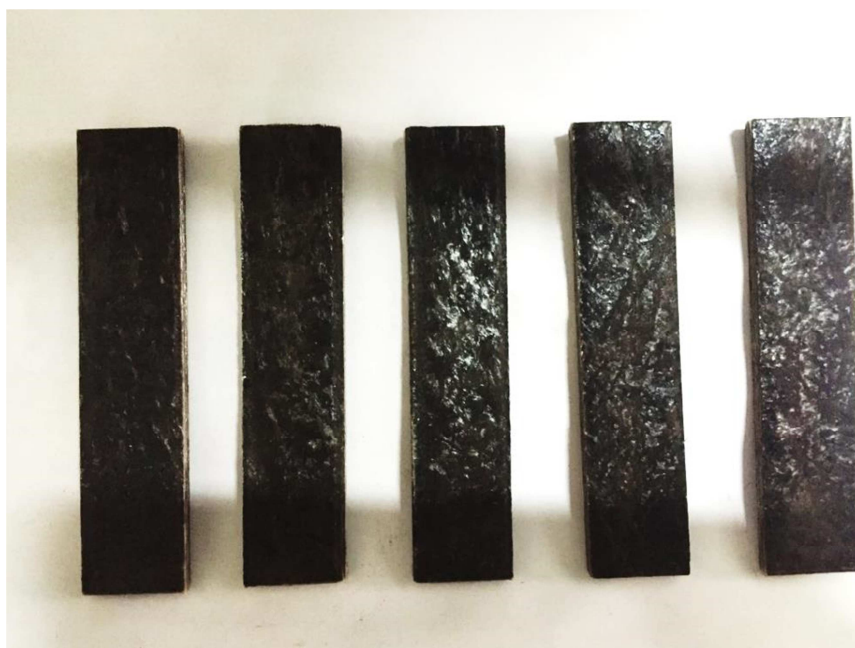


Figura 55 - Corpos de prova de compósitos de matriz fenólica após ensaio de exposição a 250 °C por 120 minutos.

5.7

Resultados e análises dos ensaios de flexão após degradação térmica

5.7.1

Matriz isoftálica

Após o ensaio de aquecimento em forno a 250 °C e resfriamento à temperatura ambiente, os corpos de provas dos materiais compósitos em resina isoftálica e resina fenólica foram submetidos ao ensaio de flexão em três pontos. Nas Figuras 56, 58, 60 e 62 são apresentadas as curvas Tensão x Deformação obtidas pelo ensaio de flexão dos corpos de prova de compósito isoftálico. Para cada tempo de degradação térmica (30, 60, 90 e 120 minutos de exposição no forno), foi escolhido um corpo de prova para ilustrar o comportamento do material em cada condição. Para melhor entendimento dos modos de falha ocorridos, detalhes dos corpos de prova após o ensaio são apresentados após as respectivas curvas, nas Figuras 57, 59, 61 e 63. Os demais gráficos Tensão x Deformação, Força x Deslocamento e de Energia de Iniciação são encontrados no Apêndice C deste trabalho.

Um resumo com as médias dos valores de resistência máxima e módulo de elasticidade tangente obtidos nos ensaios de flexão para os corpos de prova de compósito isoftálico antes e após exposição é apresentado na Tabela 14. Os resultados completos, para os demais corpos de provas são indicados no Apêndice C.

Tabela 14 - Resumo com os resultados médios e desvios padrão dos ensaios de flexão para o compósito de resina isoftálica antes e após exposição a 250 °C.

Compósito Isoftálico			
Valores médios Ensaio de Flexão em três pontos	Resistência máxima à flexão [MPa]	Módulo à flexão [GPa]	Deformação máxima [mm/mm]
Como recebido	66,6 ± 83,0	19,3 ± 2,8	0,040 ± 0,003
30 minutos	161,1 ± 128,9	17,9 ± 2,1	0,031 ± 0,005
60 minutos	354,3 ± 49,4	18,4 ± 3,0	0,030 ± 0,013
90 minutos	381,9 ± 73,1	17,8 ± 3,1	0,036 ± 0,014
120 minutos	285,8 ± 15,4	17,4 ± 3,91	0,051 ± 0,021

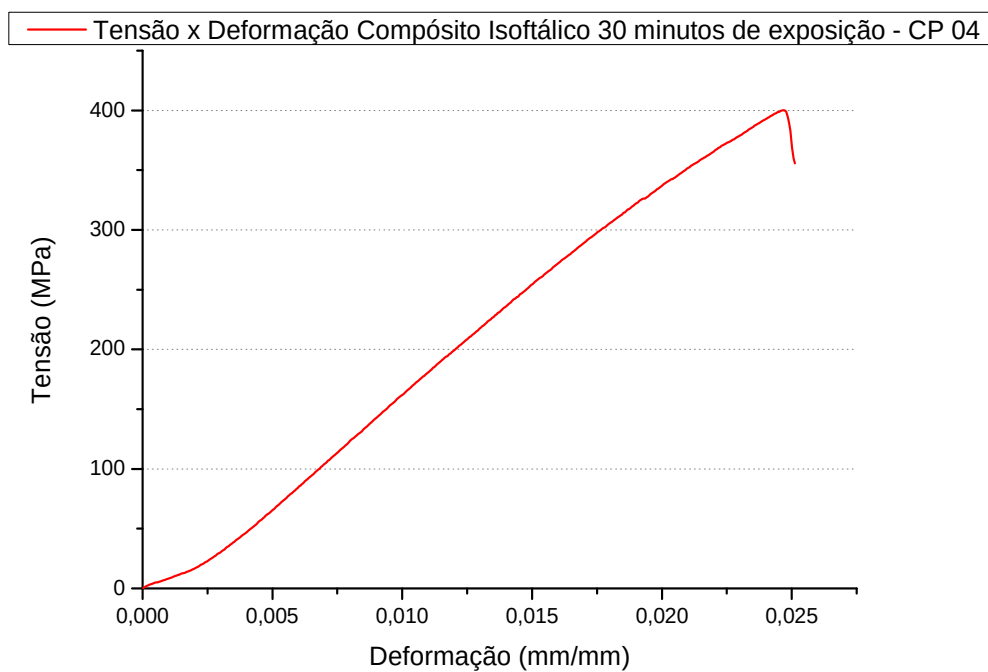


Figura 56 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito isoftálico com 30 minutos de exposição térmica a 250 °C.

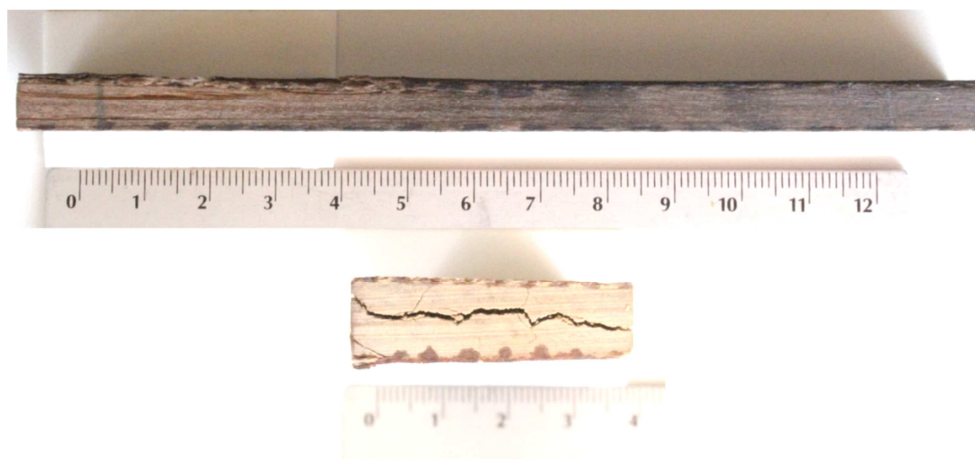


Figura 57 - Detalhes do corpo de prova 04 de compósito isoftálico com 30 minutos de exposição a 250 °C.

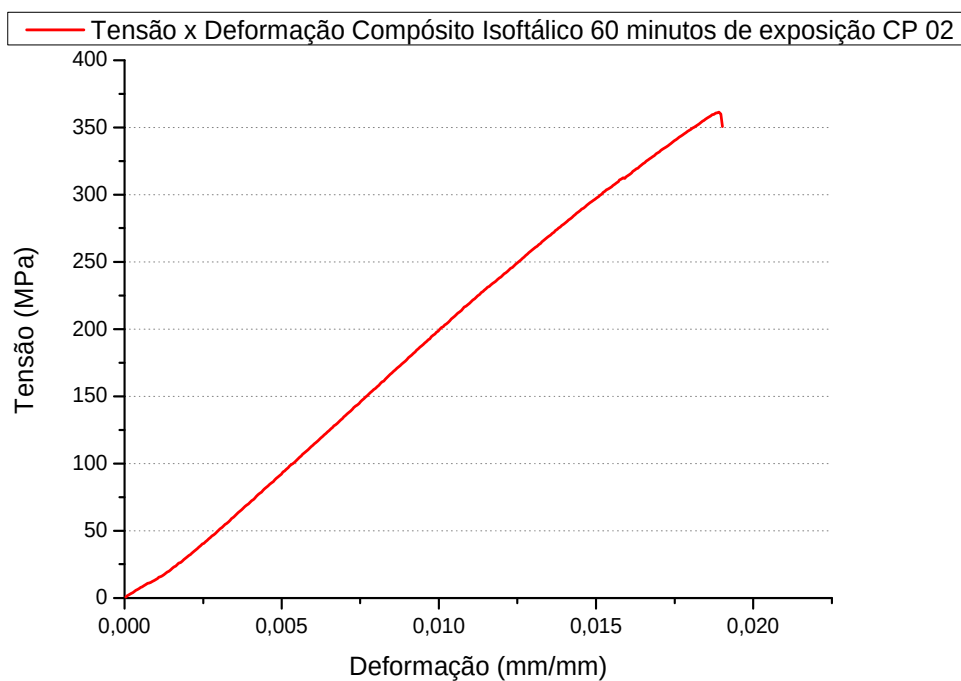


Figura 58 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito isoftálico com 60 minutos de exposição térmica a 250 °C.



Figura 59 - Detalhes do corpo de prova 02 de compósito isoftálico com 60 minutos de exposição térmica a 250 °C.

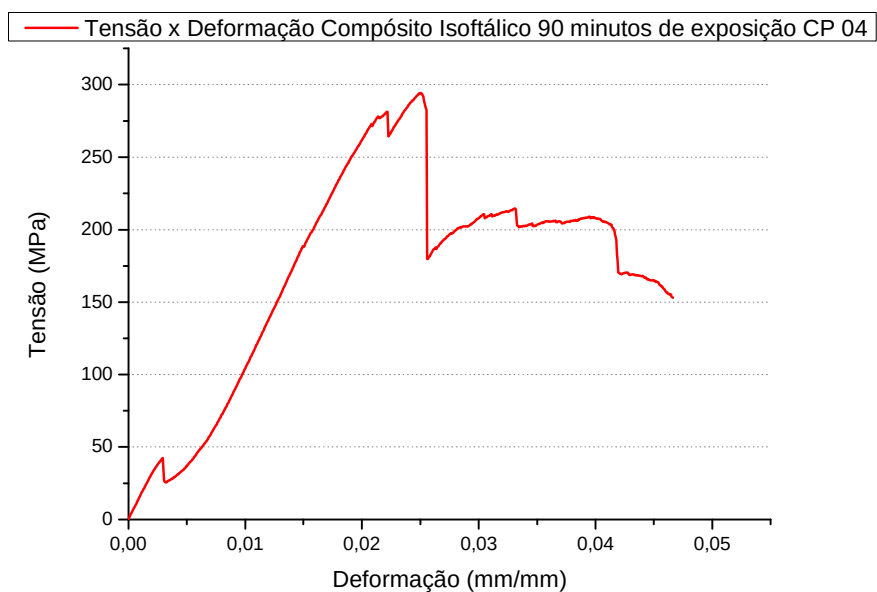


Figura 60 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito isofáltico com 90 minutos de exposição térmica a 250 °C.

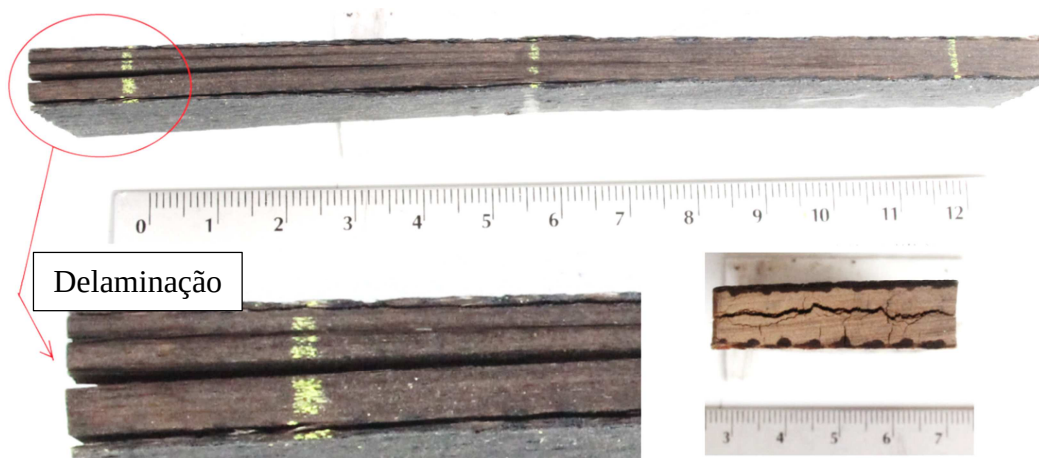


Figura 61 - Detalhes do corpo de prova 02 de compósito isofáltico com 90 minutos de exposição térmica a 250 °C.

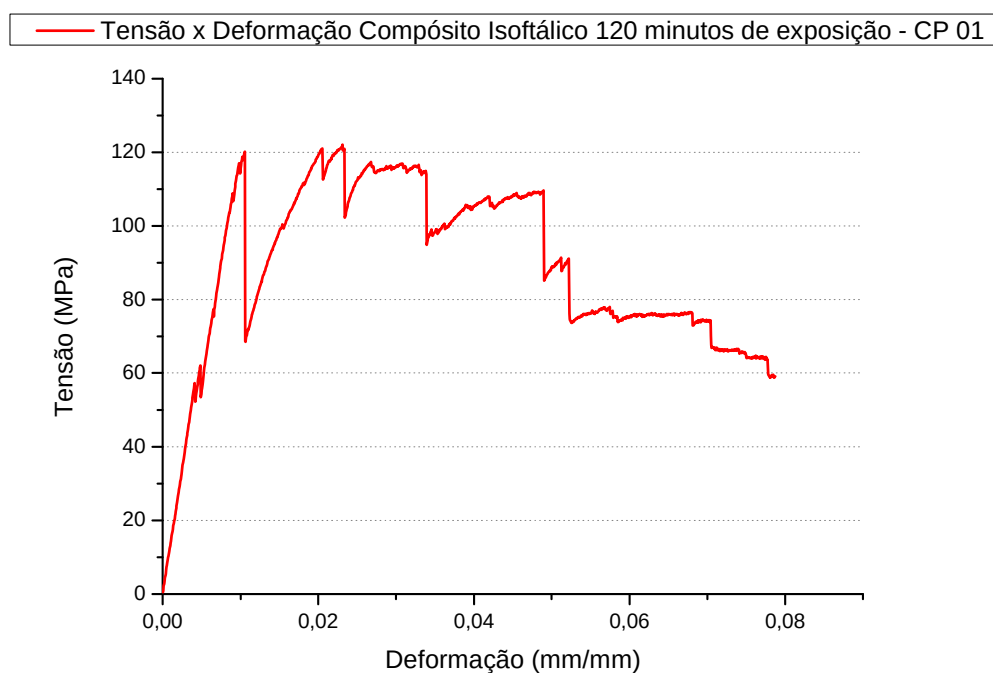


Figura 62 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito isoftálico com 120 minutos de exposição térmica a 250°C.



Figura 63 - Detalhes do corpo de prova 02 de compósito isoftálico com 120 minutos de exposição térmica a 250 °C.

Os resultados experimentais mostram para o compósito de resina poliéster isoftálica que a exposição, de até 120 minutos a 250 °C, influenciou o modo de falha deste material, para o material como fabricado se apresentou como

praticamente uma falha por tensão normal pura e para o material exposto a 250 °C como uma combinação de falha por tensão normal e cisalhamento. Esta presença de cisalhamento no modo de falha dos compósitos isoftálicos é mais característica nos corpos de prova sujeitos aos maiores tempos de exposição térmica. Isso pode ser evidenciado nas curvas Tensão x Deformação e os detalhes dos corpos de provas mostrados nas Figuras 56 a 63. Esta condição de falha por cisalhamento pode ser verificada pela delaminação, ou seja, pelo descolamento das fibras em relação à matriz no material ensaiado, como na Figura 63.

O mecanismo de falha misto, incluindo cisalhamento além da tensão normal, já experimentada pelo material compósito isoftálico na condição de recebido, advém da decomposição térmica da matriz polimérica, que, após exposição à alta temperatura, não consegue manter as fibras ligadas umas às outras.

A avaliação destes resultados fica facilitada com a apresentação de um diagrama de caixa (ou gráfico *box plot*) que mostra a distribuição do conjunto de dados para uma determinada propriedade do material. Além disso, este gráfico de caixa fornece informações importantes sobre a variabilidade de dados, possibilitando a visualização dos resultados de todos os ensaios em um único diagrama. A Figura 64 apresenta o gráfico de caixa para a variação da resistência máxima à flexão obtida nos ensaios dos corpos de prova do compósito isoftálico, incluindo os valores de resistência para os espécimes na condição de como recebido. Os resultados para módulo tangente de flexão são mostrados na Figura 65 e deformação máxima, na Figura 66.

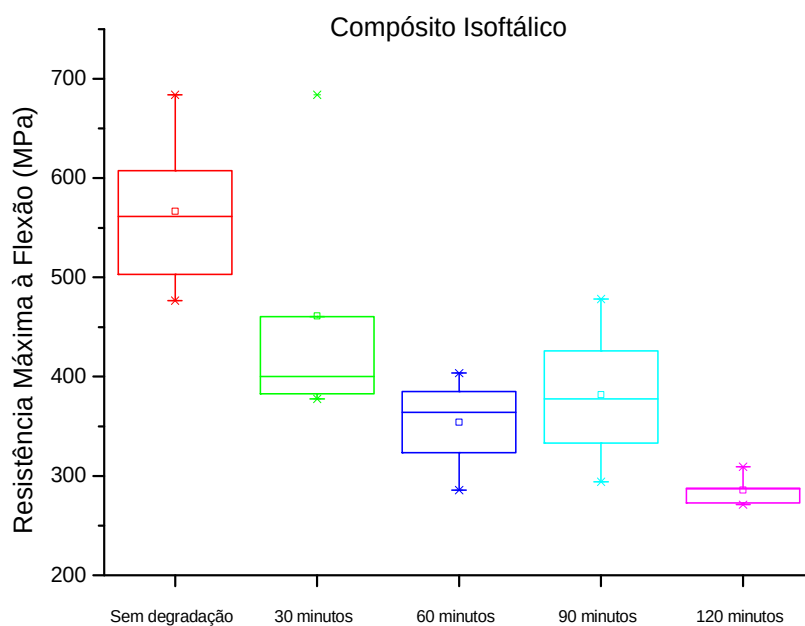


Figura 64 - Gráfico de caixa para os resultados de resistência à flexão para o compósito isoftálico antes e após exposição a 250 °C.

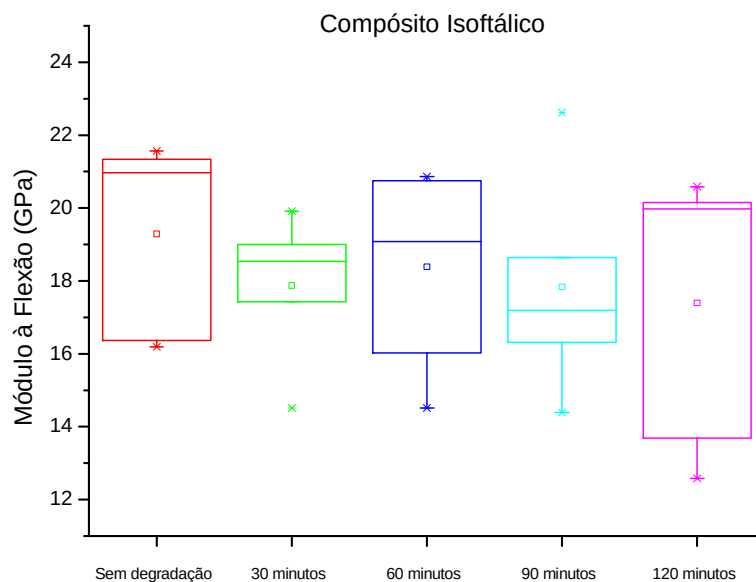


Figura 65 - Gráfico de caixa para os resultados de módulo tangente de flexão para o compósito isoftálico antes e após exposição a 250 °C.

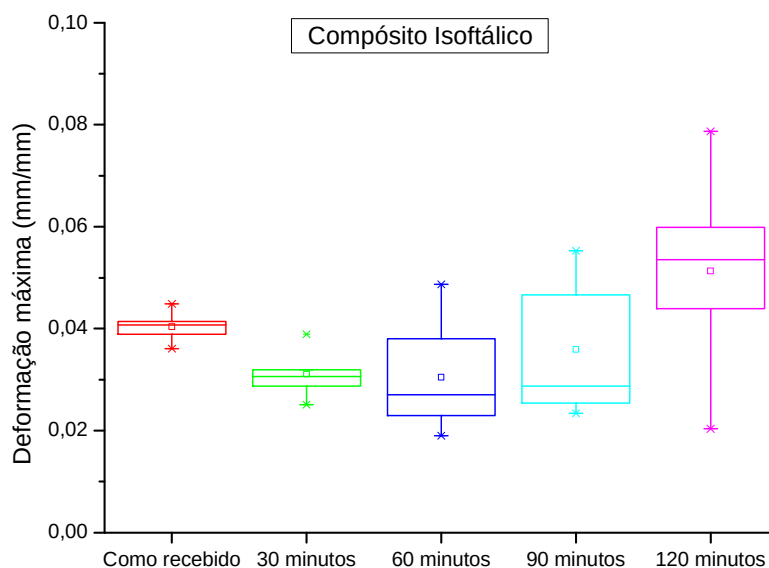


Figura 66 - Gráfico de caixa para os resultados de deformação máxima para o compósito isoftálico antes e após exposição a 250 °C.

Observando os valores da Tabela 14 e do gráfico da Figura 64, verifica-se que a exposição dos materiais a 250 °C, em comparação aos materiais como recebido, assim como o aumento do tempo de exposição a 250 °C, têm como consequência uma queda considerável na resistência à flexão do compósito isoftálico. Esse resultado pode ser explicado em função da degradação progressiva da matriz polimérica a 250 °C, com acréscimo do tempo no interior do forno. A matriz tem um papel importante na transferência da carga aplicada externamente ao material para as fibras, que compõem a fase de maior resistência no compósito. Para 120 minutos de exposição térmica à 250 °C, certamente boa parte da matriz encontra-se degradada, com redução expressiva da capacidade de transferência da carga, fazendo com que a resistência do material tenha seu valor diminuído.

Em relação ao módulo de elasticidade, apesar da grande dispersão dos resultados obtidos, em especial para 120 minutos de exposição, pode-se constatar que, analisando os valores médios, não houve uma queda significativa. Esse comportamento pode ser explicado tendo em vista que o módulo de um compósito com fibras alinhadas depende essencialmente do módulo das fibras. Na

temperatura avaliada (250 °C) não é esperado que as fibras sofram degradação. Assim, o módulo do compósito varia pouco. A análise estatística pelo teste t-Student com nível de confiança de 95 % mostrou que não existe diferença significativa entre as médias dos módulos encontradas para ensaio de flexão para o material após exposição térmica e a média do módulo para o material como recebido (Apêndice E).

Para as deformações máximas apresentadas pelos corpos de prova de compósito isoftálico após exposição a 250 °C, observou-se um aumento da dispersão dos valores obtidos, após 60 minutos. Apesar da Figura 65 apresentar uma diferença das médias das deformações do material degradado quando comparadas a do material como recebido, este aumento da dispersão fez com que os resultados não fossem significantemente diferentes. Apenas o resultado das deformações do material exposto por 30 minutos mostrou-se estatisticamente diferente do material como recebido (Apêndice F). Apesar da análise estatística não indicar diferença significativa entre as deformações máximas, o aumento no valor das médias entre os intervalos de 30 a 120 minutos de exposição, pode ser conferido pela queda da resistência da interface em função do aumento progressivo da degradação da resina isoftálica.

As Figuras 67, 68, 69 e 70 apresentam as energias de iniciação de trinca para os compósitos isoftálicos expostos à 250°C por 30, 60, 90 e 120 minutos, respectivamente. As curvas para os demais corpos de prova são apresentados no Apêndice C. Pode-se observar que em relação ao material como recebido, os corpos de prova de compósito isoftálico sujeitos a exposição térmica apresentam menor energia de iniciação, indicando uma menor energia necessária para a iniciação de defeitos macroscópicos. As energias totais também se mostraram menores para o material degradado, ou seja, os materiais apresentarem uma menor tenacidade, menor capacidade de absorção de energia antes da ruptura, com um comportamento mecânico mais frágil.

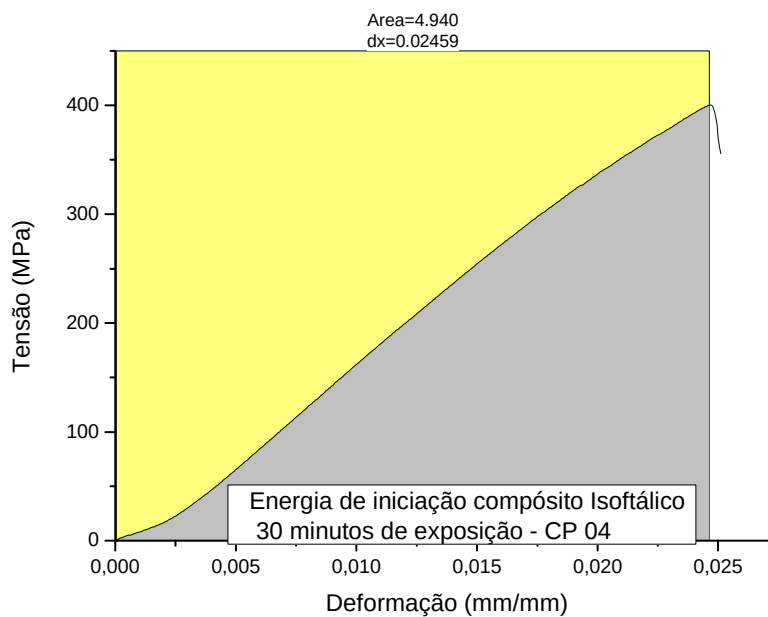


Figura 67 - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito isoftálico com 30 minutos de exposição térmica a 250 °C.

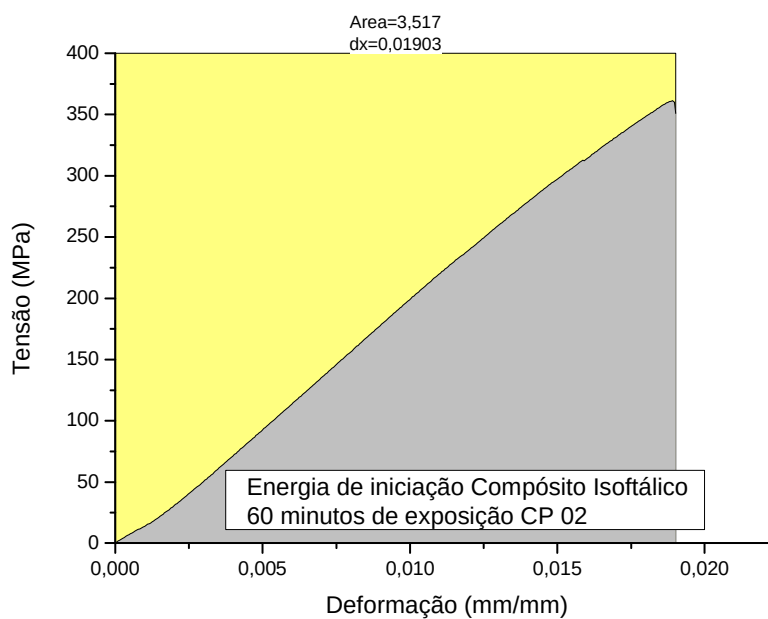


Figura 68 - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito isoftálico com 60 minutos de exposição térmica a 250 °C.

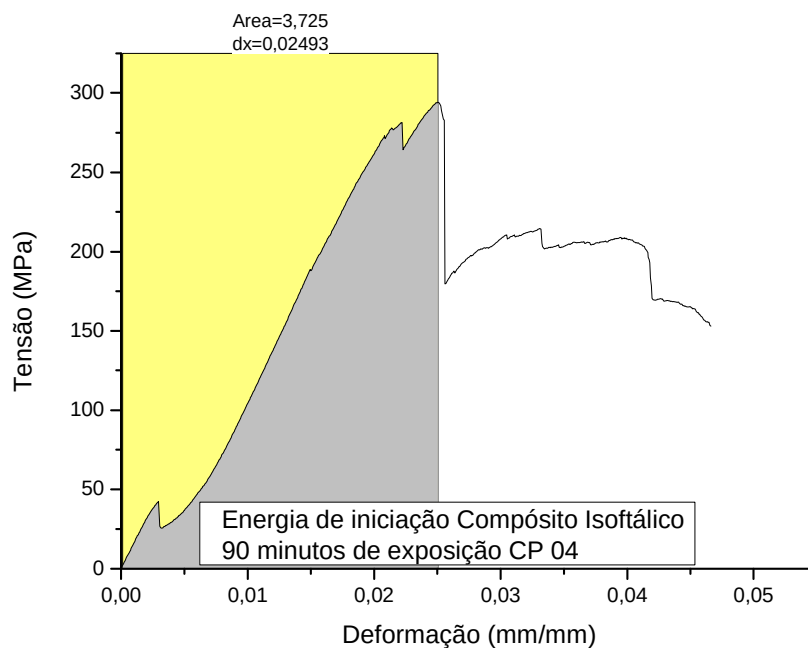


Figura 69 - Energia de Iniciação para corpo de prova em compósito isofáltico com 90 minutos de exposição térmica a 250 °C.

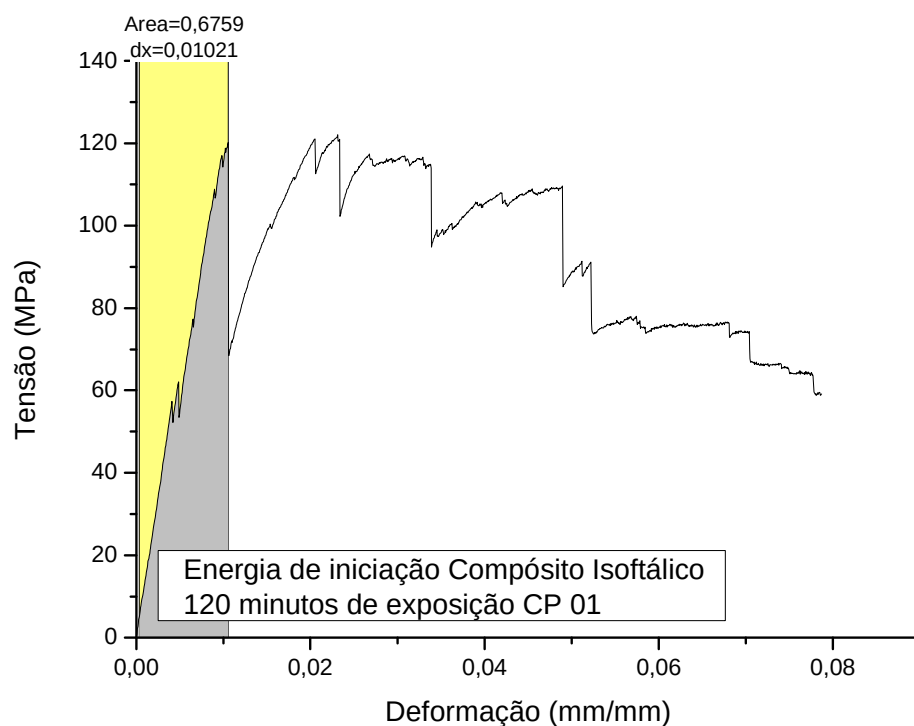


Figura 70 - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito isofáltico com 120 minutos de exposição térmica a 250 °C.

Para melhor visualização do comportamento do compósito de resina isoftálica, após exposição térmica, foram elaborados gráficos de caixa para as energias totais, que representam a tenacidade do material, energias de iniciação e energia de propagação de defeitos. Esses diagramas são indicados nas Figuras 71, 72 e 73.

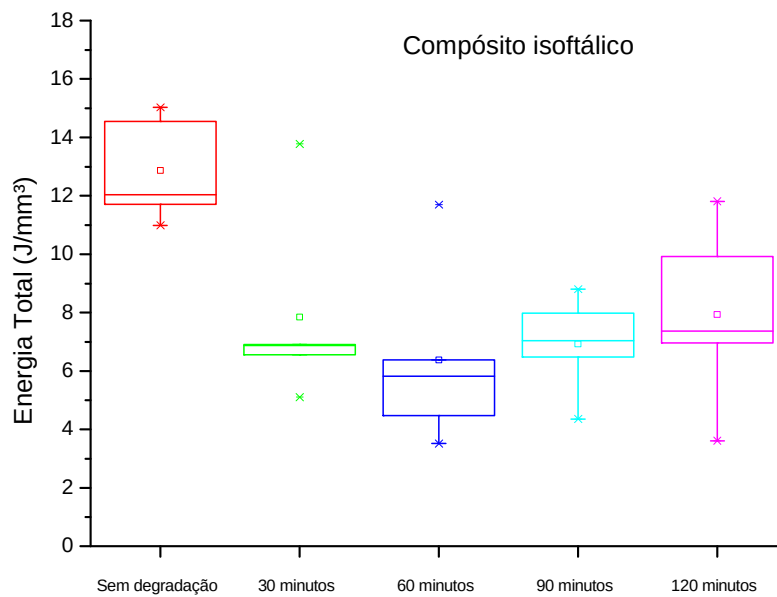


Figura 71 - Diagrama de caixa com representação da variação da energia total ou tenacidade dos corpos de prova de compósito isoftálico antes e após exposição a 250 °C.

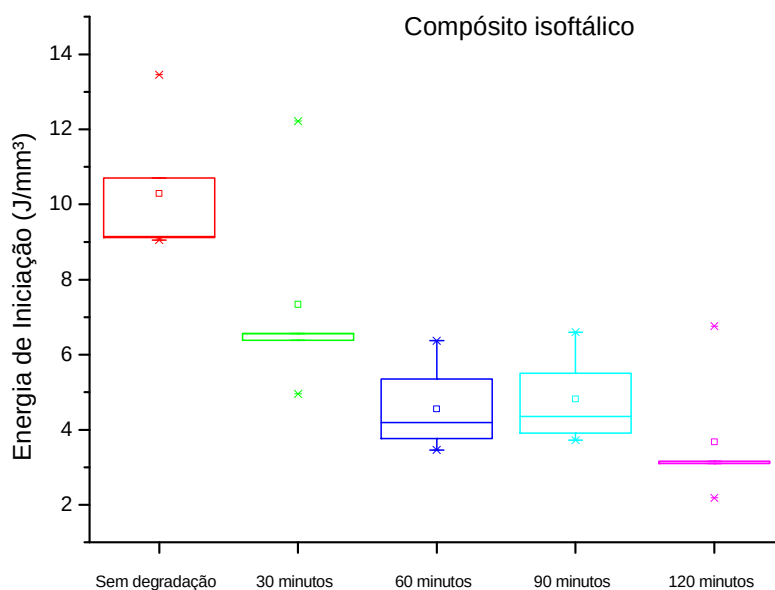


Figura 72 - Diagrama de caixa com representação da variação da energia de iniciação de defeitos macroscópicos dos corpos de prova de compósito isoftálico antes e após exposição a 250 °C.

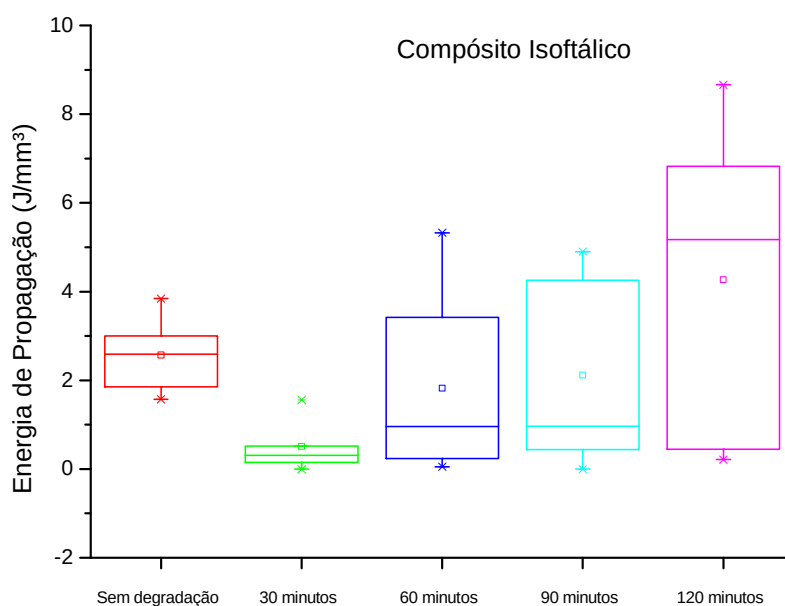


Figura 73 - Diagrama de caixa com representação da variação da energia de propagação de defeitos macroscópicos dos corpos de prova de compósito isoftálico antes e após exposição a 250 °C.

A observação dos diagramas de caixa relativos às energias para o compósito isoftálico confirma a fragilização do material após exposição à elevação de temperatura.

5.7.2

Matriz fenólica

Após exposição térmica, a 250 °C, os compósitos de resina fenólica responderam de maneira semelhante à condição de como recebido, com modo de falha por cisalhamento, apresentado delaminação acentuada entre as camadas do perfil pultrudado. As Figuras 74, 76, 78 e 80 ilustram as curvas Tensão x Deformação, uma para cada condição de exposição térmica (30, 60, 90 e 120 minutos). As Figuras 75, 77, 79 e 81 apresentam detalhe dos corpos de prova após o ensaio de flexão. Os demais gráficos Tensão x Deformação, Força x Deslocamento e de Energia de Iniciação para os demais corpos de prova são encontrados no Apêndice D deste trabalho.

A Tabela 15 apresenta um resumo dos principais resultados obtidos nos ensaios de flexão a três pontos para cada condição de exposição térmica (250 °C a 30, 60, 90 e 120 minutos).

Tabela 15 - Resumo com os resultados médios e desvios padrão dos ensaios de flexão para o compósito de resina fenólica antes e após exposição a 250 °C.

Compósito Fenólico			
Valores médios Ensaio de Flexão em três pontos	Resistência máxima à flexão [MPa]	Módulo à flexão [GPa]	Deformação máxima [mm/mm]
Como recebido	285,8 ± 15,4	26,9 ± 0,5	0,043 ± 0,007
30 minutos	236,4 ± 23,0	27,5 ± 2,4	0,047 ± 0,006
60 minutos	228,8 ± 40,8	28,2 ± 2,9	0,042 ± 0,020
90 minutos	251,9 ± 35,7	28,5 ± 2,1	0,044 ± 0,021
120 minutos	276,6 ± 63,6	30,8 ± 2,2	0,036 ± 0,022

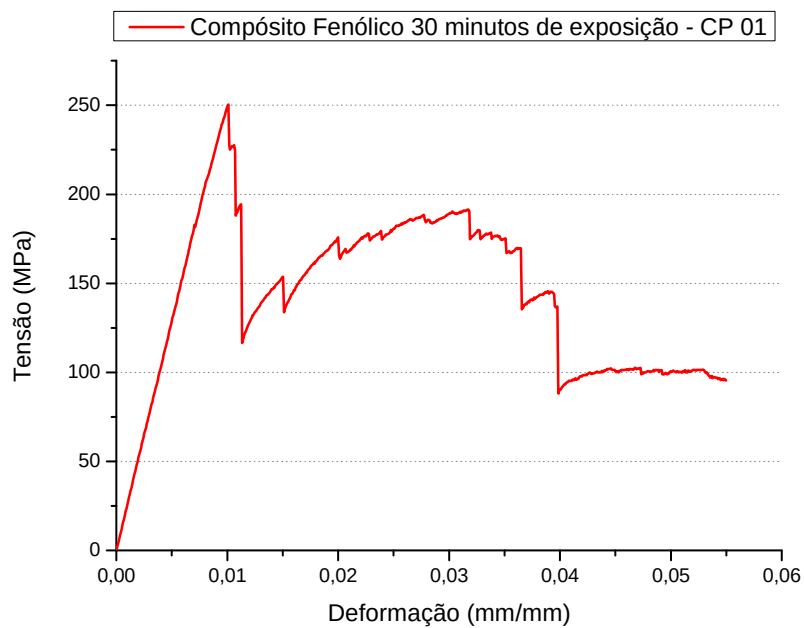


Figura 74 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito fenólico com 30 minutos de exposição térmica a 250 °C.

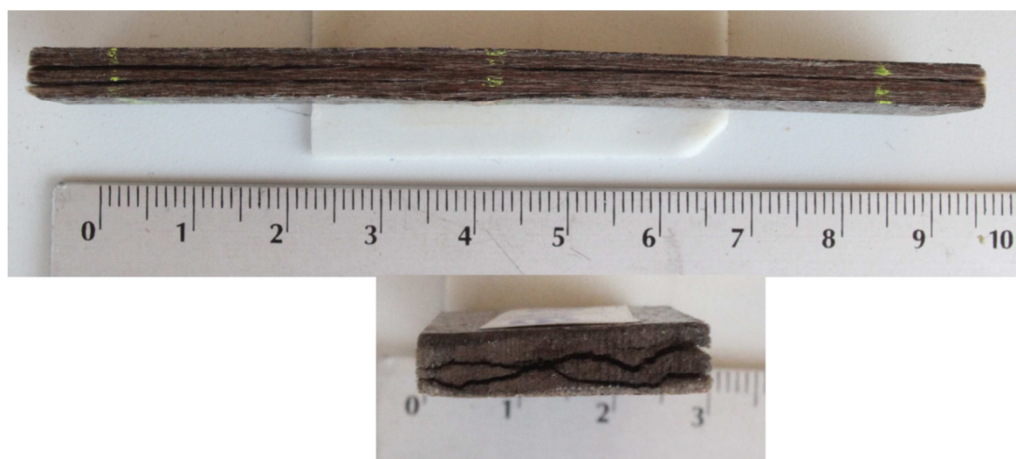


Figura 75 – Detalhe do corpo de prova 01 de compósito fenólico com 30 minutos de exposição térmica a 250 °C.

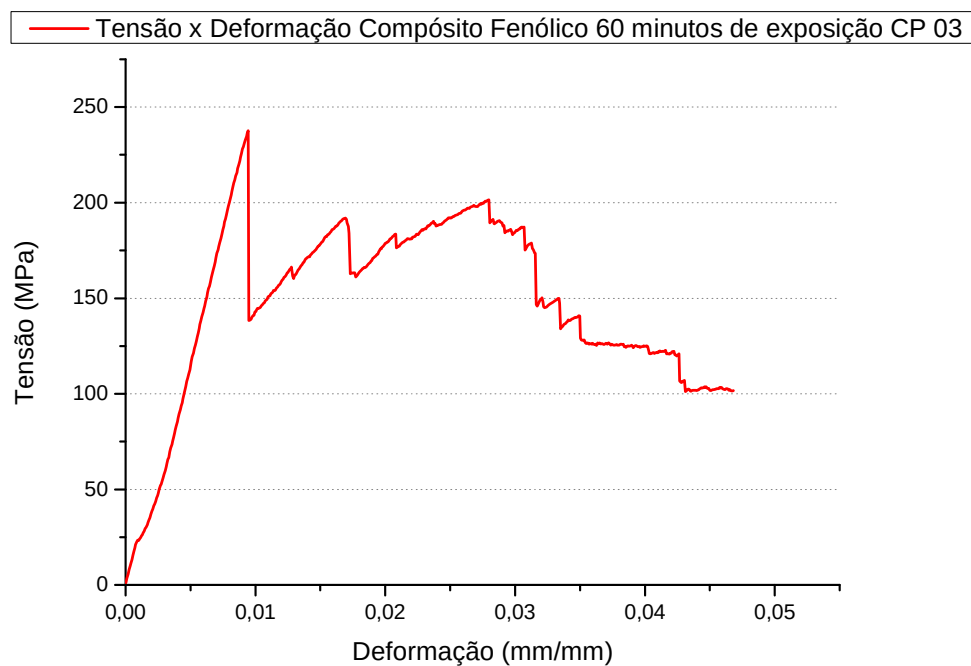


Figura 76 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito fenólico com 60 minutos de exposição térmica a 250 °C.



Figura 77 - Detalhe do corpo de prova 03 de compósito fenólico com 60 minutos de exposição térmica a 250 °C.

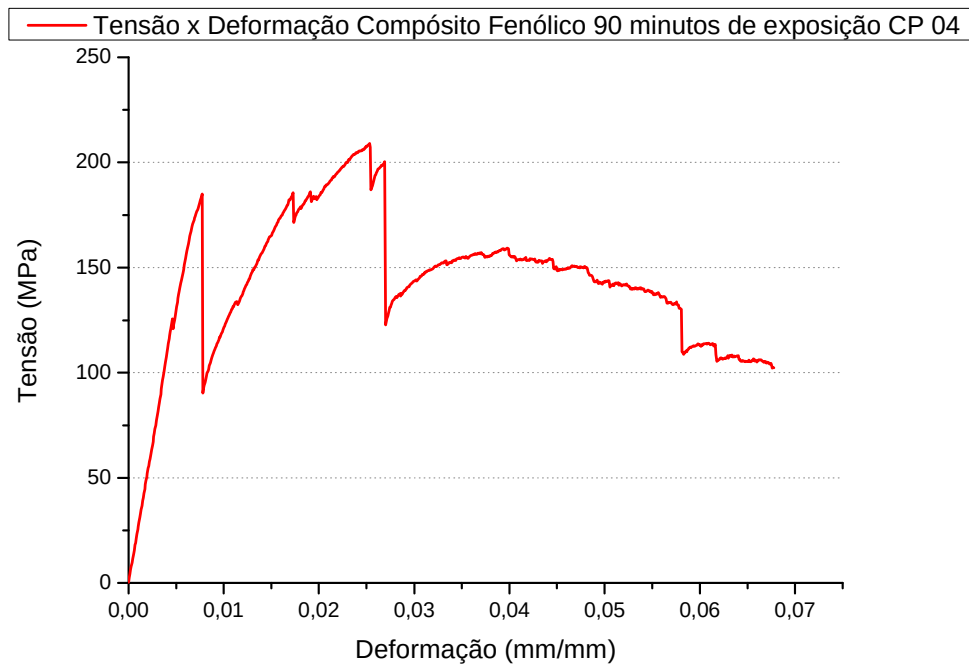


Figura 78 - Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito fenólico com 90 minutos de exposição térmica a 250 °C.



Figura 79 – Detalhe do corpo de prova 04 de compósito fenólico com 90 minutos de exposição térmica a 250 °.

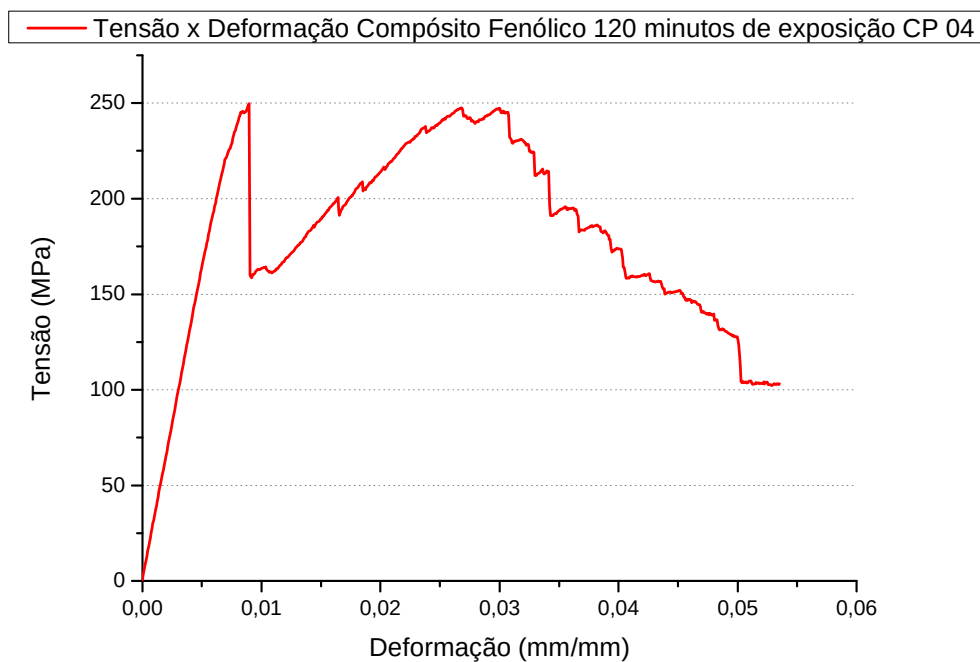


Figura 80 – Curva Tensão x Deformação para corpo de prova em compósito fenólico com 120 minutos de exposição térmica a 250 °C.



Figura 81 - Detalhe do corpo de prova 04 de compósito fenólico com 120 minutos de exposição térmica a 250 °C.

Como já exposto inicialmente para os corpos de prova de compósito isoftálico, a avaliação dos resultados dos ensaios de flexão é mais facilmente visualizada com a utilização dos diagramas de caixa, ou gráficos *box plot*. Para o material compósito de matriz fenólica, apesar das Figuras 75, 77, 79 e 81 mostrarem a delaminação acentuada nos corpos de prova, observou-se que, na

temperatura analisada de 250 °C o material de resina fenólica, apresenta estabilidade térmica e boa parte da resistência mecânica do material se mantém, apresentando alteração significativa pelo teste t-Student com 95 % de nível de confiança para 30 e 60 minutos de exposição (Apêndice G).

As Figuras 82, 83 e 84 apresentam os diagramas de caixa para a resistência máxima à flexão, módulo de elasticidade e deformação máxima. Os corpos de prova apresentaram um ligeiro aumento no módulo de elasticidade, em especial aqueles expostos ao intervalo de 120 minutos (quando o teste t-Student mostrou variação significativa em relação ao material não degradado, Apêndice H), mostrando que o material tornou-se mais rígido com exposição à temperatura. Este fato está relacionado a um processo de pós cura no material fenólico.

Em relação à deformação máxima, apesar dos corpos de prova testados após 120 minutos de exposição apresentarem alguns valores mais baixos, em comparação aos demais tempos de exposição térmica, na média, as deformações máximas obtidas pelos ensaios de flexão não exibiram diferença significativa pelo teste t-Student (Apêndice I).

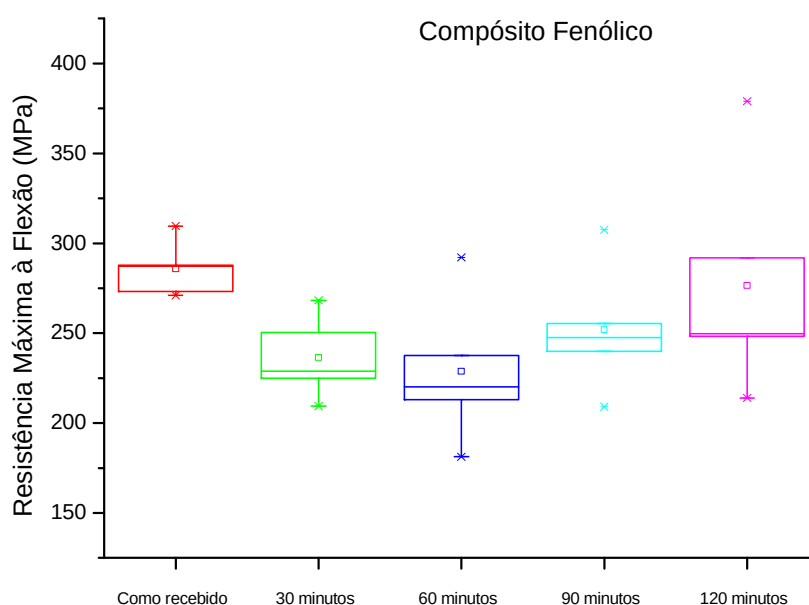


Figura 82 - Gráfico de caixa para os resultados de resistência à flexão para o compósito fenólico antes e após exposição a 250 °C.

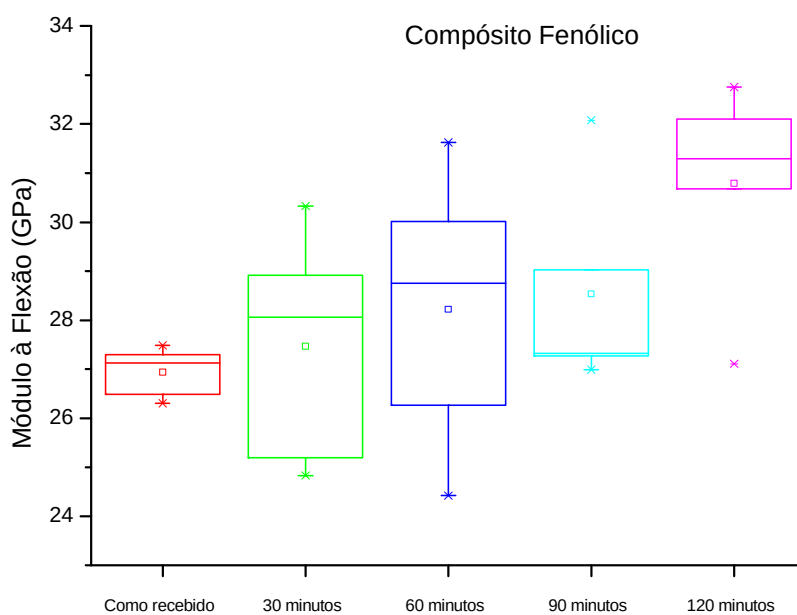


Figura 83 - Gráfico de caixa para os resultados de resistência à flexão para o compósito fenólico antes e após exposição a 250 °C.

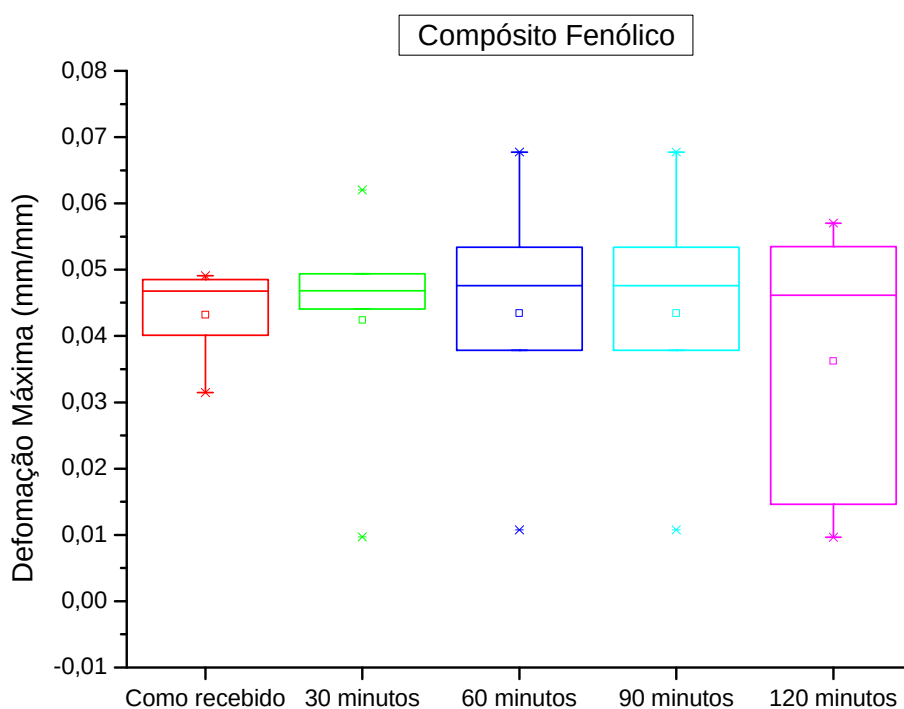


Figura 84 - Gráfico de caixa para os resultados para deformação máxima à flexão para o compósito fenólico antes e após exposição a 250 °C.

Os resultados completos dos ensaios de flexão após exposição a 250 °C para os corpos de prova de compósito em matriz fenólica são apresentados no Apêndice D.

As energias de iniciação de trinca de alguns corpos de prova do compósito fenólico após exposição a 250 °C ilustradas nas Figuras 85, 86, 87 e 88 a seguir.

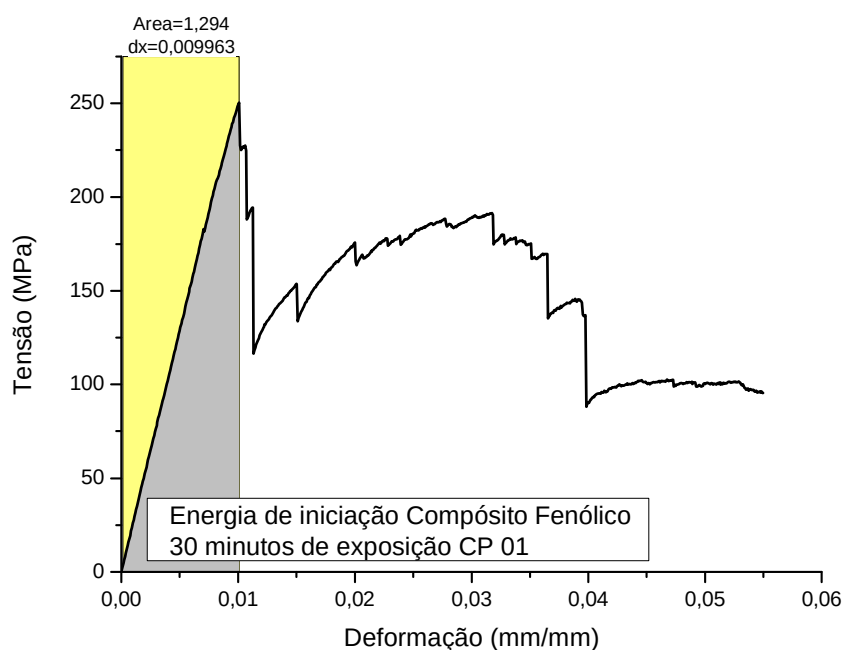


Figura 85 - - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito fenólico com 30 minutos de exposição térmica a 250 °C.

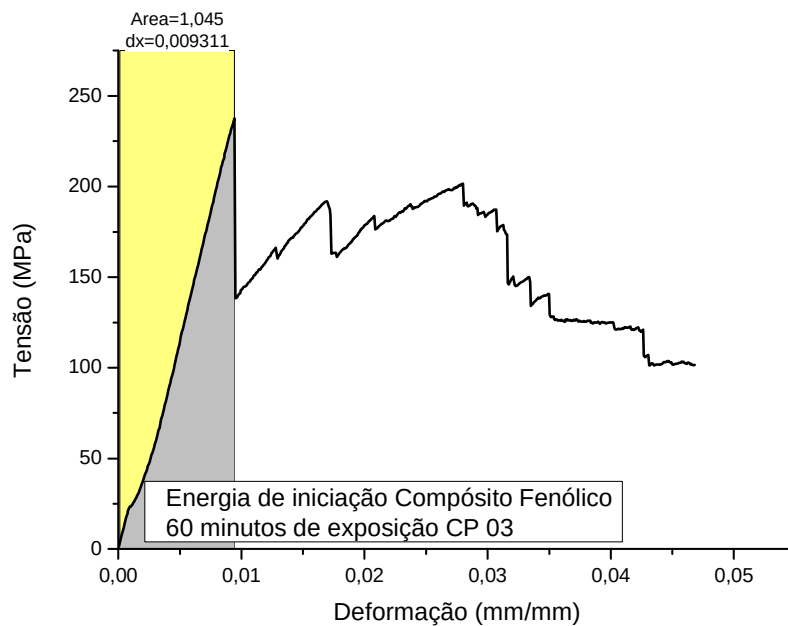


Figura 86 - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito fenólico com 60 minutos de exposição térmica a 250 °C.

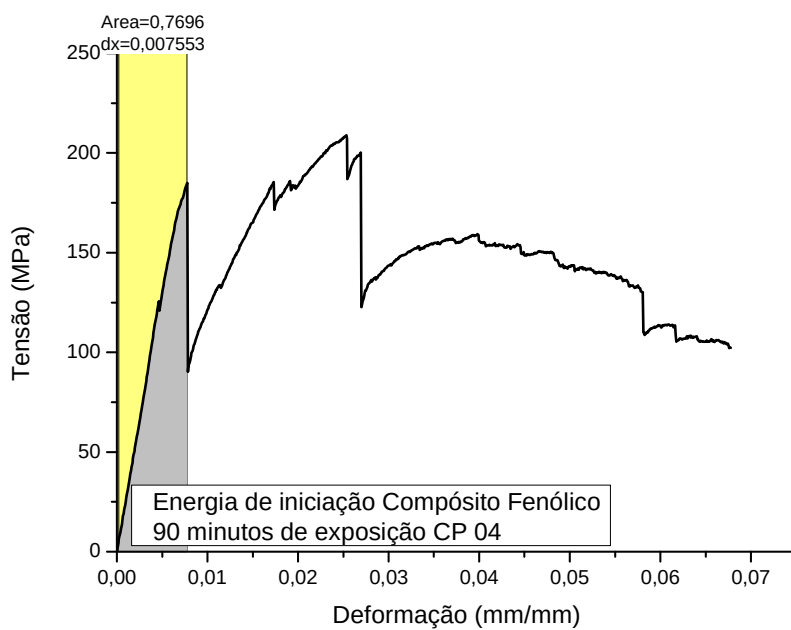


Figura 87 - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito fenólico com 90 minutos de exposição térmica a 250 °C.

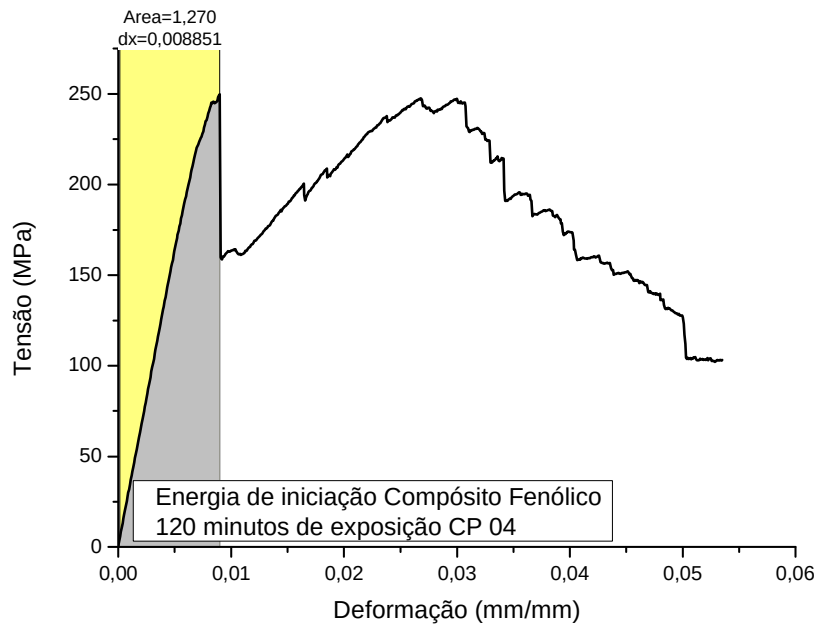


Figura 88 - Energia de iniciação para corpo de prova em compósito fenólico com 120 minutos de exposição térmica a 250 °C.

Para melhor entendimento do que acontece com os materiais compósitos em relação às energias de iniciação, propagação e tenacidade, foram elaborados diagramas de caixa para essas avaliações. As Figuras 89, 90 e 91 ilustram essas propriedades no material como recebido e após 30, 60, 90 e 120 minutos de exposição a 250 °C.

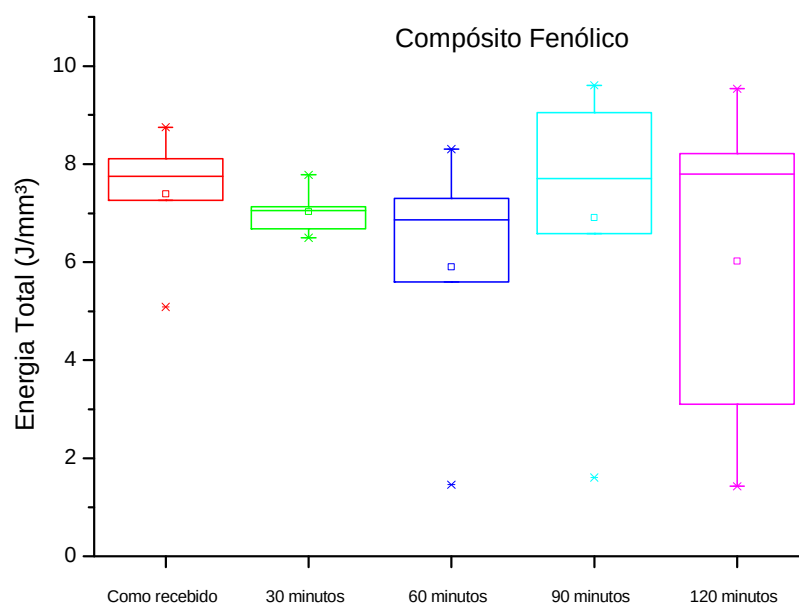


Figura 89- Gráfico de caixa para os resultados de Energia Total (tenacidade) para o compósito fenólico antes e após exposição a 250 °C.

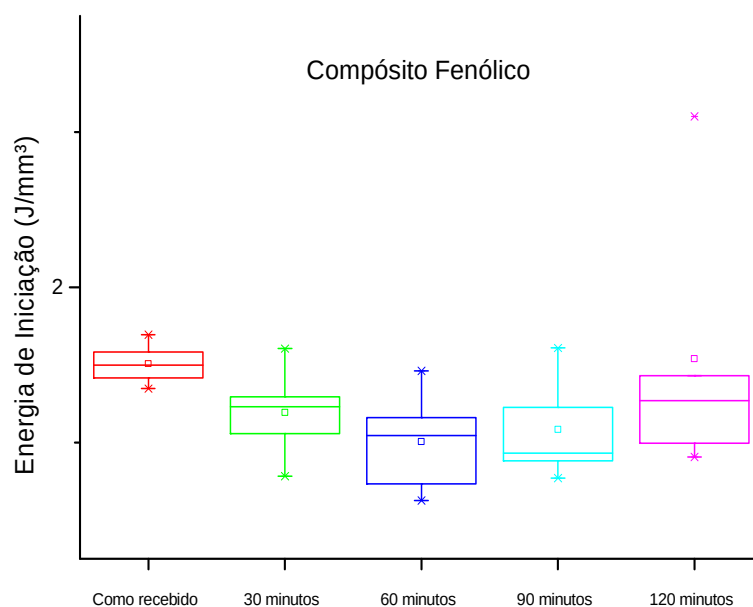


Figura 90 - Gráfico de caixa para os resultados de Energia de iniciação de defeitos macroscópicos dos corpos de prova de compósito fenólico antes e após exposição a 250 °C.

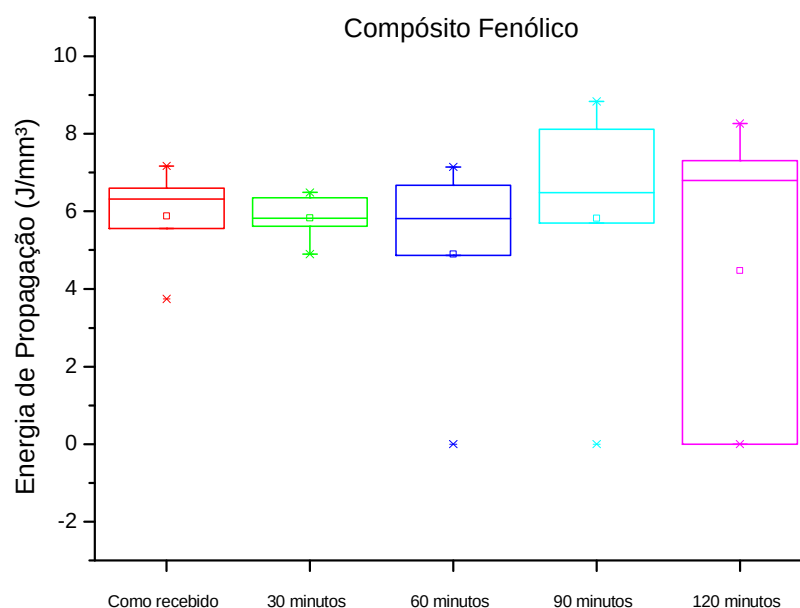


Figura 91 - Gráfico de caixa para os resultados de Energia de propagação de defeitos macroscópicos dos corpos de prova de o compósito fenólico antes e após exposição a 250 °C.

Analisando a Figura 90 e os resultados apresentados pelo teste t-Student com 95% de nível de confiança (apêndice J), verificou-se que a tenacidade do material se manteve estatisticamente inalterada após exposição a 250 °C. Para as energias de iniciação (Figura 90 e apêndice K), só houve diferença significativa para 30 e 60 minutos, comparados às médias do material original. O material apresentou, nestes intervalos, queda da energia de iniciação, mostrando leve fragilidade em relação ao aumento da temperatura. Para as energias de propagação (Figura 91) não foi constatada diferença relevante entre os valores anteriores e após a degradação térmica.

5.8

Comparação entre os resultados do estudo para os compósitos de resina isoftálica e fenólica

Após obtenção dos resultados experimentais previstos no presente trabalho, é importante comparar o comportamento encontrado para os diferentes tipos de compósitos, o de resina isoftálica e o de resina fenólica.

Inicialmente, avaliando-se a microestrutura dos dois materiais, observa-se que o compósito de resina isoftálica apresenta uma quantidade menor de vazios, comparado ao compósito de resina fenólica. Neste último material, os vazios são decorrentes tanto da reação de polimerização, que tem como subproduto a água, quanto do processo de fabricação por pultrusão. Foi verificado que a fração volumétrica de fibras para o material de resina fenólica é superior ao do material isoftálico, esta condição propicia deficiência na impregnação do reforço no compósito fenólico, que entre outras consequências pode gerar regiões vazias no interior do compósito. Do ponto de vista da avaliação microestrutural, foi identificada a presença de aditivo anti-chama para a resina isoftálica, o que para o composto fenólico não é necessário visto características intrínsecas da resina.

A análise termogravimétrica mostra que na queima do compósito isoftálico há grande produção de resíduos voláteis, diferente do ocorrido para o compósito de resina fenólica. Para o compósito fenólico, verifica-se a produção de composto carbonizado, que compõe a massa residual do material ao final do ensaio, junto com as fibras não degradadas. Desta forma, ao final deste experimento, é observada uma maior quantidade de material residual para o compósito de matriz fenólica.

Os resultados dos ensaios de flexão mostram que a tensão desenvolvida e a resistência do material apresentam grande dependência com a resina utilizada e com a qualidade da interface entre as fibras e a matriz. Os valores obtidos para a resistência à flexão dos compósitos de resina isoftálica, nas condições de como recebido e após degradação térmica, são muito superiores aos do compósito fenólico. Para a condição de material como recebido, os resultados demonstram que o compósito de resina isoftálica possui resistência à flexão cerca de 50 % mais alta que o compósito fenólico, comparando-se valores médios após os ensaios.

Uma explicação para a menor resistência à flexão encontrada para o compósito de matriz fenólica é a presença de vazios no interior do material e a baixa aderência da matriz às fibras, com regiões de baixa impregnação de resina no reforço. Nesta condição, não há transferência adequada da carga imposta ao material da resina para as fibras. Além disso, os vazios funcionam como um caminho possibilitando delaminações no material. Estudos anteriores (FEIH et al,

2007) correlacionam essa menor resistência do compósito de matriz fenólica com a vaporização de água no interior da matriz, oriunda da polimerização por condensação, que causaria as delaminações e trincas no material.

Embora apresente uma resistência mecânica inferior, tanto na condição de como recebido quanto após exposição, de até 120 minutos, a 250 °C, o material compósito de resina fenólica possui estabilidade térmica muito superior em relação ao compósito isoftálico. Após serem submetidos à exposição de calor no forno e serem ensaiados à flexão em três pontos, os corpos de prova em matriz fenólica, em média, apresentaram retenção em torno de 96 % de resistência mecânica, enquanto que os isoftálicos, sujeitos a mesma condição, mantiveram apenas 50 % desta propriedade.