



Estudo da Produção de Towpregs e Transformação por Pultrusão

FILIFE ALEXANDRE REGO CARDONA

Outubro de 2015

Estudo da Produção de Towpreg e Transformação por Pultrusão

Filipe Alexandre Rego Cardona

Dissertação submetida para a obtenção do grau de Mestre em
Engenharia Mecânica – Construções Mecânicas

Trabalho efetuado sob orientação de:

Orientador: Doutor Professor João Francisco Machado Gomes da Silva

Co-orientador: Professor Paulo Jorge da Costa Parente Novo

Instituto Superior de Engenharia do Porto
Departamento de Engenharia Mecânica



16 de outubro de 2015

Relatório da Unidade Curricular de Dissertação/Projecto/Estágio do 2º ano do Mestrado
em Engenharia Mecânica – Construções Mecânicas

Candidato: Filipe Alexandre Rego Cardona, N° 1091350, 1091350@isep.ipp.pt
Orientação Científica: João Francisco Machado Gomes da Silva, JFS@isep.ipp.pt

Mestrado em Engenharia Mecânica – Construções Mecânicas
Departamento de Engenharia Mecânica

Instituto Superior de Engenharia do Porto



16 de outubro de 2015

Agradecimentos

A realização deste trabalho só foi possível graças à valiosa e imprescindível ajuda de diversas pessoas e entidades. Gostaria de agradecer em particular:

- Ao Professor Doutor João Francisco Machado Gomes da Silva, Professor do Departamento de Engenharia Mecânica do Instituto Superior de Engenharia do Porto, orientador deste trabalho, por todo o apoio, disponibilidade, simpatia e por todos os conhecimentos transmitidos ao longo deste trabalho.

- Ao Professor Paulo Jorge da Costa Parente Novo, Professor do Instituto Politécnico de Leiria, co-orientador deste trabalho, pelo apoio, simpatia, colaboração em todo o processo experimental e conhecimentos transmitidos ao longo deste trabalho.

- Ao Professor Doutor João Pedro Nunes, Professor do Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho, pelo apoio prestado em questão relacionadas com o PIEP (Pólo de Inovação em Engenharia de Polímeros).

Por fim, gostaria de agradecer aos meus pais, irmão, restantes familiares e amigos, por todo o apoio, encorajamento, compreensão e paciência demonstrados durante a realização deste trabalho.

Resumo

Durante as últimas décadas, os materiais compósitos têm substituído com sucesso os materiais tradicionais em muitas aplicações de engenharia, muito devido às excelentes propriedades que se conseguem obter com a combinação de materiais diferentes.

Nos compósitos reforçados com fibras longas ou contínuas tem-se verificado, ao longo dos últimos anos, um aumento do uso de matrizes termoplásticas, fruto de várias vantagens associadas, como o facto de serem bastante mais ecológicas, comparativamente às termoendurecíveis. No entanto, este aumento está muito dependente do desenvolvimento de novas tecnologias de processamento, pois a elevada viscosidade dos termoplásticos, comparativamente aos termoendurecíveis, dificulta significativamente o processo. Muitos equipamentos de produção de termoplásticos são resultado de adaptações de equipamentos de produção de termoendurecíveis, onde normalmente é necessário adicionar fornos de pré-aquecimento.

Neste trabalho, pretendeu-se produzir pré-impregnados de fibras contínuas com matriz termoplástica, por deposição a seco de polímero em pó sobre fibras de reforço (denominados por *towpreg*) para, posteriormente, serem transformados por pultrusão e caracterizados. As matérias-primas utilizadas foram: Polipropileno (PP) como matriz termoplástica e fibra de carbono como reforço.

Por forma a melhorar as propriedades finais do compósito, foram otimizadas as condições de processamento na produção dos *towpregs*, estudando-se a influência da variação dos parâmetros de processamento no teor de polímero presente nestes, tendo como objetivo teores mássicos de polímero superiores a 30%. A condição ótima e a influência dos parâmetros de processamento foram obtidas com o auxílio do Método de Taguchi.

Os perfis produzidos por pultrusão foram sujeitos a ensaios de flexão, de forma a obter as suas propriedades quando sujeitos a esse tipo de esforço. Foram também realizados ensaios de calcinação de forma a obter as frações mássicas de fibra e

polímero presentes no compósito final. Sabidas as frações mássicas, converteram-se em frações volúmicas e obtiveram-se as propriedades teoricamente esperadas através da Lei das Misturas e compararam-se com as obtidas experimentalmente. As propriedades obtidas foram também comparadas com as de outros compósitos pultrudidos.

Abstract

During the last decades, composite materials have successfully replaced traditional materials in many engineering applications due to the excellent properties that are achieved with the combination of different materials.

In the last few years, the use of matrix thermoplastic in long or continuous fiber reinforced composites has increased, due to several advantages like the fact that they are more environment friendly compare to the thermosetting matrix. However, this increase is highly dependent of the development of new processing technologies because thermoplastic matrix present much higher viscosity compare to thermosetting and this makes the process significantly harder. A lot of thermoplastic matrix production equipment is a result of an adaption of thermosetting matrix equipment, where normally the addition of pre-heating oven is necessary.

In this work it was intended to produce continuous fiber reinforced thermoplastic pre-impregnated material (designated towpreg), by dry deposition of polymer particles into the reinforcement fibers to, subsequently, be processed by pultrusion and be characterized. The raw materials used were: Polypropylene (PP) as thermoplastic matrix and Carbon fiber as reinforcement.

In order to improve the final properties of the composite, the processing conditions of towpregs were optimized, studying the influence of the variation of the processing parameters in the polymer content in these, having as objective, polymer weight fraction levels greater than 30%. The optimal condition and the influence of the processing parameters were obtained with the aid of the Taguchi method.

The profiles produced by pultrusion were subjected to tests of flexion to obtain their properties when subjected to this kind of effort. Tests of calcination were also performed in order to obtain the weight fractions of fiber and polymer present in the final composite. With the weight fractions known it was possible to convert them to volume fraction and calculate the properties theoretically expected through the Law of Mixtures and compare with those obtained experimentally. The properties obtained were also compared with the properties of others pultruded composite materials.

Índice

AGRADECIMENTOS	I
RESUMO	III
ABSTRACT	V
ÍNDICE	VII
ÍNDICE DE FIGURAS	IX
ÍNDICE DE TABELAS	XIII
1. INTRODUÇÃO	15
1.1. CONTEXTUALIZAÇÃO.....	15
1.2. MOTIVAÇÃO E OBJECTIVOS	16
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1. COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA	19
2.2. PRÉ-IMPREGNADOS DE MATRIZ TERMOPLÁSTICA.....	22
2.2.1. Fibras de reforço	24
2.2.2. Matrizes termoplásticas.....	27
2.3. PRODUÇÃO E TRANSFORMAÇÃO DE PRÉ-IMPREGNADOS DE MATRIZ TERMOPLÁSTICA	29
2.3.1. Produção de pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas	30
2.3.1.1. IMPREGNAÇÃO POR SOLUÇÃO.....	30
2.3.1.2. IMPREGNAÇÃO POR TERMOPLÁSTICO FUNDIDO	31
2.3.1.3. IMPREGNAÇÃO POR MISTURA ÍNTIMA DE FIBRAS TERMOPLÁSTICAS E DE REFORÇO	32
2.3.1.4. IMPREGNAÇÃO POR MISTURA ÍNTIMA DE POLÍMERO EM PÓ COM FIBRAS DE REFORÇO´	33
2.3.2. Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica reforçado com fibras contínuas	35
2.3.2.1. COMPRESSÃO A QUENTE	36
2.3.2.2. PULTRUSÃO.....	37
2.3.2.3. ENROLAMENTO FILAMENTAR	38
3. MÉTODO DE TAGUCHI	47
3.1. DESCRIÇÃO DO MÉTODO.....	48
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	53
4.1. MATÉRIAS-PRIMAS.....	53
4.1.1. Fibras de reforço	53
4.1.2. Matriz termoplástica	54
4.2. PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS PRÉ-IMPREGNADOS	54

4.2.1.	Produção dos pré-impregnados	54
4.2.2.	Caracterização dos pré-impregnados	55
4.3.	PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS	56
4.3.1.	Produção dos compósitos por pultrusão	56
4.3.2.	Caracterização dos compósitos	57
4.3.2.1.	ENSAIO DE FLEXÃO	57
4.3.2.2.	ENSAIO DE TRAÇÃO	59
4.3.2.3.	ENSAIO DE CALCINAÇÃO	60
5.	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS OBTIDOS.....	65
5.1.	PRODUÇÃO DOS <i>TOWPREGS</i>	65
5.1.1.	Otimização da produção dos <i>towpregs</i>	66
5.2.	PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS	75
5.2.1.	Produção dos <i>compósitos por pultrusão</i>	75
5.2.2.	Caracterização dos compósitos	78
5.2.2.1.	ENSAIO DE FLEXÃO	78
5.2.2.2.	ENSAIO DE CALCINAÇÃO	80
5.2.2.3.	COMPARAÇÃO DAS PROPRIEDADES OBTIDAS EXPERIMENTALMENTE COM AS CALCULADAS TEORICAMENTE.....	81
5.2.2.4.	COMPARAÇÃO DAS PROPRIEDADES OBTIDAS EXPERIMENTALMENTE COM AS DE OUTROS COMPÓSITOS PULTRUDIDOS.....	84
6.	CONCLUSÕES	89
6.1.	PRINCIPAIS CONCLUSÕES	89
6.2.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	92
	ANEXO A. FICHA TÉCNICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS	95
	ANEXO B. PROPRIEDADES DOS <i>TOWPREGS</i>	101
	ANEXO C. PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS.....	107

Índice de Figuras

Figura 2.1 - Previsão do mercado dos materiais compósitos nos EUA [7].	20
Figura 2.2 - Percentagem do volume de utilização de diferentes tipos de fibra na indústria dos compósitos em 2006 [24].	24
Figura 2.3 - Técnica de Impregnação das fibras por solução (adaptado de [40]).	31
Figura 2.4 - Pré-impregnado Towpreg.	31
Figura 2.5 - Commingled Fibers.	32
Figura 2.6 - Esquema da deposição de termoplástico em pó sobre fibras contínuas.	33
Figura 2.7 - Esquema de equipamento de produção de <i>towpregs</i> localizado no PIEP (adaptado de [49]).	34
Figura 2.8 - Tempo e temperatura correspondentes à "janela de processamento" de um pré-impregnado de matriz termoplástica [15].	35
Figura 2.9 - Esquema de equipamento de pultrusão de termoplásticos reforçados (adaptado de [60]).	38
Figura 2.10 - Esquema da técnica Enrolamento Filamentar para pré-impregnados de matriz termoplástica (5).	39
Figura 3.11 - Etapas a seguir na aplicação do Método de Taguchi (adaptado de [2, 11]).	49
Figura 4.12 - Equipamento de produção de towpreg, existente no PIEP (adaptado de [2]).	55
Figura 4.13 - Equipamento de pultrusão, localizado nas instalações do ISEP.	56
Figura 4.14 - Equipamento de Ensaio Mecânicos Shimadzu, existente no ISEP.	57
Figura 4.15 - Esquema do Ensaio de Flexão de 3 pontos (dimensões em mm).	58
Figura 4.16 - <i>Esquema de um provete para o ensaio de flexão (dimensões em mm).</i>	58
Figura 5.17 - Efeito das variáveis de processamento no teor mássico de polímero.	69
Figura 5.18 - Efeitos da variação da variáveis de processamento, no teor mássico de polímero, com base na segunda janela de processamento.	73
Figura 5.19 - Gráfico Tensão - Deformação (Condição 8).	78
Figura 5.20 - Gráfico Tensão - Deformação (Condição 9).	79
Figura C.21 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.1.	110
Figura C.22 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.1.	110
Figura C.23 - Curva Tensão - Deformação (corrigido) para a amostra 8.1.	111
Figura C.24 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.2.	111
Figura C.25 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.2.	112
Figura C.26 - Curva Tensão - Deformação (corrigido,) para a amostra 8.2.	112
Figura C.27 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.3.	113

Figura C.28 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.3.....	113
Figura C.29 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 8.3	114
Figura C.30 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.4.....	114
Figura C.31 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.4.....	115
Figura C.32 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 8.4	115
Figura C.33 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.5.....	116
Figura C.34 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.5.....	116
Figura C.35 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 8.5	117
Figura C.36 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.1	117
Figura C.37 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.1.....	118
Figura C.38 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.1	118
Figura C.39 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.2.....	119
Figura C.40- Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.2.....	119
Figura C.41 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.2	120
Figura C.42 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.3.....	120
Figura C.43 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.3.....	121
Figura C.44 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.3	121
Figura C.45 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.4.....	122
Figura C.46 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.4.....	122
Figura C.47 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.4	123
Figura C.48 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.5.....	123
Figura C.49 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.5.....	124
Figura C.50 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.5	124

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 - Propriedades típicas das fibras de reforço [21, 27].	26
Tabela 2.2 - Propriedades típicas dos termoplásticos [35]	28
Tabela 4.3 - Propriedades da fibra SIGRAFIL® C30 T050 TP 1	53
Tabela 4.4 - Propriedades do ICORENE® 4014	54
Tabela 5.5 - Fatores de controlo	66
Tabela 5.6 - Condições a ensaiar de acordo com a janela de processamento escolhida.	67
Tabela 5.7 - Média dos resultados das pesagens e do cálculo do teor mássico de polímero e da razão sinal-ruído, por condição.	67
Tabela 5.8 - Tabela de resposta das médias	68
Tabela 5.9 - Resultado da experiência de confirmação da condição ótima	70
Tabela 5.10 - Resultados da produção, após enrolamento em <i>rovings</i> .	71
Tabela 5.11 - Condições a ensaiar tendo como base a nova janela de processamento	72
Tabela 12 - Resultados obtidos das médias das pesagens e do cálculo do teor mássico de polímero	72
Tabela 5.13 - Tabela de resposta das médias da nova janela de processamento	73
Tabela 5.14 - Valores utilizados e resultados do cálculo do número de <i>rovings</i> necessários	76
Tabela 5.15 - <i>Conjunto de experiências realizadas</i> .	77
Tabela 5.16 - Propriedades obtidas dos ensaios à flexão	79
Tabela 5.17 - Valores médios obtidos do ensaio de calcinação	81
Tabela 5.18 - Propriedades dos materiais consideradas.	82
Tabela 5.19 - Resultados obtidos nos cálculos da fração volúmica e módulo de elasticidade, pela lei das misturas	83
Tabela 5.20 - Comparação das propriedades obtidas com as de outros compósitos pultrudidos [1, 2, 4]	85
Tabela B.21 - Peso das amostras e teor mássico por condição.	103
Tabela C.22 - Dimensões dos provetes e resultados obtidos nos ensaios de flexão	109
Tabela C.23 - Resultados obtidos do ensaio de calcinação e do cálculo dos teores mássicos	125

1. Introdução

1.1. Contextualização

Um material compósito pode ser definido como a combinação de pelo menos dois materiais distintos, com uma interface comum [1] e permitem obter propriedades que cada um dos materiais individualmente não consegue ter [2].

Os materiais compósitos têm vindo cada vez mais a ser usados, sendo que os de matriz polimérica detêm uma grande parte das aplicações comerciais e estão fortemente presentes em diferentes indústrias, como a aeroespacial ou o setor automóvel [3]. Esta dominância deve-se sobretudo às boas propriedades mecânicas destes materiais, como um elevado módulo específico e resistência mecânica [4].

Os compósitos de matriz polimérica podem-se dividir em três grupos: Matrizes Termoendurecíveis, Matrizes Termoplásticas e Matrizes Elastoméricas (estes não vão ser abordados neste trabalho) [5]. Os que são mais utilizados, tradicionalmente, são os de matriz termoendurecível, pois apresentam maior facilidade no processamento comparativamente aos de matriz termoplástica.

As dificuldades no processamento de termoplásticos surgem, normalmente, devido à grande viscosidade que apresentam, o que dificulta a impregnação do termoplástico nas fibras e a consolidação do compósito final, sendo necessário aplicar elevados níveis de temperatura e de pressão no processo, levando obviamente a custos elevados [6]. No entanto, a utilização destas matrizes em compósitos reforçados com fibras longas, como os pré-impregnados (*towpregs*), contribui com uma melhoria muito significativa de algumas características finais destes compósitos como, o aumento da tenacidade, resistência ao impacto e à corrosão, tolerância ao dano e durabilidade, bem como a possibilidade de reprocessamento, reciclagem e redução significativa do ciclo de fabrico [3].

Por todas estas vantagens, as matrizes termoplásticas têm sido cada vez mais alvos de estudo e desenvolvimento de processos de produção, com vista a

ultrapassar as dificuldades de impregnação e consolidação do compósito e a tornar a produção destes mais rentável.

Portugal tem dado o seu contributo para esta evolução através da realização de vários estudos, artigos para revistas científicas internacionais (pode-se consultar nas referências [7-10] alguns dos artigos), participação ativa em conferências e através do desenvolvimento de equipamentos de produção de compósitos de matriz termoplástica e processamento dos mesmos como: produção de *towpreg*, transformação por pultrusão e compressão.

1.2. Motivação e Objectivos

Este trabalho surgiu de uma cooperação entre o grupo de investigação composto por J. F. Silva *et al*, várias vezes referenciados ao longo deste trabalho, com a empresa SGL Group, fabricante de fibras de carbono, com sede na Alemanha. Esta empresa desenvolveu uma nova fibra de carbono e requisitou a este grupo que produzisse *towpregs* e posteriormente perfis pultrudidos a partir desta nova fibra, com o objetivo de os submeter a ensaios mecânicos de maneira a ser possível caracterizar os compósitos finais.

Os principais objetivos deste trabalho são:

- Produzir *towpregs* de polipropileno reforçado com fibras de carbono, no equipamento de deposição a seco de polímero em pó, localizado no PIEP (Pólo de Inovação em Engenharia de Polímeros);
- Otimizar este processo de modo a obter a maior fração mássica de polipropileno possível;
- Produzir perfis pultrudidos, no equipamento localizado no ISEP, a partir dos *towpregs* previamente fabricados;
- Caracterizar o compósito pultrudido através de ensaios mecânicos e outros ensaios físicos quantitativos;
- Comparar os valores das propriedades obtidos experimentalmente com os esperados teoricamente e os de outros materiais compósitos.

Referências

- [1] ASM Handbook. 2001. vol. 21 – Composites.
- [2] D. D. L. Chung, “*Composite Materials: Science and Applications*”, 2^a ed. Londres: Springer, 2010.
- [3] J. F. Silva, “*Pré-impregnados de Matriz Termoplástica: Fabrico e Transformação por Compressão a Quente e Enrolamento Filamentar*”, Tese de Doutoramento, Universidade do Porto, Porto, 2005
- [4] F. O'Brien Bernini, “*Composites and Sustainability - When Green becomes Golden*”, Reinforced Plastics, vol. 55, no. 6, 2011
- [5] M. F. de Moura, A. B. de Moraes, A. G. de Magalhães, “*Materiais Compósitos – Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico*”, 2^a ed., Publindústria, 2011.
- [6] C. Zaniboni, “*Oligomere Technologies for Cost-Effective Processing High-Performance Polyphthalamide Composites*”, Tese de Doutoramento, École Polytechnique Fédérale de Zurich, Zurique, 2010
- [7] J. F. Silva, J. P. Nunes, A. T. Marques, “*Consolidation of Glass Fibre-Polypropylene Towpregs by Compression Moulding*”, Materials Science Forum Vols 514-516, Maio 2006, pp 677-681
- [8] R. Figueiro, J. P. Nunes, J. F. Silva, M. Araújo, F. Novais, “*Development of GF/PP Towpreg Woven Fabrics for Composite Reinforcement*”, Materials Science Forum Vols 514-516, Maio 2006, pp 1551-1555
- [9] J. P. Nunes, J. F. Silva, “*Processing Thermoplastic Matrix Towpregs by Pultrusion*”. THEPLAC, Lecce, 2011.
- [10] J. P. Nunes, J. F. Silva, “*Production of Thermoplastic Matrix Towpregs for Highly Demanding and Cost-Effective Commercial Applications*”, Materials Science Forum Vols 730-732, 2013, pp 1030-1035

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Compósitos de matriz polimérica

Designam-se por “compósitos” os materiais constituídos por fases distintas, das quais pelo menos duas se caracterizam por terem propriedades mecânicas diferentes, que normalmente se complementam. Essas fases são denominadas por “reforço” e “matriz”. O reforço é a fase que se caracteriza por ter maior rigidez, dureza e resistência mecânica. Tem por isso a função de suportar os esforços a que a peça está sujeita. A matriz por sua vez tem como principal função garantir uma transmissão e repartição dos esforços aplicados pelo reforço de uma forma adequada. Outras das funções são conferir estabilidade à estrutura, preencher espaços vazios e servir de barreira química contra ambientes agressivos [1,2].

A seleção dos materiais para cada uma das fases está relacionado com a técnica de processamento, o tipo de esforços e o custo, tanto das matérias como dos processos envolvidos. Dependendo da função do produto, pode haver outros critérios que se tornem relevantes nesta seleção de materiais [3,4].

Os materiais compósitos podem também ser classificados quanto à forma e quanto à natureza dos seus constituintes. Relativamente à forma, podem ser compósitos reforçados com partículas ou com fibras (contínuas ou descontínuas). Quanto à natureza, os compósitos podem ser de matriz polimérica (termoplástica ou termoendurecível), metálica ou cerâmica e ter reforço de fibras ou de partículas de natureza diversa [1,2].

Estes materiais possibilitam o aumento da resistência e diminuição da fragilidade simultaneamente, enquanto nos materiais homogêneos o aumento da resistência está associado ao aumento da sua fragilidade [5].

Relativamente ao mercado de compósitos, estima-se que na Europa nos últimos 5 anos, a produção anual seja francamente superior a um milhão de toneladas [6].

Estes tipos de materiais são empregues extensamente em mercados avançados como o militar, espacial e aeronáutico e ultimamente têm vindo a substituir os

materiais tradicionais no mundo da engenharia, como os sectores da construção, transportes e energia.

Mais recentemente, segundo um estudo realizado nos EUA, neste país o mercado dos compósitos cresceu cerca de 6.3% em 2014, o que representa valores de aproximadamente 8.2 mil milhões de dólares, cerca de 7.3 mil milhões de euros e 2.5 milhões de toneladas de material compósito. Estima-se que em 2015 o mercado cresça cerca de 5% e que até 2020 se atinjam valores de 12 mil milhões de dólares, cerca de 10.7 mil milhões de euros, com um aumento anual médio de 6.6%, como se pode verificar na Figura 2.1 [7].

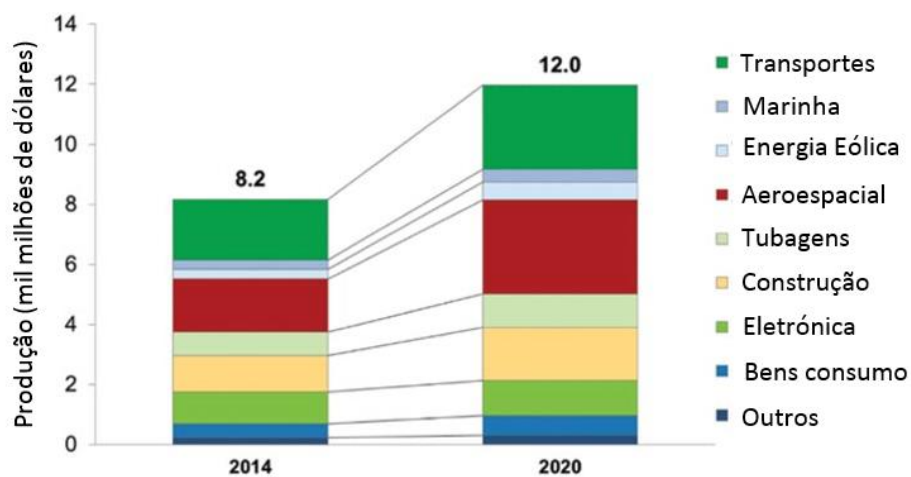


Figura 2.1 - Previsão do mercado dos materiais compósitos nos EUA [7].

A nível europeu, a Alemanha, Itália e França são os países que mais participação têm no mercado dos compósitos poliméricos, muito devido à forte influência da indústria automóvel e aeroespacial que predomina nestes países [6].

O aumento da procura de compósitos deve-se essencialmente à facilidade com que diferentes materiais se podem combinar, podendo ir buscar o melhor de cada um para produzir um material superior. Em consequência deste aumento, diferentes tecnologias de fabrico com características muito distintas têm vindo a ser desenvolvidas, para os sectores de mercado com maior expressão [5].

Um dos fatores chave para o desenvolvimento da indústria dos materiais compósitos é a melhoria do rácio custo/desempenho, pois a sua produção normalmente requiere custos avultados [8].

Os compósitos dominadores do mercado são os de matriz polimérica reforçado com fibras. Esta dominância deve-se essencialmente às ótimas propriedades do material, pois consegue aliar elevada resistência mecânica, elevada rigidez e um peso específico baixo.

Dentro das matrizes poliméricas cerca de 2/3 representam a utilização de matrizes termoendurecíveis, enquanto o 1/3 restante representa as matrizes termoplásticas, no entanto estas têm crescido mais rapidamente nos últimos anos [6]. Este crescimento pode ser explicado, pois as matrizes termoplásticas apresentam algumas vantagens importantes comparativamente às matrizes termoendurecíveis, entre elas: maior resistência ao impacto, maior tolerância ao dano, maior facilidade de reciclagem, ciclos de fabrico mais curtos, entre outras [14].

No entanto, a principal razão da dominância das matrizes termoendurecíveis relativamente às termoplásticas relacionava-se com a dificuldade em impregnar convenientemente fibras longas de reforço com termoplásticos, o que resulta em compósitos com uma fraca adesão entre a fibra e a matriz e, conseqüentemente, propriedades mecânicas mais baixas [9].

Estas dificuldades em impregnar resultam da própria natureza do polímero, pois para haver uma impregnação correta, o polímero tem de estar no estado líquido para garantir a molhagem completa das fibras e enquanto as resinas de natureza termoendurecível apresentam viscosidades de 50 Pa · s antes de iniciarem a reação cura, os termoplásticos no estado fundido, apresentam viscosidades no intervalo 50 – 2000 Pa · s [5].

Porém, verificou-se que as matrizes termoendurecíveis não cumpriam os requisitos dos mercados mais avançados, muito devido à sua fraca resistência ao impacto. Por isso, iniciaram-se pesquisas para encontrar materiais mais tenazes e a investigação na área das matrizes termoplásticas ganhou força, conduzindo ao desenvolvimento de novos métodos de produção e transformação deste tipo de compósito [5,12].

Devido à dificuldade de produção das matrizes termoplásticas ser elevada, os custos associados são também elevados, impossibilitando o seu uso nos mercados mais correntes e situando-se apenas nos mercados avançados. Por isso ao longo

dos últimos anos têm sido feitos esforços de maneira a encontrar técnicas de produção mais rentáveis [5,13].

Os compósitos de matriz termoplástica entretanto aplicados, têm vindo a comprovar o esperado, apresentam uma tenacidade e, conseqüentemente, resistência ao impacto e dano bastante superiores aos de matriz termoendurecível. .

Segundo as últimas diretivas da União Europeia, é recomendado que até ao fim deste ano, 90% dos componentes de um automóvel sejam recicláveis, sendo que os materiais compósitos de matriz termoplástica são uma excelente solução a adotar [16].

2.2. Pré-impregnados de matriz termoplástica

Os pré-impregnados de matriz termoplástica, classificam-se consoante o comprimento característico das fibras de reforço, que pode ser: pré-impregnado de fibras curtas (SFRT's), de fibras longas (LFRT's) e de fibras contínuas (CFRT's).

Os SFRT's, comparativamente aos termoplásticos não reforçados são bastante atrativos pois são de fácil produção, baixo custo e propriedades mecânicas elevadas (duas a três vezes superiores) [17]. São normalmente produzidos na forma de grânulos, obtidos a partir das mistura das fibras com termoplástico numa extrusora. Este processo de produção apesar de ter como vantagem o fator económico, ocasiona forte degradação e quebra das fibras e resultam em grânulos com tamanhos de poucos milímetros. Estes materiais são normalmente transformados a partir de injetoras padrão, sem necessidade de qualquer adaptação [18].

Os LFRT's apresentam, tipicamente, comprimentos de fibra superiores a 6 mm, no entanto a definição de uma fibra como longa não é linear, depende do processo de transformação associado, podendo variar de 2 até 50 mm [20]. São normalmente obtidos por co-extrusão ou pultrusão e posteriormente cortados com o comprimento desejado. Deste processo resultam grânulos cilíndricos alongados, designado por "pellets". Estes métodos provocam uma considerável melhoria no que diz respeito à degradação das fibras comparativamente aos SFRT's [8, 19]. Estes materiais são geralmente transformados por injeção ou compressão a quente [22].

Na última década têm sido desenvolvidas técnicas de obtenção de LFRT's sem necessidade de produto semi-acabado (pellets), obtendo-se o produto final diretamente dos seus constituintes, reduzindo assim custos de processamento [20, 21].

Quanto aos CFRT, podem classificar-se de acordo com a sua flexibilidade, em duas categorias: os pré-impregnados flexíveis (ou com impregnação parcial), caracterizados por não apresentarem as fibras totalmente impregnadas, e os pré-impregnados semi-rígidos (ou com impregnação total), de menor flexibilidade e que apresentam o reforço completamente impregnado. Enquanto nos pré-impregnados flexíveis a impregnação total do reforço efetua-se apenas no decorrer da sua posterior transformação, ocorrendo em simultâneo com a consolidação por ação da temperatura e pressão a que o material está sujeito. No caso dos pré-impregnados semi-rígidos, encontrando-se o reforço totalmente impregnado, a transformação só é utilizada para a obtenção da forma desejada, por consolidação de um empilhamento de camadas pré-impregnado [5].

Alguns dos exemplos de pré-impregnados flexíveis são: mechas de reforço impregnadas com termoplástico em pó (designadas por *towpregs*), mechas constituídas por filamentos de termoplástico e reforço dispostos paralelamente (*commingled fibres*) e mistura de mechas de reforço com termoplástico em pó embebidas numa bainha de termoplástico (FIT – *Fibre Impregnated by Thermoplastic*). As técnicas mais utilizadas na transformação destes materiais são a pultrusão, enrolamento filamental e compressão a quente [14].

Os pré-impregnados semi-rígidos são denominados por *prepregs* e encontram-se no mercado na forma de placas, chapas laminadas, fitas ou bandas e barras. Estes são normalmente processados por pultrusão, compressão a quente e estampagem [5].

Atualmente, os SFRT's ocupam uma boa parte do mercado, no entanto os LFRT's estão a ser aposta nos sectores de mercado de grande consumo, o que representa uma grande taxa de crescimento. A comprovar isto, temos o caso dos GMT's (*Glass Mat reinforced Thermoplastic*) e dos LFT's (*Long Fiber Thermoplastic*) que têm atualmente uma cota bastante forte na indústria automóvel [56]. A aplicação de CFRT's e LFRT's, embora num nível inferior, tem estado em pleno crescimento em

mercados avançados [10,11], muito devido ao seu processamento menos propício a empenamentos, maior estabilidade dimensional e melhores propriedades mecânicas, comparativamente aos SFRT's [15].

2.2.1. Fibras de reforço

As fibras que normalmente reforçam os materiais compósitos são de vidro, carbono ou aramidas. Destas a que tem maior mercado é sem dúvida a fibra de vidro. Na Figura 2.2 podemos ver a percentagem do volume de utilização dos diferentes tipos de fibra na indústria dos materiais compósitos

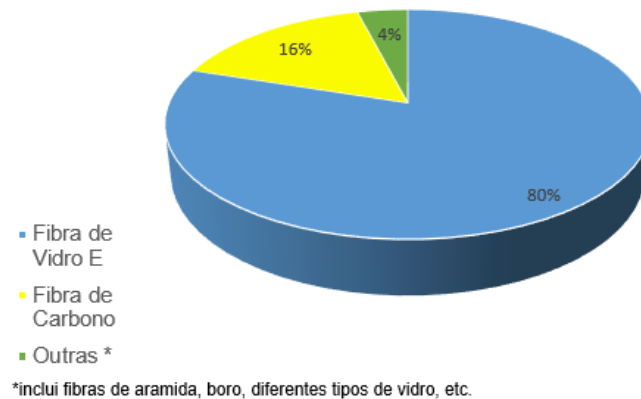


Figura 2.2 - Percentagem do volume de utilização de diferentes tipos de fibra na indústria dos compósitos em 2006 [24].

A fibra de vidro apresenta excelente aderência às matrizes poliméricas, boas propriedades dielétricas, ótima estabilidade dimensional e um bom rácio desempenho mecânico/custo [23]. Existe uma larga diversidade de fibras de vidro, resultante da variedade de composições químicas com que são produzidas. Estas fibras distinguem-se por letras do abecedário, como por exemplo, o tipo S (de *strength*, corresponde a uma elevada resistência mecânica), o tipo E (elétrico) é o mais utilizado como podemos ver em cima, entre outros. As fibras de vidro tipo E apresentam boas propriedades elétricas e mecânicas associadas a um baixo custo, o que contribuí para a preferência da indústria por este tipo [16].

As fibras de carbono são bastante mais rígidas (três a sete vezes mais) que as de vidro, no entanto o seu elevado preço (cerca de dez a quinze vezes mais), faz com que a sua utilização se destine a componentes estruturais onde é exigido módulo muito elevado associado a um baixo peso (elevado módulo específico). Os sectores aeroespacial, energias renováveis e desporto/lazer representam cerca de 58% do mercado das fibras de carbono [5, 25].

As fibras de carbono mais utilizadas fabricam-se a partir de fibras precursoras de Poliacrilonitrilo (PAN) ou de resíduos da destilação de petróleo convenientemente tratados (*Pitch*). As fibras PAN apresentam, normalmente, uma boa resistência mecânica e elevada adesão “fibra/matriz”, enquanto as fibras *Pitch* têm um módulo mais elevado [18].

O baixo coeficiente de dilatação térmica e a boa condutibilidade elétrica e térmica que as fibras de carbono apresentam, também faz com que sejam usadas muitas vezes no fabrico de estruturas requerendo elevada estabilidade dimensional e/ou exijam condução de eletricidade e/ou calor. As principais desvantagens apontadas a estas fibras são o, já falado elevado preço, menor resistência ao choque e a possibilidade de sofrerem corrosão galvânica no contacto com metais [5].

As fibras aramidadas são as menos empregues das já faladas. Tratam-se de fibras poliméricas, onde as cadeias aromáticas poliamida que as constituem se apresentam fortemente orientadas por terem sido sujeitas a tratamentos térmicos e de estiramento, simultaneamente. Estas fibras apresentam uma elevada resistência à tração, ao impacto e à abrasão e são sobretudo usadas em pequenos “nichos” de mercado dedicados ao fabrico de peças especialmente exigentes do ponto de vista destas propriedades, como por exemplo componentes à prova de bala. Não são muito utilizadas noutras aplicações pois apresentam elevadas dificuldades em ser maquinadas, baixa resistência à compressão e à exposição aos raios ultravioleta, fraca aderência às matrizes poliméricas (especialmente nas termoplásticas) e um preço muito elevado [5].

Para melhorar a questão da fraca aderência às matrizes poliméricas, sujeitaram-se as fibras de aramida a tratamentos superficiais de modo a aumentar a sua rugosidade e polaridade para melhorar a adesão. No entanto, estes tratamentos são agressivos e provocam uma diminuição das propriedades mecânicas da fibra,

o que levou ao desenvolvimento de outros métodos como o tratamento por plasma [26].

A Tabela 2.1 compara as fibras de reforço acima mencionadas de acordo com as suas propriedades mais relevantes.

Tabela 2.1 - Propriedades típicas das fibras de reforço [21, 27].

Propriedade	Unidade	Fibras de reforço				
		Vidro		Carbono		Aramida
		E	S	Pitch	PAN	Kevlar® 49
Densidade	-	2,56	2,49	2	1,8	1,45
Módulo	GPa	76	86	380	270	80
Resistência à Tração	GPa	3,6	4,5	1,5	2,8	2,8
Módulo Específico	MNm/kg	29,6	34,5	190	150	43,0
Diâmetro do Filamento	µm	[3-20]	[8-13]	[10-11]	7,5	12
Custo relativo	-	Baixo	Moderado	Elevado	Elevado	Moderado

Nos últimos anos têm surgido vários projetos para utilização de fibras naturais como reforço, procurando reduzir a utilização de fibras dependentes de processos altamente energéticos. Estas são fibras que, recentemente, tem tido uma qualidade mais consistente e o seu preço tem-se mantido estável, por isso pode vir a ser uma das soluções do futuro [28].

2.2.2. Matrizes termoplásticas

Os termoplásticos utilizados maioritariamente no fabrico destas matrizes são o polipropileno (PP), a poliamida (PA), o poliéster termoplástico (PET) e o policarbonato (PC). Estes materiais têm uma grande parte dos mercados de grande consumo, muito devido à boa relação desempenho mecânico/custo [5].

No processo da seleção do material da matriz é fundamental ter em conta as propriedades térmicas do termoplástico, dada a forte influência que estas têm tanto na processabilidade do pré-impregnado, como no desempenho do compósito à temperatura de serviço [5].

Em aplicações não estruturais e semi-estruturais utilizam-se, usualmente, os termoplásticos mencionados em cima. No caso de aplicações avançadas, como o caso do setor aeroespacial, onde é requerida boa resistência a elevadas temperaturas utiliza-se normalmente poli-eter-imida (PEI) poli-eter-eter-cetona (PEEK), polisulfureto de fenileno (PPS) e polisulfona (PSU) [30].

Dentro dos termoplásticos falados, tradicionalmente, a poliamida (PA) é o mais utilizado nos materiais compósitos, muito devido à sua grande utilização em peças injetadas na indústria automóvel. Quando esta indústria começou a apostar nos termoplásticos, a extrusão era praticamente o único método de produção de termoplásticos reforçados e isso resultava em peças finais com fibras de reforço com comprimento muito pequeno, o que se tornou decisivo para a maior utilização das poliamidas neste mercado. Outros fatores contribuintes para esta maior utilização das poliamidas são: propriedades mecânicas superiores às do polipropileno (no caso dos compósitos reforçados com fibras curtas, as características mecânicas da matriz têm um contributo mais decisivo no desempenho do compósito) e a melhor adesão da poliamida às fibras de reforço, o que permite garantir uma adequada transferência de cargas entre a matriz e o reforço [5].

A operação de impregnação das fibras de reforço na matriz é de uma grande complexidade devido à elevada viscosidade dos termoplásticos. As soluções para este problema passam pelo aquecimento combinado com processos mecânicos ou pelo fornecimento de termoplástico em pequenas partículas que permitam a sua impregnação nas fibras antes de ser fundido [33].

Nos últimos anos foram desenvolvidos novos métodos, mais eficientes, de impregnação e conseqüentemente a utilização de fibras longas aumentou. Com isso, o consumo de polipropileno (PP) tem vindo a aumentar consideravelmente. Este material apresenta resistência mecânica, rigidez e desempenho à temperatura que cumprem os requisitos de grande parte das aplicações dos mercados de grande consumo. Além disso, possui excelentes propriedades de resistência à fadiga, isolamento elétrico e resistência química. Estas boas propriedades aliadas ao seu baixo custo e facilidade de processamento contribuem para o crescimento da utilização deste termoplástico [31, 32].

A Tabela 2.2 apresenta as propriedades de alguns dos termoplásticos mais utilizados na produção de compósitos.

Tabela 2.2 - Propriedades típicas dos termoplásticos [35]

Propriedade	Unid.	Material					
		PA	PP	PET	PPS	PEEK	PEI
Densidade	-	1,1	0,9	1,3	1,35	1,3	1,26
Módulo	GPa	3	1,4	3,5	3,4	3,6	3,4
Resistência à Tração	MPa	35	[31-42]	[48-73]	[48-87]	[70-105]	[62-150]
Temperatura de Fusão	°C	220	165	250	285	335	-
Temperatura de Processamento	°C	[230-285]	[190-230]	[260-350]	[310-335]	[340-400]	[340-370]
Custo	€/kg	3,00	1,64	4,55	7,99	83,70	17,93

Para os mercados mais avançados, têm sido desenvolvidos termoplásticos de alto desempenho, como é o caso do PrimoSpire®, obtido através da modificação de poli-p-fenileno (PPP). Este termoplástico tem a particularidade de manter as propriedades mecânicas inalteráveis até cerca de -232°C. Apresenta ainda grande resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito e uma excelente resistência química [25]. Este pode ser usado na produção de pré-impregnados termoplásticos de fibras contínuas, através de processos baseados na fusão direta do polímero, mistura de pó termoplástico com as fibras de reforço e com o uso de solventes [34].

2.3. Produção e transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica

A impregnação das fibras com o polímero é uma das etapas mais importantes no processamento de materiais compósitos, pois é neste ponto que se cria a sinergia entre a matriz e o reforço do qual resultam as propriedades finais do compósito [36].

O comprimento a impregnar, pressão a aplicar, viscosidade do polímero, geometria e disposição espacial das fibras são os principais fatores a considerar para se garantir uma adequada e completa impregnação das fibras de reforço [5]. Através da lei de Darcy, é possível calcular a velocidade de impregnação (numa só direção), pela seguinte fórmula:

$$u_p = \frac{dx}{dt} = \frac{K}{\eta} \frac{dP}{dx} \quad (2.1)$$

onde u_p é a velocidade do fluxo do polímero, K é a permeabilidade das fibras, η é a viscosidade do polímero e $\frac{dP}{dx}$ o gradiente de pressão.

Considerando-se constante o gradiente de pressão $\frac{P}{x}$, pode-se integrar a Equação 2.1, obtendo-se o tempo necessário para garantir uma impregnação completa, t_{imp} , através de:

$$t_{imp} = \frac{\eta D_p^2}{2KP} \quad (2.2)$$

em que D_p refere-se ao comprimento a impregnar.

A Equação 2.2 demonstra que o fator D_p é o que mais afeta neste processo, dado o tempo de impregnação aumentar proporcionalmente ao quadrado do seu valor. Esta é a principal razão porque se tenta minimizar essa distância na maioria das técnicas de produção destes materiais recentemente desenvolvidas. Outro fator muito importante é a viscosidade quanto menor ela for, mais fácil se torna

impregnar o reforço. Sendo a viscosidade do polímero influenciada essencialmente pela temperatura a que se encontra, uma impregnação completa está fortemente dependente dum estabelecimento de temperatura do processo correta [5]. O aumento da pressão pode levar a um tempo de impregnação mais curto, mas este aumento provoca uma diminuição da permeabilidade das fibras, dificultando a sua impregnação. Para além disso, o aumento da pressão está limitado pelo valor da pressão máxima do equipamento e pela resistência à compressão das fibras [25].

2.3.1. Produção de pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas

Atualmente são produzidos pré-impregnados de matriz termoplástica reforçada com fibras contínuas através de quatro técnicas distintas: i) impregnação por solução, ii) impregnação por termoplástico fundido, iii) mistura íntima de fibras termoplásticas e de reforço, iv) mistura íntima do polímero em pó com as fibras de reforço [37].

2.3.1.1. Impregnação por solução

Nesta técnica, é adicionado um solvente ao termoplástico em pó, baixando a sua viscosidade por forma a facilitar a impregnação. Este solvente pode conter aditivos de maneira a melhorar a adesão fibra/polímero. O tamanho (granulometria) das partículas de pó do termoplástico e a sua concentração na suspensão são os dois parâmetros mais importantes do processo [38,39].

Este processo (Figura 2.3) está dividido em cinco fases: i) desenrolamento das mechas de fibra, ii) passagem das mechas pelo banho de impregnação contendo uma suspensão aquosa de polímero em pó agitada mecanicamente (para não haver deposição das partículas de pó no fundo da solução), iii) passagem das mechas já impregnadas por uma câmara de secagem, iv) passagem das mechas por um forno com temperatura controlada, para que se efetue, em definitivo, a adesão do polímero às fibras, v) enrolamento do pré-impregnado em bobines [5].

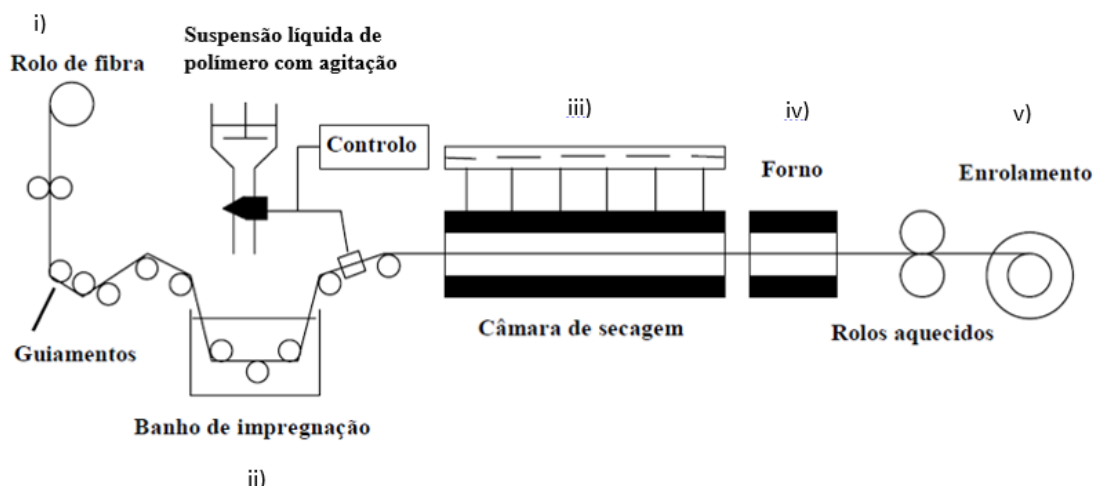


Figura 2.3 - Técnica de Impregnação das fibras por solução (adaptado de [40])

Chama-se ao resultado deste processo *towpreg* (Figura 2.4), e é constituído por fibras contínuas de reforço contendo termoplástico em pó nos seus interstícios. Se se fizer passar o *towpreg* produzido por um módulo constituído por dois rolos aquecidos antes do enrolamento final, pode produzir-se numa banda completamente, ou quase completamente, pré-impregnada [5].

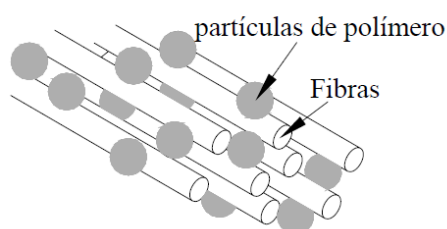


Figura 2.4 - Pré-impregnado Towpreg

2.3.1.2. Impregnação por termoplástico fundido

Neste tipo de impregnação, são utilizadas normalmente duas tecnologias: a co-extrusão, onde é utilizada uma extrusora para injetar o termoplástico para uma fiavela onde passam as fibras de reforço e a pultrusão em contínuo, onde se faz passar as mechas de fibras por um banho de termoplástico fundido. Nesta última tecnologia, podem ser empregues conjuntos de rolos cilíndricos (que podem ser aquecidos) para separar os filamentos constituintes das mechas de fibras, de maneira a

melhorar a impregnação do termoplástico. Deste processo, pode-se obter por corte, grânulos com variados comprimentos de fibras (*pellets*) destinados à transformação por injeção ou compressão a quente [5].

No caso da co-extrusão, inicialmente era utilizada no fabrico de pré-impregnados de fibras curtas. No entanto, este processo não permitia uma boa impregnação das fibras que se encontravam no interior das mechas [41,42]. Por isso, recentemente têm sido desenvolvidos novos processos baseados nos mesmos princípios, como é o caso do DRIFT (*Direct Reinforcement Fabrication Technology*), que permite obter pré-impregnados de fibras contínuas completamente impregnadas e com velocidades de fabrico elevadas [43].

2.3.1.3. Impregnação por mistura íntima de fibras termoplásticas e de reforço

Esta técnica consiste em misturar fibras de reforço e de polímero, obtendo um pré-impregnado flexível, denominado por “*commingled fibers*” (Figura 2.5). O compósito final pode apresentar certas zonas mais ricas em polímero do que outras, no entanto, é possível fabricar peças com boas propriedades mecânicas se as variáveis do processo forem bem seleccionadas [44].

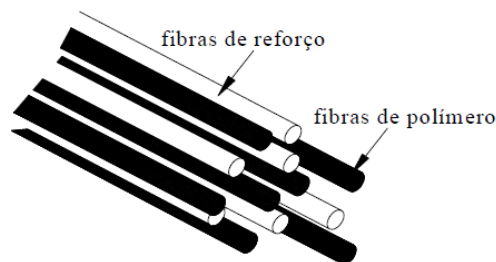


Figura 2.5 - Commingled Fibers

Estes processos colocam o termoplástico e as fibras tão próximos entre si que, com facilidade, a impregnação e a consolidação se podem efetuar totalmente e simultaneamente durante a transformação final [5].

A partir destes pré-impregnados é possível produzir-se tecidos entrançados, dada a sua elevada flexibilidade, geometrias complexas e peças de elevado

desempenho, com altos teores de fibras alinhadas numa dada direção. Estes pré-impregnados podem ser utilizados num campo de aplicações muito vasto e isso aliado aos baixos custos de produção e tempos de impregnação curtos, representam um grande potencial [45, 46].

2.3.1.4. Impregnação por mistura íntima de polímero em pó com fibras de reforço

Neste processo, faz-se passar as mechas de fibras contínuas por um pó termoplástico, ficando o mesmo depositado no meio dos filamentos das fibras e através do fornecimento de temperatura, provoca-se a adesão do pó às fibras.

Este processo está dividido em cinco fases (Figura 2.6): i) desenrolamento das mechas de fibra, ii) passagem por um espalhador, onde os filamentos de fibra são separados e espalhados com uma determinada largura, iii) entrada das fibras numa câmara de deposição onde o pó termoplástico é depositado a seco, iv) passagem por um forno com temperatura controlada, de maneira a garantir a adesão completa entre fibra e pó, v) enrolamento em bobines do pré-impregnado final (*towpreg*) [5].

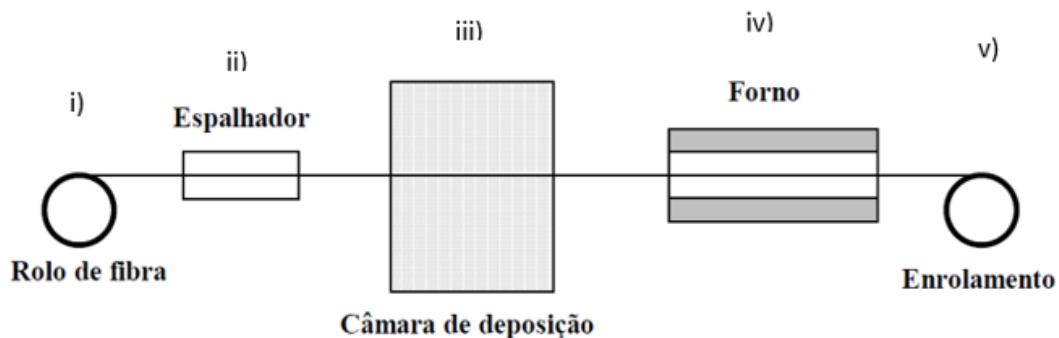


Figura 2.6 - Esquema da deposição de termoplástico em pó sobre fibras contínuas.

Nos últimos anos têm sido desenvolvidas tecnologias mais avançadas baseadas neste processo. Por exemplo, têm sido utilizados agentes líquidos para aumentar a adesão do termoplástico em pó às fibras, tem-se feito uso de cargas electrostáticas para depositar o pó polimérico sobre fibras de carbono ligadas a um potencial mais baixo entre outras [47,48].

Para a produção dos towpregs de polipropileno reforçados com fibra de carbono (FC/PP) utilizados neste trabalho, recorreu-se a uma máquina localizada no PIEP (Pólo de Inovação em Engenharia de Polímeros) (Figura 2.7).

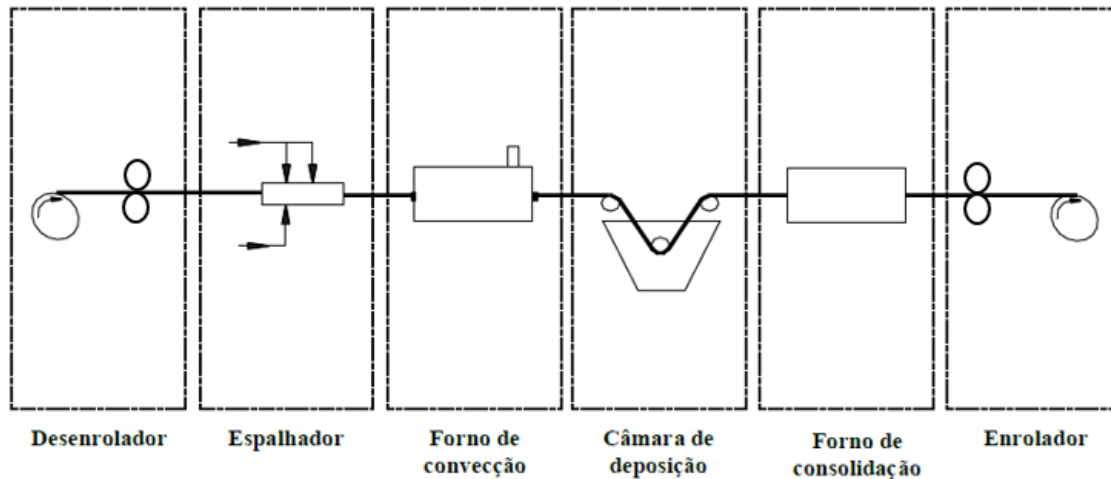


Figura 2.7 - Esquema de equipamento de produção de *towpregs* localizado no PIEP (adaptado de [49])

Neste caso, a máquina pode ser dividida em 6 sectores: desenrolador/alimentador, onde se encontram armazenados os rolos das fibras de reforço; espalhador, que com o auxílio de ar comprimido, separa os filamentos de mecha, aumentando a superfície de contato e diminuindo a distância que o pó tem de percorrer para chegar ao núcleo da mecha de fibras; forno de convecção, que aumenta a temperatura das fibras de forma a melhorar a adesão entre as fibras e o pó; câmara de deposição, onde as fibras passam por um banho de pó, guiadas por rolos que têm também como função manter as fibras espalhadas e forçar os grãos de pó a alojarem-se nos interstícios da fibra; forno de consolidação, onde o conjunto é exposto a elevadas temperaturas, que tem de ser superiores à temperatura de fusão do polímero, mas não demasiado elevadas devido à possível degradação da fibra; enrolador, que como o nome indica, enrola o *towpreg*, de forma controlada em bobines, sendo que antes do enrolamento passa por um conjunto de rolos, que servem de guiamento e ajudam a consolidar o material. Tanto o desenrolador como o enrolador são os responsáveis pela velocidade de produção dos *towpregs* [49].

Esta tecnologia de impregnação baseada na mistura, por via seca, do polímero em pó com as fibras, apresenta algumas vantagens relativamente aos outros

processos, como: não depende da viscosidade do termoplástico usado como matriz; evita o uso de solventes, água ou aditivos para baixar a viscosidade, os quais podem originar vazios no compósito e, conseqüente, perda de propriedades mecânicas; não utiliza operações caras, como o caso da produção das *commingled fibers* faladas anteriormente [50, 51]

Um derivado do *towpregs* com grande potencial de aplicação é o FIT – *Fibre Impregneé de Thermoplastic*. O fabrico deste material é feito a partir da produção de *towpregs* numa linha de deposição de termoplástico em pó sobre as fibras, sendo que depois desta etapa, o *towpreg* é feito passar por uma co-extrusora onde é envolvido pela bainha termoplástica [18, 52].

2.3.2. Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica reforçado com fibras contínuas

A qualidade e desempenho de um componente final, depende tanto das propriedades específicas da matriz termoplástica como do equipamento utilizado. Por isso, a escolha do processo de transformação e as suas variáveis operatórias (pressão aplicada, temperatura e tempo de processamento), tem de ser feito de uma forma correta [5].

Depois de escolhido o processo, é conveniente definir a “janela de processamento” (Figura 2.8) da matriz termoplástica, isto é, o intervalo de combinações possíveis das variáveis de processamento, que permitam obter como resultado componentes finais com a qualidade e desempenho desejáveis.

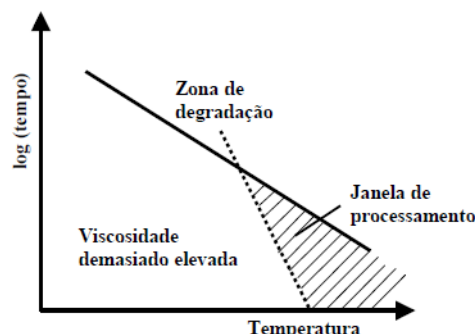


Figura 2.8 - Tempo e temperatura correspondentes à "janela de processamento" de um pré-impregnado de matriz termoplástica [15].

Podemos observar pela Figura 2.8, que uma temperatura muito baixa conduzirá a uma viscosidade da matriz demasiado elevada. No entanto, aumentando a temperatura é necessário diminuir ao tempo de processamento, pois se o termoplástico está exposto às elevadas temperaturas por muito tempo, resulta na degradação do mesmo. [5] Por outro lado, ciclos demasiados curtos tendem a provocar tensões residuais no componente enquanto ciclos muito longos diminuem a produtividade [53].

Os principais processos de transformação de termoplásticos reforçados são a injeção, a compressão a quente, a termoformação, a pultrusão e as técnicas de colocação de fibras, onde a tecnologia mais utilizada é o enrolamento filamental.

Neste caso, vamos falar das técnicas mais utilizadas no caso dos termoplásticos reforçados com fibras contínuas que são: a compressão a quente, a pultrusão e o enrolamento filamental.

2.3.2.1. Compressão a quente

Neste processo, utiliza-se uma prensa com um punção e uma matriz montados nos pratos, formando um molde (geralmente estes dois componentes têm sistemas de aquecimento e arrefecimento individuais). É colocado o pré-impregnado na matriz, é aquecido até à temperatura de processamento e é aplicada pressão durante o fecho dos pratos da prensa, mantendo-se a temperatura durante o tempo necessário para a consolidação do material. Por fim, após o molde arrefecer sob pressão, retira-se a mesma e extrai-se a peça [54,55]. O ciclo de produção depende da temperatura do processo, peso e complexidade da peça moldada, podendo variar entre os 30 segundos e os 4 minutos [30].

Este processo é relativamente simples, as variáveis são facilmente controladas e as peças processadas apresentam elevadas quantidades de reforço, o que permite obter boas propriedades mecânicas. Para além disso, é possível através deste processo, fabricar componentes estruturais para a indústria automóvel, equipamentos elétricos, componentes para a indústria da construção, etc. É também bastante utilizado na realização de ensaios laboratoriais e na validação de modelos teóricos de consolidação e impregnação de pré-impregnados de matriz

termoplástica reforçada com fibras contínuas. É por isso um método bastante utilizado na produção de compósitos. [25]

Outro fator que contribui para a grande utilização deste processo é o facto de ser utilizado na transformação dos GMT's, que tem grande mercado no setor automóvel e, consequência disso, um peso decisivo no mercado dos compósitos de matriz termoplástica [5, 57].

2.3.2.2. Pultrusão

A pultrusão é uma técnica de fabrico de perfis de secção constante, ocas ou maciços, com várias geometrias. Este é um processo contínuo, com elevado grau de automatização e com grandes cadências de produção, o que permite reduzir os custos de fabrico. Para além destas vantagens existem outras, entre as quais: inexistência de problemas ligados com a cura ou mistura do banho de resina termoendurecível, existência de condições de trabalho mais limpas e ecologicamente favoráveis e a possibilidade de conformar os produtos finais de maneira a obter perfis curvos. [5] Apesar de se poder atingir grandes cadências de produção com termoplásticos, estas não se conseguem equiparar com as cadências de produção dos termoendurecíveis, o que condiciona a implementação no mercado [58]

Estes equipamentos resultam normalmente da adaptação de máquinas usadas no fabrico de perfis em termoendurecível reforçado, sendo que é necessário introduzir: um forno de pré-aquecimento, que aquece o polímero até perto do seu ponto de fusão, ajudando a que o polímero que está no meio das mechas de fibras chegue à temperatura necessária para a consolidação no processo seguinte [59]; e utilizar duas fieiras: uma de aquecimento e pressurização, onde o perfil é submetido a temperaturas elevadas e à pressão aplicada pelo “molde” da fieira, resultando na geometria pretendida; a outra de arrefecimento, de modo a garantir a solidificação do perfil final [61]. Para além dos componentes falados estas máquinas estão equipadas com as bobines de termoplástico reforçado, que fornecem o material ao conjunto e sistemas de guiamento, de puxo e de corte (Figura 2.9).

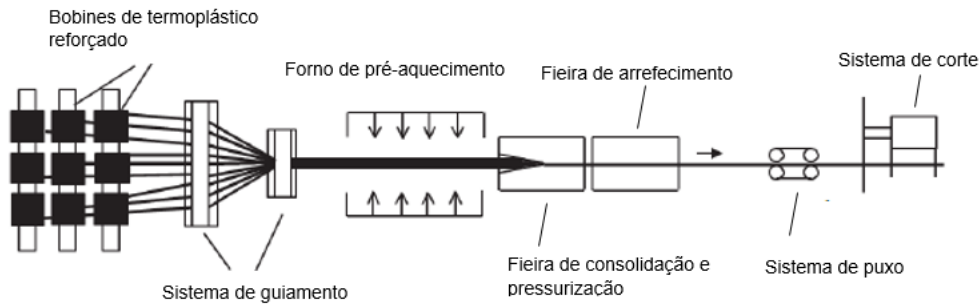


Figura 2.9 - Esquema de equipamento de pultrusão de termoplásticos reforçados (adaptado de [60]).

Outros equipamentos permitem a utilização de mechas de fibras sem pré-impregnação, sendo que neste caso existem nas fieiras sistemas de injeção de resina termoplástica de baixa viscosidade. Neste caso, o sistema de injeção pode ter dois depósitos: um com a resina, com a temperatura mantida acima da temperatura de fusão; e outro com nitrogénio à temperatura ambiente. O sistema está desenhado de maneira aos dois materiais serem injetados simultaneamente, de uma forma precisa, sob alta pressão [59].

2.3.2.3. Enrolamento Filamentar

O enrolamento filamentar é uma tecnologia utilizada no fabrico de estruturas compósitas tubulares, na qual as fibras impregnadas na matriz são dispostas sobre um mandril em rotação com ângulos pré-determinados [64]. Este ângulo pode variar desde valores baixos, enrolamento quase longitudinal, até valores próximos dos 90°, enrolamento circunferencial. Desta forma, é possível tirar partido do comportamento mecânico anisotrópico dos materiais compósitos de maneira a obter estruturas com desempenho mecânico mais elevado [62].

Os equipamentos utilizados neste processo, no início, permitiam apenas movimento sincronizado de dois eixos, resultando num enrolamento helicoidal. Nos dias de hoje, é possível sincronizar os movimentos de translação e rotação da cabeça de deposição e de transporte das fibras de reforço, com o movimento de rotação do mandril, obtendo padrões de enrolamento complexos, com controlo do ângulo de enrolamento. Estes equipamentos são também altamente automatizados

[64]. Para o caso dos pré-impregnados de matriz termoplástica, os equipamentos são, normalmente, adaptações dos utilizados para termoendurecíveis, sendo que é necessário instalar sistemas de aquecimento e de consolidação das camadas enroladas (Figura 2.10) [5].

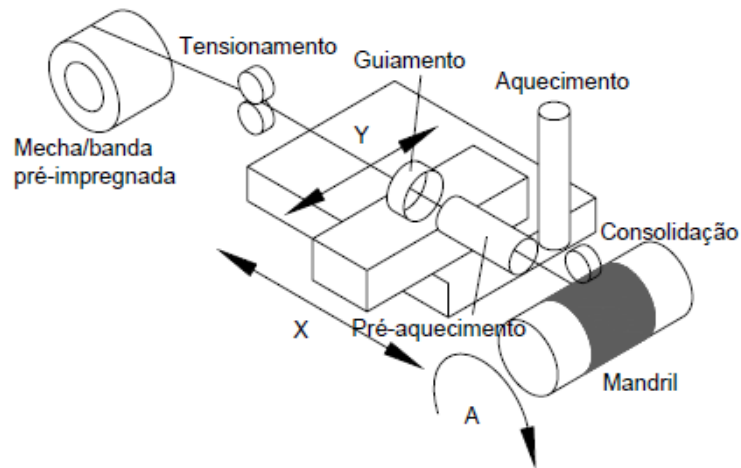


Figura 2.10 - Esquema da técnica Enrolamento Filamentar para pré-impregnados de matriz termoplástica (5).

Uma maior aposta do mercado nesta técnica para o processamento de termoplástico reforçado com fibras contínuas vai depender das melhorias que venham a ser desenvolvidas neste processo, no sentido de aumentar a produtividade, tornando a tecnologia competitiva em mercados com grandes volumes de produção [63].

Referências

- [1] S. G. Advani, E. M. Sozer, “*Process Modeling in Composites Manufacturing*”. Nova Iorque: Marcel Dekker, 2003.
- [2] R. E. R. Lobo, “ *Estudo e Desenvolvimento do Comando e Controlo para um Equipamento Industrial Automatizado de Enrolamento Filamentar*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2012.
- [3] Gay, D. and S.V. Hoa, Composite materials: “*Design and applications*”, 2007, CRC Press.
- [4] Friedrich, K. and A. Almajid, “*Manufacturing Aspects of Advanced Polymer Composites for Automotive Applications*”. Applied Composite Materials, ,2012: p. 1-22.
- [5] J. F. Silva, “*Pré-impregnados de Matriz Termoplástica: Fabrico e Transformação por Compressão a Quente e Enrolamento Filamentar*”, Tese de Doutoramento, Universidade do Porto, Porto, 2005
- [6] E. Witten, T. Kraus, M. Kuhnel, “Composites Market Reports 2014, Market Developments, Trends e Challenges and Opportunities”
- [7] Dr. Sanjay Mazumdar, “*What will drive composites growth in 2015?*”, Composites Manufacturing Magazine, 2015.
- [8] Reinforced Plastics. February 2003. Elsevier Science Lda.
- [9] P. Bourban, N. Bernet, J. Zanetto and J. Manson. 2000. “*Material Phenomena Controlling Rapid Processing of Thermoplastic Composite*”. Composites Part A Vol. 31, No. 1, pp. 1405-1057
- [10] C. Quinquis. 2002. “*Thermoplastic Technology in AIRBUS*”. Composites Manufacturing for Aircraft Structures, International Symposium, Netherlands
- [11] A. Offringa. 2002. “*Thermoplastic Composites, Leading Edge Technology*”. Composites Manufacturing for Aircraft Structures, International Symposium, Netherlands.
- [12] Engineered Materials Handbook. 1987. Volume 1 – Composites. ASM International

- [13] D. B. Miracle, S.L. Donaldson, Ed., Composites. ASM Handbook, 2001
- [14] J. C. V. Pereira “*Reservatórios em Material Compósito para Fluídos sob Pressão*” Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2007
- [15] “*Long fibre PEEK could rival metal*”. Reinforced Plastics, 2005. 49(5): p. 14
- [16] J. R. S. Costa, “*Projeto e Desenvolvimento de Equipamento Industrial para Aquecimento de Material Compósito Polimérico Reforçado com Fibras Contínuas*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2012
- [17] Fu, S.Y., B. Lauke, E. Mäder, C.Y. Yue, e X. Hu, “*Tensile properties of short-glass-fiber and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites*”. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2000. 31(10): p. 1117-1125.
- [18] B. Agarwal and L. Broutman. 1990, “*Analysis and Performance of Fiber Composites*”, 2nd edition, John Wiley & Sons.
- [19] Composites Business Analyst, November, 1998.
- [20] Henning, F., H. Ernst, e R. Brüssel, “*LFTs for automotive applications*”. Reinforced Plastics, 2005. 49(2): p. 24-33.
- [21] Brast, K. e W. Michaeli, “*Processing of long-fibre reinforced thermoplastics using the direct strand-deposition process*” Plastics, Additives and Compounding, 2001. 3(6): p. 22-29.
- [22] D. L. Krasteva, “*Integrated Prediction of Processing and Thermomechanical Behavior of Long Fiber Thermoplastic Composites*”, Tese de Doutorado, Universidade do Minho, Guimarães, 2009
- [23] P. Antequera, L. Jimenez e A. Miravete. “*Los Materiales Compuestos de Fibra de Vidrio*”, 1992, Secretariado de Publicaciones, Univ. Zaragoza, Espanha
- [24] Roberts, T., “*Rapid growth forecast for carbon fibre market*”. Reinforced Plastics, 2007. 51(2): p. 10-13.
- [25] A. J. A. Vieira, “*Pultrusão de perfis para aplicações avançadas a partir de towpregs de elevado desempenho*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2015

- [26] M. Xi, “*Surface Modification of Aramid Fiber by air DBD Plasma at Atmospheric Pressure with Continuous on-line Processing*”, *Surface & Coatings Technology*, vol. 202, no. 24, 2008
- [27] S. K. Mazumdar, “*Composites Manufacturing – Materials, Product and Process Engineering*”, Boca Raton: CRC Press, 2002
- [28] Jacob, A., “*European production of reinforced plastics up 6%*” in 2006. *Reinforced Plastics*, 2007. 51(11): p. 38-41.
- [29] *Handbook of Polymer Science and Technology*. 1989. Volume 4. Edited by Nicholas P. Cheremisinoff.
- [30] S. M. M. L. Correia, “*Estudo da Tolerância ao Dano de Tubagens em PRFV*”, Tese de Mestrado, Universidade do Porto, Porto, 2008.
- [31] M. F. de Moura, A. B. de Moraes, A. G. de Magalhães, “*Materiais Compósitos – Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico*”, 2ª ed., Publindústria, 2011.
- [32] J. Karger-Kocsis. 1999. “*Polypropylene: An A - Z Reference*”. Kluwer Publishers.
- [33] Miracle, D.B. e S.L. Donaldson, *ASM Handbook, Volume 21 - Composites*, ASM International.
- [34] Myer Kutz, “*Applied Plastics Engineering Handbook - Processing and Materials*”. Waltham: Elsevier, 2011.
- [35] S. Joncas, “*Thermoplastic Composite Wind Turbine Blades - An Integrated Design Approach*”, Tese de Doutoramento, Delft University, Delft, 2010
- [36] M. Conner, “*Consolidation Mechanisms and Interfacial Phenomena in thermoplastics Powder Impregnated Composites*”, Tese de Doutoramento, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Lausanne, 1995.
- [37] M. S. D. Santos, “*Fabrico, Caracterização e Transformação por Compressão a quente de Pré-impregnados de Matriz Termoplástica*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2013.
- [38] J. K. Kocsis, Ed., “*Polypropylene - An A-Z reference*”. Londres: Kluwer Academic Publishers, 1999

- [39] Jiarui XU, Changhai YI, Xiao W. And Hanmin Z. 1999. “*Preparation of GF/PVC Composites Using Aqueous Suspension Impregnation Technique: The Interfacial Issues*”. Proceedings of ICCM 12, Paris, France.
- [40] A. M. Vodermayr, J. C. Kaerger and G. Hinrichsen. 1993. “*Manufacture of High Performance Fibre-Reinforced Thermoplastic by Aqueous Powder Impregnation*”. Composites Manufacturing, Vol. 4, No. 3, pp. 123-132
- [41] Anthony Kelly and Carl Zweben. 2000. “*Comprehensive Composite Materials*”, Volume 2 – Polymer Matrix Composites. Pergamon
- [42] J. Karger-Kocsis. 1995. “*Polypropylene*”. Volume 3 – Composites, Chapman & Hall, London
- [43] T. Hartness, G. Husman, J. Koenig and J. Dyksterhouse. 2001. “*The Characterization of Low Cost Fiber Reinforced Thermoplastic Reinforced Composites Produced by the DRIFT Process*”. Composites Part A 32, pp. 1155-1160
- [44] L. Ye, V. Klinkmuller and K. Friedrich. 1992. “*Impregnation and Consolidation in Composites Made of GF/PP Powder Impregnated Bundles*”. Journal of Thermoplastic Composite Materials, Vol. 5, pp. 32-48
- [45] N. Bernet, M. Michaud, P. Bourban, E. Manson. 2001. “*Commingled Yarn Composites for Rapid Processing of Complex Shapes*”. Composites Part A 32, pp. 1613-1626.
- [46] N. Svensson and Roshan Shishoo. 1998. “*Fabrication and Mechanical Response of Commingled GF/PET Composites*”. Polymer Composites, Vol. 19, No 4, pp. 360-369
- [47] A. Ogden, M. Hyer, J. Muellerleile, G. Wilkes and A. Loos. 1990. “*The Development of an Alternative Thermoplastic Powder Prepregging Technique*”. American Society for Composites, 5th Technical Conference, U.S.A., pp. 249-258.
- [48] D. Holty, T. Greene, C. Carpenter and R. Davies. 1993. “*Variables Affecting the Physical Properties of Consolidated Flexible Powder-Coated Towpregs*”. 38th SAMPE International Symposium, pp. 1916-1929

- [49] P. J. Novo, et al., “*Development of a New Pultrusion Equipment to Manufacture Thermoplastic Matrix Composite Profiles*” in 15th European Conference on Composite Materials, Veneza, 2012
- [50] C. Zaniboni, “*Oligomere Technologies for Cost-Effective Processing High-Performance Polyphthalamide Composites*”, Tese de Doutorado, École Polytechnique Fédérale de Zurich, Zurique, 2010
- [51] J. Bradley, “*Consolidation of Thermoplastic Powder-Coated Towpreg*”, Tese de Mestrado, Georgia Institute of Technology, Atlanta, 1997
- [52] L. G. Meyers, “*Preliminary Experiments on Filament Winding Nylon Impregnated Glass Fibers (FIT)*”, Relatório LR-545, 1987
- [53] Anthony Kelly and Carl Zweben, Ed., “*Comprehensive Composite Materials, Volume 2-Polymer Matrix Composites*”. Pergamon, 2000.
- [54] L. N. M. Torres, “*Fabrico e Aplicação de Towpregs de FV/PVC em Tubagens*”, Tese de Mestrado, Universidade do Porto, Porto, 2008.
- [55] M. Hou, L. Ye and Y.Mai. 1997. “*Manufacturing Process and Mechanical Properties of Thermoplastic Composite Components*”. Journal of Materials Processing Technology, 63, pp. 334- 338.
- [56] Reinforced Plastics. October 2001. Elsevier Science Lda.
- [57] M. P. Knox, “*Continuous Fibre Reinforced Thermoplastic Composites in the Automotive Industry*”. Saint-Gobain Vetrolux America, Inc., 2001.
- [58] R. S. Davé, A.C. Loos, Ed., “*Processing of Composites*”. Munique: Hanser Publishers, 2000.
- [59] V. D. Kamble, “*Optimization of Thermoplastic Pultrusion Process Using Commingled Fibers*”, Tese de Mestrado, University of Alabama, Birmingham, 2008
- [60] J. P. Nunes, J. F. Silva, “*Processing Thermoplastic Matrix Towpregs by Pultrusion*”. THEPLAC, Lecce, 2011.
- [61] K. Ramani, H. Borgaonkar and C. Hoyle. 1995. “*Experiments on Compression Moulding and Pultrusion of Thermoplastic Powder Impregnated Towpregs*”. Composites Manufacturing Vol. 6, No. 1, pp. 35-43
- [62] Reinforced Plastics. September 1998. Elsevier Science Lda.

[63] Bannister, M., “*Challenges for composites into the next millennium — a reinforcement perspective.*” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2001. 32(7): p. 901-910

[64] N. Correia, “*O Enrolamento Filamentar em Materiais Compósitos.*”, CADProject, Março/Abril, 2008

3. Método de Taguchi

Antes de falar deste método, é necessário entender o que é um desenho de experiências (DOE – *Design Of Experiment*). O DOE é uma técnica estatística desenvolvida por R. A. Fisher em Inglaterra, nos anos 1920's, que estuda o efeito de múltiplas variáveis simultaneamente [1]. Fisher desenvolveu esta técnica com o objetivo de determinar as condições necessárias de água, chuva, sol, fertilizante e condições de solo de maneira a otimizar a sua colheita [1].

Esta técnica, consiste na execução de um teste, ou uma série de testes, em que são realizadas alterações deliberadas nas variáveis de entrada de um processo, ou de um sistema, de modo a que se possa observar e identificar as razões para as alterações nas variáveis de saída [2].

O método de Taguchi foi desenvolvido pelo Dr. Genichi Taguchi no Japão, na década de 40. Taguchi desenvolveu o método após ter sido nomeado responsável da recém-formada ECL (*Electrical Communication Laboratories*) da Nippon Telephone and Telegraph Company, que surgiu para resolver os problemas do sistema de telecomunicação japonês que ficou totalmente danificado após a 2ª Guerra Mundial [1]. Esta empresa aplicou o método obtendo resultados muito positivos e desde então, este método tem sido muito utilizado pelos fabricantes japoneses para melhorar a qualidade do produto e do processo com grande sucesso. Apesar de no Ocidente este processo ainda não estar tanto em prática, conseguiu melhorar significativamente a Engenharia de Qualidade dos EUA [2] e cada vez mais vem a ser empregue em otimização de processos e produtos em vários setores como o, automóvel, energético, aeroespacial, entre outros [3,4].

Ao contrário do que acontece no desenho de experiências convencional proposto por Fisher, em que todas as combinações possíveis são testadas, o Método de Taguchi permite reduzir o número de experiências necessárias para estimar o modelo do sistema [6].

Este método consiste em desenhar e parametrizar a qualidade de um produto, ou processo, com base no planeamento de experiências, enquanto as outras práticas

consistem apenas na inspeção final do produto/processo. Taguchi dividiu as suas estratégias de qualidade na engenharia em três fases, às quais chama “*Off-line quality control*”, pois recorre-se a uma pequena amostra proveniente de uma fase experimental, que tem níveis de qualidade com uma variância elevada, quando comparada com as peças obtidas já em linha de produção “*On-line quality control*”. Estas três fases são [1]:

- Projeto do sistema (*System Design*) – nesta fase tenta-se perceber, de uma forma individual, quais os fatores a ter em conta e os seus intervalos de valores, em vez de tentar combinar vários fatores à procura do melhor resultado.
- Projeto dos parâmetros (*Parameter Design*) – nesta fase é onde se aplica o Método Taguchi. Neste ponto, é assumido que já se sabe os fatores a ter em conta e que a produção está em andamento, no entanto ainda há espaço para melhorar. A estratégia aqui é melhorar o desempenho ajustando os fatores envolvidos no processamento, em vez de procurar por novos fatores. Aqui podemos atingir significativas melhorias na qualidade sem custos adicionais elevados.
- Projeto do toleranciamento (*Tolerance Design*) – o objetivo desta fase é identificar as tolerâncias dos fatores determinados nas fases anteriores, bem como as fontes de variação da qualidade.

3.1. Descrição do Método

Taguchi não define uma estratégia específica para a aplicação do seu método, no entanto é obrigatório seguir várias etapas com uma determinada ordem. Na Figura 3.11 podemos ver um exemplo dos passos a seguir para a aplicação do método.

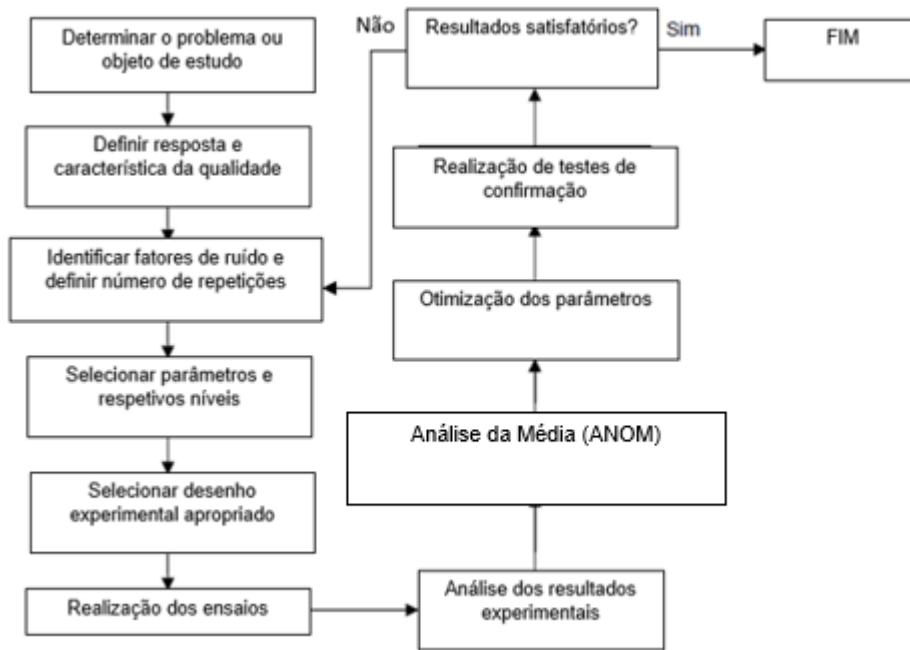


Figura 3.11 - Etapas a seguir na aplicação do Método de Taguchi (adaptado de [2, 11]).

Como podemos ver na figura anterior, o método inicia-se com a determinação do problema, ou objeto de estudo. A seguir é necessário determinar a resposta a otimizar, ou seja, o parâmetro cuja variação tem um efeito crítico na qualidade final do produto, como por exemplo, a fração mássica de termoplástico conseguida num processo de impregnação. Ainda nesta etapa é necessário definir a característica de qualidade, que pode ser de três tipos: Maior é Melhor, Menor é Melhor e Nominal é Melhor. No primeiro tipo, Maior é Melhor, teoricamente não há limite superior. Neste caso interessa-nos atingir o maior valor possível (Ex.: Tensão de cedência, Resistência à corrosão, etc.). No segundo tipo, Menor é Melhor, interessa-nos atingir valores mais baixos, sendo que teoricamente o objetivo é atingir o zero (Ex.: Rugosidade superficial, vazios no componente final, etc.). No caso do tipo Nominal é Melhor, pretende-se atingir um valor previamente estabelecido (Ex.: Dimensões de um componente final, etc.) [1].

No passo seguinte, é necessário identificar os fatores de ruído. Estes fatores são incontrolláveis e afetam as características dos produtos. Podem ser divididos em três diferentes tipos [7]:

- Ruído Externo – Fatores ambientais, como: temperatura ambiente, humidade, condições de uso que possam prejudicar as funções do produto.
- Ruído Interno – Alterações que ocorrem quando um produto se deterioriza durante o armazenamento.
- Ruído unidade a unidade – Diferenças entre produtos individuais devido a imperfeições no processo de fabrico.

A etapa que se segue, passa pela identificação dos parâmetros operatórios que têm efeitos significativos na resposta escolhida. Estes parâmetros, normalmente, são constantes durante o processo e dependem da escolha do operador. Os níveis para cada parâmetro são escolhidos nesta etapa e estes definem o número de ensaios a realizar [2].

O próximo passo é a seleção de um desenho de experiência apropriado e para isto, a metodologia de Taguchi tem como base a utilização de matrizes ortogonais. Estas matrizes possibilitam a obtenção de informação significativa e fiável com uma amostra relativamente pequena, não sendo necessário testar todas as combinações de fatores [8]. Quando se seleciona a matriz, procura-se que esta seja a mais pequena possível, contendo sempre a informação necessária. No entanto, esta escolha está dependente do número de fatores e interações entre eles, assim como o número e níveis associado a cada [9]. Geralmente utilizam-se matrizes com dois ou três níveis para todos os fatores. As mais utilizadas com dois níveis para cada fator são a L_8 , L_{12} e L_{16} , em que os números em índice representam o número de experiências a efetuar. No caso das matrizes com três níveis em cada fator, utilizam-se frequentemente matrizes do tipo L_9 , L_{18} e L_{27} . Estas matrizes podem ser adaptadas para utilizarem fatores com níveis diferentes. A título de exemplo, uma matriz do tipo L_{16} permite estudar quinze fatores com dois níveis, apenas com dezasseis experiências, enquanto a utilização de um desenho fatorial completo, iria requerer a realização de $2^{15} = 32\ 768$ experiências [8].

A etapa seguinte é a realização dos ensaios seguida da análise dos resultados. Para isto, Taguchi sugere a utilização de uma medida estatística chamada razão sinal-ruído (S/N), que permite encontrar os parâmetros de controlo que permitam maximizar, minimizar ou centrar o resultado num valor alvo, dependendo da característica de qualidade escolhida anteriormente. Esta medida permite também

escolher a regulação mais robusta, ou seja, a que perante variações dos fatores de ruído apresente melhores resultados [2].

Como foi dito, a aplicação desta medida depende da característica de qualidade escolhida e conforme cada caso são aplicadas as seguintes fórmulas [10, 11]:

- Maior é Melhor:

$$(S/N)_i = -10 \log \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{1}{y_{ij}^2} \quad (3.1)$$

- Menor é Melhor:

$$(S/N)_i = -10 \log \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n y_{ij}^2 \quad (3.2)$$

- Nominal é Melhor:

$$(S/N)_i = 10 \log \frac{\bar{y}_i^2}{\sigma_i^2} \quad (3.3)$$

onde, y_{ij} representa a j -ésima observação da experiência i , \bar{y}_i e σ_i^2 representam, respetivamente, a média e a variância amostral da experiência i , enquanto n é o número de observações por experiência.

No passo seguinte, é efetuada uma análise à média (ANOM – *Analysis Of Mean*), onde se identificam os melhores níveis dos fatores. Para isso é necessário calcular a média da razão (S/N), para cada nível dos fatores e interações existentes. De seguida, são identificados os melhores níveis dos parâmetros de controlo, ou seja, aqueles que apresentam maior valor médio [11].

Depois de feitas estas análises, otimizam-se os parâmetros e realizam-se ensaios de confirmação.

Após a realização destes passos, se os resultados forem satisfatórios, podemos dar por terminada a análise pelo Método Taguchi. Caso os resultados não sejam dentro do esperado, é necessário voltar a implementar o método, com diferentes desenhos experimentais.

Referências

- [1] R. Roy, “*Design of Experiments Using the Taguchi Approach, 16 Steps to Product and Process Improvement*”. JohnWiley & Sons, Inc., 2001
- [2] N. F. V. C. Moita, “*Implementação do Método Taguchi e Análise de Experiências na Fase de Testes de Moldes para Injecção de Plásticos*”, Tese de Mestrado, Instituto Superior Técnico, Lisboa, 2007
- [3] S. H. Sadeghi, et al., “*Soil Erosion Assessment and Prioritization of Affecting Factors at Plot Scale using the Taguchi Method*”, Journal of Hydrology, vol. 448-449, pp. 174-180, 2012
- [4] W. Chen, et al., “*Taguchi Approach for Co-gasification Optimization of Torrefied Biomass and Coal*”, Bioresource Technology, vol. 144, pp. 615-622, 2013
- [5] Roy, R.K., “*A Primer on the Taguchi Method*”, Van Nostrand Reinhold, New York
- [6] N. F. S. Inácio, “*Materiais Poliméricos Reforçados para Aplicações Biomédicas*”, Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro, Aveiro, 2009.
- [7] Park, S. H. – “*Robust Design and Analysis for Quality Engineering*”, Chapman & Hall, First Edition, 1996
- [8] F. S. Jorge, “*Métodos de Taguchi Aplicados à Análise Cromatográfica na Identificação de Isocianatos*”, Tese de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2010.
- [9] A. A. O. Castela, “*Aplicação do Método de Taguchi no Desenvolvimento de Vidrados Corados*”, Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro, Aveiro, 2009
- [10] Ross, P. J. (1988), “*Taguchi Techniques for Quality Engineering*”, 1a edição, McGraw-Hill , Inc, Singapore.
- [11] A. J. A. Vieira, “*Pultrusão de perfis para aplicações avançadas a partir de towpregs de elevado desempenho*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2015

4. Procedimento Experimental

Neste capítulo descrevem-se as matérias-primas utilizadas para o fabrico dos pré-impregnados e os principais procedimentos de ensaio utilizados no fabrico e caracterização dos *towpregs* e dos perfis finais em compósito, usados neste trabalho.

4.1. Matérias-primas

4.1.1. Fibras de reforço

Na produção dos *towpregs* utilizaram-se fibras de carbono fornecidas pela SGL Group, com sede na Escócia, com a referência SIGRAFIL® C30 T050 TP 1. Como vantagens estas fibras apresentam: elevada resistência à tração, excelente desempenho mecânico em matrizes termoplásticas, bom comportamento no espalhamento das fibras e é conseguida uma boa impregnação com vários processos de impregnação de matrizes termoplásticas.

Estas fibras apresentam um peso linear (Tex) de 3280 g/km e um número de filamentos de 50 000, o que é muito superior ao normalmente utilizado nos trabalhos deste género. Podemos ver as principais propriedades desta fibra na Tabela 4.3 e as restantes propriedades podem ser consultados na ficha técnica da fibra (Anexo A).

Tabela 4.3 - Propriedades da fibra SIGRAFIL® C30 T050 TP 1

Propriedade	Unidade	Valor
Densidade	-	1,8
Tensão de rotura em tração	MPa	4000
Módulo de Young	GPa	240
Peso linear	g/km	3280
Diâmetro do filamento	µm	7

4.1.2. Matriz termoplástica

Como matriz foi utilizado polipropileno em pó adquirido à ICO Polymers, com a referência ICORENE® 4014. Este material é um polipropileno copolímero, no nosso caso de cor preta, especificamente desenvolvido para o fabrico de peças por moldação rotacional. Este polipropileno apresenta elevada rigidez, resistência a elevadas temperaturas e tem boa resistência aos raios UV, fruto de um aditivo aplicado na sua produção. Tem também boa resistência a riscos, é de baixo custo, de fácil processamento e está disponível em várias cores [1]. Na tabela 4.4, podemos ver as principais características deste material. Outras propriedades podem ser consultadas na ficha técnica, presente no Anexo A.

Tabela 4.4 - Propriedades do ICORENE® 4014

Propriedade	Unidade	Valor
Densidade	-	0,9
HDT (0,45 MPa)	°C	90
Tensão de rotura em tração	MPa	24,0
Módulo de Young	MPa	1150

4.2. Produção e caracterização dos pré-impregnados

4.2.1. Produção dos pré-impregnados

Na produção dos *towpregs* utilizados neste trabalho recorreu-se ao método descrito no ponto 2.3.1.4. Na Figura 4.12 apresenta-se uma foto do equipamento utilizado, com os módulos identificados, onde: a) desenrolador das fibras; b) espalhador das fibras; c) forno de convecção; d) camara de deposição, onde se encontra o polipropileno; e) forno de consolidação; f) enrolador do *towpreg*.

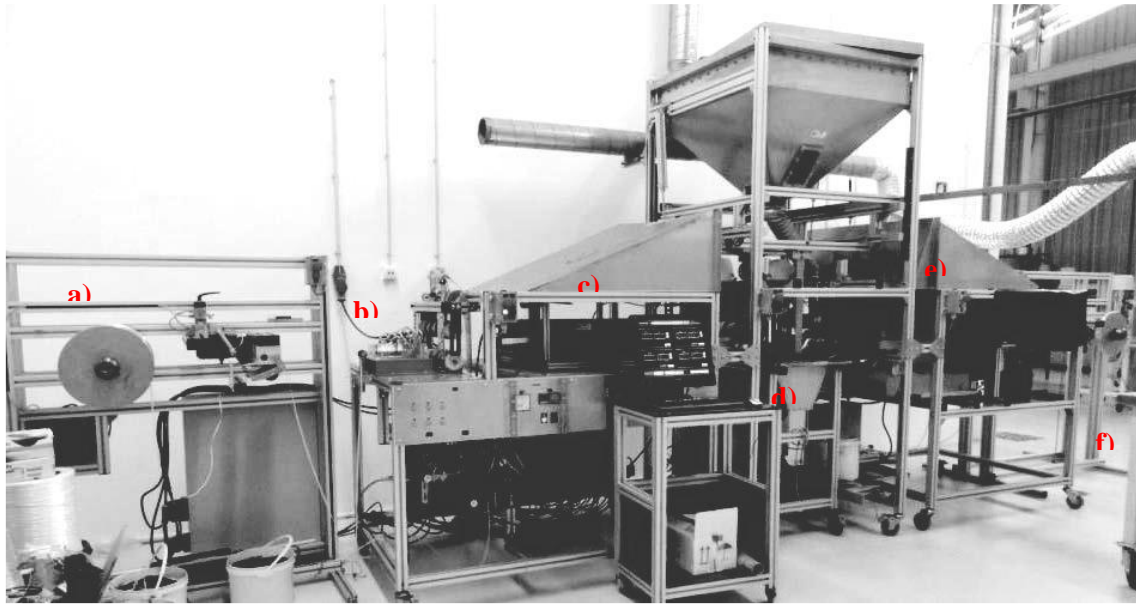


Figura 4.12 - Equipamento de produção de towpreg, existente no PIEP (adaptado de [2])

De forma a encontrar as condições ótimas de processamento, procedeu-se à variação dos parâmetros mais relevantes (velocidade linear de puxo, temperatura do forno de convecção e temperatura do forno de consolidação) e à realização de ensaios de determinação de teor mássico, de forma a posteriormente, aplicar o Método de Taguchi.

4.2.2. Caracterização dos pré-impregnados

Um fator fundamental no processamento de pré-impregnados de matriz termoplástica é o teor mássico de polímero. Esta característica tem uma grande importância, pois influencia as propriedades do compósito final e a sua produção. Procedeu-se então, à caracterização dos pré-impregnados através do teor mássico de polímero. É por isso em função deste fator que é feita a otimização da produção dos *towpregs*.

Para a determinação do teor mássico de polímero, é necessário saber o peso médio das fibras e o peso médio do *towpreg*. Para isso, cortaram-se e determinaram-se as massas, numa balança Denver Instrument SI-2002 com uma exatidão superior a 0,1 mg, três amostras de um metro da fibra de carbono utilizada e calculou-se a média do peso das fibras, por metro. Segue-se o mesmo procedimento para o *towpreg*, mas neste caso são pesadas dez amostras, para cada condição. Podem ser consultados os resultados obtidos destas pesagens no Anexo B.

Pode-se então calcular o teor mássico de polímero em percentagem, w_p , através de:

$$w_p = \frac{P_T - P_F}{P_T} \cdot 100 \quad (4.1)$$

em que, P_T e P_F referem-se ao peso médio do *towpreg* e da fibra, respetivamente.

4.3. Produção e caracterização dos compósitos

4.3.1. Produção dos compósitos por pultrusão

O processamento dos *towpregs* produzidos foi realizado num equipamento de pultrusão protótipo existente no Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP. Este processo está descrito no ponto 2.3.2.2, sendo que na Figura 4.13 é possível observar uma fotografia do equipamento.



Figura 4.13 - Equipamento de pultrusão, localizado nas instalações do ISEP

De forma a otimizar este processo, tendo em conta a resistência e o módulo à flexão, procedeu-se à variação dos seguintes parâmetros do processo: velocidade de puxo, temperatura do forno de pré-aquecimento e temperatura da fieira de consolidação.

4.3.2. Caracterização dos compósitos

Os perfis pultrudidos resultantes do processo anterior são submetidos a ensaios de flexão, de forma a entender quais as variáveis do processo de pultrusão que mais influenciam na resistência e módulo à flexão. Este ensaio, bem como a calcinação, serviram para caracterizar os compósitos obtidos.

4.3.2.1. Ensaio de Flexão

Este ensaio foi realizado segundo a norma ISO 14125, numa máquina universal de ensaios Shimadzu (Figura 4.14), instalada no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica do ISEP, utilizando uma célula de carga de 100 kN, com uma velocidade de deflexão de $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ e distância entre apoios de 80 mm. Podemos ver um esquema do ensaio de flexão de 3 pontos na Figura 4.15.



Figura 4.14 - Equipamento de Ensaio Mecânicos Shimadzu, existente no ISEP.

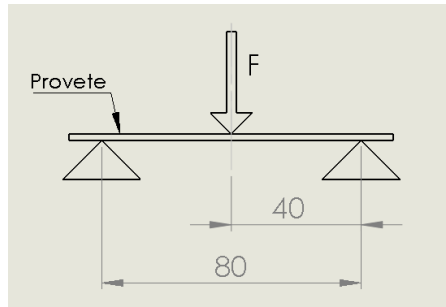


Figura 4.15 - Esquema do Ensaio de Flexão de 3 pontos (dimensões em mm).

Para a realização destes ensaios, foram cortados cinco provetes por cada condição de processamento ensaiada, com as dimensões aproximadas às indicadas na Figura 4.16, que apresenta um esquema destes provetes.

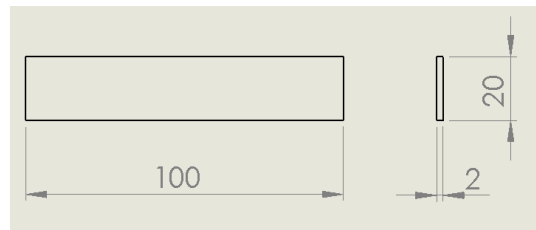


Figura 4.16 - Esquema de um provete para o ensaio de flexão (dimensões em mm).

É importante referir que, segundo a norma ISO 14125, é necessário garantir um rácio “distância entre apoios/espessura” (L/h) superior a 16, de modo a minimizar os efeitos de corte como a deformabilidade e rotura por corte.

Após o corte dos provetes, realizou-se a medição da largura e da espessura em três pontos diferentes dos provetes, através de um paquímetro digital com exatidão ± 0.01 mm, calculando-se depois a média, para utilizar esse valor na altura de analisar os resultados do ensaio de flexão. Os valores destas medições podem ser consultados no Anexo C.

Procedeu-se então ao ensaio de flexão e ao registo dos resultados. Após saber a força máxima aplicada no provete, calcularam-se as propriedades à flexão do perfil pultrudido.

A tensão máxima de flexão, σ , é calculada através de:

$$\sigma = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \text{ [MPa]} \quad (4.2)$$

onde, F representa a carga máxima aplicada (N), L a distância entre apoios (mm), b e h são respetivamente, a largura e espessura do provete (mm).

As deformações correspondentes, ε , podem ser obtidas através de:

$$\varepsilon = \frac{6 \cdot Y \cdot h}{L^2} \quad (4.3)$$

onde, Y é a flecha medida a meio vão no provete, em mm.

O módulo de elasticidade em flexão, E , é calculado a partir de:

$$E = \frac{L^3}{4 \cdot b \cdot h^3} \cdot d \text{ [GPa]} \quad (4.4)$$

onde, d representa o declive da zona linear da curva carga-deflexão, obtida no ensaio.

4.3.2.2. Ensaio de Tração

Não foi possível produzir *towpreg* em quantidade suficiente que permitisse realizar os ensaios de tração, que inicialmente estavam previstos. De qualquer modo, a determinação das propriedades à tração dos perfis pultrudidos não foi considerada como uma parte imprescindível deste trabalho, visto que não dá informação muito relevante sobre a transformação por pultrusão destes materiais. Com efeito, os ensaios de flexão permitem uma melhor avaliação da qualidade da impregnação.

Este ensaio é realizado de acordo com a norma ISO 527, na mesma máquina onde foram realizados os ensaios de flexão. É utilizada uma célula de carga de 100 kN, uma velocidade de 2 mm/min e para a medição do alongamento, um extensómetro Shimadzu com 50 mm de comprimento inicial [2, 3]. Para a realização deste ensaio, podem ser utilizados provetes retangulares, com dimensões 250 x 20 x 2 mm, obtidos a partir dos perfis pultrudidos [2].

Após a realização dos ensaios, é calculada a tensão em tração, σ , através de:

$$\sigma = \frac{F}{A} \text{ [MPa]} \quad (4.5)$$

onde, F é a força aplicada ao provete, em N; A é a área da secção transversal do provete, em mm².

A deformação resultante, ε , é determinada por:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (4.6)$$

onde, l_0 representa o comprimento inicial do provete e Δl é a variação do comprimento, ou seja, é a diferença entre um comprimento l qualquer e o comprimento inicial.

Por fim, o módulo de elasticidade em tração, E , é calculado a partir da Lei de Hooke:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \text{ [GPa]} \quad (4.7)$$

4.3.2.3. Ensaio de Calcinação

Este ensaio foi realizado segundo a norma ISO 1172 – Método A e o equipamento utilizado foi uma mufla Multitherm® N1 to N7/HR do fabricante Nabertherm®, com $T_{\text{máx}} = 1280 \text{ °C}$, localizada nos laboratórios do Departamento de Engenharia Mecânica do ISEP.

Este ensaio permite-nos saber o teor mássico de fibra e conseqüentemente o teor mássico de polímero presentes no compósito pultrudido. Isto consegue-se através da queima completa do polímero presente nas amostras, numa mufla e posterior

pesagem dos resíduos resultantes dessa queima. Esses resíduos são na realidade, as fibras de reforço que compõem a amostra.

Numa primeira fase é necessário determinar a massa do cadinho de material cerâmico, que vai a mufla com a amostra no interior, numa balança Denver Instruments APX-200 com exatidão 0,1 mg. É importante que o cadinho esteja completamente limpo e seco, de maneira a ter uma massa constante durante todo o processo. Para isso, de acordo com a norma, o cadinho vazio é colocado num forno a uma temperatura de 105 °C durante 10 minutos, de maneira a eliminar eventuais resíduos. Após este tempo, o cadinho é novamente pesado e verifica-se se a massa se manteve constante ou não. Caso sim, regista-se o valor obtido e podemos passar ao próximo passo. Caso a massa se tenha alterado, é necessário repetir o processo até ser constante.

Neste ensaio, são necessárias amostras do compósito pultrudido com massa entre 2 e 20 g cada. Após obtidas as amostras, é necessário realizar uma secagem das mesmas. Para isso as amostras são colocadas nos cadinhos e como no caso anterior, são submetidas a uma temperatura de 105 °C e são pesadas até se atingir massa constante. Atingido esse valor, é registado e é então possível proceder-se à queima do polímero.

Neste passo, o cadinho com a amostra são introduzidos na mufla pré-aquecida a 625 °C, durante 10 minutos. Após este processo, a amostra fica reduzida às fibras de reforço, pois todo o polímero é calcinado. Por fim, determina-se a massa do cadinho com os resíduos, ou fibras de reforço sem polímero. É essencial neste processo manter a temperatura constante entre ± 20 °C.

Conhecidos os valores das massas, é possível calcular a fração mássica de fibra presente no compósito, w_f em percentagem, através de:

$$w_f = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (4.8)$$

onde,

- m_1 – massa constante do cadinho vazio;

- m_2 – massa constante do cadinho com a amostra de compósito;
- m_3 – massa constante do cadinho com as fibras (ou resíduos resultantes da calcinação), com todas as unidades em g.

Este é um ensaio importante, pois saber a fração mássica das fibras permite determinar a fração volúmica das mesmas e assim calcular as propriedades teoricamente esperadas (Lei das Misturas) e compará-las com as determinadas experimentalmente.

Referências

- [1] L. Druyf (Gestor de Produção da Roto na Europa), “*Icorene Specialty Grades*”, Rotopol, Maio, 2015
- [2] A. J. A. Vieira, “*Pultrusão de perfis para aplicações avançadas a partir de towpregs de elevado desempenho*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2015
- [3] V. N. P. Tinoco, “*Otimização da produção e transformação de towpregs*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2012

5. Apresentação e análise dos resultados obtidos

Neste capítulo, como o nome indica, apresenta-se e analisa-se os resultados, seguida uma discussão destes. Numa primeira fase, descrevem-se as condições de fabrico dos *towpregs* em FC/PP utilizados neste trabalho. Numa segunda fase, descrevem-se as condições de processamento por pultrusão, dos *towpregs* produzidos. Numa fase final, são comparadas as propriedades mecânicas do compósito produzido com as de outros compósitos existentes.

5.1. Produção dos *towpregs*

Como já foi dito, na produção dos *towpregs* recorreu-se a um equipamento existente nas instalações do PIEP, já descrito anteriormente e os principais parâmetros de produção são a velocidade de puxo e as temperaturas dos fornos de convecção e consolidação. De forma a otimizar esta produção, fizeram-se variar estes parâmetros de forma a obter o máximo de impregnação possível, ou seja, obter a maior quantidade possível de polímero no *towpreg* final.

Numa primeira fase foram feitos ensaios preliminares para definir uma janela de processamento. Assim, com base em trabalhos experimentais anteriores [1, 2], fez-se variar a velocidade de puxo entre 4 – 6 m/min, a temperatura do forno de convecção entre 700 - 750 °C e a temperatura do forno de consolidação entre 400 - 420 °C e determinaram-se os teores de polímero para cada condição. Destes ensaios, verificou-se que a temperatura do forno de convecção é a que mais influencia no teor de polímero, sendo que a 700 °C obtém-se teores na ordem dos 28% e com 750 °C na ordem dos 15% o que é um valor muito baixo. As outras variáveis de processamento têm uma influência mais reduzida neste parâmetro.

Também foi necessário compreender melhor a contribuição da velocidade e da temperatura do forno de consolidação para o teor mássico de polímero dos *towpregs*. Para isso foram alterados os valores dos mesmos para 8 m/min e entre

420 - 450 °C, respetivamente, mantendo os 700 °C no forno de convecção. Daqui já resultaram valores mais satisfatórios, com teores aproximados de 32%, no entanto, a 450 °C nota-se uma elevada degradação de polímero.

Numa segunda fase, diminuiu-se a temperatura do forno de convecção para 650°C, a velocidade para 6 m/min e a temperatura do forno de consolidação para 400°C, tendo obtido resultados na ordem dos 34%.

Assim, ficou definida a janela de processamento:

- Temperatura do forno de convecção – [650 – 700] °C
- Velocidade de puxo – [6 – 8] m/min
- Temperatura do forno de consolidação – [400 – 425] °C

5.1.1. Otimização da produção dos *towpregs*

Como já foi dito, a otimização desta produção tem como objetivo aumentar o teor mássico de polímero no *towpreg* final e para isso, foi utilizado o Método de Taguchi. Assim, foi considerado que a resposta representa o teor mássico de polímero e a característica de qualidade utilizada foi a Maior-Melhor.

Quanto aos fatores de controlo, consideraram-se os parâmetros de produção mencionados no ponto anterior, utilizando uma matriz com dois níveis (Tabela 5.5).

Tabela 5.5 - Fatores de controlo

Fatores	Unidades	Nível	
		1	2
Temperatura do Forno de Convecção	°C	650	700
Velocidade de Puxo	m/min	6	8
Temperatura do Forno de Consolidação	°C	400	425

Sendo uma matriz de dois níveis, utilizou-se uma matriz ortogonal L₄, ou seja, foi necessário testar quatro condições diferentes de processamento.

Assim, consideraram-se as seguintes condições (Tabela 5.6):

Tabela 5.6 - Condições a ensaiar de acordo com a janela de processamento escolhida

Condição	Fatores de Controlo		
	Temp. F. Convecção [°C]	Vel. Puxo [m/min]	Temp. F. Consolidação [°C]
1	650	6	400
2	650	8	425
3	700	6	425
4	700	8	400

Foram produzidos cerca de 50 a 60 m por cada condição, de maneira a cortar uma amostra de um metro de *towpreg*, de 5 em 5 metros aproximadamente. Desta forma conseguimos resultados mais expressivos no que toca ao teor de polímero ao longo do *towpreg* produzido. De seguida, pesaram-se essas amostras e sabendo a massa de um metro de fibra de carbono, conseguimos calcular a quantidade de polímero através do método de determinação do teor mássico, já falado no ponto 4.2.2.

Na Tabela 5.7 pode-se observar as médias dos resultados obtidos nas pesagens e no cálculo do teor mássico. Pode-se também consultar no Anexo B todos os resultados obtidos neste ponto.

Tabela 5.7 - Média dos resultados das pesagens e do cálculo do teor mássico de polímero e da razão sinal-ruído, por condição.

Condição	Peso linear			Teor Mássico Médio de PP (%)	Desvio Padrão
	da Fibra (g/m)	da Amostra (g/m)	de PP (g/m)		
1	3,3	5,00	1,70	33,6	5,9
2		4,61	1,31	28,3	3,3
3		4,16	0,86	20,0	6,9
4		4,61	1,31	28,0	5,7

A determinação da média dos teores mássicos médios de PP conduz ao valor de 27,5%.

Como é possível verificar na tabela acima, a condição 1 é a que apresenta melhores resultados, com um teor mássico médio de aproximadamente 34%, ao contrário da condição 3, que apresenta resultados muito inferiores aos restantes. Estes baixos resultados devem-se às altas temperaturas e baixa velocidade, que se traduz num maior tempo do *towpreg* exposto ao calor.

O próximo passo passa por realizar a ANOM, ou seja, a análise das médias. Neste ponto é calculada a média dos resultados obtidos para cada nível de cada fator, ou seja, no caso do Nível 1 da variável *Temperatura do Forno de Convecção*, é necessário calcular a média dos resultados obtidos na condição 1 e na condição 2, pois foram estas condições que utilizaram esta variável no nível 1 (temperatura do forno a 650 °C). Como outro exemplo temos, no caso do nível 2 da variável de controlo *Velocidade de Puxo*, é necessário calcular a média dos resultados obtidos nas condições 2 e 4 (utilizam uma velocidade de 8 m/min). Assim, após o cálculo das médias, determina-se a diferença entre o maior e o menor valor da média calculada, para cada variável de processamento. Este fator designa-se por Delta e define quais os fatores mais significativos dentro dos escolhidos (linha *Rank*). Os resultados desta análise estão descritos na Tabela 5.8.

Tabela 5.8 - Tabela de resposta das médias

Nível	Fator		
	Temp. F. Convecção	Vel. Puxo	Temp. F. Consolidação
1	30,9	26,8	30,8
2	24,0	28,1	24,1
Delta	6,9	1,7	6,7
Rank	1	3	2

Através da análise da tabela anterior, verifica-se que o fator *Temperatura do Forno de Convecção* é o que mais contribui para a resposta, a par do fator *Temperatura do Forno de Consolidação*, enquanto a velocidade de puxo tem pouca influência.

Podemos também construir o seguinte conjunto de gráficos (Figura 5.17), de maneira a compreender melhor a importância da variação destes fatores.

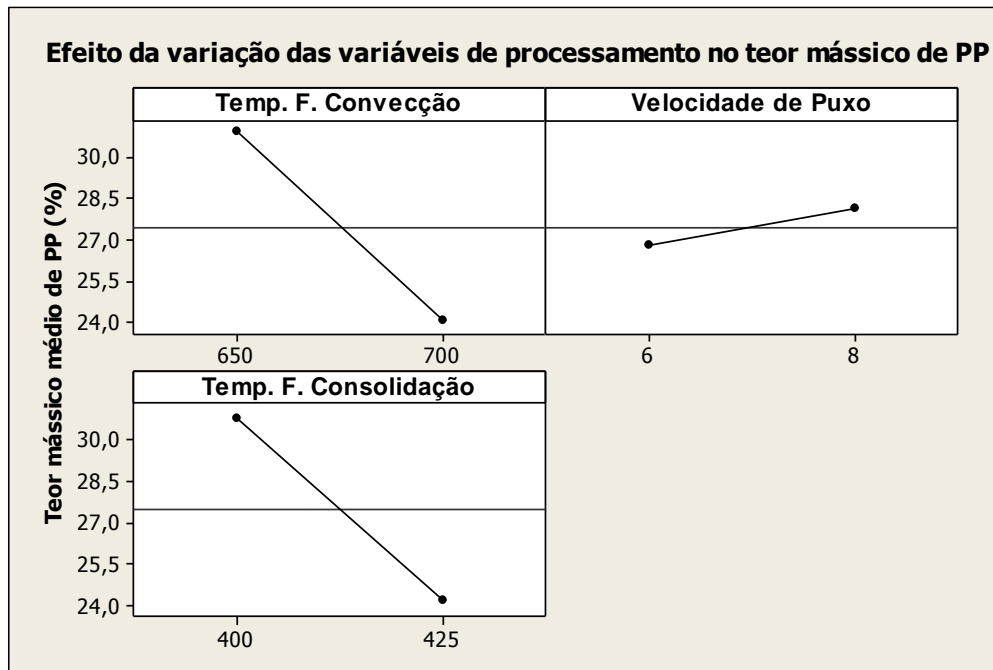


Figura 5.17 - Efeito das variáveis de processamento no teor mássico de polímero

Através destes resultados, pode-se afirmar que a condição ótima de processamento, não só pela maior fração mássica, mas também porque requiere menores custos de processamento (temperaturas mais baixas e velocidades mais elevadas) é:

- Temperatura do Forno de Convecção – 650 °C
- Velocidade de Puxo – 8 m/min
- Temperatura do Forno de Consolidação – 400 °C

Desde logo podemos constatar que estes resultados revelam que o *towpreg* apresenta maiores teores de polímero quando submetido a temperaturas mais baixas e velocidades mais elevadas (considerando os valores escolhidas para a janela de processamento), o que implica menor tempo de exposição às temperaturas dentro dos fornos.

Usando a condição ótima referida anteriormente, o teor mássico de polímero previsto é de aproximadamente 42,3%.

Procedeu-se então à experiência de confirmação, com os valores das variáveis definidos para atingir a condição ótima. Na Tabela 5.9 podemos observar os resultados obtidos.

Tabela 5.9 - Resultado da experiência de confirmação da condição ótima

Condição	Peso médio			Teor Mássico Médio de PP (%)	Desvio Padrão
	da Fibra (g/m)	da Amostra (g/m)	de PP (g/m)		
Ótima (Experiência de confirmação)	3,3	5,28	1,98	37,0	5,6

Como esperado, esta condição apresenta resultados consideravelmente superiores aos testados anteriormente e como já foi falado, isto aliado aos menores custos associados, traz vantagens.

Assim, procedeu-se à produção de cerca de 800 m com esta condição para, numa fase posterior, transformar o *towpreg* por pultrusão. Esta produção dividiu-se em três séries, cada uma delas entre os [250 – 300] m.

Após este passo, o *towpreg* produzido foi transportado para o ISEP, onde se encontra o equipamento de pultrusão. Como vamos ver mais à frente, foi necessário utilizar entre 10 e 12 *rovings* de *towpreg*, para obter um compósito final com uma fração mássica de fibra de aproximadamente 70% (interessa-nos valores de teor de polímero na ordem dos 30%).

Por isso, foi necessário dividir as três bobines de *towpreg* produzidas em 11 bobines mais pequenas, com cerca de 60 m cada e duas extra com cerca de 40 m.

Tanto no transporte como neste processo de desenrolamento e enrolamento, notou-se grande perda de polímero, por isso retirou-se uma amostra de cada *roving* e como se fez anteriormente, pesou-se as amostras e calculou-se o teor mássico de polímero. Pode-se ver os resultados obtidos, por série, na Tabela 5.10. No Anexo B pode-se consultar os resultados por amostra.

Tabela 5.10 - Resultados da produção, após enrolamento em *rovings*

Série	Peso médio			Teor Mássico Médio de PP (%)	Desvio Padrão
	da Fibra (g/m)	da Amostra (g/m)	de PP (g/m)		
1	3,3	4,70	1,40	29,5	4,6
2		4,63	1,33	28,6	3,8
3		4,45	1,15	25,8	2,2
Média				28,0	

Como se pode verificar na tabela, com este processamento a que o *towpreg* é sujeito antes de entrar no equipamento de pultrusão, é perdida grande quantidade de polímero, sendo que o teor de PP baixou de cerca de 9% (o que representa uma queda de 25%). Esta perda de pó deve-se sobretudo a uma fraca consolidação na impregnação do polímero, o que pode querer dizer que a velocidade de puxo está demasiado alta (o polímero não tem tempo de consolidar dentro do forno), não se podendo compensar o aumento da referida velocidade com um aumento da temperatura do forno de consolidação, uma vez que se constata que para essa temperatura se verifica alguma degradação de polímero. A dificuldade em impregnar é acrescida pelo facto de esta fibra ter um Tex e um número de filamentos muito elevado, o que dificulta a passagem do pó para o centro da mecha de fibras.

Outro fator importante é o facto de o polímero utilizado neste trabalho não ser novo, isto é, já foram feitos testes, anteriores a este trabalho, utilizando este polímero e os grãos de pó presentes na camara de deposição, provavelmente, são os que apresentam uma maior granulometria, dificultando a impregnação. Isto acontece porque, devido aos testes anteriores, o pó com granulometria baixa já foi consumido, ficando na camara de deposição o pó de menor qualidade.

Por estes fatores, decidiu-se refinar a janela de processamento para a seguinte:

- Temperatura do forno de convecção – [600 – 650] °C
- Velocidade de puxo – [4 – 6] m/min
- Temperatura do forno de consolidação – [400 – 425] °C

Nesta nova janela de processamento, reduziram-se os valores da temperatura do forno de convecção e da velocidade de puxo. Diminuiu-se a temperatura do forno de convecção pois é o fator, como já vimos, que mais influencia na resposta final e desta forma é possível entender melhor a sua contribuição. Diminuiu-se também a velocidade de puxo, pois como também já foi dito, a perda de pó está relacionada com uma fraca consolidação do polímero na impregnação e desta forma, o *towpreg* passa mais tempo dentro do forno, logo tem mais tempo para consolidar.

Assim foram necessárias testar as quatro condições descritas na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 - Condições a ensaiar tendo como base a nova janela de processamento

Condição	Fatores de Controlo		
	Temp. F. Convecção [°C]	Vel. Puxo [m/min]	Temp. F. Consolidação [°C]
5	600	4	400
6	600	6	425
7	650	4	425
8	650	6	400

Como podemos observar na tabela anterior, a condição 8 é igual à condição 1 testada anteriormente, por isso só é necessário testar as condições 5, 6 e 7. Os resultados obtidos encontram-se expostos na Tabela 5.12, enquanto os restantes resultados encontram-se no Anexo B.

Tabela 12 - Resultados obtidos das médias das pesagens e do cálculo do teor mássico de polímero

Condição	Peso médio			Teor Mássico Médio de PP (%)	Desvio Padrão
	da Fibra (g/m)	da Amostra (g/m)	de PP (g/m)		
5	3,3	4,78	1,48	30,6	5,4
6		4,55	1,25	27,1	4,9
7		4,58	1,28	27,8	4,3
8		5,00	1,70	33,6	5,9
Média				29,8	

Logo à partida, podemos verificar que a condição 8 é a que confere maior teor mássico de polímero no *towpreg*, o que de certa forma vem a confirmar o que foi feito anteriormente. Neste caso nota-se uma maior consolidação do polímero e a isso associado, uma perda de pó bastante inferior, como esperado.

O passo seguinte passa pela realização da ANOM. Este passo é idêntico ao realizado na primeira otimização. Os resultados obtidos estão descritos na Tabela 5.13.

Tabela 5.13 - Tabela de resposta das médias da nova janela de processamento

Nível	Fator		
	Temp. F. Convecção	Vel. Puxo	Temp. F. Consolidação
1	28,8	29,2	32,1
2	30,7	30,3	27,5
Delta	2,9	1,1	4,6
Rank	2	3	1

Através destes resultados é possível construir os gráficos dos efeitos da variação dos fatores de controlo (Figura 5.18)

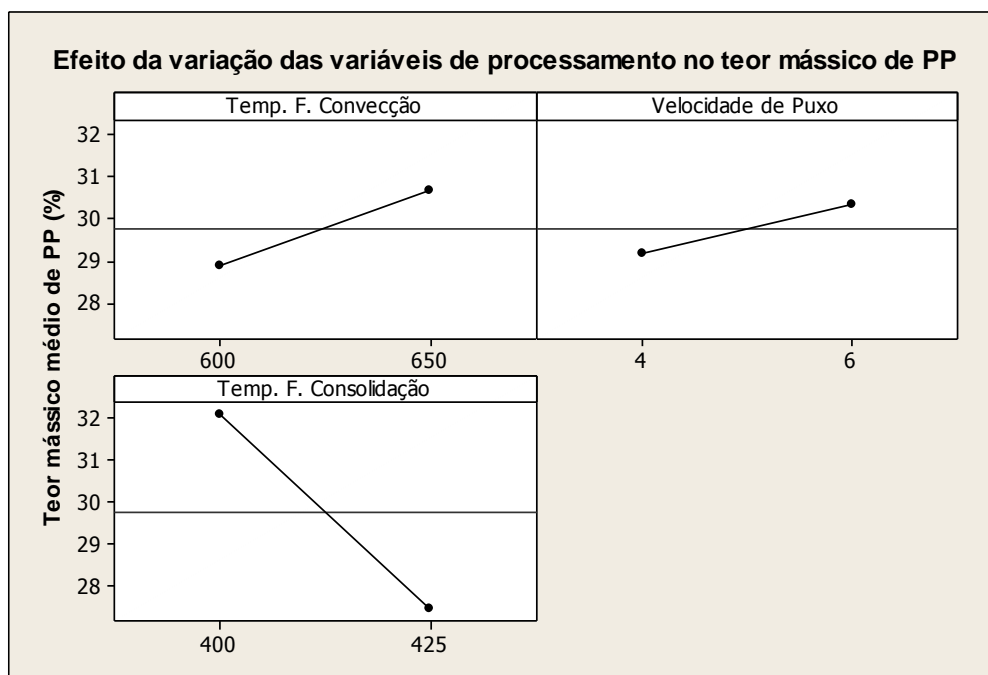


Figura 5.18 - Efeitos da variação da variáveis de processamento, no teor mássico de polímero, com base na segunda janela de processamento

Analisando a tabela e os gráficos anteriores é possível afirmar que a condição ótima de maneira a obter o maior teor mássico de polímero possível, será a seguinte:

- Temperatura do Forno de Convecção – 650 °C
- Velocidade de Puxo – 6 m/min
- Temperatura do Forno de Consolidação – 400 °C

O teor mássico de polímero esperado para a condição ótima é de aproximadamente 37,4%. Esta condição coincide com uma das experiências realizadas tendo-se obtido um teor mássico de polímero 33,6%.

Apesar de este valor ser inferior aos 37% da condição ótima encontrada nos primeiros testes, neste caso, o *towpreg* encontra-se bastante mais consolidado, fruto da redução da velocidade para 6 m/min, o que quer dizer que não há a perda de pó constante como no primeiro caso. Isto resulta num teor mássico aproximadamente constante ao longo do processamento a que o *towpreg* é sujeito até ser transformado por pultrusão.

Por falta de tempo, não foi possível realizar uma experiência de confirmação e posterior produção de maneira a transformar por pultrusão. No entanto, é possível afirmar que dada a elevada redução da perda de pó, o *towpreg* produzido nestas condições chegará ao processo de pultrusão com um teor mássico de polímero superior ao conseguido anteriormente, resultando num compósito de qualidade superior.

Pela análise dos valores obtidos é possível constatar que a temperatura do forno de convecção é a ideal, pois ao testar valores inferiores e superiores desta variável (600 e 700 °C), obtiveram-se resultados piores.

Da mesma forma, acredita-se que o valor da velocidade de puxo de 6 m/min é a ideal, pois com 4 m/min os resultados obtidos são piores e com 8 m/min o *towpreg* não tem tempo de consolidar completamente.

Quanto à temperatura do forno de consolidação, podemos observar que é o fator que mais influencia a resposta final. Isto quer dizer que talvez seja possível obter um teor mássico de polímero mais elevado se esta temperatura for reduzida.

De maneira a compreender melhor a influência da temperatura de consolidação, o ideal seria realizar uma matriz de três níveis, com os valores: Temperatura do forno

de convecção [600 – 650 – 700] °C; Velocidade de puxo [4 – 6 – 8] m/min; Temperatura do forno de consolidação [350 – 400 – 425] °C. A isto corresponderia um total de nove experiências. Como já foi dito, por falta de tempo não houve a possibilidade de realizar estas experiências, no entanto, a informação é útil para trabalhos futuros.

5.2. Produção e caracterização dos compósitos

5.2.1. Produção dos compósitos por pultrusão

Como já foi dito, na produção dos compósitos, recorreu-se a um equipamento de pultrusão existente nas instalações do ISEP, já descrito anteriormente.

Neste ponto, numa primeira fase, é necessário calcular o número de *rovings*, ou número de *towpregs*, necessários para atingir um certo valor requerido de fração mássica de fibra no compósito final.

Para calcular o número de *rovings* é necessário saber primeiro a massa volúmica do compósito final, ρ_{comp} . Uma maneira de saber uma estimativa desse valor é através da Lei das Misturas, apresentada na seguinte expressão:

$$\rho_{comp} = \left(\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{1-w_f}{\rho_{PP}} \right)^{-1} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (5.1)$$

onde, w_f é a fração mássica esperada do compósito final e ρ_f e ρ_{PP} representam a massa volúmica da fibra e do polímero, respetivamente.

Após saber este valor é possível calcular o número de *rovings*, N , a partir de:

$$N = \frac{\rho_{comp} \cdot w_f \cdot A}{P_{lin f}} \quad (5.2)$$

onde, A representa a área de secção transversal do perfil pultrudido, em mm^2 e $P_{lin f}$ é o peso linear da fibra, em g/m .

Na Tabela 5.14 apresentam-se os valores utilizados e os resultados obtidos neste passo.

Tabela 5.14 - Valores utilizados e resultados do cálculo do número de rovings necessários

Propriedades								Número de rovings
das Matérias-Primas (da ficha técnica)			do Compósito (calculadas)					
ρ_{pp} [g/cm ³]	ρ_{FC} [g/cm ³]	$P_{lin f}$ [g/m]	w_f desejado [-]	ρ_{comp} [g/cm ³]	b [mm]	t [mm]	A [mm ²]	
0,9	1,8	3,28	0,70	1,33	20	2	40	11,8

Como podemos verificar na tabela anterior, o número de *rovings* necessários para obter cerca de 70% de teor mássico de fibra, o que corresponde a 30% de polímero, é entre 11 e 12 *rovings*.

Concluído este passo, passou-se para a produção dos perfis. Os principais parâmetros de processamento são: a temperatura do forno de pré-aquecimento, da fieira de consolidação (ou aquecimento) e da fieira de arrefecimento e a velocidade de puxo.

A condição inicial utilizada teve como base estudos anteriores [1, 2], e apresenta os seguintes valores:

- Temperatura do forno de pré-aquecimento – 160 °C
- Temperatura da fieira de consolidação – 260 °C
- Temperatura da fieira de arrefecimento – 22 °C
- Velocidade de puxo – 0,2 m/min
- Número de *rovings* – 10

O conjunto de experiências realizado está descrito na Tabela 5.15

Tabela 5.15 - Conjunto de experiências realizadas

Condição	Nº <i>Rovings</i>	Temperatura [°C]					Velocidade de puxo [m/min]
		Pré-aquecimento	Fieira de Consolidação			Fieira de Arrefecimento	
			Set-point	1ª leitura	2ª leitura		
1	10	160	230	261,4	260,4	22	0,2
2	10	160	230	248,2	251,6	22	0,2
3	10	160	230	235,5	240,5	23	0,2
4	10	160	240	240,2	248,3	22	0,2
5	10	160	240	260,6	258,4	23	0,2
6	10	160	240	236,6	240,8	22	0,2
7	10	160	250	248,5	251,1	22	0,2
8	10	160	250	267,4	264,7	22	0,2
9	11	160	250	245,6	248,9	22	0,2
10	12	160	250	248,8	252,6	23	0,2

A coluna Set-point, refere-se à temperatura da fieira de consolidação definida no equipamento, enquanto as colunas 1ª e 2ª leitura, referem-se aos valores medidos pelos termopares presentes na mesma fieira.

Após o início da produção dos perfis pultrudidos, verificou-se uma grande instabilidade na temperatura da fieira de consolidação, isto é, definia-se uma temperatura de 260 °C e acabava sempre por oscilar entre os 250 e os 270 °C (pode-se observar na tabela anterior a diferença entre o valor do set-point e o lido pelos termostatos). Isto revelou-se um grande problema, pois acima dos 270 °C verificou-se uma grande acumulação de polímero à entrada da fieira de arrefecimento, sendo necessário por várias vezes parar o processo para desobstruir e limpar as fieiras. Assim, ajustou-se a temperatura da fieira de consolidação para valores entre [230 – 250] °C, embora isso não tenha resolvido o problema por completo, pois a temperatura continuou a atingir valores superiores aos 260 °C. Constatou-se ainda que na entrada da fieira de consolidação se verificou por vezes, o refluxo de polímero, sobretudo após algum tempo de produção.

Verificou-se ainda ser difícil produzir com a condição 10, pois o processo de fabrico mostrou-se instável.

5.2.2. Caracterização dos compósitos

Após a produção destas condições experimentais, analisaram-se os perfis pultrudidos e com base na rigidez e qualidade aparente, selecionaram-se as condições 8 e 9 para os ensaios de caracterização do compósito.

5.2.2.1. Ensaio de Flexão

Os compósitos transformados por pultrusão foram ensaiados à flexão, de acordo com o procedimento descrito no ponto 4.3.2.1 e os resultados obtidos foram tratados de acordo com as equações descritas no mesmo ponto, exceto o Módulo de Elasticidade, que foi obtido através do declive da zona linear da curva do gráfico Tensão – Deformação, resultante do ensaio de flexão. O intervalo de deformação considerado para o cálculo do declive da zona linear foi [0,0005 - 0,0020], embora na norma ISO 14125 refira como limite superior 0,0025, no entanto, em mais do que um ensaio, atingiu-se a rotura antes desse valor.

Na Figura 5.19 e 5.20 é possível observar as curvas obtidas nos ensaios de flexão, convertidas de Força – Deslocamento para Tensão – Deformação, para os compósitos produzidos nas condições 8 e 9. Em anexo podem ser consultadas as curvas Força – Deslocamento e Tensão-Deformação para cada amostra e a respetiva correção para o cálculo do módulo de elasticidade (Anexo C).

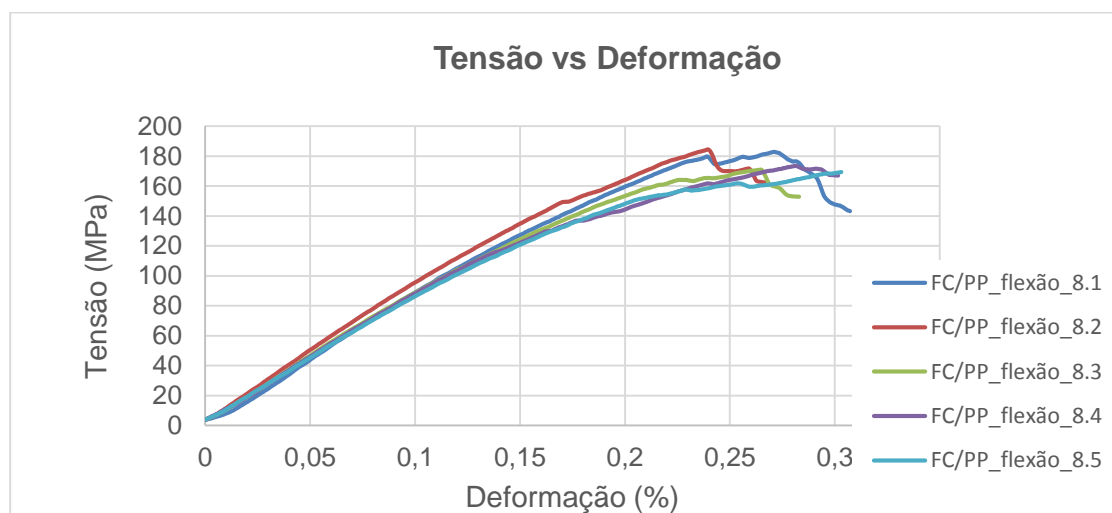


Figura 5.19 - Gráfico Tensão - Deformação (Condição 8)

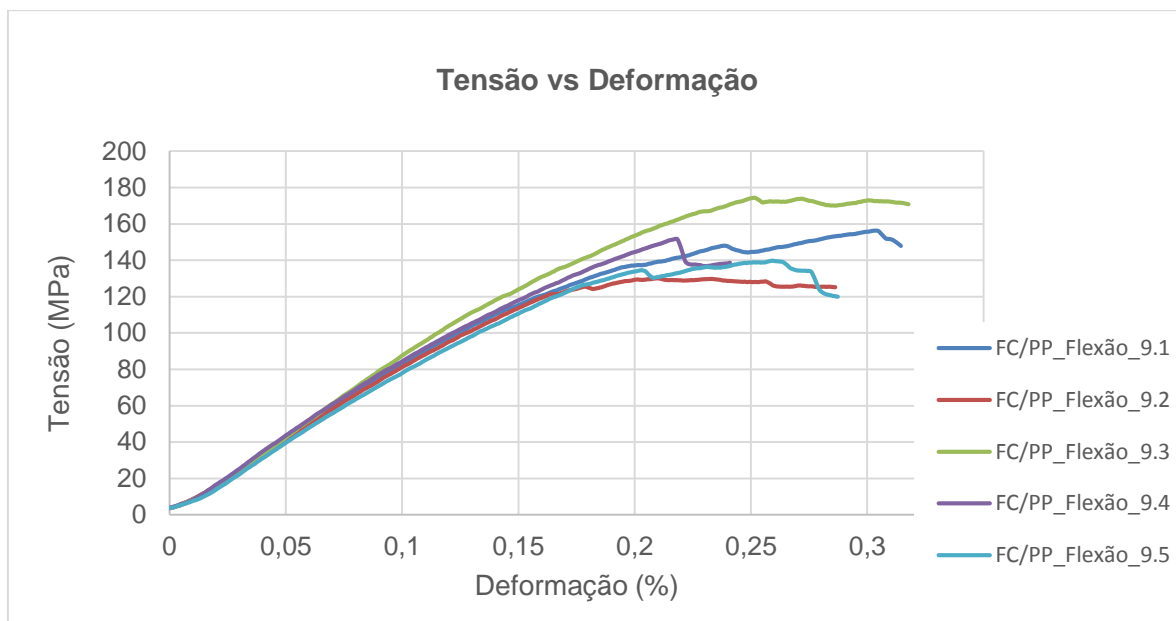


Figura 5.20 - Gráfico Tensão - Deformação (Condição 9)

Na Tabela 5.16 é possível observar os resultados das propriedades obtidos nos ensaios de flexão, por condição. Os resultados obtidos por amostra encontram-se expostos no Anexo C.

Tabela 5.16 - Propriedades obtidas dos ensaios à flexão

Condição	Tensão Máxima (MPa)		Módulo de Elasticidade (GPa)	
	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
8	171,9	11,0	73,8	3,8
9	147,7	17,5	65,0	8,4

Pela análise da tabela anterior constata-se que a condição 8 é a que apresenta melhores resultados e dado que a variável principal foi o aumento do número de *rovings*, quer dizer que, em princípio, foi este fator que influenciou os resultados.

Isto pode ter acontecido pois, uma consequência do aumento do número de *rovings*, é o aumento do teor mássico de fibra no compósito final e apesar de isto ser teoricamente benéfico, provoca a diminuição do teor de polímero, o que piora a impregnação e a própria consistência do compósito final. Dado também que a

principal função da matriz num compósito é transmitir e distribuir os esforços a que este é sujeito, isto não acontece devidamente no caso do teor de polímero ser baixo.

Outro fator que pode ter contribuído para esta diferença de valores foi a variação da temperatura da fieira de consolidação, que no caso da condição 8, é cerca de 15 a 20 °C superior, embora o Set-point seja o mesmo. Esta temperatura mais elevada pode ter contribuído para uma melhor consolidação no compósito final.

É também possível afirmar que os valores obtidos, mesmo na condição 8, são relativamente baixos comparativamente aos de outros compósitos existentes. Isto deve-se sobretudo, ao baixo teor de polímero presente nos *towpregs* que, como já foi dito, apesar de terem sido alcançados valores muito bons na produção (cerca de 37% de teor mássico de polímero), durante o processamento a que é sujeito antes de ser transformado por pultrusão, como o transporte e o enrolamento dos *rovings*, ocorrem elevadas perdas de pó e conseqüentemente, um compósito final com baixa fração mássica de polímero.

Um dos objetivos deste trabalho era otimizar o processo de pultrusão fazendo variar as condições de processamento, de maneira a melhorar as propriedades à flexão, de forma idêntica à realizada na otimização da produção dos *towpregs*. No entanto, para isso, são necessárias grandes quantidades de *towpreg* e como já foi dito, a partir de uma certa fase deste trabalho não foi possível produzir mais material de forma a transformar por pultrusão.

5.2.2.2. Ensaio de Calcinação

Os compósitos transformados por pultrusão foram submetido a um ensaio de calcinação, de acordo com o procedimento descrito no ponto 4.3.2.3.

Neste ensaio, foram consideradas as mesmas condições analisadas no ensaio de flexão e foram ensaiadas duas amostras por condição.

Os resultados médios obtidos encontram-se descritos na Tabela 5.17, sendo que os restantes resultados podem ser consultados no Anexo C.

Tabela 5.17 - Valores médios obtidos do ensaio de calcinação

Condição	Valores Médios				
	m_1 (g)	m_2 (g)	m_3 (g)	Teor mássico de fibra (%)	Teor mássico de polímero (%)
8	23,4217	27,0892	26,0326	71,2	28,8
9	22,8543	26,9014	25,9047	75,4	24,6

onde,

- m_1 – massa do cadinho vazio;
- m_2 – massa do cadinho com a amostra de compósito;
- m_3 – massa do cadinho com as fibras (ou resíduos), resultantes.

Analisando os resultados obtidos, é possível afirmar que estão dentro do esperado e vieram confirmar os teores obtidos nos *towpregs*. Como expectável, a condição 9 apresenta um teor mássico de fibra superior ao da condição 8, consequência da adição de um *roving*.

Estes resultados também ajudam a justificar a diferença de resultados no ensaio de flexão, pois a condição 9 apresenta um teor de polímero inferior em cerca de 4%, o que como já foi explicado antes, contribuí para uma menor consistência e consolidação do compósito final, assim como uma fraca distribuição de esforços a que este é sujeito.

5.2.2.3. Comparação das propriedades obtidas experimentalmente com as calculadas teoricamente

Conhecidas as frações mássicas de polímero, é possível calcular as propriedades mecânicas teoricamente esperadas do compósito, através da Lei das Misturas.

O módulo de elasticidade teórico à flexão do compósito, E_{comp} em GPa, pode ser calculado através de:

$$E_{comp} = E_f \cdot V_f + E_p \cdot (1 - V_f) \quad (5.3)$$

onde, V_f refere-se à fração volúmica de fibra, E_f e E_p dizem respeito ao módulo de elasticidade da fibra e do polímero, respetivamente.

A fração volúmica das fibras, V_f , por sua vez pode ser obtida através de:

$$V_f = \frac{\frac{w_f}{\rho_f}}{\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{(1-w_f)}{\rho_p}} \quad (5.4)$$

onde, w_f representa a fração mássica obtida no ensaio de calcinação, ρ_f e ρ_p dizem respeito às massas volúmicas da fibra e do polímero, respetivamente.

Idealmente, as propriedades das matérias-primas utilizadas nestes cálculos deveriam ser calculadas experimentalmente, no entanto, como não foram encontrados estudos em que esses cálculos tenham sido feitos foram consideradas as propriedades concedidas pelo fornecedor.

Assim, para este cálculo, foram consideradas as seguintes propriedades dos materiais (Tabela 5.18):

Tabela 5.18 - Propriedades dos materiais consideradas

Propriedades	Unidades	Valor
Massa volúmica da Fibra (ρ_f)	g/cm ³	1,8
Módulo de Elasticidade da Fibra (E_f)	GPa	240
Massa volúmica do polímero (ρ_p)	g/cm ³	0,9
Módulo de Elasticidade do polímero (E_p)	GPa	1,15

A Tabela 5.19 contém os resultados obtidos das equações (5.3) e (5.4) e os obtidos nos ensaios de flexão.

Tabela 5.19 - Resultados obtidos nos cálculos da fração volúmica e módulo de elasticidade, pela lei das misturas

Condição	w_f (%)	V_f (%)	$E_{comp\ te\acute{o}rico}$ (GPa)	$E_{comp\ experimental}$ (GPa)
8	71,2	55,3	133,2	73,8
9	75,4	60,5	145,6	65,0

Analisando a tabela anterior rapidamente se verifica que os valores obtidos são muito inferiores ao esperado, com erros na ordem dos 45% para a condição 8 e 55% para a condição 9.

Estes resultados, provavelmente, devem-se a uma má impregnação e consolidação do polímero durante o processamento, o que resulta num compósito final pouco rígido.

Como podemos observar na tabela anterior, o módulo de elasticidade à flexão do compósito, na condição 8 é superior ao da condição 9, quando teoricamente era esperado o contrário. Uma das possíveis causas para estes resultados é o facto de, como já foi dito antes, maior teor de fibra implica menor teor de polímero, ou seja, não há uma devida impregnação e consolidação, nem distribuição e transmissão de forças.

Um dos possíveis motivos para a discrepância entre o valor teórico e o experimental é o facto de, no cálculo terem sido utilizadas as propriedades das matérias-primas fornecidas pelo fabricante e, como se pode verificar em vários estudos anteriores [1 – 3], é normal estas propriedades serem significativamente superiores às obtidas experimentalmente. Por exemplo, nos artigos referenciados acima, o Módulo de Young da fibra declarado pelo fabricante é de 294 GPa, enquanto o módulo determinado experimentalmente é inferior a 200 GPa. Outros fatores como uma distribuição não uniforme das fibras no perfil ou do polímero no *towpreg* bem como

a existência de defeitos do perfil pultrudido poderão contribuir também para esta discrepância.

5.2.2.4. Comparação das propriedades obtidas experimentalmente com as de outros compósitos pultrudidos

Por fim, as propriedades obtidas do ensaio de flexão foram comparadas com as de outros materiais compósitos produzidos por pultrusão. Na Tabela 5.20 podem-se observar os valores das propriedades à flexão para alguns materiais compósitos, assim como o valor dessas propriedades divididos pela fração volúmica de fibra presente no compósito correspondente. Esta divisão permite-nos analisar os valores desta tabela de uma forma mais uniforme, pois como já vimos, o valor da fração volúmica de fibra influencia consideravelmente as propriedades do compósito final.

De referir que as percentagens entre parênteses referem-se à fração volúmica de fibra presente no compósito.

Tabela 5.20 - Comparação das propriedades obtidas com as de outros compósitos pultrudidos

[1, 2, 4]

Material	Resistência à Flexão (MPa)	Resistência à Flexão / Fração Volúmica de Fibras (MPa)	Módulo de Elasticidade em Flexão (GPa)	Módulo de Elasticidade em Flexão / Fração Volúmica de Fibras (GPa)
Towpreg de FC/PP (55,3%) (condição 8)	171,9 ± 11,0	311,0 ± 19,9	73,8 ± 3,8	133,5 ± 6,9
Towpreg de FC/PP (60,5%) (condição 9)	147,7 ± 17,5	244,2 ± 28,9	65,0 ± 8,4	107,4 ± 13,9
Towpreg de FC/PP (50,6%) (s/ aditivo)	241,2 ± 1,6	476,7 ± 3,2	90,1 ± 0,4	178,1 ± 0,8
Towpreg de FC/PP (50,5%) (c/ aditivo)	229,0 ± 7,3	453,5 ± 14,5	87,6 ± 1,3	173,5 ± 2,6
PCT de FC/PP (31,9%)	158,7 ± 4,2	497,5 ± 13,2	37,7 ± 2,2	118,2 ± 6,9
Towpreg de CF/PR120® (43,1%)	276,6 ± 22	641,8 ± 51	60,2 ± 3,7	139,67 ± 8,5

Como podemos observar na tabela anterior e de certa forma, como também já se previa depois dos maus resultados obtidos nos ensaios de flexão, os compósitos produzidos neste trabalho apresentam valores consideravelmente inferiores aos compósitos já estudados nas bibliografias acima referidas.

Podemos observar que os valores obtidos estão muito longe dos obtidos por exemplo, no “*Towpreg de FC/PP (50,6%) (s/ aditivo)*” que apresenta uma resistência à flexão e módulo de elasticidade superior em aproximadamente 70 MPa e 16 GPa, respetivamente.

Quando é analisada a propriedade “Resistência à Flexão”, podemos observar que os compósitos produzidos estão ao nível dos PCT (ou Tapes), no entanto, quando

se divide essa propriedade pela fração volúmica de fibra, o valor da resistência do PCT é bastante elevado, sendo quase 40% superior.

Podemos também verificar que o módulo de elasticidade está ao nível dos *towpregs* com Primospire®, no entanto, a resistência à flexão destes é bastante superior (a mais elevada das abordadas).

Referências

- [1] P. J. Novo, J. F. Silva, J. P. Nunes, A. T. Marques, “*Advanced Thermoplastic Carbon Fibre Reinforced Pultruded Composites*”, 6th International Conference on Polymers and Moulds Innovations (PMI), University of Minho, Portugal, 2014.
- [2] P. J. Novo, J. P. Nunes, J. F. Silva, V. Tinoco, A. T. Marques, “*Production of Thermoplastic Matrix Preimpregnated Materials to Manufacture Composite Pultruded Profiles*”, *Ciência e Tecnologia dos Materiais* 25 (2013) pp 85- 91
- [3] P. Nunes, et al., “*New Thermoplastic Matrix Composites for Demanding Applications*” in 13th European Conference on Composite Materials, Estocolmo, 2008.
- [4] A. J. A. Vieira, “*Pultrusão de perfis para aplicações avançadas a partir de towpregs de elevado desempenho*”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2015

6. Conclusões

Com este trabalho pretendeu-se estudar os processos de produção e transformação de *towpregs*, nomeadamente a deposição a seco de PP para o fabrico dos pré-impregnados, num equipamento protótipo localizado nas instalações do PIEP, em Guimarães; e a pultrusão para a transformação dos mesmos, num equipamento protótipo localizado nas instalações do ISEP.

Um dos objetivos propostos era, através do método de Taguchi, otimizar o processo de produção de *towpregs* de FC/PP, de modo a aumentar o teor de polímero. Foi possível identificar essa condição ótima de produção, tendo-se obtido cerca de 37%.

Foi possível transformar por pultrusão os *towpregs* produzidos, tendo-se obtido valores experimentais para as propriedades mecânicas testadas compatíveis com aplicações estruturais para estes materiais.

A realização deste trabalho permitiu ainda adquirir e consolidar vários conhecimentos da área dos materiais compósitos, mais propriamente, dos de matriz termoplástica.

6.1. Principais conclusões

As principais conclusões retiradas deste trabalho são as seguintes:

- Como método de produção de *towpreg*, a deposição a seco de termoplásticos em pó sobre as fibras é um processo que permite, eficazmente, produzir em contínuo pré-impregnados de matriz termoplástica reforçada com fibras longas, com características adequadas para o fabrico de componentes estruturais através de processos como a pultrusão. No entanto, um valor elevado do peso linear (Tex) e o número de filamentos da fibra, dificultam o processo de impregnação. Por isto, na produção dos *towpreg* é necessário garantir um correto espalhamento das fibras antes de

entrar na câmara de deposição, de forma a haver uma correta penetração do polímero nos interstícios dos filamentos da fibra.

- Na produção dos *towpregs*, estes apresentaram melhor impregnação quando produzidos com a temperatura mais baixa dos valores testados. Contrariamente, a condição que obteve piores resultados foi a que sujeitou o *towpreg* às temperaturas mais elevadas, com a velocidade mais baixa (teor de polímero aproximado de 20%)
- Verificou-se que, segundo os resultados obtidos pelo método Taguchi, a temperatura do forno de convecção deve ser de 650 °C, pois testes realizados com temperaturas inferiores e superiores a esta, revelaram piores resultados.
- Quanto ao parâmetro da velocidade de puxo, segundo o método Taguchi, a de 8 m/min é a que apresenta melhores resultados. Realmente, com a condição ótima estabelecida na primeira janela de processamento, conseguem-se obter teores na ordem dos 37%. No entanto, estes *towpregs* apresentam pouca consolidação e há uma grande perda de polímero nos manuseamentos a que o material é sujeito antes de ser transformado por pultrusão, chegando a este processo com teores inferiores a 28%. Provavelmente, isto deve-se a uma velocidade demasiado elevada, não dando tempo ao *towpreg* de consolidar. Assim, uma velocidade de 6 m/min deverá garantir um *towpreg* com teores de polímero na ordem dos 34% e com melhor consolidação (não há a perda de pó em grandes quantidades como no caso anterior).
- A temperatura do forno de consolidação deverá ser de 400 °C, no entanto, este acaba por ser o parâmetro que deixa mais dúvidas, pois não foram testadas condições com temperaturas inferiores, o que poderia ter uma influência significativa na consolidação do *towpreg*. Neste ponto, concluiu-se também que o polímero, quando sujeito a temperaturas superiores a 425 °C, apresenta sinais de degradação e geram-se grandes quantidades de fumo no processo, provenientes da queima do polímero.
- O método de Taguchi revelou-se um procedimento relativamente simples e que permite avaliar rapidamente e sem ser necessário testar todas as

- condições possíveis, a influência de uma variável de processamento nas propriedades finais de um produto e as condições de processamento ótimas.
- Quanto à pultrusão, revelou-se não ser assim tão simples produzir perfis a partir de *towpreg* FC/PP, pois devido ao elevado Tex e número de filamentos da fibra utilizada, aparecem dificuldades na altura de adicionar um novo *roving* ao processo, pois na zona onde é efetuado o entrelaçamento de *rovings* gera-se uma grande quantidade de filamentos espalhados, o que pode levar a um congestionamento na entrada da fieira de arrefecimento, sendo necessário parar o processo para resolver a situação.
 - Estabeleceu-se a seguinte condição de processamento como ótima (considerando as testadas): 10 *rovings*; Temperaturas do forno de pré-aquecimento de 160 °C, da fieira de consolidação de aproximadamente 250 °C e da fieira de arrefecimento de 22 °C; Velocidade de puxo de 0.2 m/min.
 - Durante a pultrusão, foi bastante complicado controlar a temperatura da fieira de consolidação, revelando sempre bastante instabilidade. Fruto disto, por várias vezes a temperatura excedeu os 270 °C provocando grande acumulação de polímero na entrada da fieira de arrefecimento.
 - O número de *rovings* também se revelou um fator muito importante, os compósitos produzidos com 10 *rovings* apresentam propriedades à flexão significativamente superiores às dos compósitos produzidos com 11. Isto deve-se essencialmente ao menor teor de polímero presente nos compósitos produzidos com mais *rovings*.
 - Em comparação com as propriedades obtidas teoricamente, as experimentais estão muito abaixo do esperado. O fator principal é a falta de consolidação e consistência do compósito final, provocado por uma má impregnação do polímero nas fibras. Outro fator que pode ter contribuído para a discrepância de valores é o facto de, no cálculo das propriedades teóricas, terem sido utilizados os valores das propriedades das matérias-primas fornecidos pelos fabricantes, valores esses que normalmente não correspondem à realidade.
 - Os ensaios de flexão e calcinação são determinantes para a obtenção das propriedades obtidas experimentalmente e teoricamente.

6.2. Sugestões para trabalhos futuros

Para eventuais trabalhos futuros são sugeridos:

- Finalizar este estudo, alargando a janela de processamento da produção de *towpreg* e da produção de perfis pultrudidos FC/PP, com posterior caracterização.
- Estudar possíveis melhorias a efetuar no equipamento de produção de *towpreg*, como por exemplo, a aplicação de um aquecedor por cima da camara de deposição de polímero, de maneira a pré-aquecer o mesmo, antes de entrar no forno de consolidação ou melhorar o sistema de espalhamento das fibras.
- Estudar a influência da granulometria do polímero presente na camara de deposição, no teor de polímero no *towpreg*.
- Estudar a influência da distância entre a fieira de consolidação e a fieira de arrefecimento na consolidação do compósito.
- Estudar a possibilidade de obter perfis pultrudidos com uma geometria mais complexa.
- Estudar a utilização de uma matriz termoplástica diferente
- Estudar o possível uso de algum aditivo de maneira a melhorar a ligação matriz – reforço.
- Estudar o processamento por compressão de compósitos de matriz termoplástica, como por exemplo, os produzidos no primeiro ponto.

Anexo A. Ficha técnica das matérias-primas

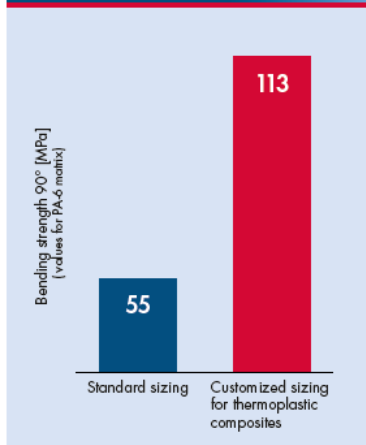
SIGRAFIL® C30 T050 TP1

The New 50k Carbon Fiber for Thermoplastic Applications



SIGRAFIL C30 T050 TP1 is a 50k carbon fiber tow for continuous carbon fiber reinforced thermoplastics. Thanks to a tailor-made sizing system, the high level of stability and strength of the carbon fiber can be transferred in its entirety to the components with thermoplastic matrix. The carbon fiber tow is specially designed for a high interface performance to thermoplastic matrices. The carbon fiber tow has a good spreading behavior for textile processes and can be used for several thermoplastic production process chains.

Mechanical performance driven by sizing technology



Key benefits

- ▶ High tensile strength
- ▶ Excellent mechanical performance in thermoplastic matrices
- ▶ Very good impregnation behavior in several thermoplastic processes
- ▶ Low levels of twist/false twist
- ▶ Good spreading behavior
- ▶ Low areal weight achievable
- ▶ Ease of handling in textile processing

Applications

- ▶ Unidirectional textiles
- ▶ Thermoplastic tapes and organic sheets
- ▶ Long fiber reinforced thermoplastics (LFT's)
- ▶ Hybrid yarns

Broad Base. Best Solutions.



Material data		
Properties	Unit	Data
Number of filaments		50k
Tensile strength	GPa/ksi	4.0/580
Tensile modulus	GPa/ksi	240/35
Elongation at break	%	1.7
Filament diameter	µm	7
Density	g/cm ³	1.80
Compatible matrices		Various (preferably polyamides)

® registered trademarks of SGL CARBON SE

02 2014/0.5 E Printed in Germany

This information is based on our present state of knowledge and is intended to provide general notes on our products and their uses. It should therefore not be construed as guaranteeing specific properties of the products described or their suitability for a particular application. Any existing industrial property rights must be observed. The quality of our products is guaranteed under our "General Conditions of Sale".

Carbon Fibers & Composite Materials | SGL TECHNOLOGIES GmbH
 Sales Europe | Phone +49 8271 83-2160 | compositematerials@sglgroup.com
 Sales Americas | Phone +1 310 970-5452 | carbonfibers@hitco.com
 Sales Asia/Pacific | Phone +86 21 5211-0333 | sales-cfc@sglgroup.com
www.sglgroup.com



Ficha técnica do polipropileno ICORENE® 4014



ICORENE® 4014 Polypropylene Copolymer

Product Description

ICORENE® 4014 is a polypropylene copolymer that has been specifically developed for rotational moulding.

ICORENE® 4014 is UV stabilised and suitable for applications requiring high stiffness and high temperature resistance.

(ICORENE® PPCO14/RM)

General

Material Status	• Commercial: Active		
Availability	• Asia Pacific		
Additive	• UV Stabilizer		
Features	• Good UV Resistance	• High Heat Resistance	• High Stiffness
Uses	• Automotive Under the Hood		
Appearance	• Natural Color	• Unspecified Color	
Forms	• Powder		
Processing Method	• Rotational Molding		

Physical	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Density	0.900 g/cm ³	0.900 g/cm ³	ASTM D1505
Melt Mass-Flow Rate (MFR) (230°C/2.16 kg)	15 g/10 min	15 g/10 min	ASTM D1238

Mechanical	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Tensile Strength (Yield)	3480 psi	24.0 MPa	ASTM D638
Flexural Modulus	167000 psi	1150 MPa	ASTM D790

Thermal	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Deflection Temperature Under Load 66 psi (0.45 MPa), Unannealed	194 °F	90.0 °C	ASTM D648

Anexo B. Propriedades dos *towpregs*

Resultados das pesagens e cálculo do teor mássico de *towpreg*

Tabela B.21 - Peso das amostras e teor mássico por condição

Condição	Amostra	Peso [g/m]			Teor Mássico de PP (%)
		da Fibra	da Amostra	de PP	
1 e 8	1.1	3,3	4,65	1,35	29,0
	1.2		5,55	2,25	40,5
	1.3		4,70	1,40	29,8
	1.4		4,84	1,54	31,8
	1.5		5,71	2,41	42,2
	1.6		4,43	1,13	25,5
	1.7		4,99	1,69	33,8
	1.8		5,66	2,36	41,7
	1.9		4,68	1,38	29,5
	1.10		4,83	1,53	31,7
Média			5,00	1,70	33,6
Desvio Padrão					5,9

2	2.1	3,3	4,41	1,11	25,2
	2.2		4,75	1,45	30,5
	2.3		4,66	1,36	29,2
	2.4		4,83	1,53	31,7
	2.5		4,6	1,30	28,3
	2.6		4,43	1,13	25,5
	2.7		4,71	1,41	29,9
	2.8		4,69	1,39	29,6
	2.9		4,19	0,89	21,2
	2.10		4,82	1,52	31,5
Média			4,61	1,31	28,3
Desvio Padrão					3,3

3	3.1	3,3	4,72	1,42	30,1
	3.2		3,95	0,65	16,5
	3.3		3,84	0,54	14,1
	3.4		4,59	1,29	28,1
	3.5		4,04	0,74	18,3
	3.6		4,69	1,39	29,6
	3.7		3,91	0,61	15,6
	3.8		3,73	0,43	11,5
	3.9		4,20	0,90	21,4
	3.10		3,88	0,58	15,0
Média			4,16	0,86	20,0
Desvio Padrão					6,9

4	4.1	3,3	4,53	1,23	27,2
	4.2		4,84	1,54	31,8
	4.3		4,73	1,43	30,2
	4.4		4,84	1,54	31,8
	4.5		4,94	1,64	33,2
	4.6		4,45	1,15	25,9
	4.7		5,11	1,81	35,4
	4.8		3,94	0,64	16,2
	4.9		4,44	1,14	25,7
	4.10		4,26	0,96	22,5
Média			4,61	1,31	28,0
Desvio Padrão					5,7

Ótima (Experiência de Confirmação)	conf.1	3,3	6,02	2,72	45,2
	conf.2		5,81	2,51	43,2
	conf.3		5,12	1,82	35,6
	conf.4		4,85	1,55	32,0
	conf.5		4,56	1,26	27,6
	conf.6		5,23	1,93	36,9
	conf.7		4,79	1,49	31,1
	conf.8		5,65	2,35	41,6
	conf.9		5,43	2,13	39,2
	conf.10		5,30	2,00	37,7
Média			5,28	1,98	37,0
Desvio Padrão					5,6

Produção (após transporte e enrolamento em <i>rovings</i>)	Série1.1	3,3	4,31	1,01	23,4
	Série1.2		4,87	1,57	32,2
	Série1.3		5,12	1,82	35,5
	Série1.4		4,59	1,29	28,1
	Série1.5		4,61	1,31	28,4
	Série2.1		5,00	1,70	34,0
	Série2.2		4,49	1,19	26,5
	Série2.3		4,43	1,13	25,5
	Série2.4		5,60	1,30	28,3
	Série3.1		4,43	1,13	25,6
	Série3.2		4,63	1,33	28,8
	Série3.3		4,31	1,01	23,4
	Série3.4		4,42	1,12	25,3
	Média			4,60	1,30
Desvio Padrão					3,8

5	5.1	3,3	4,71	1,41	29,9
	5.2		4,55	1,25	27,5
	5.3		4,26	0,96	22,5
	5.4		4,66	1,36	29,2
	5.5		5,26	1,96	37,3
	5.6		4,85	1,55	32,0
	5.7		4,26	0,96	22,5
	5.8		5,22	1,92	36,8
	5.9		4,87	1,57	32,2
	5.10		5,17	1,87	36,2
Média			4,78	1,48	30,6
Desvio Padrão					5,4

6	6.1	3,3	4,34	1,04	24,0
	6.2		4,36	1,06	24,3
	6.3		5,16	1,86	36,1
	6.4		4,75	1,45	30,5
	6.5		4,55	1,25	27,5
	6.6		4,38	1,08	24,7
	6.7		4,56	1,26	27,6
	6.8		4,06	0,76	18,7
	6.9		4,87	1,57	32,2
	6.10		4,44	1,14	25,7
Média			4,55	1,25	27,1
Desvio Padrão					4,9

7	7.1	3,3	4,48	1,18	26,3
	7.2		4,14	0,84	20,3
	7.3		4,87	1,57	32,2
	7.4		4,66	1,36	29,9
	7.5		4,67	1,37	29,3
	7.6		4,89	1,59	32,5
	7.7		4,84	1,54	31,8
	7.8		4,26	0,96	22,5
	7.9		4,67	1,37	29,3
	7.10		4,35	1,05	24,1
Média			4,58	1,28	27,8
Desvio Padrão					4,3

Anexo C. Propriedades dos compósitos

Ensaio de Flexão

Tabela C.22 - Dimensões dos provetes e resultados obtidos nos ensaios de flexão

Provete	Dimensões (em mm)									Tensão Máxima (MPa)	Módulo à Flexão (GPa)
	L	t ₁	t ₂	t ₃	b ₁	b ₂	b ₃	\bar{t}	\bar{b}		
FC/PP_Flexão_8.1	100	2,01	2,03	2,04	19,46	19,39	19,33	2,03	19,39	179,714	76,762
FC/PP_Flexão_8.2		2,00	2,04	2,06	19,37	19,34	19,43	2,03	19,38	184,464	77,647
FC/PP_Flexão_8.3		2,00	2,01	2,03	19,27	19,18	19,21	2,01	19,22	164,051	71,144
FC/PP_Flexão_8.4		2,01	1,98	1,97	19,07	19,08	19,00	1,99	19,05	173,378	74,757
FC/PP_Flexão_8.5		2,02	1,97	2,02	19,35	19,21	19,32	2,00	19,29	157,833	68,719
								Média		171,888	73,806
								Desvio Padrão		10,961	3,787
FC/PP_Flexão_9.1	100	2,00	2,02	2,01	19,31	19,42	19,18	2,01	19,30	147,991	64,008
FC/PP_Flexão_9.2		2,05	2,04	2,01	19,47	19,35	19,33	2,03	19,38	129,803	51,261
FC/PP_Flexão_9.3		2,03	2,03	2,04	19,69	19,48	19,49	2,03	19,55	174,367	73,599
FC/PP_Flexão_9.4		2,05	2,01	2,01	19,51	19,41	19,25	2,02	19,39	151,665	67,239
FC/PP_Flexão_9.5		2,05	2,00	2,03	19,70	19,62	19,44	2,03	19,59	134,525	68,663
onde,								Média		147,670	64,954
L – comprimento								Desvio Padrão		17,470	8,398

t_i – espessura lida na medição i, com i = 1, 2, 3, que são as três medições em pontos distintos ao longo do provete

b_i – largura lida na medição i, com i = 1, 2, 3.

\bar{t} – média das medições t_i

\bar{b} – média das medições b_i.

Curvas obtidas nos ensaios de flexão

Amostra 8.1

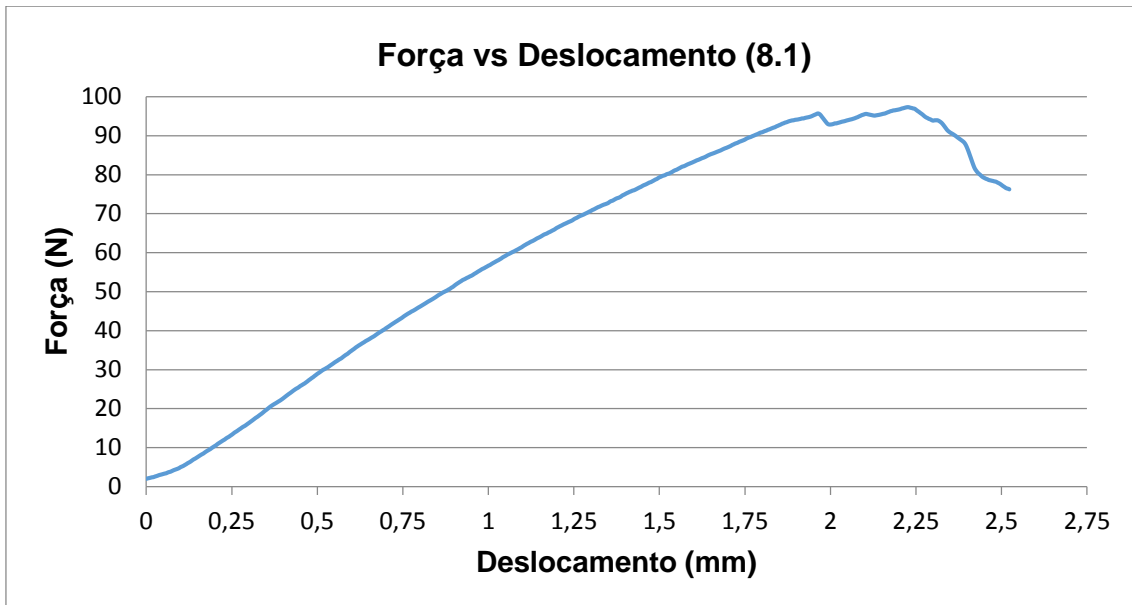


Figura C.21 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.1

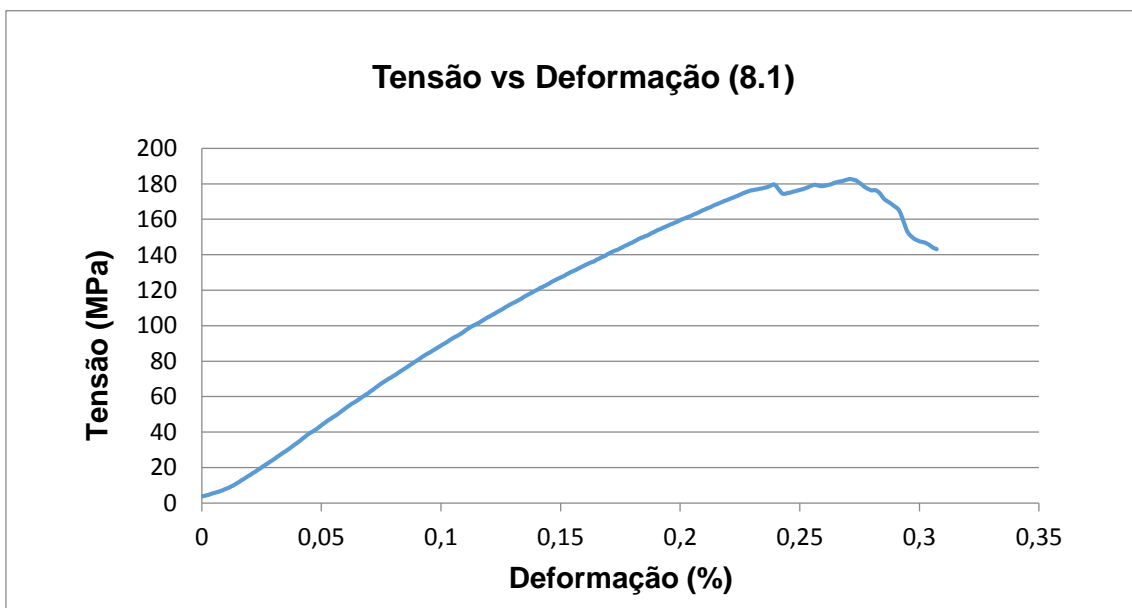


Figura C.22 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.1

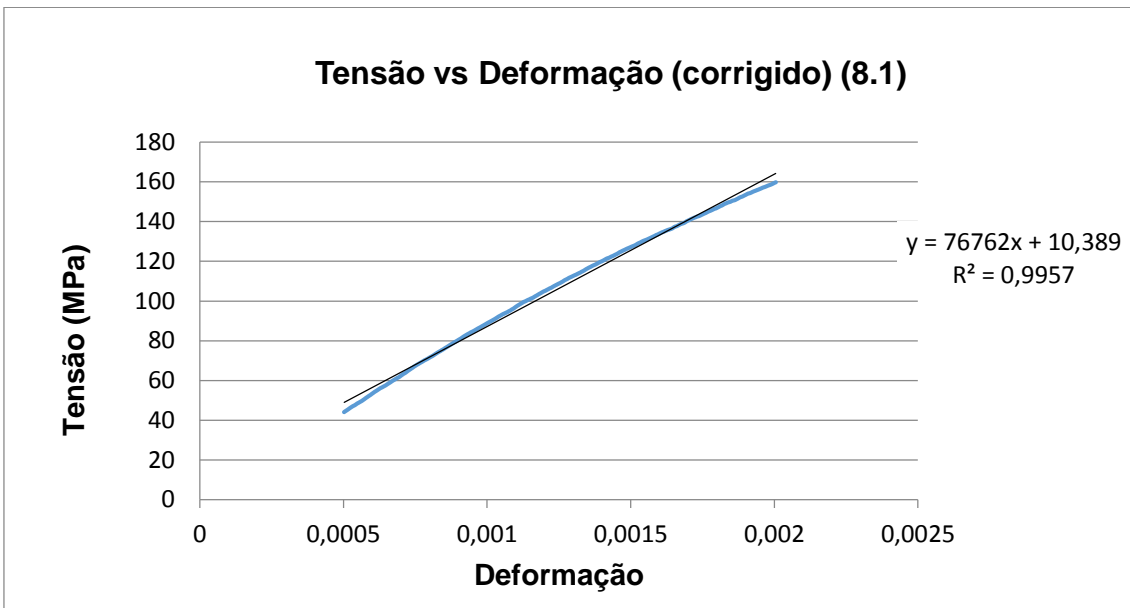


Figura C.23 - Curva Tensão - Deformação (corrigido) para a amostra 8.1

Amostra 8.2

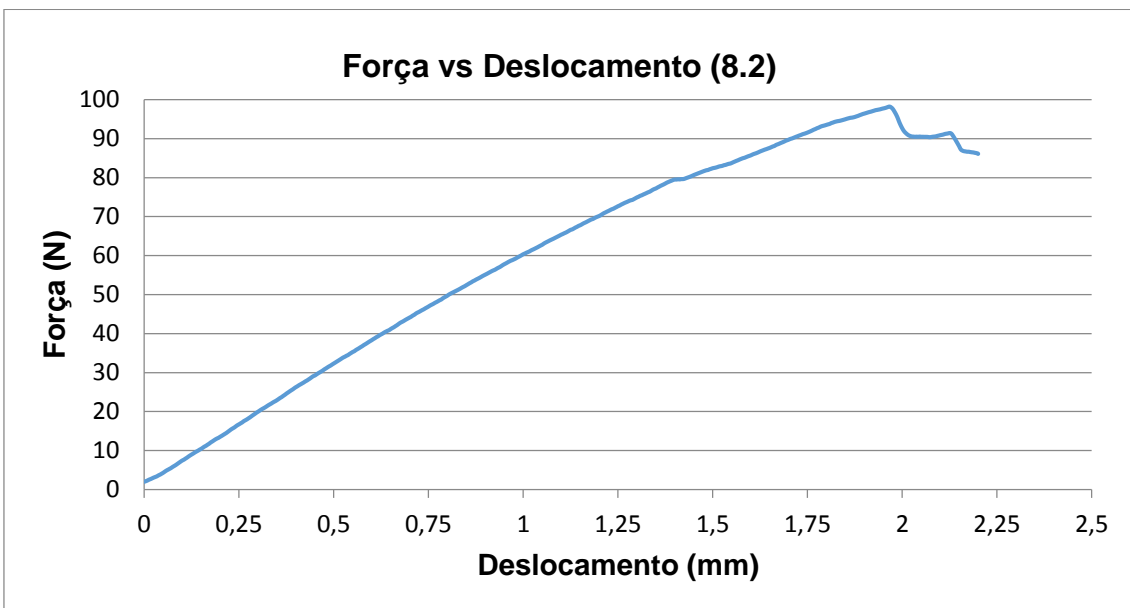


Figura C.24 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.2

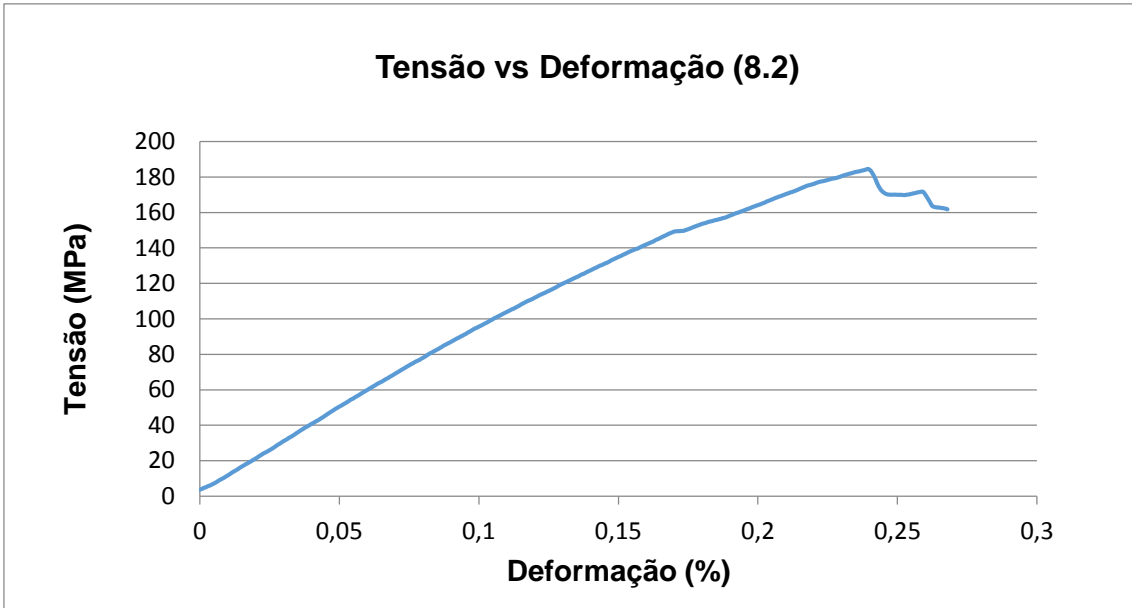


Figura C.25 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.2

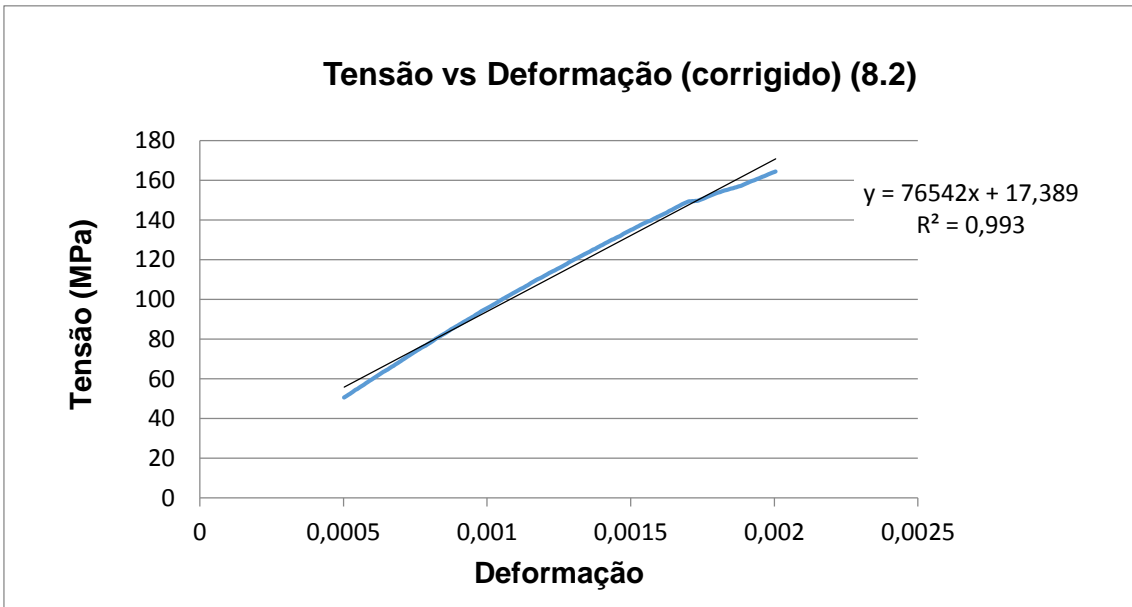


Figura C.26 - Curva Tensão - Deformação (corrigido,) para a amostra 8.2

Amostra 8.3

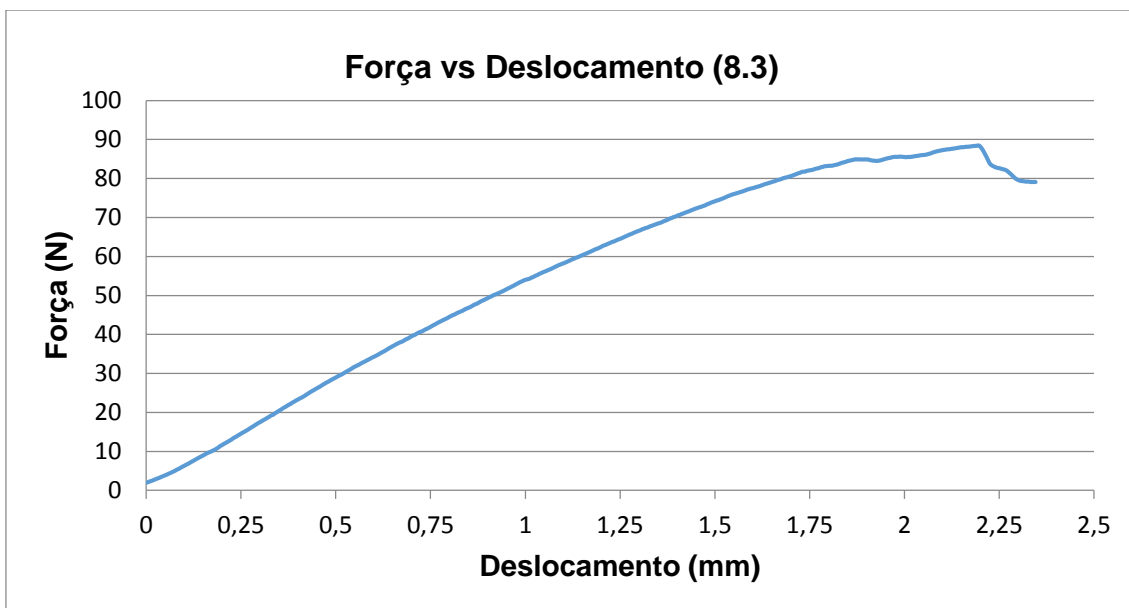


Figura C.27 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.3

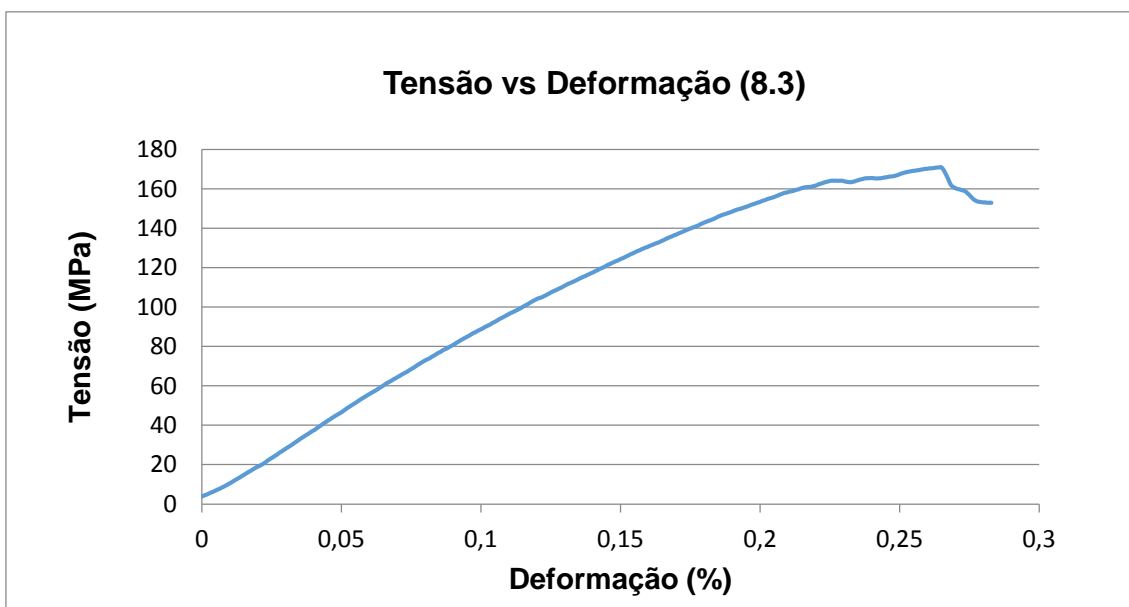


Figura C.28 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.3

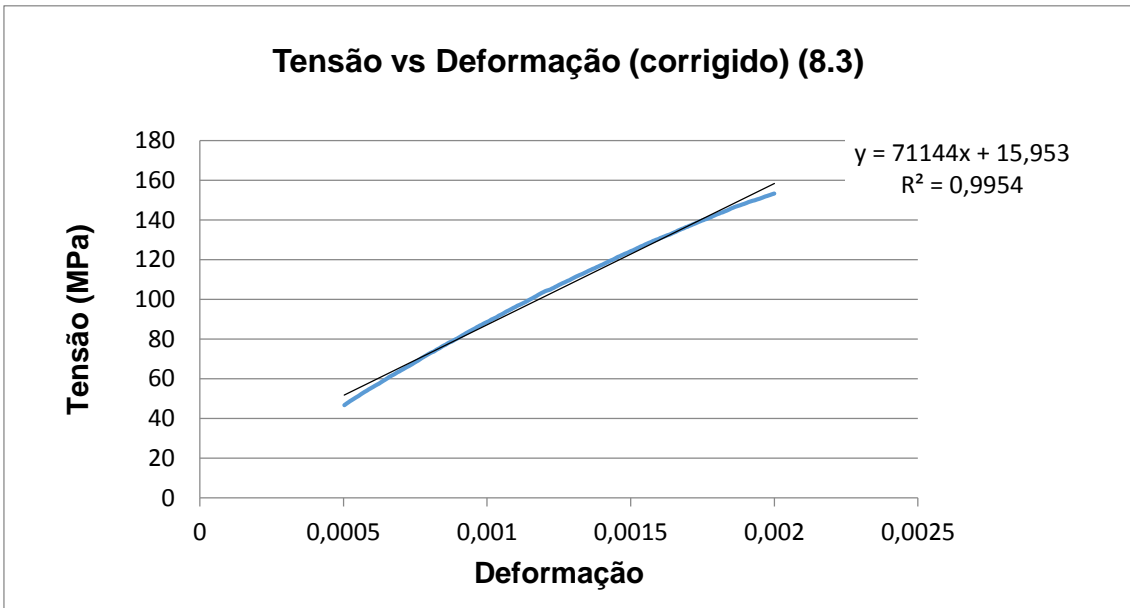


Figura C.29 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 8.3

Amostra 8.4

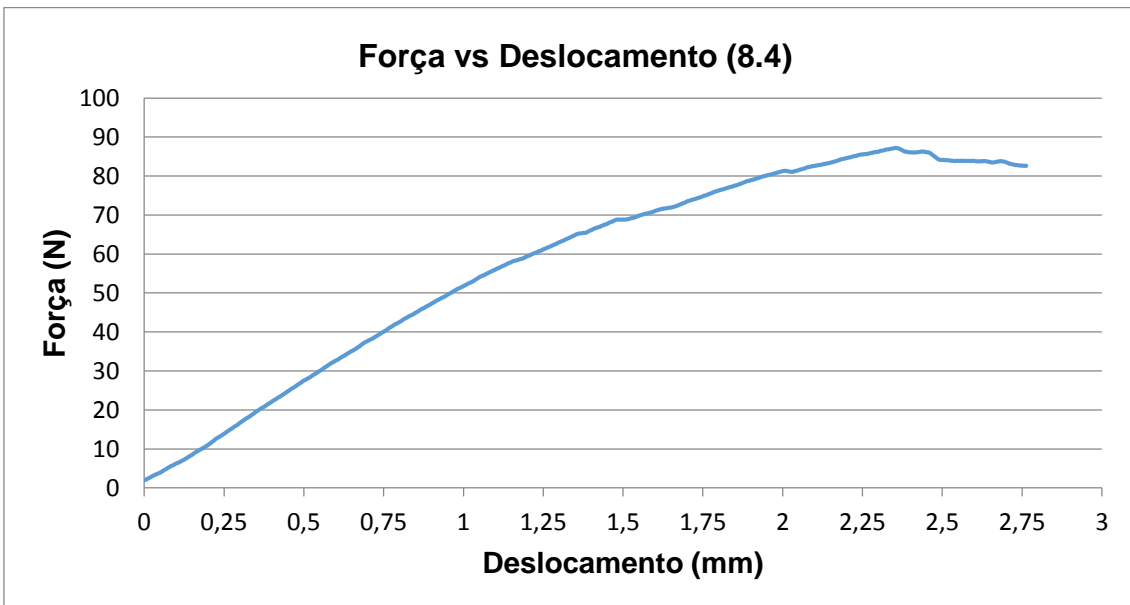


Figura C.30 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.4

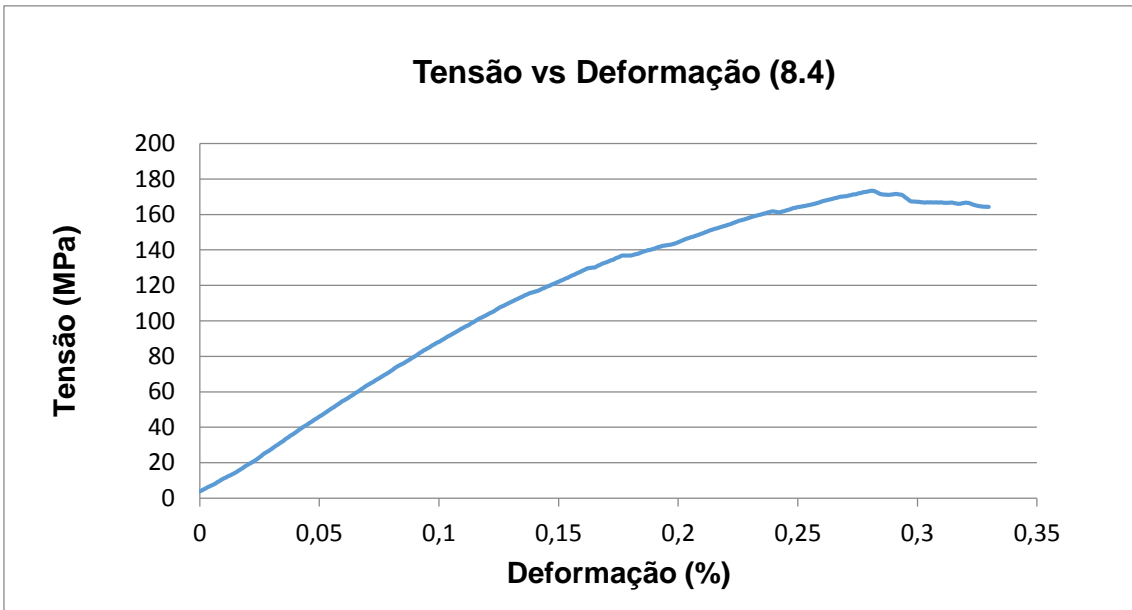


Figura C.31 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.4

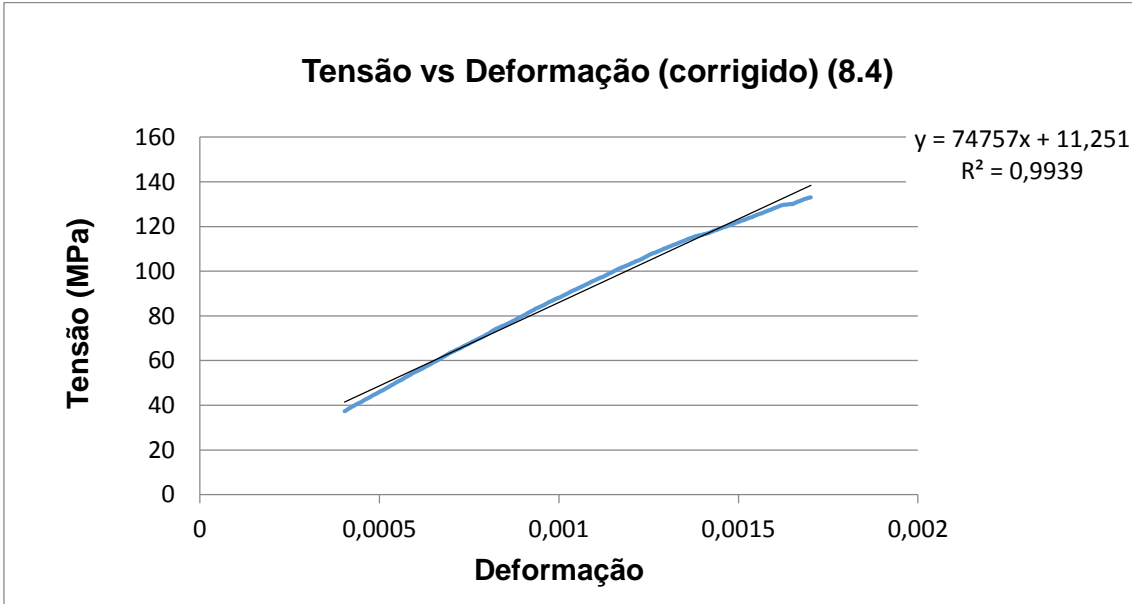


Figura C.32 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 8.4

Amostra 8.5

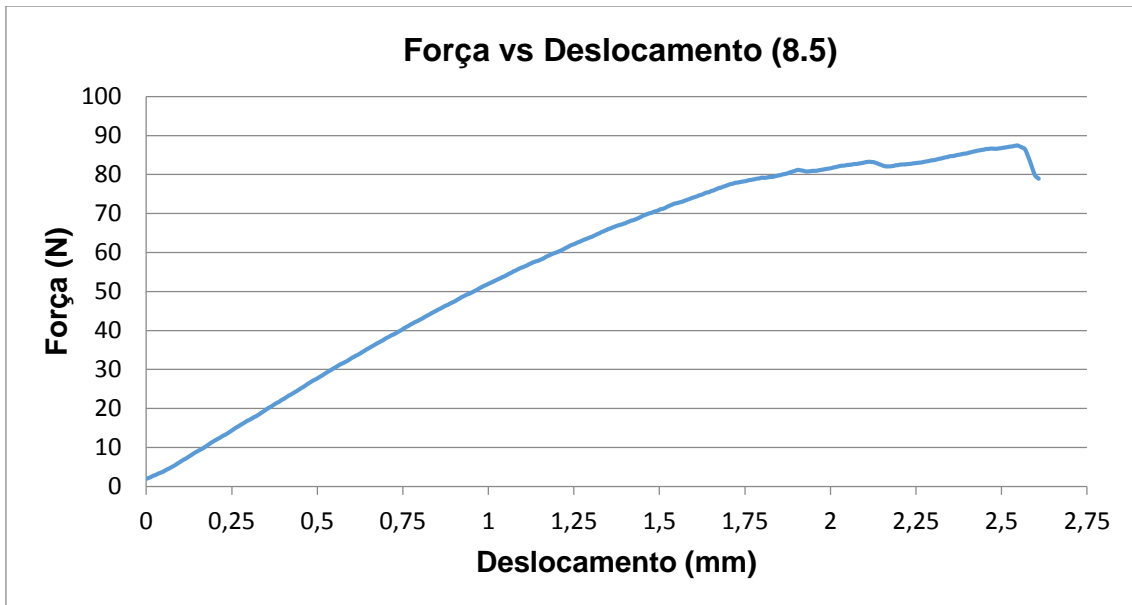


Figura C.33 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 8.5

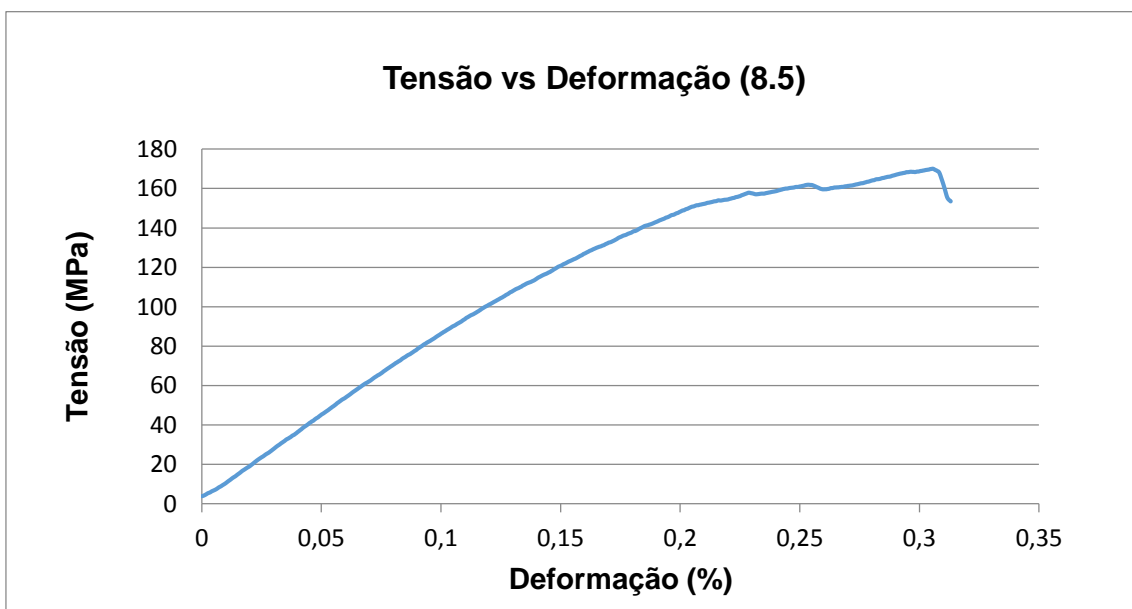


Figura C.34 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 8.5

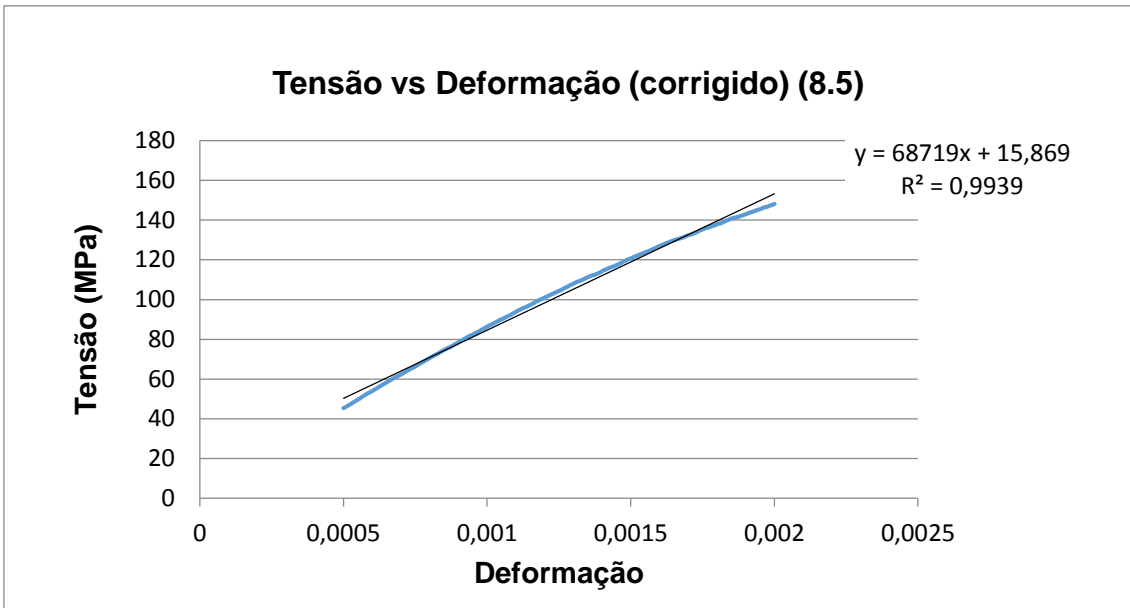


Figura C.35 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 8.5

Amostra 9.1

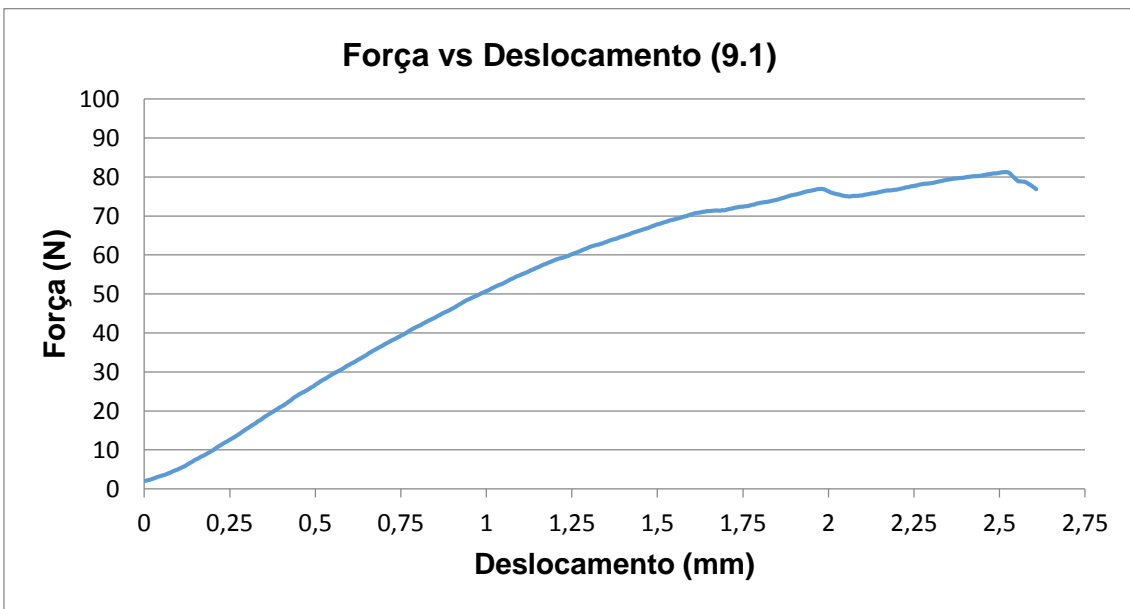


Figura C.36 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.1

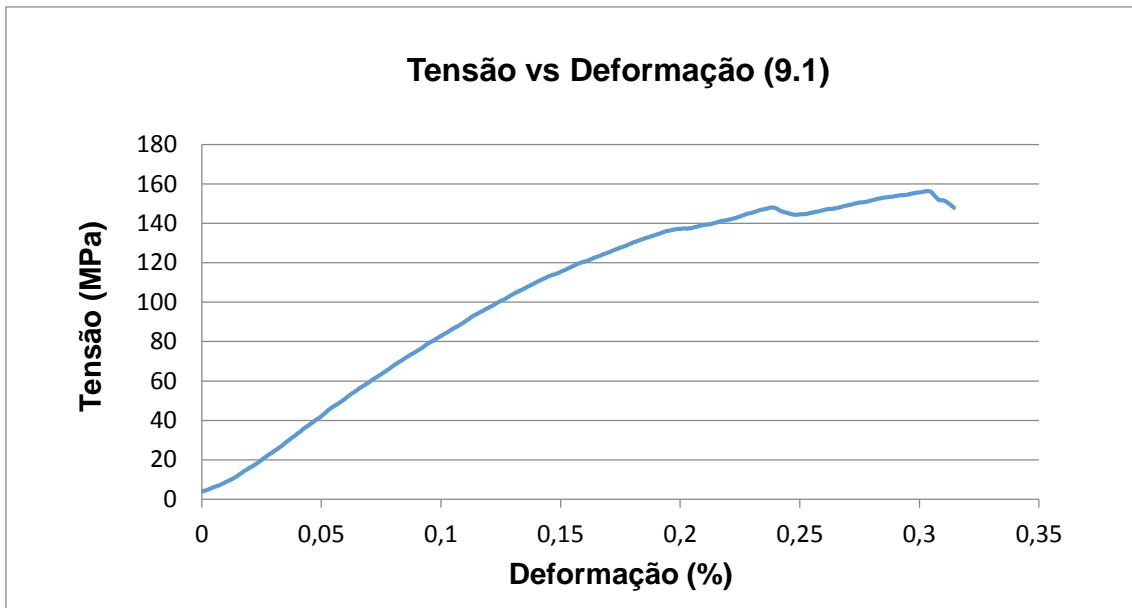


Figura C.37 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.1

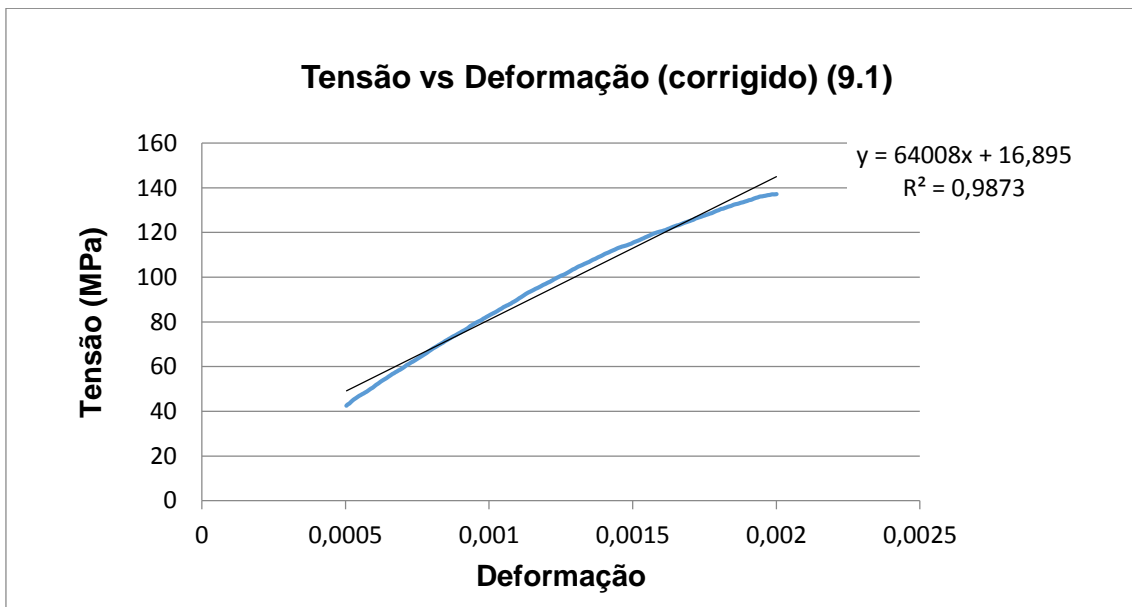


Figura C.38 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.1

Amostra 9.2

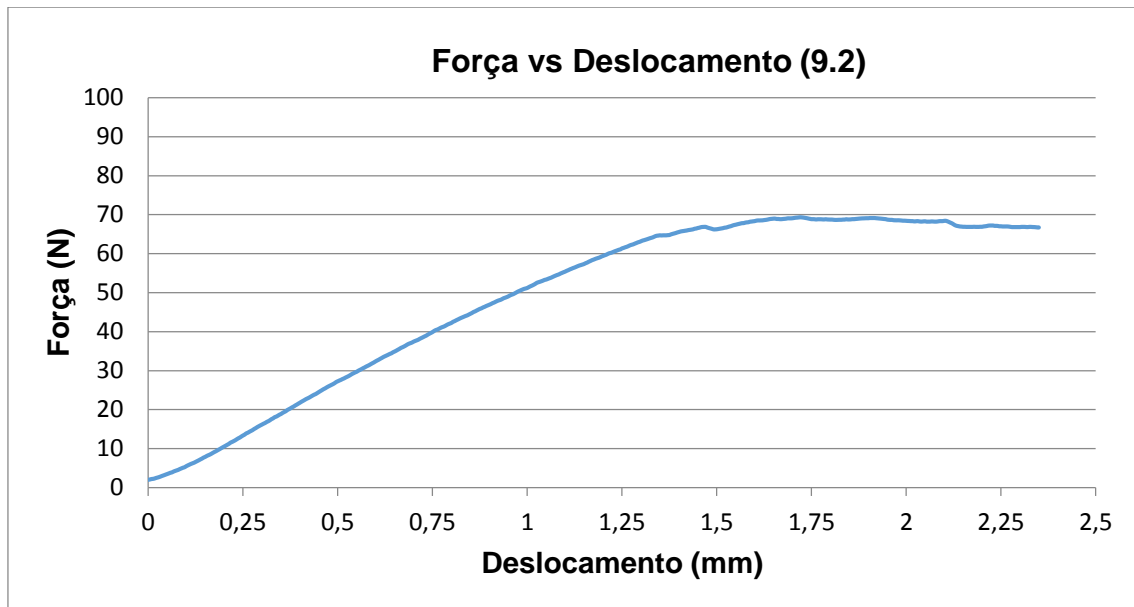


Figura C.39 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.2

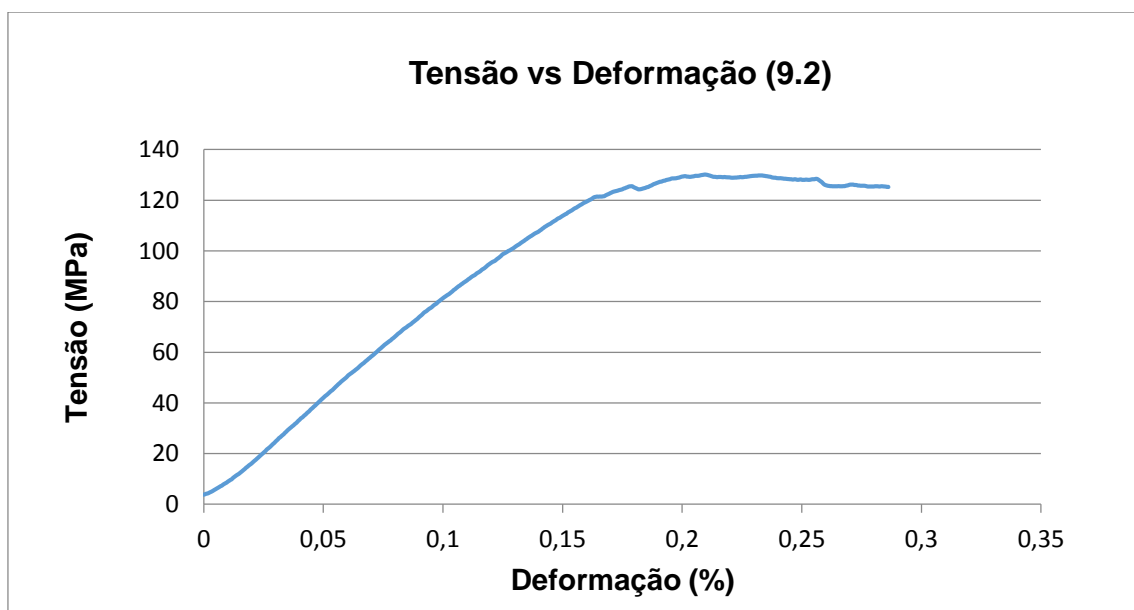


Figura C.40- Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.2

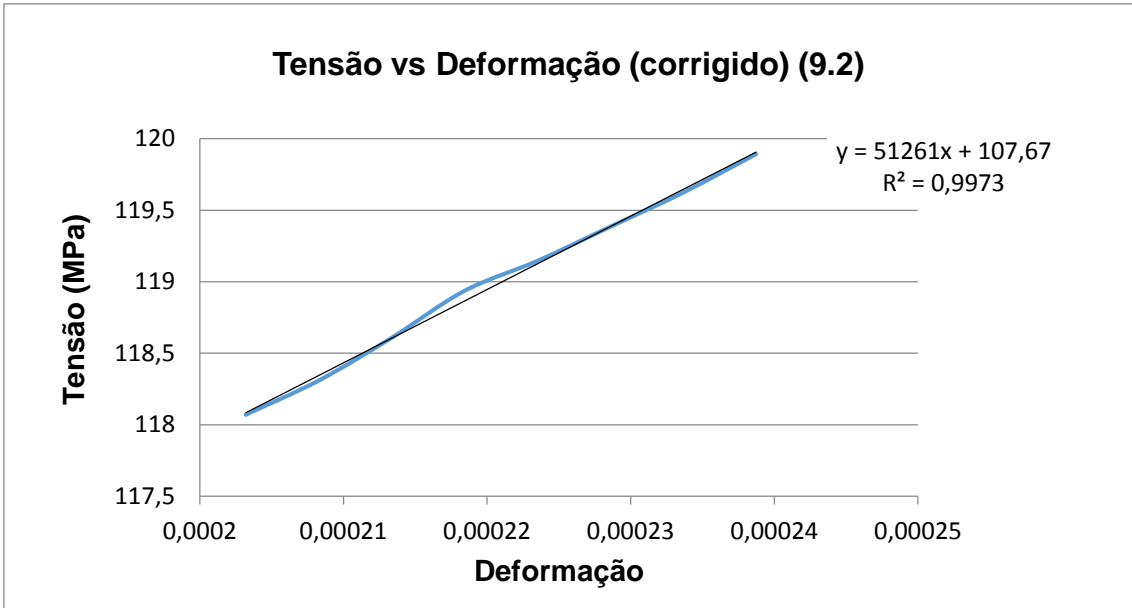


Figura C.41 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.2

Amostra 9.3

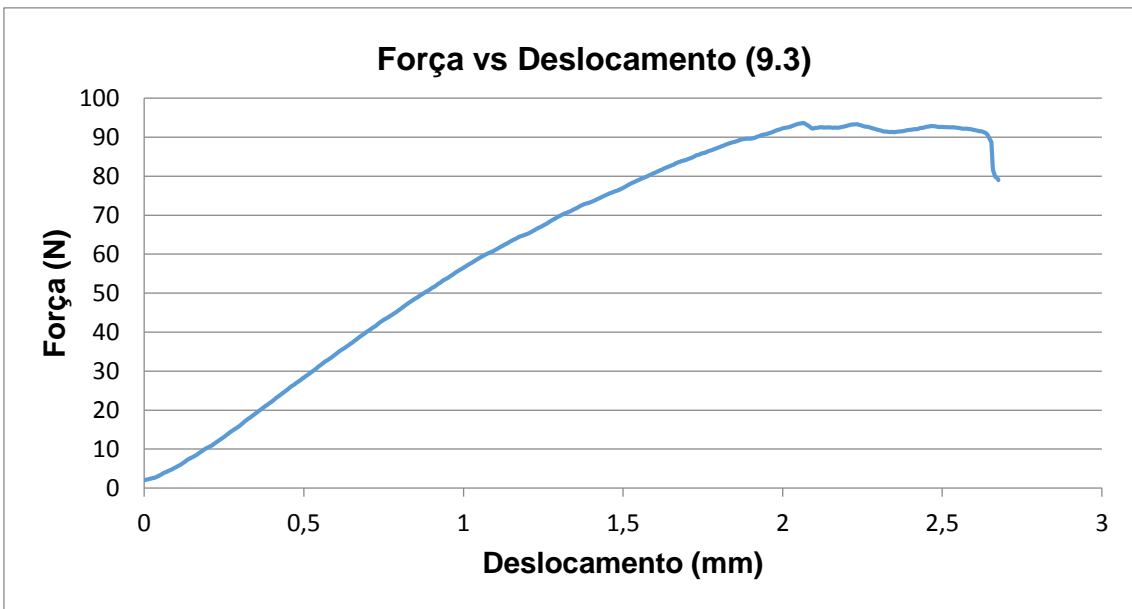


Figura C.42 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.3

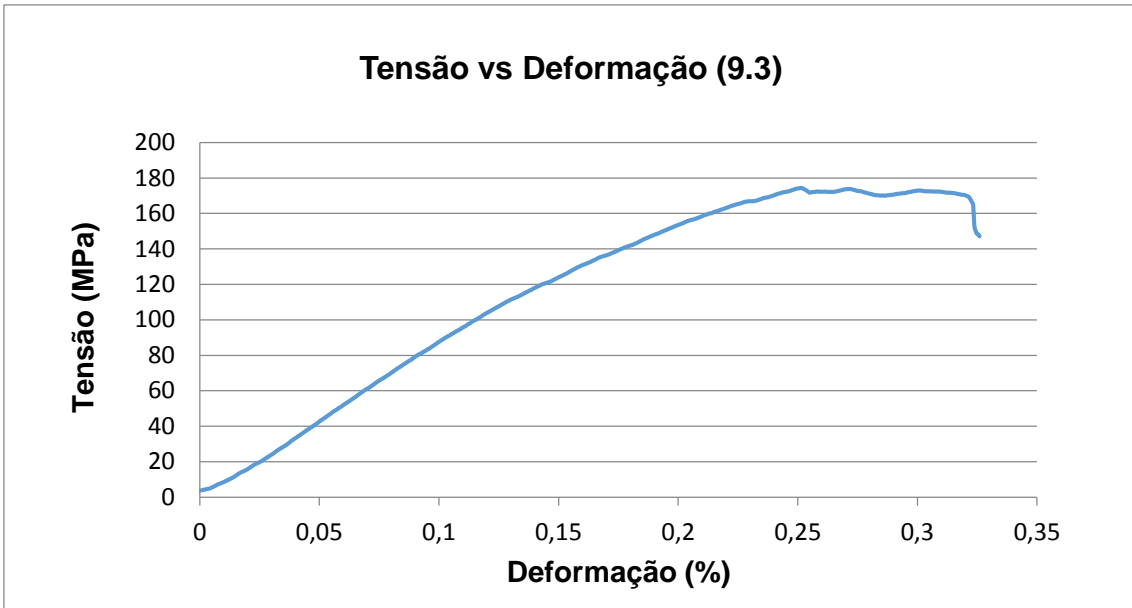


Figura C.43 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.3

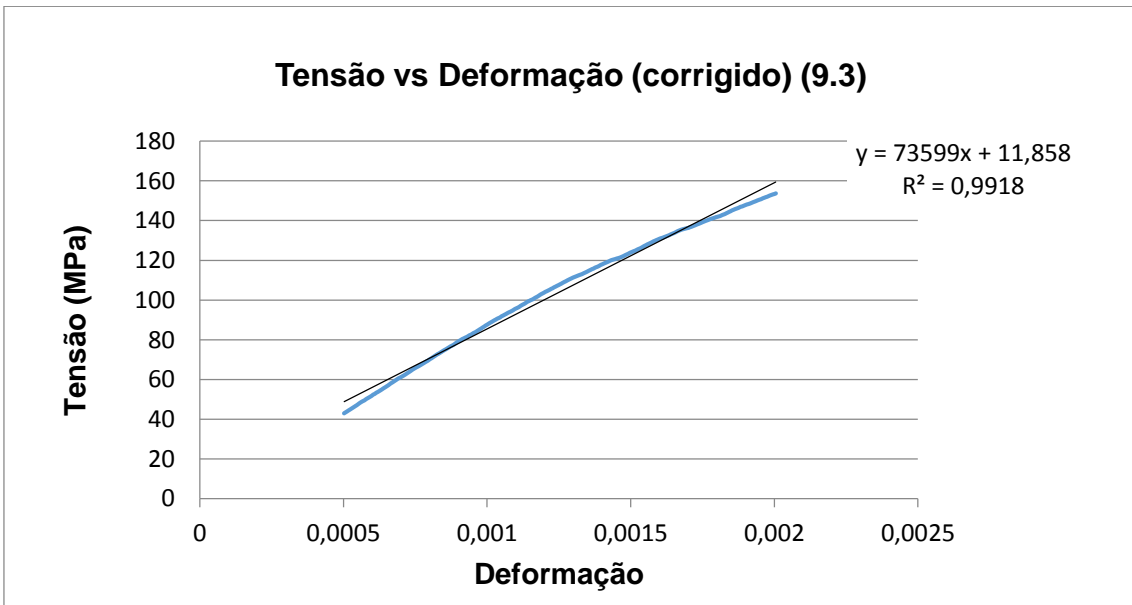


Figura C.44 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.3

Amostra 9.4

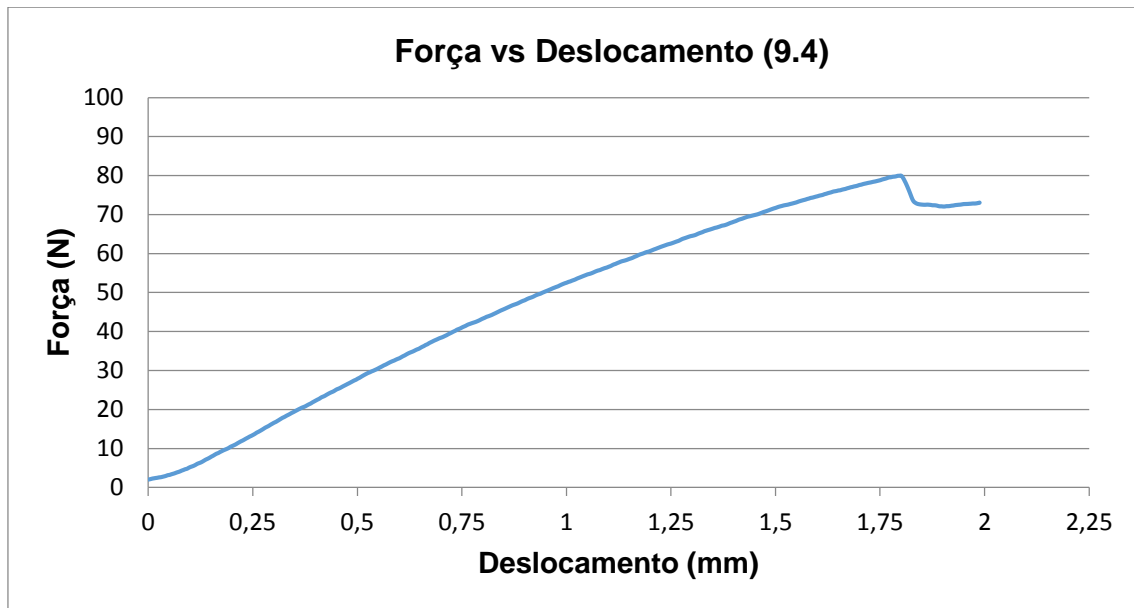


Figura C.45 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.4

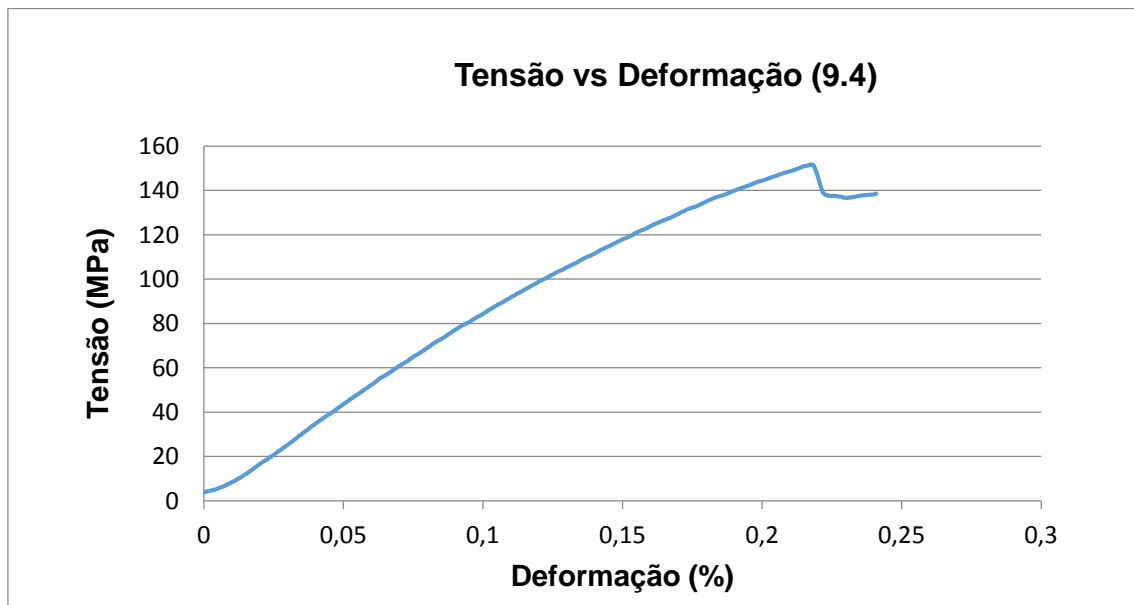


Figura C.46 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.4

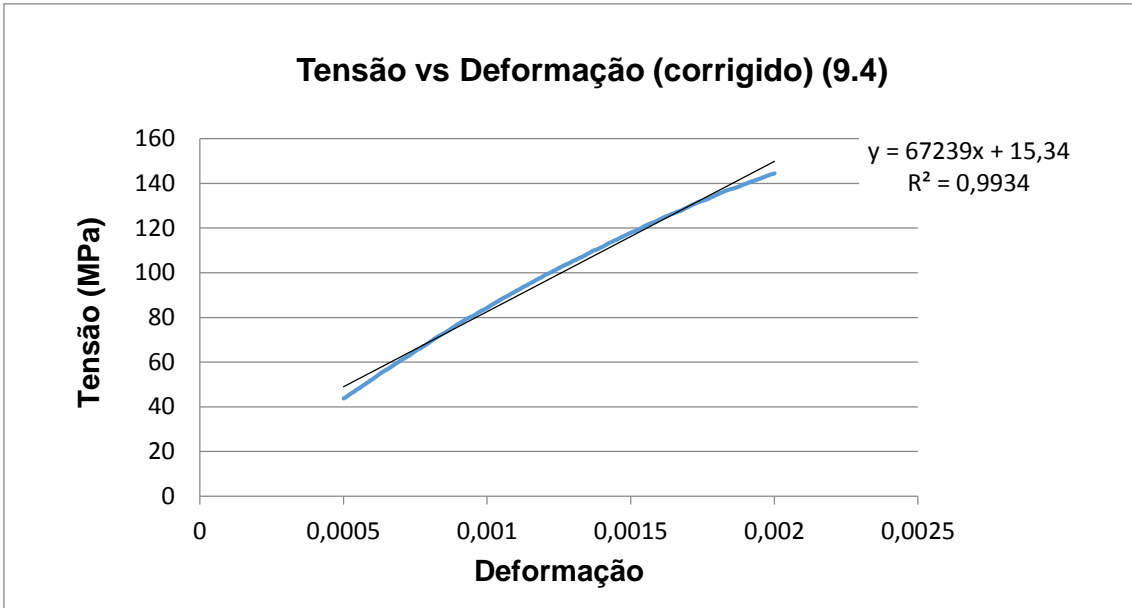


Figura C.47 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.4

Amostra 9.5

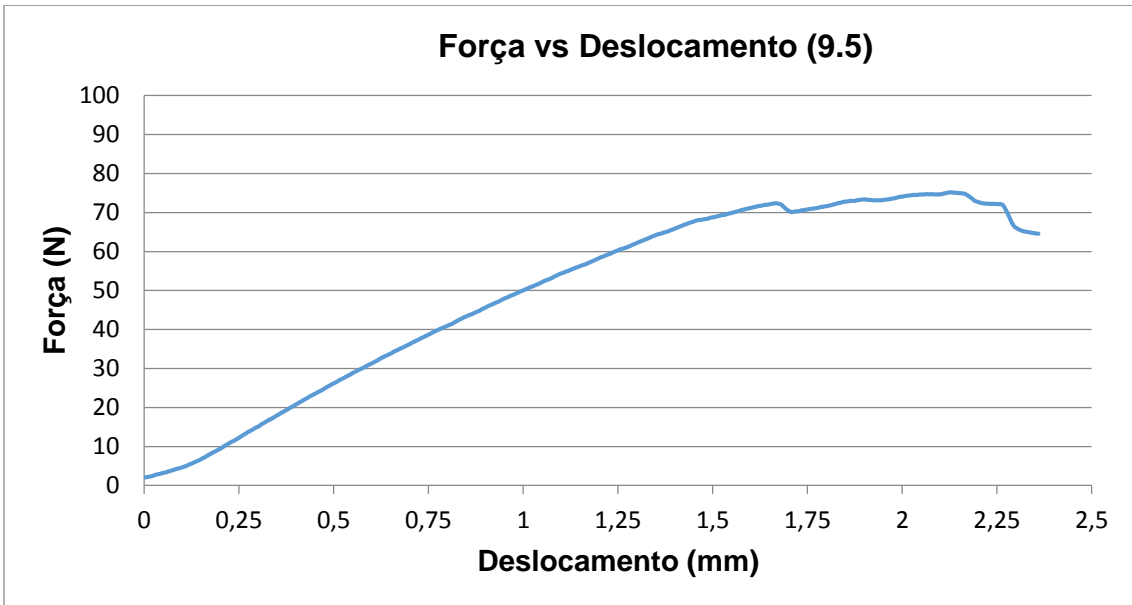


Figura C.48 - Curva Força - Deslocamento para a amostra 9.5

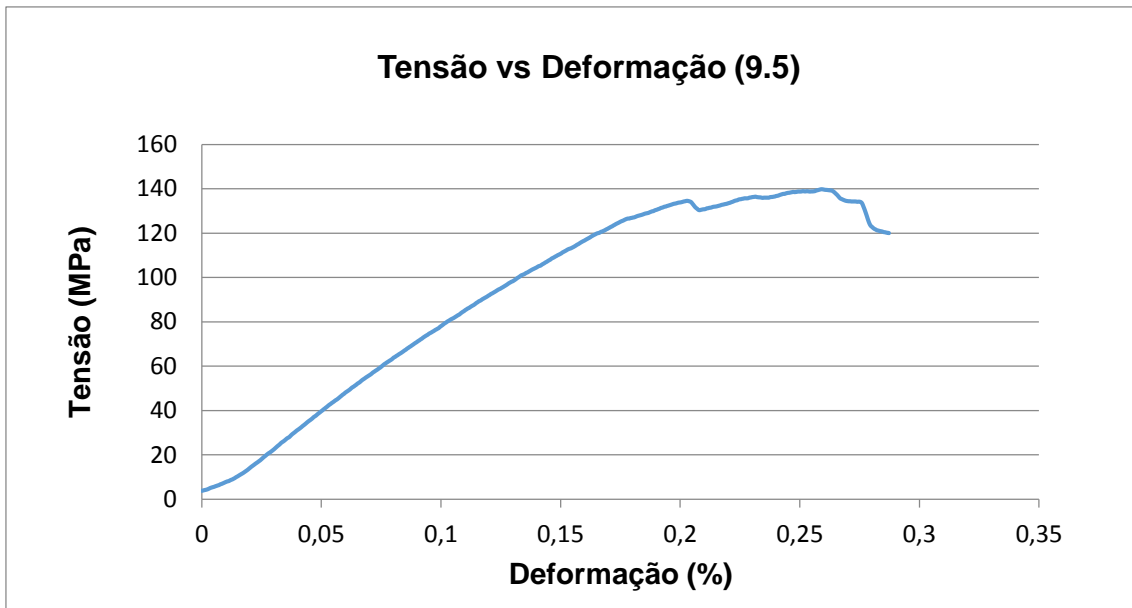


Figura C.49 - Curva Tensão - Deformação para a amostra 9.5

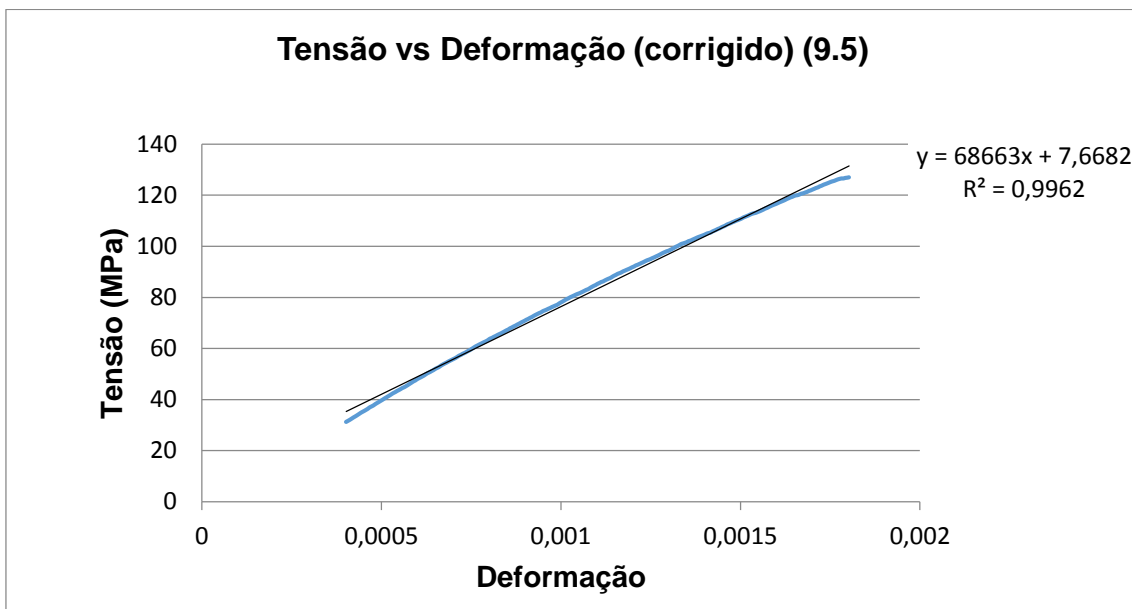


Figura C.50 - Curva Tensão - Deformação (corrigido), para a amostra 9.5

Ensaio de Calcinação

Tabela C.23 - Resultados obtidos do ensaio de calcinação e do cálculo dos teores mássicos

Condição	Amostra	Valores obtidos			Valores calculados	
		m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Teor mássico de fibra (%)	Teor mássico de polímero (%)
8	8.6	22,3649	26,4304	25,2688	71,4	28,6
	8.7	24,4785	27,7479	26,7963	70,9	29,1
9	9.6	20,7137	25,0664	23,9934	75,3	24,7
	9.7	24,9948	28,7364	27,8160	75,4	24,6