



# Produção de Pré-impregnados de Matriz Termoplástica e Fibras de Carbono: Transformação por Pultrusão e Compressão a Quente

PURIA ESFANDIARI

Outubro de 2017

**PRODUÇÃO DE PRÉ-IMPREGNADOS DE MATRIZ  
TERMOPLÁSTICA E FIBRAS DE CARBONO:  
TRANSFORMAÇÃO POR PULTRUSÃO E COMPRESSÃO A QUENTE**

Púria Esfandiari

**2016 - 2017**

Instituto Superior de Engenharia do Porto  
Departamento de Engenharia Mecânica



POLITÉCNICO  
DO PORTO

isep

## **MATERIAIS COMPÓSITOS DE MATRIZ TERMOPLÁSTICA**

Púria Esfandiari  
1110821

Dissertação apresentada ao Instituto Superior de Engenharia do Porto para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, realizada sob a orientação do Professor Doutor João Francisco Machado Gomes da Silva

**2016-2017**

Instituto Superior de Engenharia do Porto  
Departamento de Engenharia Mecânica





# JÚRI

**Presidente**

**Orientador**

**Coorientador**

**Arguente**



## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar aproveito para dedicar este trabalho às duas pessoas mais importantes da minha vida, os meus pais, Hamid e Afsaneh.

Um agradecimento especial ao meu orientador, o Professor Doutor João Francisco Machado Gomes da Silva, por ter aceite o meu pedido de orientação, por transmitir todos os conhecimentos e sabedoria que possui e pela sua simpatia e amizade que não escassearam ao longo da elaboração deste trabalho.

Ao meu coorientador, o Professor Paulo Jorge da Costa Parente Novo, pela amizade e por todo o trabalho e esforço dedicado.

Ao Professor Rui Manuel Fazenda Silva e a toda a equipa da Gislotica, por terem tornado possível a realização deste trabalho.

Agradeço à comunidade do Departamento de Engenharia Mecânica do ISEP, especialmente aos docentes e técnicos dos laboratórios pelo apoio, simpatia e amizade que tiveram comigo.

Finalmente quero agradecer a todos os meus amigos, em especial ao César Guimarães e ao Tiago Figueiró por terem estado presentes nos bons e maus momentos durante a realização desta dissertação.

*“Nessa encruzilhada do desejo e da necessidade, não deixes nada:  
não voltarás lá nunca mais.”*

Omar Khayyam

## PALAVRAS CHAVE

Materiais Compósitos; Matriz Termoplástica; Fibra de Carbono; Polipropileno; Pré-impregnado; Pultrusão; Compressão a quente; Perfil Compósito; Laminado Compósito Termoplástico

## RESUMO

Os materiais compósitos de matriz termoplástica vêm criar novos desafios de engenharia ao nível dos processos de fabrico quando comparados com os de matriz termoendurecível. Pelas suas propriedades mecânicas, tempos de ciclo e por questões ambientais torna-se útil estudar e evoluir o universo dos compósitos na direção dos termoplásticos.

A evolução da utilização destes materiais na última década tem sido notória, fruto do conhecimento e investigação que tem vindo a ser realizada. A elevada viscosidade dos termoplásticos quando comparados com os termoendurecíveis traz novos desafios ao nível do fabrico, pela dificuldade de impregnação das fibras pela matriz. Com a evolução da tecnologia e conhecimento dos materiais vão-se implementando melhorias de forma a viabilizar a utilização destes compósitos.

Nesta dissertação produziu-se pré-impregnados de matriz termoplástica por um processo inovador de deposição de polímero em pó sobre as fibras, que dá origem ao *towpreg*. Seguidamente transformou-se o *towpreg* pelo processo de pultrusão dando origem a perfis em compósito de matriz termoplástica, e estudou-se os efeitos da transformação por compressão a quente nesses mesmos perfis.

Os perfis compósitos fabricados por pultrusão e compressão a quente foram sujeitos a ensaios de calcinação, flexão e corte interlaminar para conhecer os teores de fibra e a qualidade da consolidação. Pelos resultados obtidos tornou-se notório que por compressão a quente existia uma melhoria significativa da consolidação, especialmente por ser possível diminuir o teor em vazios. De forma a aumentar a produtividade no fabrico destes compósitos, trabalhou-se com fibras de elevado Tex e velocidades elevadas no processo de pultrusão.



**KEYWORDS**

*Composite Materials; Thermoplastic Matrix; Carbon Fibre; Fibre; Polypropylene; Prepreg; Pultrusion; Hot Compression Moulding; Composite Profile; Thermoplastic Composite Laminate.*

**ABSTRACT**

*The use of thermoplastic matrix composites creates new engineering challenges concerning the manufacturing process when compared with the thermoset composites. Due to its mechanical proprieties, cycle of manufacture times and environmental issues, it becomes useful to study and evolve the universe of composites in the direction of thermoplastics.*

*In the last decade, the evolution regarding the use of these materials has been notorious due to the knowledge and investigation that has been carried out. The high viscosity of the thermoplastics when compared with the thermoset polymers, brings new challenges in the processing of composites, especially in the process of impregnating the fibers in the matrix. With the evolution of technology and knowledge, improvements have been implemented to make feasible the use of these composites.*

*In this dissertation, thermoplastic matrix prepregs were produced by a ground-breaking process of powder deposition in fibers, which created towpreg. The towpreg was then transformed by pultrusion, resulting in a thermoplastic matrix composite profile, then those profiles were transformed by hot compression moulding and the effects of these processes were studied.*

*The composites manufactured by pultrusion and compression moulding were then tested with a series of calcination, bending and interlaminar tests to know the fibre content and the quality of consolidation. From the results obtained, it became apparent that by hot compression moulding there was significant improvement of the consolidation, especially since it is possible to decrease the void content. To increase the rate of production of these composites, we worked with high Tex fibres and higher speeds in pultrusion process.*



## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

### Lista de Abreviaturas

Tex	Peso linear de fibra
SFRT	<i>Short Fibre Reinforced Thermoplastic</i>
LFRT	<i>Long Fibre Reinforced Thermoplastic</i>
CFRT	<i>Continuous Fibre Reinforced Thermoplastic</i>
PAN	Poliacrilonitrilo
PA	Poliamida
PP	Polipropileno
PE	Polietileno
PET	Poliéster Termoplástico
PC	Policarbonato
PEI	Poli-éter-imida
PSU	Polisulfona
PPS	Polifenileno Sulfito
PEEK	Poli-éter-éter-cetona
TGA	Termogravimetria

### Lista de Unidades

Pa	pascal
Ton	tonelada
MPa	megapascal
GPa	gigapascal
N	newton
MN	meganewton
Mg	miligrama
G	grama
Kg	quilograma
M	metro
Cm	centímetro
Mm	milímetro
°C	grau Celsius

### Lista de Símbolos

$w_p$	Fração mássica de polímero
$v_p$	Fração volúmica de polímero
$\rho_p$	Massa específica de polímero, (g/cm <sup>3</sup> )
$E_p$	Módulo de elasticidade da fibra, (GPa)
$w_f$	Fração mássica de fibra
$v_f$	Fração volúmica de fibra
$\rho_f$	Massa específica de fibra, (g/cm <sup>3</sup> )
$E_p$	Módulo de elasticidade do polímero, (GPa)
$E_{comp}$	Módulo de elasticidade do compósito, (GPa)
$\rho_{comp}$	Massa específica do compósito, (g/cm <sup>3</sup> )
$m_t$	Massa média de <i>towpreg</i> , (g)
$m_f$	Massa média de fibra, (g)
$m_1$	Massa do cadinho, (g)
$m_2$	Massa do conjunto cadinho com provete de ensaio, (g)
$m_3$	Massa do conjunto cadinho com resíduo de ensaio, (g)
$m_{f lin}$	Massa de fibra linear, (g)
N	Número de <i>rovings</i>
$\sigma_f$	Tensão de rotura, (MPa)
P	Pressão, (Pa)
F	Força, (N)
A	Área, (mm <sup>2</sup> )
L	Distância entre apoios, (mm)
b	Largura, (mm)
h	Espessura, (mm)
y	Deflexão, (mm)
d	Declive zona linear (N/mm)

## ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1 – [ADAPTADO] THE OUTLOOK FOR THERMOPLASTICS IN AEROSPACE COMPOSITES 2014- 2023	31
FIGURA 2 – TÉCNICA DE IMPREGNAÇÃO POR SOLUÇÃO (ADAPTADO DE [28])	37
FIGURA 3 – ESQUEMA DO PRÉ-IMPREGNADO TOWPREG [2]	38
FIGURA 4 – COMMINGLED FIBRES [33]	38
FIGURA 5 – ESQUEMA DE DEPOSIÇÃO DE POLÍMERO SOBRE FIBRAS CONTÍNUAS [37,38]	39
FIGURA 6 – "JANELA DE PROCESSAMENTO" DE UM PRÉ-IMPREGNADO TERMOPLÁSTICO	40
FIGURA 7 – PULTRUSÃO DE PRÉ-IMPREGNADOS TERMOPLÁSTICOS [45]	41
FIGURA 8 – EQUIPAMENTO DE PRODUÇÃO DE TOWPREG NO ISEP [6]	50
FIGURA 9 – EQUIPAMENTO DE PRODUÇÃO DE TOWPREG	51
FIGURA 10 – MÓDULO 1, VISTO NA LATERAL	51
FIGURA 11 – MÓDULO 2 – ESQUEMA ESPALHADOR, VISTO DE CIMA	52
FIGURA 12 – ESPALHADOR	52
FIGURA 13 – MÓDULO 3 – FORNO CONVECÇÃO, VISTO DE CIMA	53
FIGURA 14 – CENTRO DE CONTROLO	53
FIGURA 15 – MÓDULO 4 – MERGULHADOR E TINA	54
FIGURA 16 – FIBRA DE CARBONO MERGULHANDO NA TINA	54
FIGURA 17 - MÓDULO 5 – ESQUEMA DO FORNO DE CONSOLIDAÇÃO	54
FIGURA 18 – FORNO DE CONSOLIDAÇÃO	55
FIGURA 19 – ESQUEMA DO MÓDULO DE ENROLAMENTO	55
FIGURA 20 – MÓDULO 6 – ENROLADOR	55
FIGURA 21 – MÁQUINA DE PULTRUSÃO	56
FIGURA 22 – MÓDULO 1 – VISTA LATERAL	57
FIGURA 23 – ESQUEMA FIEIRAS PULTRUSÃO	57
FIGURA 24 – VISTA DE FRENTE DAS DUAS FIEIRAS	57
FIGURA 25 – FORNO DE PRÉ-AQUECIMENTO À ESQUERDA, E FIEIRAS À DIREITA	58
FIGURA 26 – FIEIRA DE ARREFECIMENTO	58
FIGURA 27 – CARRINHOS DO SISTEMA DE PUXO	58
FIGURA 28 – PRENSA DE PRATOS QUENTES	59
FIGURA 29 – MOLDE COM PERFIS DE PULTRUSÃO	59
FIGURA 30 – ESQUEMA DE MONTAGEM PRENSA DE PRATOS QUENTES	60
FIGURA 31 – LAMINADO COMPÓSITO DE MATRIZ TERMOPLÁSTICA OBTIDO	60
FIGURA 32 – MUFLA UTILIZADA	61
FIGURA 33 – CÂMARA CLIMÁTICA UTILIZADA	62
FIGURA 34 – BALANÇA ANALÍTICA UTILIZADA	62
FIGURA 35 – EQUIPAMENTO DE TERMOGRAVIMETRIA UTILIZADO	64
FIGURA 36 – MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS UTILIZADA	64
FIGURA 37 – ESQUEMA ENSAIO FLEXÃO EM 3 PONTOS	65
FIGURA 38 – MONTAGEM DA MÁQUINA DE ENSAIOS MECÂNICOS	65

FIGURA 39 – MÁQUINA DE ENSAIOS MECÂNICOS (ILSS)	67
FIGURA 40 – ESQUEMA DE MONTAGEM ILSS	67
FIGURA 41 – CICLO DE COMPRESSÃO A QUENTE	75
FIGURA 42 – LAMINADOS FIBRA DE CARBONO E POLIPROPILENO	75
FIGURA 43 – TGA FIBRA DE CARBONO TORAYCA® M30S C	76
FIGURA 44 – TGA POLIPROPILENO ICORENE® 9184B P	76
FIGURA 45 – EVOLUÇÃO TENSÃO DE ROTURA TEX 3280	82
FIGURA 46 – EVOLUÇÃO MÓDULO DE ELASTICIDADE TEX 3280	82
FIGURA 47 – EVOLUÇÃO TENSÃO DE ROTURA TEX 760 V=0,2	82
FIGURA 48 – EVOLUÇÃO MÓDULO DE ELASTICIDADE TEX 760 V=0,2	82
FIGURA 49 – EVOLUÇÃO MÓDULO DE ELASTICIDADE TEX 760 V=0,3	83
FIGURA 50 – EVOLUÇÃO TENSÃO DE ROTURA TEX 760 V=0,3	83
FIGURA 51 – EVOLUÇÃO MÓDULO DE ELASTICIDADE ICORENE® 9184B P	83
FIGURA 52 – EVOLUÇÃO TENSÃO DE ROTURA ICORENE® 9184B P	83
FIGURA 53 – ZONA DE SEPARAÇÃO ENTRE PERFIS EM PROVETES ILSS	90

## ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1 – PROPRIEDADES TÍPICAS DAS FIBRAS DE REFORÇO [20-21]	34
TABELA 2 – PROPRIEDADES TÍPICAS DE TERMOPLÁSTICOS UTILIZADOS EM COMPÓSITOS [22]	35
TABELA 3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DA FIBRA DE CARBONO [1,9]	49
TABELA 4 – PROPRIEDADES DOS POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS EM PÓ [3,5]	50
TABELA 5 – PERCENTAGEM DE POLÍMERO NOS TOWPREGS	70
TABELA 6 – PARÂMETROS UTILIZADOS NA PULTRUSÃO	73
TABELA 7 – POLIPROPILENO A 260°C DURANTE 10 MINUTOS	74
TABELA 8 – ETAPAS COMPRESSÃO A QUENTE	75
TABELA 9 – RAMPAS DE AQUECIMENTO POLIPROPILENO ICORENE 4014®	77
TABELA 10 – ENSAIOS DE CALCINAÇÃO DO POLIPROPILENO ICORENE® 4014	78
TABELA 11 – ENSAIOS DE CALCINAÇÃO DO POLIPROPILENO ICORENE® 9184B P	78
TABELA 12 – FIBRA DE CARBONO A 480°C DURANTE 10 MINUTOS	78
TABELA 13 – RESULTADOS ENSAIOS DE CALCINAÇÃO	79
TABELA 14 – TEOR MÁSSICO DE POLÍMERO	79
TABELA 15 – TEORES DE POLÍMERO	80
TABELA 16 – RESULTADOS ENSAIOS DE FLEXÃO EM 3 PONTOS	81
TABELA 17 – COMPARATIVO DE PERFIS E PLACAS COM DIFERENTES TEX	84
TABELA 18 – INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE ESTÁGIO NA COMPRESSÃO A QUENTE	85
TABELA 19 – INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE PULTRUSÃO NOS COMPÓSITOS	85
TABELA 20 – INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE PULTRUSÃO NAS PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS OBTIDOS	86
TABELA 21 – INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE PULTRUSÃO EM PLACAS COMPRIMIDAS A QUENTE	86
TABELA 22 – INFLUÊNCIA DO TIPO DE POLÍMERO	87
TABELA 23 – MÓDULO DE ELASTICIDADE TEÓRICO VS. REAL	87
TABELA 24 – RESISTÊNCIA E RIGIDEZ ESPECÍFICA	88
TABELA 25 – RESULTADO ENSAIOS ILSS	89
TABELA 26 – TENSÕES DE ROTURA E CORTE INTERLAMINAR EM TEX ELEVADO	89
TABELA 27 – ILSS EM FIBRAS DE TEX REDUZIDO	90
TABELA 28 – ILSS VELOCIDADE DE PULTRUSÃO	91
TABELA 29 – ENSAIOS ILSS EM FIBRAS DE TEX 760	91



# ÍNDICE

1	Introdução.....	25
1.1	Objetivos .....	26
2	Revisão Bibliográfica.....	31
2.1	Compósitos de Matriz Polimérica .....	31
2.2	Pré-impregnados de Matriz Termoplástica .....	32
2.2.1	Fibras de Reforço.....	32
2.2.2	Matrizes Termoplásticas .....	34
2.3	Produção e Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica .....	35
2.3.1	Produção de Pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas .....	36
2.3.1.1	Impregnação por fusão do termoplástico .....	37
2.3.1.2	Impregnação por solução .....	37
2.3.1.3	Impregnação por mistura íntima de fibras termoplásticas e de reforço .....	38
2.3.1.4	Impregnação por mistura íntima de pó termoplástico com fibras de reforço .....	39
2.3.2	Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas .....	40
2.3.2.1	Pultrusão.....	41
2.3.2.2	Compressão a Quente .....	42
3	Procedimento Experimental .....	49
3.1	Matérias Primas.....	49
3.1.1	Fibras de Reforço.....	49
3.1.2	Matrizes Termoplásticas .....	49
3.2	Produção de pré-impregnados.....	50
3.2.1	Caracterização dos pré-impregnados.....	56
3.3	Transformação dos Pré-impregnados .....	56
3.3.1	Pultrusão .....	56
3.3.2	Compressão a Quente .....	59
3.4	Caracterização dos Compósitos .....	61
3.4.1	Ensaio de Calcinação.....	61
3.4.2	Análise Termogravimétrica (TGA) .....	63
3.4.3	Ensaio de Flexão .....	64
3.4.4	Ensaio de corte interlaminar (ILSS).....	66
4	Discussão de Resultados.....	70

<b>4.1</b>	<b>Produção de towpreg .....</b>	<b>70</b>
<b>4.2</b>	<b>Transformação por pultrusão .....</b>	<b>71</b>
4.2.1	Parâmetros do processo.....	72
<b>4.3</b>	<b>Transformação por compressão a quente.....</b>	<b>73</b>
4.3.1	Parâmetros do processo.....	74
4.3.1.1	Pressão.....	74
4.3.1.2	Temperatura de estágio.....	74
4.3.1.3	Ciclo de compressão a quente .....	75
<b>4.4</b>	<b>Determinação de teores de fibra e polímero .....</b>	<b>76</b>
4.4.1	Ensaio de Calcinação.....	77
4.4.2	Resultados .....	79
<b>4.5</b>	<b>Ensaio de Flexão.....</b>	<b>80</b>
4.5.1	Resultados .....	81
4.5.1.1	Influência da compressão a quente nos perfis de pultrusão .....	84
4.5.1.2	Influência da temperatura de estágio na compressão a quente .....	85
4.5.1.3	Influência da velocidade de pultrusão .....	85
4.5.1.4	Influência do tipo de polímero .....	87
4.5.1.5	Módulo de elasticidade teórico e real .....	87
4.5.1.6	Resistência e rigidez específica .....	88
<b>4.6</b>	<b>Ensaio de corte interlaminar (ILSS).....</b>	<b>89</b>
4.6.1	Resultados .....	89
4.6.1.1	Resistência interlaminar em fibras de Tex elevado .....	89
4.6.1.2	Resistência interlaminar em fibras de Tex reduzido.....	90
4.6.1.3	Resistência de corte interlaminar com aumento da velocidade de pultrusão .....	91
4.6.1.4	Influência do tipo de polímero na resistência de corte interlaminar .....	91
<b>5</b>	<b>Conclusão.....</b>	<b>95</b>
<b>5.1</b>	<b>Sugestões para trabalhos futuros .....</b>	<b>97</b>
<b>6</b>	<b>Anexos.....</b>	<b>101</b>
<b>6.1</b>	<b>Anexo A - Fichas Técnicas .....</b>	<b>102</b>
<b>6.2</b>	<b>Anexo B - Resultados pesagem de towpreg .....</b>	<b>106</b>
<b>6.3</b>	<b>Anexo C - Resultados Ensaio Calcinação .....</b>	<b>107</b>
<b>6.4</b>	<b>Anexo D – Ensaio de Flexão.....</b>	<b>109</b>
<b>6.5</b>	<b>Anexo E – Ensaio ILSS .....</b>	<b>117</b>





# Introdução

## 1.1 Objetivos



## 1 Introdução

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 podem alcançar [2]. Os materiais compósitos são heterogêneos e geralmente anisotrópicos [3].

Embora a definição englobe uma ampla variedade de materiais, apenas se abrangem neste trabalho os compósitos de matriz polimérica termoplástica.

Os compósitos de matriz polimérica termoendurecível têm vindo a ser vastamente utilizados na indústria, substituindo os materiais tradicionalmente utilizado [4]. Por sua vez as matrizes termoplásticas têm aparecido na indústria com o intuito de substituir as matrizes termoendurecíveis por terem maior tenacidade, tolerância ao dano e durabilidade. Em termos ambientais são mais vantajosos por haver possibilidade de as reciclar, reprocessar e a inexistência de emissões de estireno para o ambiente, promovendo a qualidade do ar nos espaços de trabalho. Os ciclos de fabrico podem ser mais reduzidos, o que é bastante vantajoso para a cadência de produção na indústria [5].

Os compósitos de matriz termoplástica têm já uma utilização considerável na produção de peças por injeção onde são utilizadas fibras curtas, que apesar de aumentarem a resistência do polímero, ficam muito aquém da resistência que as fibras longas e contínuas podem conferir ao compósito. Nesse sentido o desenvolvimento de tecnologia capaz de processar de maneira eficaz e rentável as fibras contínuas é essencial.

A utilização de compósitos de fibras longas ou contínuas com matrizes termoplásticas impõe novos desafios tecnológicos e científicos devido aos elevados níveis de temperatura e de pressão que o seu processamento exige. Apresentando os termoplásticos uma viscosidade mais elevada que os termoendurecíveis, torna-se muito mais difícil e complexo impregnar reforços longos ou contínuos com eles e, também, consolidar os compósitos finais [5]. O difícil processamento destes materiais torna-os industrialmente pouco rentáveis.

No sentido de fabricar compósitos de alto desempenho de forma rentável, tem-se fabricado em Portugal pré-impregnados de matriz termoplástica (*towpreg*), por um processo inovador em que é feita a deposição do polímero em pó sobre o reforço [6].

Os compósitos de fibras contínuas de carbono possuem a maior rigidez específica de qualquer material de engenharia disponível, têm uma excelente resistência específica e a sua resistência à fadiga é excepcional [7]. No sentido de dar um contributo para a utilização deste tipo de compósitos na indústria, a componente experimental deste trabalho é focada neste material.

## 1.1 Objetivos

Este trabalho pretende dar continuidade à investigação que tem vindo a ser feita acerca dos compósitos de matriz termoplástica [8]. Para tornar possível a utilização em larga escala deste tipo de materiais torna-se necessário estudar os processos de fabrico e conhecer as propriedades mecânicas dos compósitos finais.

Encontrando-se a indústria aeronáutica, defesa e aeroespacial na vanguarda da utilização de materiais novos de alto desempenho, é necessário conhecer as propriedades mecânicas de reforços e matrizes termoplásticas de alto desempenho. De maneira a ir de encontro com essas necessidades, nesta dissertação utilizou-se como reforço as fibras de carbono, que tal como referido consiste num dos reforços mais resistentes e rígidos conhecidos por nós desde o fim do último século.

A matriz termoplástica que tem vindo a ser utilizada no fabrico de *towpreg* é o polipropileno, que é um polímero de baixo custo com propriedades mecânicas interessantes para o processo de fabrico dos pré-impregnados.

Assim sendo, os principais objetivos deste trabalho são:

- Produção de pré-impregnados (*towpreg*) de fibra de carbono, utilizando como matriz o polipropileno em pó;
- Produção de perfis de pultrusão a partir de *towpreg* fabricado;
- Fabrico de laminados por compressão a quente;
- Caracterização dos perfis e placas fabricadas.

## Referências

- [1] ASM Handbook. 2001. vol. 21 – Composites.
- [2] D. D. L. Chung, *“Composite Materials: Science and Applications”*, 2ª ed. Londres: Springer, 2010.
- [3] H. Ning, et al., *“Design, Manufacture and Analysis of a Thermoplastic Composite Frame Structure for Mass Transit”*, *Composite Structures*, vol. 80, no. 1, pp. 105-116, 2007.
- [4] P. J. Novo, *“Processing of carbon reinforced thermoplastic pre-impregnated materials”*, Junho 2016
- [5] J. F. Silva, *“Pré-impregnados de Matriz Termoplástica: Fabrico e Transformação por compressão a Quente e Enrolamento Filamentar”*, Universidade do Porto, Porto, 2005
- [6] J. P. Nunes, J. F. Silva, *“Processing Thermoplastic Matrix Towpregs by Pultrusion”*, Maio 2012
- [7] C. Zaniboni, *“Oligomere Technologies for Cost-Effective Processing High-Performance Polyphthalamide Composites”*, 2010
- [8] P. J. Novo *“Advances in thermoplastic pultruded composites”* Julho 2015



# Revisão Bibliográfica

## **2.1 Compósitos de Matriz Polimérica**

## **2.2 Pré-Impregnados de Matriz Termoplástica**

2.2.1 Fibras de Reforço

2.2.2 Matrizes Termoplásticas

## **2.3 Produção e Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica**

2.3.1 Produção de Pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas

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



## 2 Revisão Bibliográfica

A revisão bibliográfica neste trabalho consiste em apresentar o estado da arte dos compósitos de matriz termoplástica.

### 2.1 Compósitos de Matriz Polimérica

Um material compósito é a combinação de pelo menos dois materiais distintos, os quais possuem propriedades mecânicas muito diferentes [1]. A fase de reforço tem como função suportar os esforços a que uma peça está sujeita e caracteriza-se por ter uma grande resistência mecânica, rigidez e dureza. A outra fase, denominada de matriz, é normalmente de natureza polimérica e tem como principal função a transmissão e repartição dos esforços aplicados pelo reforço [2].

Os polímeros utilizados como matriz tanto podem ser termoendurecíveis como termoplásticos. Os termoendurecíveis são caracterizados por terem baixa viscosidade antes da polimerização, o que facilita o processo de impregnação. Os termoplásticos caracterizam-se por poderem fundir, reprocessar e apresentam viscosidades mais elevadas o que dificulta o processo de impregnação [2].

Os problemas que os termoplásticos apresentam em termos de impregnação são o principal motivo para os termoendurecíveis dominarem industrialmente o mundo dos compósitos [3]. A má impregnação das matrizes termoplásticas com reforços de fibras contínuas, resultava numa fraca adesão entre a fibra e a matriz o que conferia ao compósito propriedades mecânicas fracas [4]. No entanto, os compósitos de matriz termoplástica são mais tenazes, mais dúcteis, possuem ciclos de fabrico mais curtos, têm uma maior facilidade na reciclagem, reparação e reprocessamento do que os termoendurecíveis [5]. Pelos motivos mencionados, nos finais do século passado existiram esforços redobrados de forma a criar tecnologias capazes de fabricar e processar estes materiais de forma a obter as propriedades mecânicas desejadas, daí surgiram novos conhecimentos ao nível da sua transformação [2].

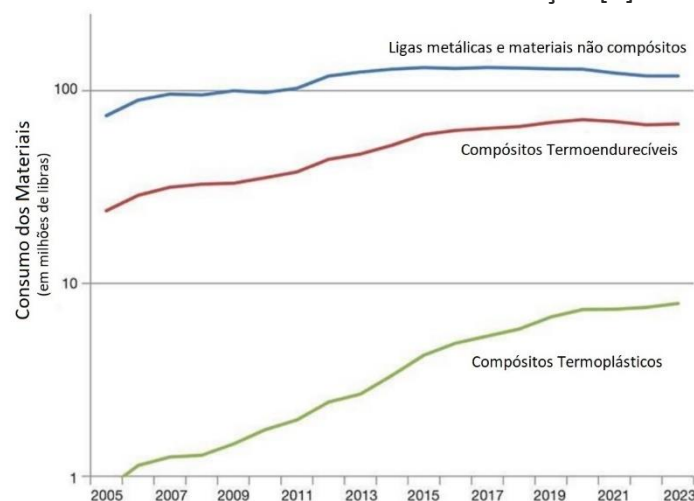


Figura 1 – [Adaptado] *The outlook for thermoplastics in aerospace composites 2014- 2023*

Na Figura 1 podemos ver a evolução do consumo dos materiais utilizados na indústria aeroespacial, e a projeção da utilização até 2023. Como podemos verificar, a utilização de compósitos de matriz termoplástica tem vindo a crescer, com uma taxa de crescimento bastante superior aos termoendurecíveis e outros materiais.

## 2.2 Pré-Impregnados de Matriz Termoplástica

Os pré-impregnados de matriz termoplástica podem ser de três tipos, os de fibras curtas (SFRT – *Short Fibre Reinforced Thermoplastic*), os de fibras longas (LFRT – *Long Fibre Reinforced Thermoplastic*) e os de fibras contínuas (CFRT – *Continuous Fibre Reinforced Thermoplastic*).

As fibras curtas apresentam-se normalmente sob forma de grânulos, e são transformados em injetoras convencionais [6]. No entanto, estas fibras por apenas possuem alguns milímetros de comprimento têm mais tendência a degradar-se e apenas é possível obter grânulos com alguns milímetros de comprimento [2].

As fibras longas têm comprimento superior a 6 milímetros e são normalmente transformadas por injeção ou compressão a quente. Nos últimos anos tem-se desenvolvido técnicas para ser possível de obter LFRT's sem necessidade de usar *pellets*, que encareciam e tornavam o processo de fabrico de peças mais complexo [2].

As fibras contínuas podem ser divididas em duas grandes categorias de acordo com a flexibilidade que apresentam:

- I. Pré-impregnados flexíveis ou com impregnação parcial, caracterizados por não apresentarem fibras totalmente impregnadas;
- II. Pré-impregnados semi-rígidos ou com impregnação total, de menor flexibilidade, que se apresentam com o reforço totalmente impregnado.

As mechas de fibra impregnadas com termoplástico em pó (*towpreg*) e as mechas constituídas por filamentos de termoplástico e reforço dispostos paralelamente (*commingled fibres*), são pré-impregnados com impregnação parcial. A sua transformação é normalmente realizada por pultrusão ou enrolamento filamentar, e pode-se usar processos como a estampagem ou a compressão a quente na produção de componentes a partir dos perfis obtidos [2]. Os de impregnação total (*prepreg*) são normalmente comercializados sob forma de placas, chapas laminadas, fitas ou bandas e barras e são geralmente processados por compressão a quente ou pultrusão [8].

### 2.2.1 Fibras de Reforço

Os compósitos poliméricos são normalmente reforçados com fibras de vidro, carbono ou aramida. A fibra de vidro é o reforço mais utilizado, apresentando cerca de 90% do mercado. Estas fibras são obtidas através da fusão de sílica com outros minerais, essencialmente óxidos, num forno a mais de 1370 °C. A massa fundida é extrudida por

gravidade através de pequenos orifícios, produzindo-se filamentos que posteriormente são puxados e enrolados em bobinas [10-12].

As fibras de vidro apresentam excelente aderência a matrizes poliméricas, têm boas propriedades dielétricas e o seu desempenho mecânico comparativamente com o custo é bastante interessante [9]. Estas fibras podem ser produzidas variando a sua composição química para obter propriedades mecânicas diversas. A propriedade incrementada é referenciada com uma letra, por exemplo o vidro E (*electric*), possui excelentes propriedades elétricas enquanto o vidro S (*strenght*) possui maior resistência mecânica. O vidro S é cinco a dez vezes mais caro do que o vidro E, e tem um incremento de 20% a 40% nas suas propriedades mecânicas, motivo pelo qual apenas é aplicada na indústria militar e aeronáutica. O vidro E é utilizado em 80% das aplicações em compósitos a nível industrial pelas suas boas propriedades mecânicas e elétricas a um custo mais reduzido [10-13].

A maior parte das fibras de vidro possui um tratamento superficial denominado de *sizing*, que tem como objetivo reduzir a abrasão e eletricidade estática entre filamentos, evitar a absorção de humidade e melhorar a sua adesão à matriz [14]. O *sizing* também é aplicado nas fibras de carbono, e é especificamente realizado para melhorar a adesão das fibras com a matriz.

As fibras de carbono são muito menos utilizadas que as fibras de vidro pelo seu elevado custo, porque apesar de serem cerca de duas a três vezes mais rígidas, são dez a quinze vezes mais caras. Justifica-se a utilização destas fibras em aplicações exigentes onde é necessário que haja uma rigidez muito elevada e o mínimo de peso. Por esse motivo elas são maioritariamente utilizadas na indústria aeroespacial, militar, energias renováveis entre outras.

O baixo coeficiente de dilatação térmica, a boa condutibilidade térmica e elétrica comparativamente com as fibras de vidro e aramida, fazem das fibras de carbono uma solução interessante. A baixa resistência ao choque e a possibilidade de haver corrosão galvânica são as desvantagens destas fibras, além do preço elevado [2].

Podemos obter as fibras de carbono por dois processos:

- I. A partir de fibras precursoras de poliacrilonitrilo (PAN). Este tipo de fibras possui boa resistência mecânica e permite uma elevada adesão entre as fibras e a matriz;
- II. Resíduos da destilação do petróleo, convenientemente tratado (*Pitch*). Este tipo de fibras exhibe um módulo mais elevado [15].

A classificação das fibras de carbono, pode ser dividida em três categorias:

- I. Tipo I – Módulo Elevado: possuem elevado grau de alinhamento carbono-carbono, ligados paralelamente na direção axial da fibra. Esta fibra é obtida por meio de materiais precursores como o *pitch* de mesofase e PAN;
- II. Tipo II – Módulo Intermédio: são obtidas através de precursores PAN;

- III. Tipo III – Módulo Baixo: resultam da pirolise de materiais como o *pitch* isotrópico [16].

O diâmetro das fibras de carbono varia entre 6 a 12  $\mu\text{m}$ , estando estas disponíveis sob forma de tecido e em mechas contínuas [17].

As fibras de aramida são das menos empregues no mundo dos compósitos. Apesar de possuírem elevada resistência à tração, impacto e abrasão, têm fraca aderência a matrizes poliméricas, o que faz com que sejam pouco utilizadas [18]. A fraca adesão destas fibras está relacionada com a sua elevada orientação e cristalinidade, sendo por esse motivo necessário que se realizem tratamentos superficiais para aumentar a sua rugosidade e polaridade. Os métodos de modificação superficial são normalmente de origem química, o que pode levar ao detrimento das propriedades mecânicas das fibras, por esse motivo tem-se desenvolvido novas técnicas de tratamento que contornam este problema, como é o caso do tratamento por plasma [19].

Na Tabela 1 podemos comparar propriedades revelantes das várias fibras de reforço mencionadas.

Tabela 1 – Propriedades típicas das fibras de reforço [20-21]

Fibras de Reforço		Vidro		Carbono		Aramida
Propriedade	Unidade	E	S	<i>Pitch</i>	PAN	Kevlar® 49
Densidade	-	2,56	2,49	2,0	1,8	1,45
Módulo de Young	GPa	76	86	380	270	80
Tensão de rotura	GPa	3,6	4,5	1,5	2,8	2,8
Módulo específico	MNm/kg	29,6	34,5	190	150	43,0
Diâmetro das fibras	$\mu\text{m}$	3-20	8-13	10-11	7,5	12
Custo relativo	-	Baixo	Moderado	Elevado	Elevado	Elevado

### 2.2.2 Matrizes Termoplásticas

Na seleção da matriz termoplástica para um pré-impregnado, é importante ter em conta as propriedades mecânicas do termoplástico, não só pela influência que irão ter no compósito, mas também pela facilidade de serem processados.

Os polímeros mais utilizados nos pré-impregnados de matriz termoplástica são os que têm maior consumo e possuem boa relação entre o desempenho mecânico e o custo. Nesse âmbito, destacam-se a poliamida (PA), o polipropileno (PP), o poliéster termoplástico (PET) e o policarbonato (PC). No entanto, para aplicações mais exigentes em que o polímero terá de lidar com temperaturas mais elevadas, teremos de recorrer a termoplásticos mais nobres, tal como a poli-eter-imida (PEI), a polisulfona (PSU), o polifenileno sulfito (PPS) ou a poli-eter-eter-cetona (PEEK) [22]. Algumas propriedades relevantes destes termoplásticos estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Propriedades típicas de termoplásticos utilizados em compósitos [22]

Propriedade	Unidade	PP	PA6	PET	PPS	PEI	PEEK
Densidade	-	0,9	1,1	1,3	1,35	1,26	1,3
Módulo de Young	GPa	1,4	3,0	3,5	3,4	3,4	3,6
Tensão de rotura	MPa	31-42	35	48-73	48-87	62-150	70-105
Temperatura fusão	°C	165	220	250	285	-	335
Temperatura processamento	°C	190-230	230-285	260-350	310-335	340-370	340-400
Custo relativo	€/kg	1	1,8	2,8	4,9	10,9	51

Os processos baseados na fusão direta do polímero, de uso de solventes e mistura íntima de pó termoplástico com fibras de reforço são alguns dos métodos possíveis de fabricar pré-impregnados com estes termoplásticos, que será descrito nos subcapítulos seguintes.

### 2.3 Produção e Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica

O processamento de compósitos termoplásticos consiste na fase de impregnação da matriz com as fibras, a consolidação do compósito e finalmente na transformação. A impregnação consiste na distribuição uniforme da matriz pelo reforço, e é uma etapa crucial no fabrico de compósitos por ser a etapa em que se cria a sinergia entre a matriz e o reforço, do qual resultam as propriedades finais do compósito [23].

O comprimento a impregnar, a pressão a aplicar, a viscosidade do polímero, a geometria e disposição espacial das fibras são os principais fatores a ter em conta para se garantir uma adequada e completa impregnação [2]. Através da Lei de *Darcy* é possível estimar a velocidade de impregnação (na direção das fibras):

$$u_p = \frac{dx}{dt} = \frac{K}{\eta} \frac{dP}{dx} \quad (1.1)$$

Em que:

$u_p$  – Velocidade do fluxo de polímero, em metros por segundo;

$K$  – Permeabilidade das fibras, em metros ao quadrado;

$\eta$  – Viscosidade do polímero, em pascal segundo;

$\frac{dP}{dx}$  – Gradiente de pressão.

Integrando a equação anterior considerando-se constante o gradiente de pressão, obtemos o tempo necessário ( $t_{imp}$ ) para haver impregnação completa:

$$t_{imp} = \frac{\eta D_p^2}{2KP} \quad (1.2)$$

Em que  $D_p$  consiste no comprimento a impregnar, em milímetros.

Sendo o comprimento a impregnar elevado ao quadrado, torna-se no fator que mais afeta o tempo de impregnação. Por esse motivo as técnicas de produção desenvolvidas minimizam esta distância. Para baixarmos o tempo de impregnação, devemos ainda tentar minimizar a viscosidade do polímero e aplicando maior pressão. A viscosidade é normalmente diminuída com o aumento da temperatura, e este é um fator importante para a qualidade da impregnação. 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 [2].

### 2.3.1 Produção de Pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas

Os processos de impregnação para termoplásticos podem ser realizados utilizando duas técnicas:

- I. Redução da viscosidade: poderá ser feito através do uso de solventes ou fundindo o polímero termoplástico;
- II. Redução do comprimento a impregnar: para isso pode haver uma mistura íntima de pó termoplástico com fibras de reforço ou então uma mistura íntima entre fibra termoplástica com fibra de reforço.

As técnicas de obtenção de pré-impregnados com o uso de solventes ou a fusão do termoplástico, resultam em pré-impregnados com impregnação total. Técnicas que envolvem a mistura íntima de pó ou filamento termoplástico com fibras de reforço, dão origem a pré-impregnados de impregnação parcial [12].

### 2.3.1.1 Impregnação por fusão do termoplástico

Na impregnação com termoplástico fundido existem normalmente dois métodos:

- I. Co-extrusão: o termoplástico é extrudido para uma fieira onde passam as fibras de reforço;
- II. Pultrusão em contínuo: as mechas de fibras atravessam um banho de termoplástico fundido. Podem ser utilizados rolos para separar os filamentos melhorando a impregnação [24].

As técnicas de impregnação por termoplástico fundido apenas funcionam bem com polímeros de baixa viscosidade como é exemplo o *nylon 66*. As velocidades de processamento vão até aos 30 metros por minuto [25].

A utilização de termoplásticos de viscosidade elevada requer um aumento de temperatura e pressão no processamento, aumentando significativamente o custo de produção [18,26]. Além disso, devido à elevada viscosidade, o tempo necessário para garantir a impregnação aumenta, obrigando a reduzir a velocidade de processamento [24].

### 2.3.1.2 Impregnação por solução

Neste tipo de impregnação é adicionado um solvente ao termoplástico em pó para baixar a viscosidade do termoplástico e também melhorar a adesão do polímero às fibras. Para determinar as quantidades de solvente é necessário conhecer a granulometria do pó. Neste processo geralmente só se utiliza em polímeros amorfos devido à insolubilidade dos semicristalinos [27,28].

Esta técnica permite obter pré-impregnados com boa qualidade, no entanto a dificuldade em obter solventes adequados para todos os termoplásticos e a necessidade de remover o excesso de solvente após a impregnação são os maiores inconvenientes desta técnica. A remoção de solvente é um processo dispendioso, pouco ecológico, mas indispensável para a qualidade do pré-impregnado [29,30].

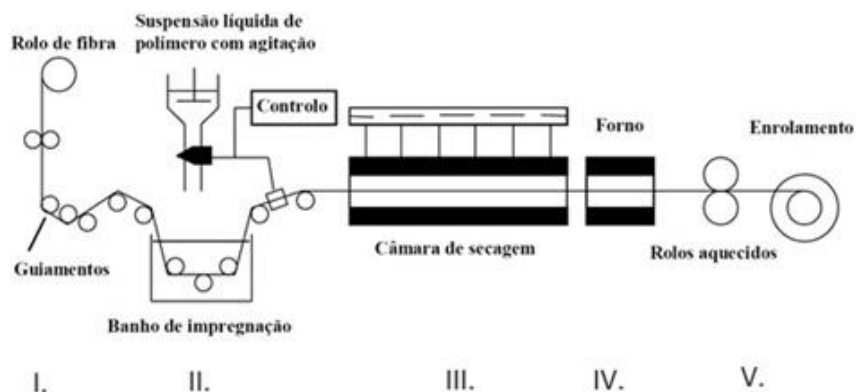


Figura 2 – Técnica de impregnação por solução (adaptado de [28])

Este processo divide-se em cinco fases que estão legendadas na Figura 2 [2]:

- 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 que não haja deposição de partículas de pó no fundo da solução);
- III. Passagem das mechas impregnadas por uma camara de secagem;
- IV. Passagem das mechas por um forno de temperatura controlada, para que se efetue, em definitivo a adesão do polímero às fibras;
- V. Enrolamento do pré-impregnado em bobinas.

Este processo de produção de pré-impregnados permite obter *towpreg*. Este tipo de pré-impregnado possui como reforço fibras contínuas e contém termoplástico em pó nos seus interstícios. Por haver uma grande proximidade entre as partículas de polímero e de fibra, permite reduzir o comprimento a impregnar,  $D_p$ , e conseqüentemente o tempo de impregnação [2].

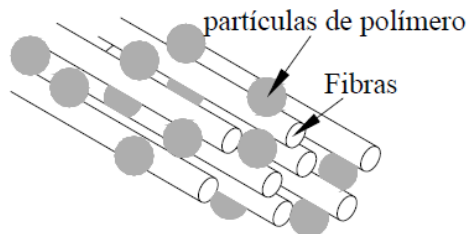


Figura 3 – Esquema do pré-impregnado towpreg [2]

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

Esta técnica permite produzir pré-impregnados flexíveis denominados de *commingled fibres*. Este tipo de pré-impregnado consiste na combinação de filamentos de termoplástico e de reforço [31]. As peças resultantes destes pré-impregnados têm normalmente uma distribuição pouco uniforme de polímero. Para garantir essa uniformidade é essencial que os filamentos da matriz e do polímero possuam diâmetros semelhantes [32].

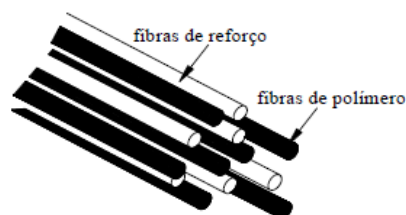


Figura 4 – Commingled Fibres [33]

Os polímeros utilizados para o fabrico dos *commingled fibres* são geralmente de baixo peso molecular para facilitar o processo de impregnação. Os *commingled fibres* de maior sucesso são os *Twintex*® da *Saint-Gobain Vetrotex*, que combina fibras de vidro E com polipropileno [34].

Dada a sua elevada flexibilidade é possível produzir tecidos entrançados, bem como peças de geometrias complexas e de elevado desempenho, visto ser possível alinhar as fibras numa determinada direção. Os baixos custos de produção e tempos de impregnação curtos, fazem este pré-impregnado ser muito atrativo comercialmente [35,36].

#### 2.3.1.4 Impregnação por mistura íntima de pó termoplástico com fibras de reforço

A produção deste tipo de pré-impregnado consiste em fazer deposição de pó termoplástico a seco sobre fibras contínuas. O produto final deste processo é o *towpreg*.

Relativamente aos outros processos de impregnação, a mistura do termoplástico em pó com o reforço tem algumas vantagens como a não dependência da viscosidade do termoplástico usado como matriz, a ausência de utilização de solventes, água ou aditivos para baixar a viscosidade do polímero que podem originar vazios no compósito, e não há operações dispendiosas, como no caso do fabrico de *commingled fibres* [30,24].

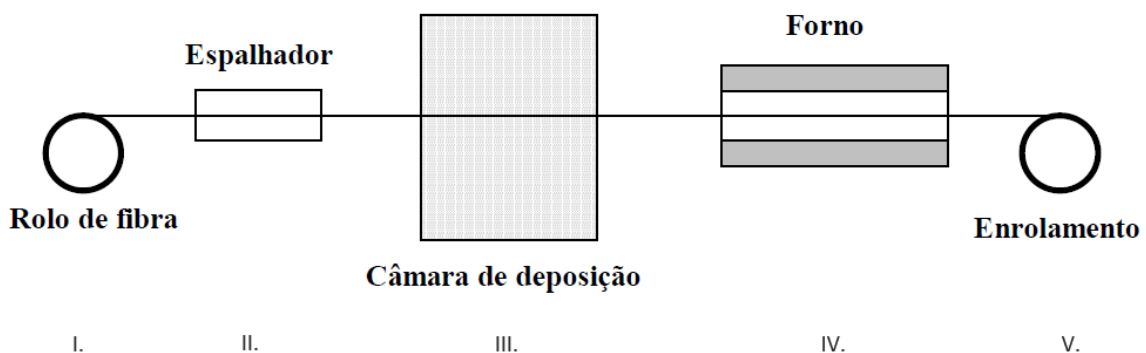


Figura 5 – Esquema de deposição de polímero sobre fibras contínuas [37,38]

Este processo esquematizado na Figura 5, divide-se em cinco etapas [2]:

- I. Desenrolamento das mechas de fibra;
- II. Passagem por um espalhador, onde os filamentos são separados e espalhados com uma determinada largura;
- III. Entrada das fibras numa câmara de deposição de pó termoplástico depositado a seco;
- IV. Passagem por um forno de temperatura controlada de maneira a garantir a adesão entre a fibra e o polímero em pó;
- V. Enrolamento em bobinas do pré-impregnado final (*towpreg*).

Nos últimos anos a tecnologia para o fabrico de *towpreg* a partir com termoplástico em pó tem vindo a evoluir com diferentes soluções tais como o uso de cargas electrostáticas para depositar o pó sobre as fibras de carbono ligadas a um potencial mais baixo, agentes líquidos para melhorar a adesão, entre outras soluções.

### 2.3.2 Transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica com fibras contínuas

A qualidade e desempenho de um componente em material compósito de matriz termoplástica depende de várias variáveis, nomeadamente da pressão aplicada, da temperatura e do tempo de processamento utilizados na transformação do pré-impregnado. Uma escolha criteriosa de parâmetros tem de levar em consideração o equipamento utilizado (por exemplo a temperatura e pressão atingidas no molde) e também as propriedades da matriz termoplástica utilizada.

As características reológicas do termoplástico são um fator muito condicionante nos valores a seleccionar durante a transformação, por isso mesmo é importante definir as condições de processamento que permitem obter as peças finais com qualidade e desempenho aceitáveis [2].

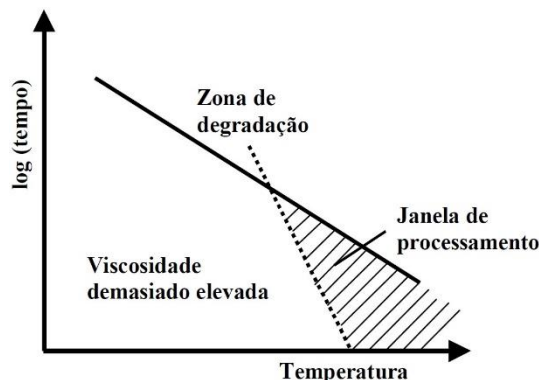


Figura 6 – "Janela de Processamento" de um pré-impregnado termoplástico

A "janela de processamento" que podemos ver na Figura 6, consiste na gama de combinações possíveis das variáveis de processamento que permitem obter peças finais com a qualidade desejada. Uma temperatura muito baixa fará com que a viscosidade seja demasiado elevada para processar o pré-impregnado, enquanto uma temperatura demasiado alta pode causar a degradação do polímero. Tempos de ciclo curtos tendem a provocar tensões residuais no componente, enquanto ciclos muito longos diminuem a produtividade [41].

Os principais processos de transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica são a injeção, a compressão a quente, a termoformação, pultrusão e técnicas de colocação de fibras onde se inclui o enrolamento filamentar [2]. A pultrusão, compressão a quente e o enrolamento filamentar são as técnicas mais utilizadas.

### 2.3.2.1 Pultrusão

A pultrusão é uma técnica de fabrico em contínuo de perfis com secção constante em material compósito. A utilização de matrizes termoplásticas em vez das termoendurecíveis neste processo, tem vantagens como a inexistência de problemas ligados com a cura ou mistura do banho de resina termoendurecível, melhor qualidade ambiental no local de trabalho, reciclagem de desperdícios de polímero e também a possibilidade de obter perfis curvos. No entanto, a cadência de produção de termoplásticos é substancialmente menor do que as dos termoendurecíveis [42].

Na Figura 7 podemos ver esquematizado uma máquina de pultrusão de termoplásticos reforçados, sendo estes equipamentos o resultado de adaptações de máquinas que trabalham com termoendurecíveis.

#### Mechas pré-impregnadas

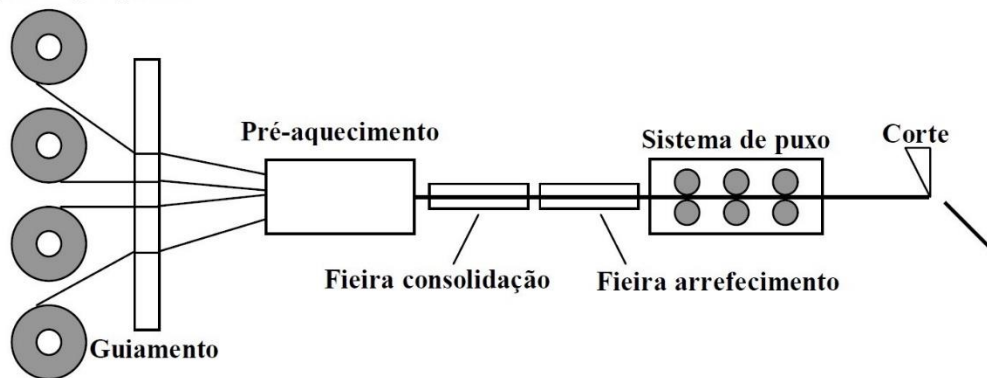


Figura 7 – Pultrusão de Pré-Impregnados Termoplásticos [45]

Neste equipamento, as mechas pré-impregnadas são desenroladas e guiadas para um forno de pré-aquecimento, aquecendo o polímero até à sua temperatura de fusão, que é a necessária para a fieira de consolidação [43]. Na primeira fieira, o pré-impregnado é aquecido e pressurizado pela geometria do molde no seu interior, resultando na geometria pretendida. A segunda fieira, de arrefecimento, tem como fim solidificar o termoplástico e manter a geometria obtida na fieira anterior. O sistema de puxo faz o controlo da velocidade do processo [44].

O produto final deste processo é um perfil de compósito com uma consolidação completa, que lhe confere uma certa rigidez. Estes perfis podem ser posteriormente reprocessados por enrolamento filamentar ou compressão a quente.

### 2.3.2.2 Compressão a Quente

A compressão a quente é a tecnologia de transformação de pré-impregnados de matriz termoplástica mais utilizada nos estudos experimentais necessários à validação de modelos teóricos de consolidação [2].

Os laminados compósitos são fabricados colocando o pré-impregnado na cavidade de um molde, colocado entre os pratos de uma prensa de pratos quentes. Na prensa, é aplicado um aquecimento até à temperatura de processamento, e quando atingida aplica-se pressão mantendo-se a temperatura durante o tempo de consolidação. Por fim, procede-se ao arrefecimento mantendo a pressão. Quando atingida uma temperatura próxima da ambiente extrai-se o laminado do molde [2].

Nesta dissertação iremos explorar o fabrico de laminados a partir de perfis obtidos por pultrusão. O processo consiste em colocar lado a lado os perfis dentro de um molde e aplicar ciclos de pressão e temperatura numa prensa de pratos quentes, o produto final consiste num laminado com um nível maior de consolidação.

## Referências

- [1] F. C. Campbell, *“Manufacturing Processes for Advanced Composites”*. Oxford: Elsevier, 2004.
- [2] J. F. Silva, *“Pré-impregnados de Matriz Termoplástica: Fabrico e Transformação por Compressão a Quente e Enrolamento Filamentar”*, Universidade do Porto, Porto, 2005
- [3] S. M. M. L. Correia, *“Estudo da Tolerância ao Dano de Tubagens em PRFV”*, Tese de Mestrado, Universidade do Porto, Porto, 2008.
- [4] *“Reinforced Plastics”*. October 1999. Elsevier Science Lda.
- [5] Clemens S., E. Western and A. Handermann. 1988. *“Materials Engineering, pp. 27-30”*.
- [6] S. Fu, B. Lauke, *“Effects of Fiber Length and Fiber Orientation Distributions on the Tensile Strength of Short-Fiber-Reinforced Polymers”*, Composites Science and Technology, vol. 56, no. 10, pp. 1179-1190, 1996.
- [7] F. Henning, H. Ernst, R. Brüssel, *“LFTs for Automotive Applications”*, Reinforced Plastics, vol. 49, no. 2, pp. 24-33, 2005.
- [8] TOW-FLEXTM, product information, from Applied Fiber Systems, Ltd, 14155, 58th Street Clearwater, Florida 33760. U. S. A.
- [9] P. Antequera, L. Jimenez e A. Miravete. Los Materiales Compuestos de Fibra de Vidrio. 1992. Secretariado de Publicaciones, Univ. Zaragoza, Espanha.
- [10] Abílio J. A. Vieira, Tese de Mestrado, *“Pultrusão de perfis para aplicações avançadas a partir de towpregs de elevado desempenho”*, Universidade do Minho, 2015.
- [11] D. B. Miracle, S.L. Donaldson, Ed., Composites. ASM Handbook, 2001.
- [12] 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.
- [13] J. R. S. Costa, *“Projecto e Desenvolvimento de Equipamento Industrial para Aquecimento de Material Compósito Polimérico Reforçado com Fibras Contínuas”*, Tese de mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2012.
- [14] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design*, 3ª ed. Danvers: Taylor & Francis, 2008.
- [15] B. Agarwal and L. Broutman. 1990. *Analysis and Performance of Fiber Composites*, 2nd edition, John Wiley & Sons.

- [16] J. J. Rohwedder, et al., "*Fibras de Carbono: Aplicações em Eletroanalítica como Material Eletrodico*", Química Nova, vol. 22, no. 4, 1999.
- [17] T. Matsuo, "*Fiber Materials for Advanced Technical Textiles*", Textile Progress, vol.40, no. 2, pp. 87-121, 2008.
- [18] L. Amorim, "*Optimização do Processamento de Pré-impregnados e Compósitos de Matriz Termoplástica reforçada com Fibras Contínuas*", Tese de mestrado, Universidade do Minho, Guimarães, 2010.
- [19] 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.
- [20] 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.
- [21] S. K. Mazumdar, "*Composites Manufacturing – Materials, Product and Process Engineering*", Boca Raton: CRC Press, 2002
- [22] S. Joncas, "*Thermoplastic Composite Wind Turbine Blades - An Integrated Design Approach*", Tese de Doutorado, Delft University, Delft, 2010
- [23] M. Conner, "*Consolidation Mechanisms and Interfacial Phenomena in thermoplastics Powder Impregnated Composites*", Tese de Doutorado, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Lausanne, 1995.
- [24] C. Zaniboni, "*Oligomere Technologies for Cost-Effective Processing High-Performance Polyphthalamide Composites*", Tese de doutorado, École Polytechnique Fédérale de Zurich, Zurique, 2010.
- [25] S. Béland, "*High Performance Thermoplastic Resin and Their Composites*". Park Ridge: Noyes Publications, 1990.
- [26] T. Weustink, "*Development of a Rapid Thermoplastic Impregnation Device*", Tese de Doutorado, Delft University, Delft, 2008.
- [27] J. K. Kocsis, Ed., *Polypropylene - An A-Z reference*. Londres: Kluwer Academic Publishers, 1999.
- [28] A. M. Vodermaier, J. C. Kaerger, G. Hinrichsen, "*Manufacture of High Performance Fiber Reinforced Thermoplastics by Aqueous Powder Impregnation*", *Composites Manufacturing*, vol. 4, no. 3, pp.123-132, 1996.
- [29] M. Conner, "*Consolidation Mechanisms and Interfacial Phenomena in thermoplastics Powder Impregnated Composites*", Tese de doutorado, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Lausanne, 1995.

- [30] J. Bradley, *“Consolidation of Thermoplastic Powder-Coated Towpreg”*, Tese de mestrado, Georgia Institute of Technology, Atlanta, 1997.
- [31] D. W. Kim, *“Thermoplastic Film Infusion Process for Long-fiber Reinforced Composites using Thermally Expandable Elastomer Tools”*, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, no. 7, pp. 673-680, 2003.
- [32] A. Miller, A.G. Gibson, *“Characterisation and Modelling of the High Speed Pultrusion of Commingled Glass fibre/polypropylene Composites”*, in 11th International Conference on Composite Materials, Gold Coast: Woodhead Publishing, 1997.
- [33] 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.
- [34] M. Kutz, Ed., *Handbook of Materials Selection*. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 2002.
- [35] 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.
- [36] N. Svensson and Roshan Shishoo. 1998. *“Fabrication and Mechanical Response of Commingled GF/PET Composites”*. *Polymer Composites*, Vol. 19, No 4, pp. 360-369
- [37] Shridhar R. Iyer and Lawrence T. Drzal. 1990. *“Manufacture of Powder-Impregnated Thermoplastic Composites”*. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, Vol. 3, pp. 325-355.
- [38] 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.
- [39] J. P. Nunes, J. F. Silva, *“Processing Thermoplastic Matrix Towpregs by Pultrusion”* June 2011
- [40] 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
- [41] Anthony Kelly and Carl Zweben, Ed., *“Comprehensive Composite Materials, Volume 2-Polymer Matrix Composites”*. Pergamon, 2000.
- [42] R. S. Davé, A.C. Loos, Ed., *“Processing of Composites”*. Munique: Hanser Publishers, 2000.
- [43] V. D. Kamble, *“Optimization of Thermoplastic Pultrusion Process Using Commingled Fibers”*, Tese de Mestrado, University of Alabama, Birmingham, 2008

- [44] 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
- [45] Anthony Kelly and Carl Zweben. 2000. *“Comprehensive Composite Materials”*, Volume 2 – Polymer Matrix Composites. Pergamon.
- [46] S. T. Peters, W. D. Humphrey and R. F. Foral. *“Filament Winding Composite Structure Fabrication”*. SAMPE.
- [47] S. G. Advani. 1994. *“Flow and Rheology in Polymer Composites Manufacturing. Chapter 14 – Filament Winding”*, Elsevier Science.
- [48] *“Reinforced Plastics”*. September 1998. Elsevier Science Lda.
- [49] N. Correia, *“O Enrolamento Filamentar em Materiais Compósitos.”*, CADProject, março/abril, 2008

# Procedimento Experimental

## **3.1 Matérias Primas**

- 3.1.1 Fibras de Reforço
- 3.1.2 Matrizes Termoplásticas

## **3.2 Produção de pré-impregnados**

- 3.2.1 Caracterização dos pré-impregnados

## **3.3 Transformação dos Pré-impregnados**

- 3.3.1 Pultrusão
- 3.3.2 Compressão a Quente

## **3.4 Caracterização dos Compósitos**

- 3.4.1 Ensaio de Calcinação
- 3.4.2 Análise Termogravimétrica (TGA)
- 3.4.3 Ensaio de Flexão
- 3.4.4 Ensaio de corte interlaminar (ILSS)



### 3 Procedimento Experimental

Neste capítulo irá ser descrita a componente prática e experimental realizada nesta dissertação.

#### 3.1 Matérias Primas

##### 3.1.1 Fibras de Reforço

Neste trabalho utilizou-se como reforço as fibras de carbono, como já foi referido este é um dos materiais de engenharia mais resistentes e rígidos que conhecemos. As fibras de carbono utilizadas para o fabrico dos pré-impregnados foi a *TORAYCA® M30S*, da japonesa *Toray*, do tipo PAN com um peso linear de 760 g/km (Tex 760). Foi também utilizada a fibra de carbono *SIGRAFIL® T050 TP1* com um Tex de 3280. As propriedades mecânicas mais relevantes das fibras estão apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3 – Propriedades Mecânicas da Fibra de Carbono [1,9]

Propriedade	Unidade	TORAYCA® M30SC		SIGRAFIL®C30 T050 TP1
		Fabricante	Experimental	Fabricante
Tensão de rotura	MPa	5490	2731	4000
Módulo de Young	GPa	294	194,5	240
Massa específica	g/cm <sup>3</sup>	1,73		1,80
Diâmetro médio do filamento	µm	5	7,37	7
Peso linear	g/km	760		3280

A fibra *SIGRAFIL® T050 TP1* possuía *sizing* adequado para termoplásticos, no entanto não era específico para o polímero utilizado como matriz, que foi o polipropileno.

##### 3.1.2 Matrizes Termoplásticas

O polímero termoplástico utilizado neste trabalho foi o polipropileno (PP), sendo este utilizado para a produção dos pré-impregnados.

O polipropileno é um termoplástico vastamente utilizado na indústria, que apresenta boa rigidez, resistência temperaturas relativamente altas, é um material fácil de processar e de baixo custo. O polipropileno em pó utilizado foi o copolímero *ICORENE® 4014* adquirido à *ICO Polymers*, que é utilizado para o fabrico de peças por moldação rotacional. O *ICORENE® 9184B P* é um homopolímero utilizado em trabalhos anteriores

[2], e foi também objeto de estudo nesta dissertação. Na Tabela 4 podemos analisar as propriedades mecânicas dos dois polímeros termoplásticos.

Tabela 4 – Propriedades dos polímeros termoplásticos em pó [3,5]

Propriedade	Unidade	ICORENE® 4014	ICORENE® 9184B P
Massa específica	g/cm <sup>3</sup>	0,900	0,905
Módulo de Young	GPa	1,15	1,30
Tensão de rotura	MPa	24	30
Temperatura de fusão	°C	170 (valor típico)	
Temperatura de transição vítrea	°C	0-20 (valores típicos)	
Diâmetro médio	µm	400	163

### 3.2 Produção de pré-impregnados

O equipamento utilizado para o fabrico de *towpreg* encontra-se no Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP, utiliza a técnica descrita em 2.3.1.4 e foi desenvolvida por um grupo de investigação em Portugal. A máquina está esquematizada na Figura 8.

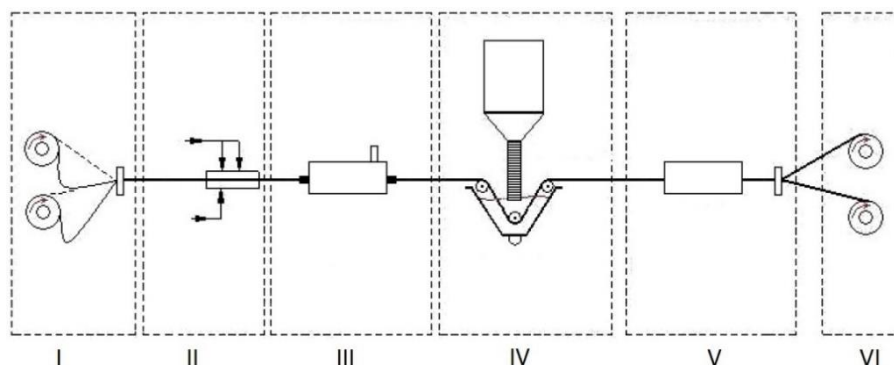


Figura 8 – Equipamento de Produção de towpreg no ISEP [6]

Este equipamento divide-se em seis módulos [6]:

- I. Desenrolamento: local de armazenamento e fornecimento de fibras de reforço;
- II. Espalhador: com auxílio de ar comprimido separa os filamentos, aumentando a superfície de contacto e diminuindo a distância que o pó terá de percorrer para chegar ao núcleo da mecha de fibras;

- III. Forno de convecção: aquece as fibras de forma a melhorar a adesão entre fibras e o pó;
- IV. Câmara de deposição: as fibras passam por um banho de pó, guiadas por rolos que mantêm as fibras espalhadas e forçam as partículas de pó a alojarem-se na fibra.
- V. Forno de consolidação: a mistura entre fibras e pó é aquecida acima da temperatura de fusão do polímero para haver adesão entre a fibra e o polímero. Este aquecimento deverá ser bem controlado, pois atingindo temperaturas demasiado altas fará com que o polímero se degrade;
- VI. Enrolador: enrola o produto final, *towpreg* em bobinas.

O controlo da velocidade do processo é um parâmetro importante a ter em conta e é controlado pelo enrolador e desenrolador [7]. Na Figura 9 podemos ver o equipamento em causa e seguidamente é feita a descrição do funcionamento de cada módulo.



Figura 9 – Equipamento de produção de *towpreg*

### Módulo 1 – Desenrolador

O sistema está esquematicamente apresentado na Figura 10.

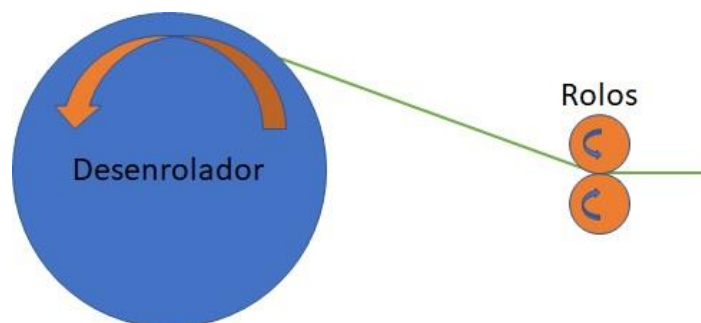


Figura 10 – Módulo 1, visto na lateral

A fibra de reforço é colocada no desenrolador e direcionada para os rolos. Os rolos estão em contacto e são acionados por um motor elétrico que faz o controlo da velocidade de desenrolamento. O desenrolador é acionado por um sistema pneumático e garante que a fibra se mantenha tensionada.

À saída dos rolos para o seguinte módulo é importante que a fibra se mantenha com alguma tensão.

### Módulo 2 – Espalhador

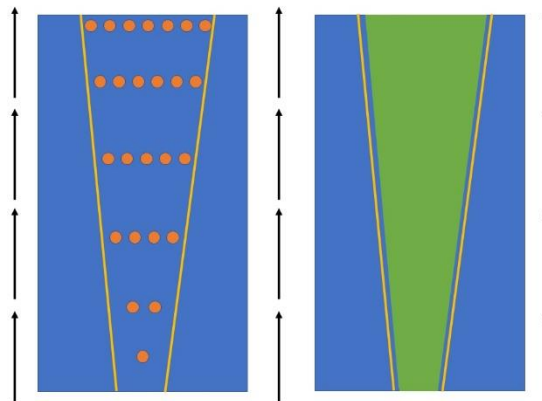


Figura 11 – Módulo 2 – Esquema Espalhador, visto de cima

O módulo 2 consiste num espalhador das fibras alimentado a ar comprimido. O objetivo deste componente é espalhar as fibras para facilitar a distribuição de polímero em pó ao longo das mesmas. Na Figura 11 do lado esquerdo podemos ver os pontos onde o ar comprimido entra no espalhador, e à direita podemos ver a verde que a fibra entra com uma largura cerca de 3 vezes inferior à saída. Para verificar o correto funcionamento no interior do espalhador, este foi fabricado em acrílico, como podemos ver na Figura 12.

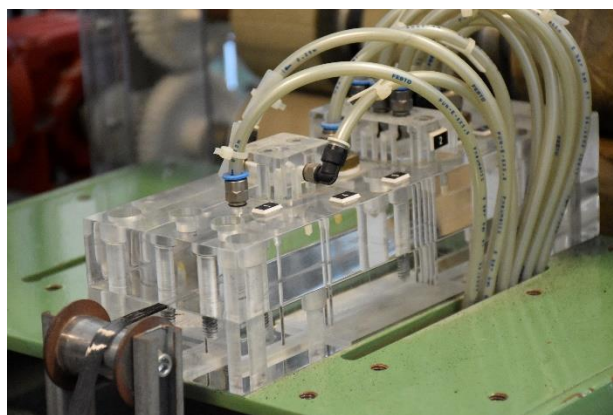


Figura 12 – Espalhador

### Módulo 3 – Forno de Convecção

O módulo 3 consiste num forno de convecção, onde as fibras já espalhadas são aquecidas.

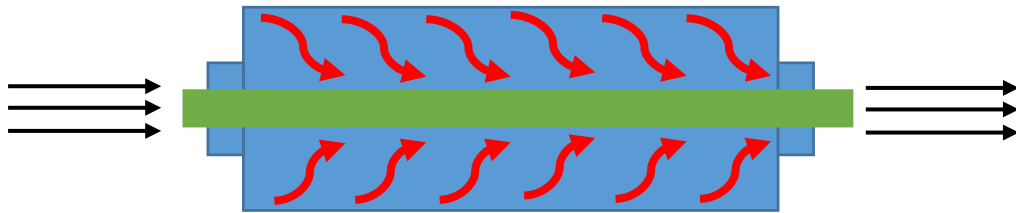


Figura 13 – Módulo 3 – Forno Convecção, visto de cima

A temperatura do forno de convecção deve ser selecionada de forma a aquecer as fibras a tal temperatura que quando mergulhadas na tina com o polímero em pó no módulo seguinte, haja adesão do polímero à mesma.

Este forno de convecção é aquecido por um soprador de ar quente elétrico com fluxo de ar comprimido.

### Centro de Controlo

Na Figura 14 podemos ver o centro de controlo da máquina.



Figura 14 – Centro de Controlo

O computador instalado faz o controlo de todo o sistema elétrico da máquina. É neste computador que definimos a velocidade do processo e outro tipo de variáveis do processo. Neste módulo é também realizada a afinação do espalhador.

### Módulo 4 – Mergulhador e Tina

Neste terceiro módulo a fibra encontra-se já espalhada e aquecida, e irá haver a deposição do pó a seco sobre a fibra. Tal como foi referido, pela elevada temperatura que a fibra mergulha no pó, este vai aderir à fibra.

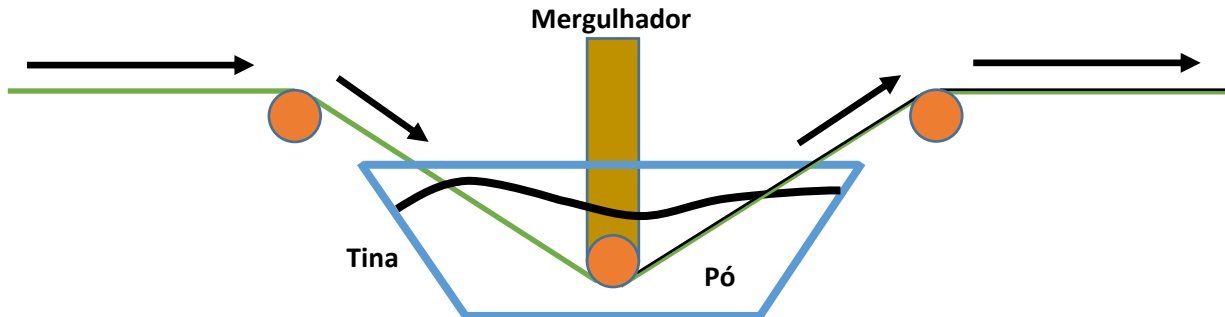


Figura 15 – Módulo 4 – Mergulhador e tina

Na Figura 15 podemos ver esquematicamente o processo. Os três rolos têm como finalidade direcionar a fibra para dentro da tina e alinhá-la com o módulo seguinte. O rolo central está ligado a um mergulhador, que por acionamento pneumático desloca o rolo verticalmente. Durante o alinhamento das fibras pelos módulos, o mergulhador permanece na posição superior e durante a produção de pré-impregnado estará na posição inferior, forçando a fibra a mergulhar no polímero em pó, como podemos ver na Figura 16.



Figura 16 – Fibra de carbono mergulhando na tina

### Módulo 5 – Forno de Consolidação

Neste módulo, o material que vem do módulo 4 passa por um forno onde se promove a consolidação.

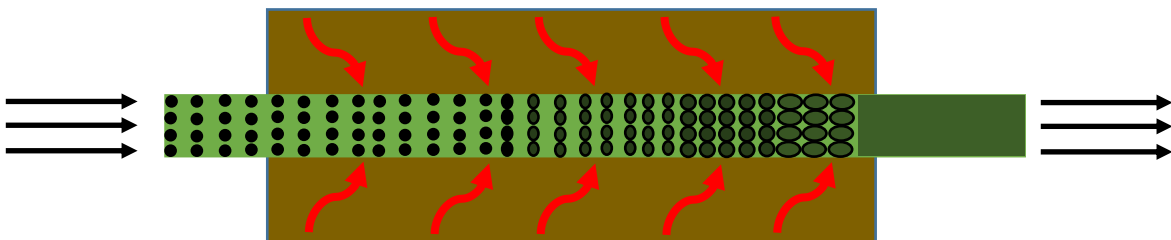


Figura 17 - Módulo 5 – Esquema do forno de Consolidação

Na Figura 17 podemos ver que o polímero depositado em cima da fibra possui inicialmente uma certa granulometria. Por efeito da temperatura, o polímero baixa a sua viscosidade e impregna as fibras, tornando o *towpreg* arrefecido mais rígido para passar ao último módulo de enrolamento.



Figura 18 – Forno de consolidação

### Módulo 6 – Enrolador

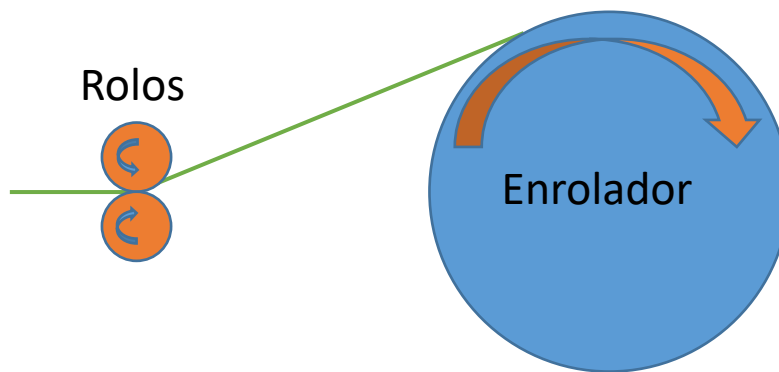


Figura 19 – Esquema do módulo de enrolamento

O funcionamento deste módulo é semelhante ao do primeiro, como podemos ver na Figura 19. Nesta estação os *towpreg* são enrolados para posteriormente serem utilizados nos processos de transformação posteriores.

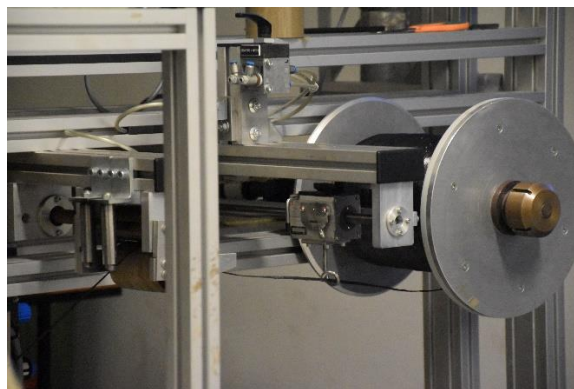


Figura 20 – Módulo 6 – Enrolador

### 3.2.1 Caracterização dos pré-impregnados

O teor mássico de polímero nos pré-impregnados é um fator importante a ter em conta na produção de *towpreg*, pois este influencia a produção e propriedades mecânicas do compósito final.

O teor mássico de polímero pode ser estimado sabendo o peso médio por unidade de comprimento da fibra e do *towpreg* produzido. Foram cortadas três amostras de fibra de carbono com um metro de comprimento e calculado o peso médio das fibras. O mesmo procedimento repete-se para o *towpreg*.

O teor mássico de polímero é determinado pela Equação 3.1:

$$w_p = \frac{m_t - m_f}{m_t} \quad (3.1)$$

Em que:

- $w_p$  é a fração mássica de polímero;
- $m_t$  é a massa por unidade de comprimento de *towpreg*, em gramas por metro;
- $m_f$  é a massa por unidade de comprimento das fibras, em gramas por metro.

## 3.3 Transformação dos Pré-impregnados

### 3.3.1 Pultrusão

A pultrusão é um processo de transformação de *towpreg*, descrito em 2.3.2.1. Por este processo é possível obter perfis em compósito. A máquina de pultrusão representada na Figura 21 encontra-se instalada no Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP, e divide-se nos módulos seguidamente descritos.

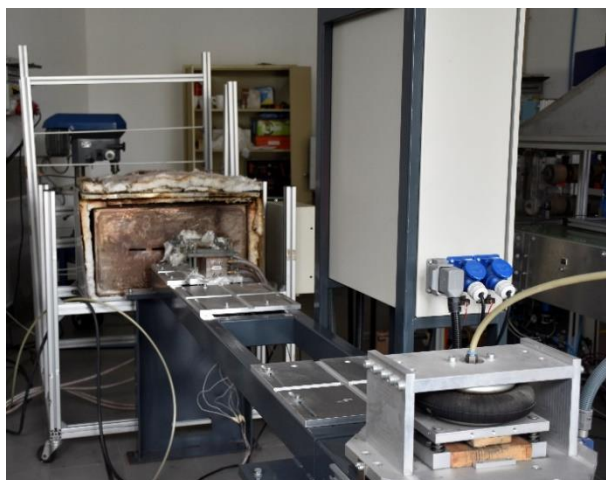


Figura 21 – Máquina de Pultrusão

### Módulo 1 – Fornecimento, guiamento e pré-aquecimento dos *rovings*

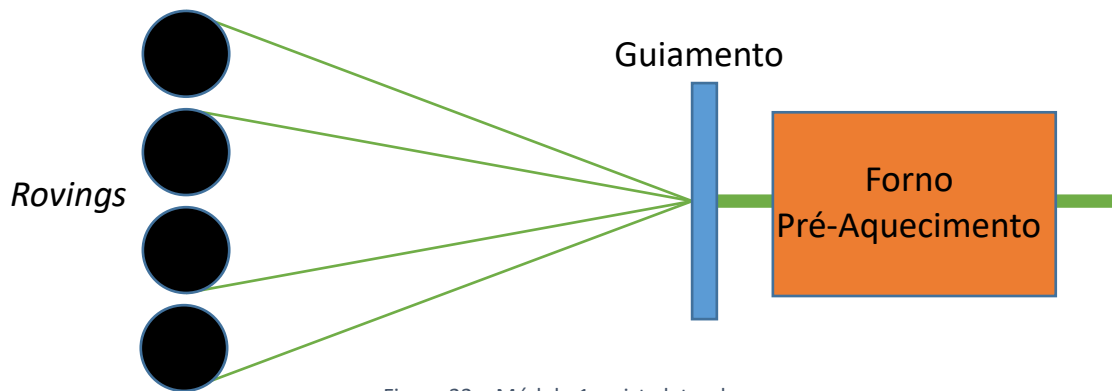


Figura 22 – Módulo 1 – vista lateral

O primeiro módulo da pultrusão esquematizado na Figura 22 tem como objetivo fornecer os *rovings* de *towpreg* e guiá-los até ao módulo seguinte. As bobinas de *towpreg* estão representadas a preto do lado esquerdo.

Os *rovings* entram paralelamente no forno de pré-aquecimento onde o polímero é pré-aquecido, com o objetivo facilitar o processo de aquecimento que será feito no módulo seguinte.

### Módulo 2 – Feira de aquecimento e arrefecimento

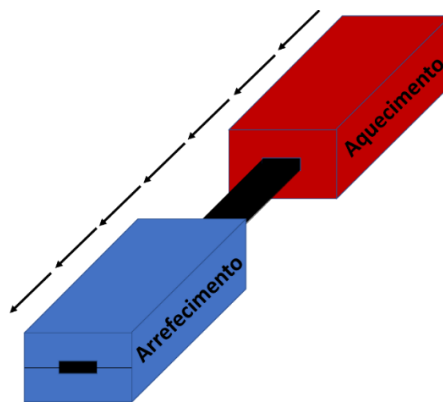


Figura 23 – Esquema feiras pultrusão

No segundo módulo existem duas feiras que conferem a geometria ao perfil de compósito. Nestas duas feiras de geometria semelhante, são aplicados ciclos de temperatura e pressão para obter o perfil de compósito. A geometria das feiras utilizadas está representada na Figura 24.

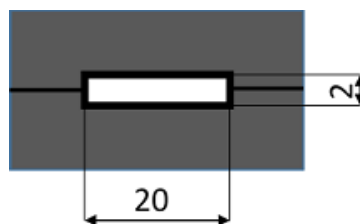


Figura 24 – Vista de frente das duas feiras

A primeira fieira é a de aquecimento e tem como objetivo aquecer o polímero até à temperatura de processamento. Nesta fieira os *rovings* são aquecidos e sujeitos a pressão de forma a obter a geometria pretendida do perfil e por efeito da temperatura o polímero espalha-se pelas fibras.

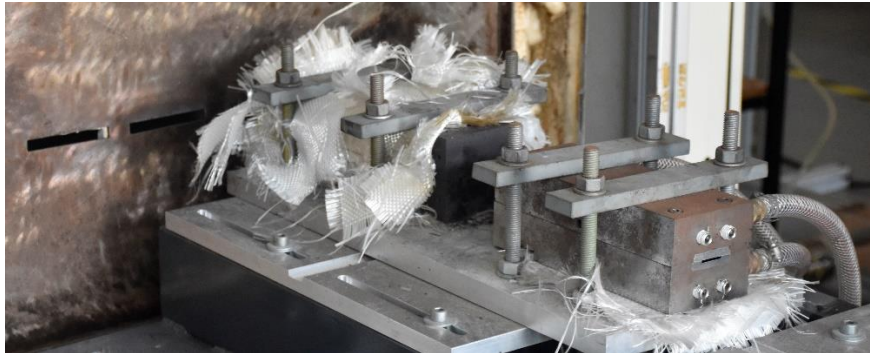


Figura 25 – Forno de pré-aquecimento à esquerda, e fieiras à direita

A fieira de arrefecimento encontra-se após a de aquecimento, é arrefecida por um sistema de circulação de água fria no seu interior e tem como objetivo arrefecer o polímero de forma a garantir a geometria do perfil.



Figura 26 – Fieira de Arrefecimento

### Módulo 3 – Sistema de Puxo e Corte

Este módulo consiste em dois carrinhos que se encontram no final da máquina e fazem o controlo da velocidade de puxo que se mantém sempre constante. Os carrinhos deslocam-se longitudinalmente por motores elétricos e os perfis são presos aos carrinhos por atuadores pneumáticos. O corte dos perfis é realizado manualmente com o auxílio de uma serra.

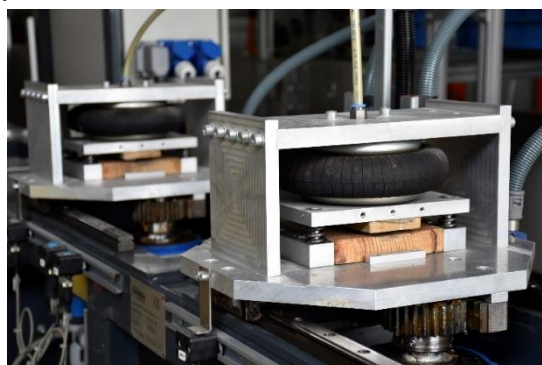


Figura 27 – Carrinhos do sistema de puxo

### 3.3.2 Compressão a Quente

Para a produção de laminados a partir de perfis obtidos por pultrusão utilizou-se a prensa de pratos quentes que se encontra instalada no Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP.



Figura 28 – Prensa de pratos quentes

O molde para o fabrico dos laminados foi construído recorrendo-se a uma chapa de alumínio com 2 milímetros de espessura. O seu interior foi maquinado de acordo com a geometria do laminado que se pretendia obter. Na Figura 29 à esquerda, podemos ver o molde fabricado.

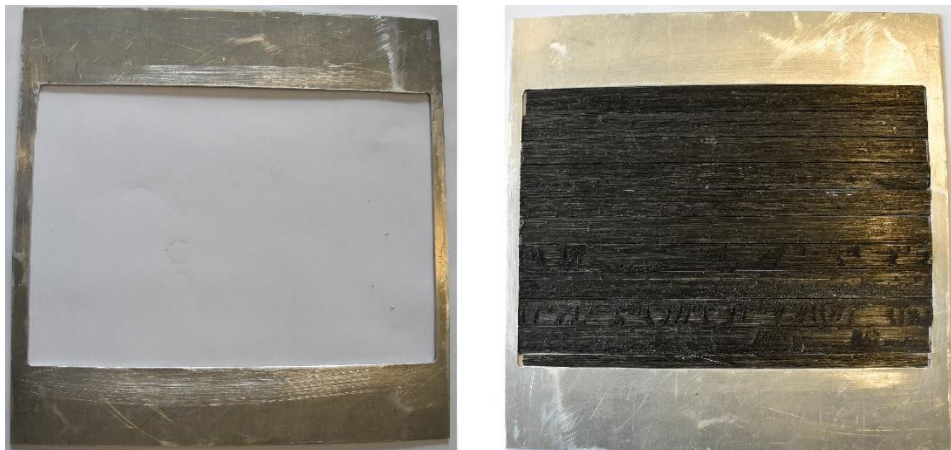


Figura 29 – Molde com perfis de pultrusão

O laminado é produzido colocando os perfis obtidos por pultrusão lado a lado na cavidade de um molde como podemos ver à direita na Figura 29, e é posteriormente processado na prensa de pratos quentes.

Na prensa são aplicados ciclos de pressão de temperatura, por esse motivo é necessário utilizar um desmoldante adequado à temperatura de utilização. Na Figura 30 podemos ver o esquema de montagem na prensa.

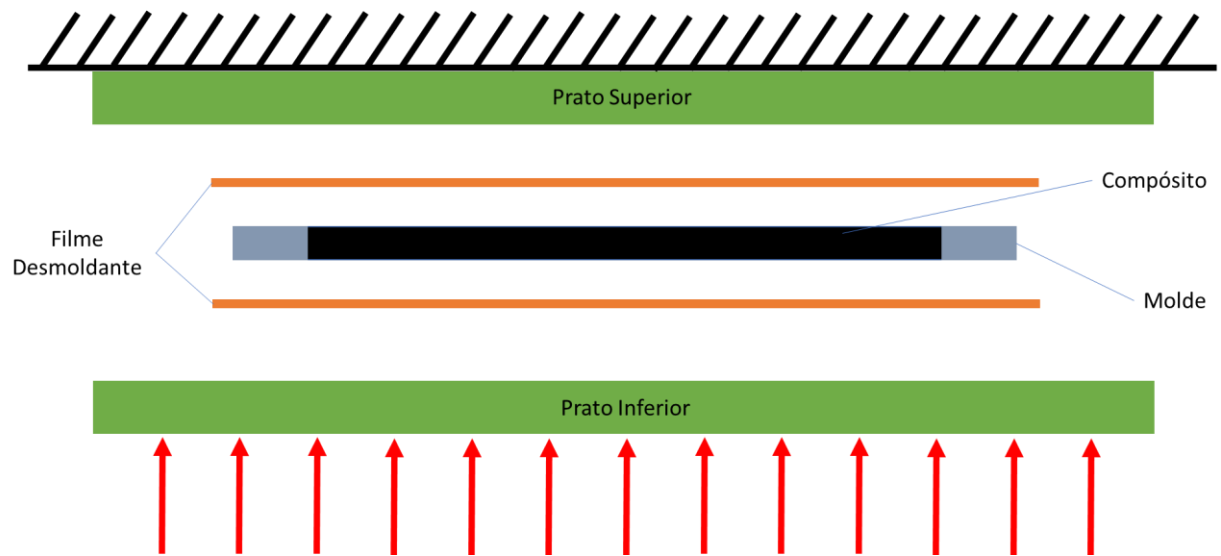


Figura 30 – Esquema de Montagem Prensa de Pratos Quentes

Terminado o ciclo separa-se o desmoldante e o molde, obtendo-se o laminado que podemos ver na Figura 31.



Figura 31 – Laminado Compósito de Matriz Termoplástica obtido

### 3.4 Caracterização dos Compósitos

A caracterização dos compósitos fabricados no âmbito desta dissertação é feita realizando os ensaios descritos neste subcapítulo.

#### 3.4.1 Ensaios de Calcinação

Os ensaios de calcinação têm como objetivo a obtenção de percentagens mássicas de fibras e polímero num compósito. Os resultados obtidos permitem conhecer a quantidade de polímero presente no compósito e avaliar o processo de fabrico do mesmo.

A norma ISO 1172 relativa a ensaios de calcinação em compósitos abrange tanto o uso de matrizes termoplásticas como termoendurecíveis, no entanto é restrita a compósitos reforçados com fibras de vidro. A norma impõe que os ensaios de calcinação sejam realizados à temperatura de 625°C, temperatura para a qual existe perda de massa total da matriz ficando as fibras de vidro intactas uma vez que a sua temperatura de fusão é superior a 1300°C [4].

No entanto a norma ISO 1172 não se aplica a materiais compósitos que contenham fibras de carbono por haver perda de massa quando estas são expostas a temperaturas elevadas. Para determinar as frações mássicas (e volúmicas) de fibras em compósitos reforçados com carbono, desenvolvemos uma metodologia explicada mais à frente que permite obter as frações a partir do comportamento obtido em ensaios de termogravimetria (TGA) da fibra e do polímero.

Os ensaios de calcinação foram realizados na mufla *Nabertherm*<sup>®</sup> LHT08/16 do Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP.



Figura 32 – Mufla utilizada

Antes de se iniciar o ensaio de calcinação, eliminou-se a humidade presente nos provetes colocando-os na câmara climática *Thermotron* 8200 da Figura 33 a 50°C com 0% de humidade durante 2 horas.



Figura 33 – Câmara Climática utilizada

Após o pré-aquecimento, os cadinhos foram devidamente limpos e pesados em vazio na balança *Denver Instruments APX-200* que possui uma exatidão de 0,1 mg.



Figura 34 – Balança analítica utilizada

As condições dos provetes foram as sugeridas pela norma ISO 1172 que exige a utilização de um mínimo de dois gramas de material, e recomenda no mínimo dois ensaios para cada condição.

A percentagem de perda de massa de material é calculada utilizando a Equação 3.2:

$$\Delta_{\%} = \frac{(m_2 - m_1) - (m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (3.2)$$

Em que:

- $\Delta_{\%}$  é a percentagem da variação de massa;
- $m_1$  é a massa do cadinho, em gramas;
- $m_2$  é a massa do cadinho com o provete antes da calcinação, em gramas;
- $m_3$  é a massa do cadinho com o provete após a calcinação, em gramas.

A fração mássica de fibras foi calculada pela Equação 3.3:

$$w_f = 1 - \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \quad (3.3)$$

Em que:

- $w_f$  é a fração mássica de fibras;

Pela lei das misturas, podemos calcular a fração volúmica de fibras utilizando a Equação 3.4:

$$v_f = \frac{\frac{w_f}{\rho_f}}{\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{(1 - w_f)}{\rho_p}} \quad (3.4)$$

Em que:

- $v_f$  é a fração volúmica de fibra;
- $w_f$  é a fração mássica de fibra;
- $\rho_f$  é a massa volúmica da fibra, em gramas por centímetro cúbico;
- $\rho_p$  é a massa volúmica do polímero, em gramas por centímetro cúbico;

O módulo de elasticidade à flexão teórico é calculado pela Equação 3.5:

$$E_{comp} = E_f \times v_f + E_p \times (1 - v_f) \quad (3.5)$$

Em que:

- $E_{comp}$  é o módulo de elasticidade do compósito, em gigapascal;
- $E_f$  é o módulo de elasticidade das fibras de reforço, em gigapascal;
- $E_p$  é o módulo de elasticidade do polímero, em gigapascal.

### 3.4.2 Análise Termogravimétrica (TGA)

Este ensaio é realizado numa balança termogravimétrica, com uma pequena amostra do material colocada no interior do equipamento que será aquecido e permitirá obter a variação do peso da amostra com o aumento de temperatura. A balança termogravimétrica utilizada foi a *Perkin-Elmer*, modelo TGA 7 [5] da Figura 35.



Figura 35 – Equipamento de termogravimetria utilizado

A rampa de aquecimento realizada foi de 10°C por minuto, valor padrão da máquina para este tipo de ensaio. A atmosfera do forno pode ser rica em oxigénio, azoto ou ar e o fluxo pode ser regulado.

A análise TGA permite-nos conhecer a perda de massa de um material quando está submetido a uma determinada temperatura, para assim sabermos a temperatura que inicia a sua degradação e perda de massa. É importante referir que não avaliamos a perda de massa com o tempo de exposição a uma determinada temperatura, deixando essa tarefa para um trabalho posterior.

### 3.4.3 Ensaios de Flexão

Os ensaios de flexão em 3 pontos foram realizados seguindo a norma ISO 14125. Os ensaios foram realizados na máquina universal de ensaios da *Shimadzu* que podemos ver na Figura 36, instalada no Laboratório de Ensaios Mecânicos do ISEP com uma célula de carga de 100 kN.



Figura 36 – Máquina universal de ensaios utilizada

Por cada condição foram realizados 5 ensaios de flexão. Os provetes com fibras unidirecionais tinham 100 milímetros de comprimento, 80 milímetros de distância entre apoios, 20 milímetros de largura e 2 milímetros de espessura.

A velocidade de ensaio escolhida foi de 2 milímetros por minuto e a distância entre apoios era de 80 milímetros.

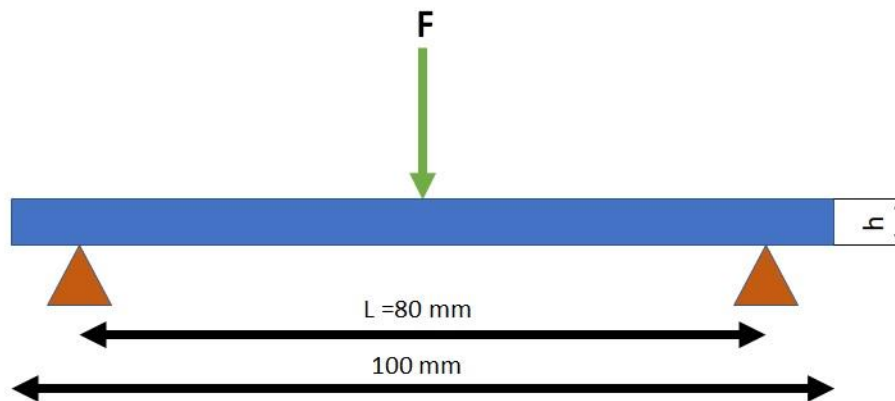


Figura 37 – Esquema Ensaio Flexão em 3 pontos

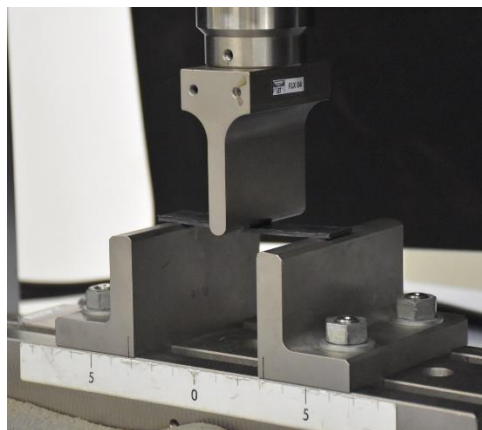


Figura 38 – Montagem da máquina de ensaios mecânicos

De forma a evitar modos de rotura não aceitáveis tal como esforços de corte interlaminar, a norma exige ainda que rácio entre a distância entre apoios e a espessura seja de 16:1, 20:1, 40:1 ou 60:1. Nos ensaios realizados o rácio foi de 40:1.

Os provetes antes de ensaiados foram colocados na câmara climática *Thermotron 8200* da Figura 33, durante 24 horas com uma temperatura de 45°C e 0% de humidade.

Após eliminar a humidade dos provetes, foi feita a medição da largura e espessura. Esta medição foi realizada com um paquímetro digital *Mitutoyo Absolute Digimatic* de 150 mm com 0,01 mm de exatidão, em três pontos dos provetes. Após as três medições foi calculada a largura e espessura média de cada provete.

Realizados os ensaios de flexão, foram calculadas as propriedades à flexão dos perfis ensaiados.

### Tensão de Rotura

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot h} \quad (3.6)$$

Em que:

- $\sigma_f$  é a tensão de rotura à flexão, em megapascal;
- $F$  é a força máxima aplicada, em newtons;
- $L$  é a distância entre apoios, em milímetros;
- $b$  é a largura média do provete, em milímetros;
- $h$  é a espessura média do provete, em milímetros.

### Deformação

$$\varepsilon = \frac{6 \cdot y \cdot h}{L^2} \quad (3.7)$$

Em que:

- $\varepsilon$  é a deformação na superfície inferior;
- $y$  é a flecha medida a meio vão, em milímetros.

### Módulo de Elasticidade à Flexão

$$E_f = \frac{L^3}{4 \cdot b \cdot h^3} \cdot d \quad (3.8)$$

Em que:

- $E_f$  é o módulo de elasticidade à flexão, em megapascal;
- $d$  é o declive da zona linear da curva força-deflexão obtida no ensaio, em newton por milímetro.

#### 3.4.4 Ensaios de corte interlaminar (ILSS)

O ensaio de corte interlaminar (*short beam test*) é um ensaio que consiste em solicitar à flexão um provete com secção transversal retangular, com uma distância entre apoios muito reduzida para determinar a tensão de corte interlaminar aparente.

Este ensaio foi realizado segundo a norma ISO 14130 [8], que é aplicável a compósitos de matriz termoplástica e termoendurecível. Os ensaios foram realizados na máquina universal de ensaios *Zwick Z100* com uma célula de carga de 100 kN no Instituto Politécnico de Leiria.



Figura 39 – Máquina de ensaios mecânicos (ILSS)

Neste trabalho, o punção utilizado tinha 3 milímetros de raio e os apoios 2 milímetros. A distância entre apoios foi de 10 milímetros e a velocidade do ensaio foi de 1 milímetro por minuto com pré-carga de 2 N. Podemos ver o esquema de montagem na Figura 40.

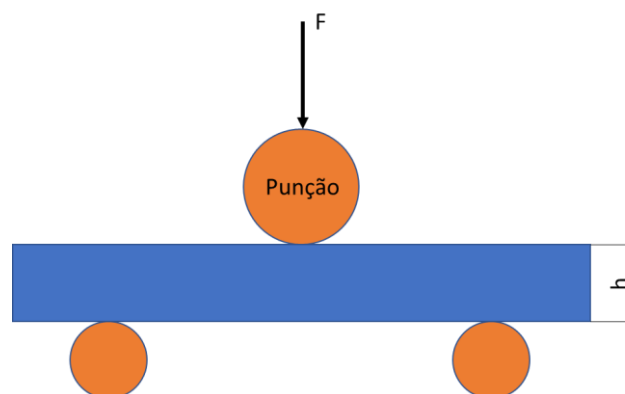


Figura 40 – Esquema de montagem ILSS

A tensão de corte interlaminar aparente foi calculada utilizando a Equação:

$$\tau = \frac{3}{4} \times \frac{F}{b \cdot h} \quad (3.9)$$

## Referências

- [1] Toray M30S Datasheet, <http://www.toraycfa.com/pdfs/M30SDataSheet.pdf>
- [2] P. J. Novo, *“Optimizing the Production and Processing of Fibre Reinforced Thermoplastic Pre-Impregnated Materials”* Junho 2014
- [3] P. J. Novo, *“Processing of Carbon Reinforced Thermoplastic Composites”*, Junho 2017
- [4] ISO 1172:1996 – *“Determination of the textile-glass and mineral-filler content – Calcination methods”*
- [5] J. F. Silva, *“Pré-impregnados de Matriz Termoplástica: Fabrico e Transformação por Compressão a Quente e Enrolamento Filamentar”*, Universidade do Porto, Porto, 2005
- [6] J. P. Nunes, J. F. Silva, *“Processing Thermoplastic Matrix Towpregs by Pultrusion”* June 2011
- [7] 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
- [8] ISO 14130:1997 – *“Determination of apparent interlaminar shear strength by short-beam method in fibre reinforced plastic composites”*
- [9] SGL SIGRAFIL® C30 T050 TP1 Datasheet, <http://www.sglgroup.com>

# Discussão de Resultados

## **4.1 Produção de towpreg**

## **4.2 Transformação por pultrusão**

### 4.2.1 Parâmetros do processo

## **4.3 Transformação por compressão a quente**

### 4.3.1 Parâmetros do processo

## **4.4 Determinação de teores de fibra e polímero**

### 4.4.1 Ensaios de Calcinação

### 4.4.2 Resultados

## **4.5 Ensaios de Flexão**

### 4.5.1 Resultados

## **4.6 Ensaios de corte interlaminar (ILSS)**

### 4.6.1 Resultados

## 4 Discussão de Resultados

### 4.1 Produção de *towpreg*

No capítulo 3.2.1 foi descrito o método de fabrico de *towpreg* por deposição de pó sobre fibras. O equipamento utilizado permite regular vários parâmetros de fabrico, nomeadamente a temperatura dos dois fornos e a velocidade do processo. Estes parâmetros são importantes para garantir a qualidade do pré-impregnado, a otimização destes parâmetros foi realizada em trabalhos anteriores [1,2].

Para as fibras e polímero utilizados neste trabalho, a velocidade ideal seria de 6 metros por minuto, a temperatura ideal do forno de convecção era de 700 °C e o forno de consolidação deveria estar a 400 °C. Visto que o problema mais importante dos compósitos de matriz termoplástica é a impregnação do polímero nas fibras, a otimização teve como objetivo obter um teor mássico de polímero no *towpreg* suficientemente elevado para o processo de fabrico em estudo.

Aplicando 700°C de temperatura no forno de convecção, a fibra encontra-se suficientemente quente para no módulo seguinte haver a consequente adesão do polímero às fibras. No forno de consolidação a temperatura ótima foi de 400 °C, de forma a haver alguma consolidação do polímero sem que este se degrade. A velocidade do processo estabeleceu-se como sendo 6 metros por minuto.

Foi então produzido *towpreg* em contínuo nas condições descritas, perfazendo um total de 2000 metros de pré-impregnado que foi posteriormente enrolado em bobinas. Cada bobina foi enrolada com 42 ou 49 metros, sendo que por cada bobina cortou-se um metro de *roving* para realizar uma pesagem e conhecer a quantidade de polímero do *towpreg*. Na Tabela 5 podemos ver o resultado das 36 pesagens.

Tabela 5 – Percentagem de polímero nos *towpregs*

Bobina	Polímero (%)	Bobina	Polímero (%)	Bobina	Polímero (%)	Bobina	Polímero (%)
1	64	10	27	19	15	28	30
2	63	11	52	20	18	29	22
3	52	12	31	21	28	30	18
4	38	13	21	22	21	31	18
5	59	14	17	23	18	32	22
6	52	15	38	24	30	33	48
7	43	16	16	25	15	34	14
8	53	17	56	26	22	35	29
9	52	18	28	27	21	36	39

Obeve-se um total de 36 *rovings* com uma percentagem mássica de polímero média de 33,1% e um desvio padrão de 15,8%. A média ficou aquém dos valores esperados, uma vez que nas mesmas condições já se obteve percentagens médias de polímero de 40% [1]. Além disso o desvio padrão tem um valor relativamente alto, o que significa que o processo necessita de algum melhoramento no controlo do processo.

Os motivos para as percentagens mássicas de polímero variarem de forma tão elevada, poderão ser as seguintes:

- I. Espalhamento pouco eficiente, provavelmente pela geometria da fieira ter sido concebida para fibras de Tex 2400, e pela pressão da linha de ar comprimido não se manter constante durante a produção;
- II. Por existir uma distância grande entre a tina e o enrolador, e pela existência de alguma vibração no equipamento, verifica-se alguma perda de polímero durante a produção de *towpreg*.

Dito isto a pesagem apenas permite obter uma estimativa do teor de polímero no *towpreg*. No compósito, só após o processo de pultrusão poderemos saber a percentagem real de fibras realizando os ensaios de calcinação.

## 4.2 Transformação por pultrusão

Para a produção dos compósitos recorreremos ao equipamento instalado no Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP, descrito em 3.3.1.

O primeiro parâmetro a definir na pultrusão é o número de *rovings* necessários para produzir o perfil desejado. O número de *rovings* foi calculado pela Equação 4.1:

$$N = \frac{\rho_{comp} \times w_f \times A}{m_{f\ lin}} \quad (4.1)$$

Em que:

- $\rho_{comp}$  é a massa volúmica do compósito final, em gramas por centímetro cúbico;
- $w_f$  é a fração mássica de fibra estimada;
- $A$  é a área da secção transversal do perfil obtido por pultrusão, em milímetros quadrados;
- $m_{f\ lin}$  é o peso linear da fibra, em gramas por metro.

A massa volúmica do compósito pode ser calculada pela Lei das Misturas, utilizando a seguinte expressão:

$$\rho_c = \left( \frac{w_f}{\rho_f} + \frac{1 - w_f}{\rho_p} \right)^{-1} \quad (4.2)$$

Em que:

- $\rho_f$  é a massa volúmica das fibras, em gramas por centímetro cúbico;
- $\rho_p$  é a massa volúmica do polímero, em gramas por centímetro cúbico;

Nos capítulos 3.1.1 e 3.1.2, nas tabelas 3 e 4 é possível obter as massas volúmicas das fibras e do polímero fornecidas pelo fabricante, tendo a fibra 1,73 g/cm<sup>3</sup> e o polímero 0,905 g/cm<sup>3</sup>. O peso linear da fibra é também fornecido na tabela 3, sendo de 0,760 g/m.

Utilizando-se os dados fornecidos e as expressões 4.1 e 4.2, o número de rovings estimado foi de 47. No entanto, durante o processo de pultrusão utilizou-se 36 rovings por não ser possível fazer passar mais rovings pela fieira e manter o processo de fabrico estável.

#### 4.2.1 Parâmetros do processo

Os parâmetros reguláveis no processo foram a temperatura do forno de pré-aquecimento, a temperatura da fieira de aquecimento e a velocidade de puxo. O número de rovings foi estimado, como explicado, e manteve-se sempre igual a 36.

As temperaturas definidas em trabalhos anteriores com o mesmo polímero e fibra de Tex mais elevado foram de 160°C no forno de pré-aquecimento e de 250°C na fieira de aquecimento [3]. No entanto por se ter tido dificuldade em processar os pré-impregnados a estas temperaturas, estas foram ajustadas de modo a permitirem que a pultrusão pudesse ser realizada em contínuo.

Durante o processamento verificou-se que havia problemas com a fieira de arrefecimento, pela temperatura do pré-impregnado ser demasiado elevada, dessa forma baixou-se a temperatura de pré-aquecimento para 70°C. Quando se constatou que continuava a haver problemas na mesma fieira diminuiu-se gradualmente a temperatura da fieira de aquecimento até definirmos um *set-up* adequado. A temperatura adequada para a fieira de aquecimento rondou os 200°C. Na Tabela 6 podemos ver o *set-up* utilizado.

Tabela 6 – Parâmetros utilizados na pultrusão

Condição	Número de rovings	Pré-aquecimento (°C)	Fieira aquecimento		Fieira arrefecimento (°C)	Velocidade puxo (m/min)
			Set-point* (°C)	Temperatura média (°C)**		
1	36	70	190	205	25	0,2
2			180	197		0,3

\* - O *set-point* consiste na temperatura inserida na máquina.

\*\* - A temperatura média consiste na média das temperaturas lidas.

Com o *set-up* indicado na Tabela 6 foi possível realizar o processamento dos perfis de fibra de carbono e polipropileno por pultrusão.

A causa mais provável para ter sido necessário diminuir a temperatura na fieira de aquecimento é estarmos perante um copolímero. Além de polipropileno, o *ICORENE*<sup>®</sup> 4014 possui uma certa percentagem de polietileno. O polietileno com uma temperatura de fusão menor, poderá ter condicionado a temperatura de processamento.

Para estudar o efeito das propriedades mecânicas do compósito com o aumento da velocidade de processamento na pultrusão, aumentou-se a velocidade de puxo para 0,3 metros por minuto, produzindo-se a esta velocidade perfis para ensaios.

### 4.3 Transformação por compressão a quente

Para o fabrico de placas a partir dos perfis de compósito obtidos por pultrusão, foi fabricado um molde em alumínio. A dimensão da cavidade do molde foi de 200x290 milímetros, sendo a espessura de 2 milímetros, semelhante à espessura do perfil transformado por pultrusão. A dimensão da cavidade permite obter 5 provetes para ensaiar à flexão, 5 para tração, 5 para corte interlaminar e o restante serviria para ensaios de calcinação. Nesta dissertação realizamos apenas ensaios de flexão, calcinação e corte interlaminar.

No fabrico dos laminados atingir-se-ia temperaturas a rondar os 250°C, por esse motivo utilizamos um filme de desmoldante de PTFE (*teflon*).

Os laminados foram produzidos a partir de perfis de compósito fabricados nesta dissertação e sendo também utilizados perfis fabricados noutros trabalhos [2,3]. A primeira utilizou o mesmo polímero, no entanto empregou a fibra de carbono *SIGRAFIL*<sup>®</sup> C30 T050 TP1 de Tex 3280 g/km [3], enquanto o segundo utilizou a mesma fibra de carbono desta dissertação com diferença de ter empregue o polipropileno *ICORENE*<sup>®</sup> 9184B P, que difere do *ICORENE*<sup>®</sup> 4014 por ser um homopolímero [2].

### 4.3.1 Parâmetros do processo

#### 4.3.1.1 Pressão

A prensa utilizada apenas permite fazer o controlo da força, por esse motivo foi necessário calcular a pressão exercida. A área dos pratos da prensa em contacto com o molde e o laminado eram de 315x315 milímetros. Desta forma a pressão exercida é calculada pela expressão:

$$P = \frac{F}{A} \quad (4.3)$$

Em que:

- $P$  é a pressão em megapascal;
- $F$  é a força em newton;
- $A$  é a área, em milímetros quadrados.

Durante os ciclos de compressão a força solicitada foi de 20 toneladas. Aplicando a Equação 4.3 a pressão aplicada foi de 2 MPa.

#### 4.3.1.2 Temperatura de estágio

A temperatura de estágio aplicada ao compósito teve como objetivo melhorar a consolidação no laminado, dessa forma foram fabricadas placas com duas temperaturas diferentes:

- I. Temperatura de estágio de 200°C, utilizada no processo de pultrusão;
- II. Temperatura de estágio de 250°C, normalmente utilizada para o processamento do polipropileno.

Fazendo variar apenas a temperatura de estágio na compressão a quente, podemos comparar o efeito dessa variação nos compósitos fabricados.

Por existir um tempo de exposição considerável à temperatura de processamento do polímero durante a compressão a quente, é necessário verificar se o mesmo não apresenta perda de massa por degradação durante o estágio. Dessa forma sujeitou-se os dois polímeros à temperatura de 260°C durante 20 minutos, seguindo o mesmo procedimento dos ensaios de calcinação, referido em 3.4.1.

Tabela 7 – Polipropileno a 260°C durante 10 minutos

Ensaio	Polímero	Perda de massa (%)	Ensaio	Polímero	Perda de massa (%)
1	ICORENE®	3,2	3	ICORENE®	1,2
2	4014	2,9	4	9184B P	2,4

A temperatura atingida no processo de compressão a quente e o tempo de estágio durante a compressão a quente são ligeiramente inferiores à dos ensaios realizados. Por análise da Tabela 7 verificamos que a perda de massa das matrizes utilizadas durante a compressão a quente é desprezável. Conclui-se então que não existe perda de massa significativa por degradação realizando compressão a quente com os parâmetros indicados em compósitos com estas matrizes.

#### 4.3.1.3 Ciclo de compressão a quente

Após fazer a montagem na prensa de pratos quentes, a primeira etapa consistiu em realizar o aquecimento os perfis até à temperatura escolhida. Atingida essa temperatura fez-se um estágio durante 10 minutos para fundir o polímero e permitir um espalhamento uniforme pelas fibras. Seguidamente aplicou-se pressão durante um minuto mantendo a temperatura de forma a constringir o fundido na cavidade do molde. Por fim, realizamos o arrefecimento mantendo a pressão inalterada e obtemos os laminados. Na Tabela 8 estão descritas as etapas na prensa de pratos quentes, e na Figura 41 podemos ver esquematicamente o ciclo de compressão a quente.

Tabela 8 – Etapas compressão a quente

Etapa	Temperatura (°C)	Força (ton)	Pressão (MPa)	Tempo (min)	
1	Aquecimento	200 (I) /250 (II)	0	0	20 (I) /25 (II)
2	Estágio	200 (I) /250 (II)	0	0	10
3	Compressão	200 (I) /250 (II)	20	2,0	1
4	Arrefecimento	50	20	2,0	25 (I) /30 (II)

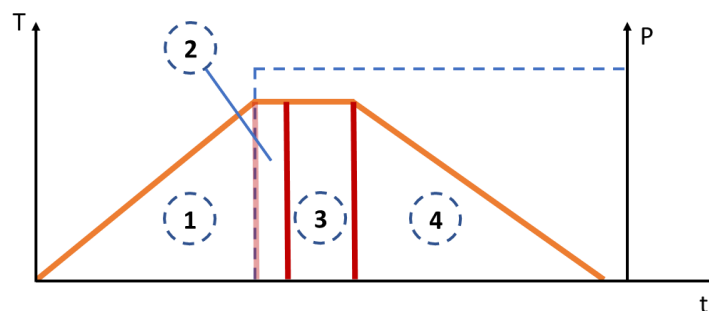


Figura 41 – Ciclo de compressão a quente

Na Figura 42 podemos ver os laminados fabricados por compressão a quente.



Figura 42 – Laminados Fibra de Carbono e Polipropileno

#### 4.4 Determinação de teores de fibra e polímero

Ao contrário das fibras de vidro, a perda de massa das fibras de carbono quando expostas a temperaturas elevadas pode ser significativa devido à sua composição química. Na Figura 43 podemos ver a análise TGA da fibra de carbono, utilizado neste trabalho, quando submetido a uma rampa de aquecimento de 10°C por minuto.

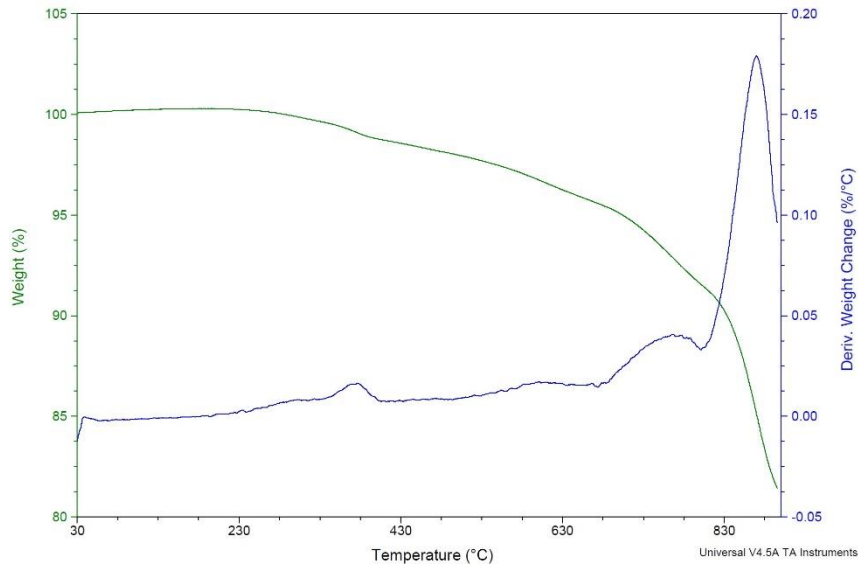


Figura 43 – TGA Fibra de Carbono TORAYCA® M30S C

A curva a verde representa a perda de massa do material. Podemos observar que a fibra de carbono inicia a sua perda de massa aos 400°C e existe uma perda significativa a partir dos 700°C. Realizando um ensaio de calcinação a 625°C como refere a norma, é possível que exista perda de massa por parte da fibra de carbono durante a calcinação. Por esse motivo estudou-se uma metodologia para a calcinação de compósitos que utilizem fibras de carbono. As temperaturas escolhidas de acordo com a matriz e reforço utilizados.

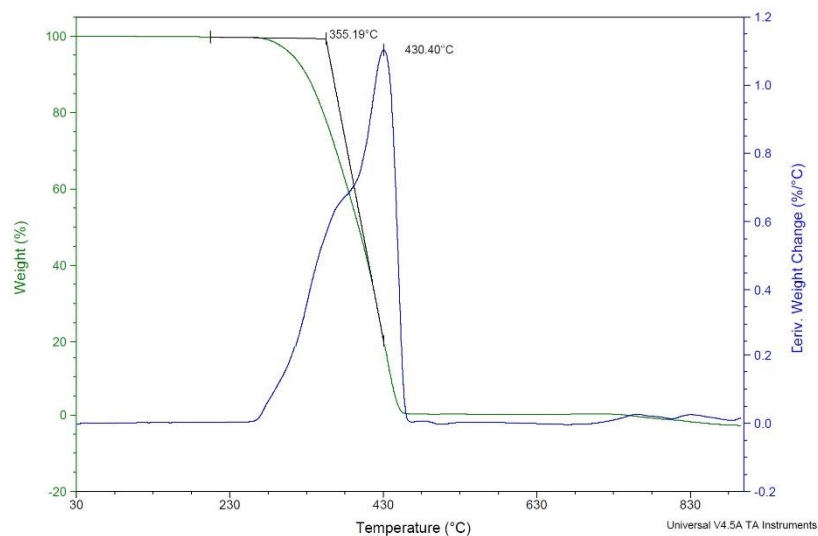


Figura 44 – TGA Polipropileno ICORENE® 9184B P

Analisando o TGA do polipropileno (ver Figura 44) podemos verificar que a partir dos 450°C a quantidade de material existente é praticamente nula, temperatura à qual as fibras de carbono não sofrem uma perda de massa significativa. Assim, num ensaio de calcinação de um compósito de polipropileno reforçado com as fibras de carbono utilizadas neste trabalho, o ensaio terá de ser realizado a uma temperatura ligeiramente superior a 450°C podendo haver um tempo de estágio a essa temperatura para garantir a uniformização de temperatura no compósito.

Seguidamente descrevem-se os parâmetros para validação desta metodologia.

#### 4.4.1 Ensaios de Calcinação

Como estes ensaios seriam realizados numa mufla convencional em que o ar seria a atmosfera sem fluxo, os ensaios TGA foram efetuados sob essas mesmas condições. É importante também referir que num ensaio TGA as amostras são tão pequenas (na ordem das dezenas de miligramas), que aplicando um fluxo de ar é possível que haja perda de material por esse fluxo e não por efeito da temperatura, portanto não foi utilizado fluxo de ar nos ensaios TGA.

Decidiu-se realizar rampas de aquecimento na mufla com os mesmos parâmetros dos ensaios TGA para comparar a perda de massa nos dois equipamentos com o mesmo material. A rampa de aquecimento foi então estabelecida em 10°C por minuto.

Observando a Figura 44, pode verificar-se que a totalidade da massa do polipropileno é perdida aos 450°C, no entanto estes ensaios foram realizados num equipamento TGA de alta precisão e o equipamento utilizado neste trabalho foi uma mufla convencional. Tendo utilizado os 450°C como temperatura de referência, realizou-se rampas de aquecimento na mufla até aos 500°C com o propósito de conhecer a temperatura mínima possível de calcinar a totalidade do polipropileno durante uma rampa na mufla.

Os resultados das rampas de aquecimento para o polipropileno na mufla estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 – Rampas de Aquecimento Polipropileno ICORENE 4014®

Ensaio	Temperatura máxima (°C)	Perda de massa (%)	Ensaio	Temperatura máxima (°C)	Perda de massa (%)
1	Rampa até 300°C	4,48	6	Rampa até 450°C	57,68
2	Rampa até 300°C	4,23	7	Rampa até 475°C	97,38
3	Rampa até 350°C	8,54	8	Rampa até 475°C	99,68
4	Rampa até 350°C	9,63	9	Rampa até 500°C	99,74
5	Rampa até 450°C	32,97	10	Rampa até 500°C	99,73

Por análise da Tabela 9 verificamos que a 475°C existe perda total da massa de polipropileno. Estes resultados aproximam-se aos dos ensaios TGA.

Conclui-se que com esta metodologia diminui-se a temperatura de calcinação do polímero, reduzindo a degradação das fibras de carbono.

Uma vez que as rampas de aquecimento são um processo mais moroso e não sendo possível realizar em todas as muflas, estudamos um método para a calcinação da matriz a temperatura constante.

Os resultados dos ensaios de calcinação a temperatura constante do polipropileno encontram-se na Tabela 10.

Tabela 10 – Ensaios de Calcinação do Polipropileno ICORENE® 4014

Ensaio	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Perda de massa (%)	Ensaio	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Perda de massa (%)
1	10	475°C	82,88	5	10	485°C	99,73
2	10	475°C	66,38	6	10	485°C	97,33
3	10	480°C	99,44	7	10	500°C	98,21
4	10	480°C	99,88	8	10	500°C	99,81

Por análise da Tabela 10 verificamos que aos 475°C ainda existe perda parcial do polipropileno. Por esse motivo realizou-se ensaios a temperaturas ligeiramente superiores até que se chegou à conclusão que aumentando apenas 5°C existia perda total do polímero. O polímero *ICORENE*® 9184B P foi também calcinado sob as mesmas condições, tendo obtido os resultados da Tabela 11.

Tabela 11 – Ensaios de Calcinação do Polipropileno ICORENE® 9184B P

Ensaio	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Perda de massa (%)	Ensaio	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Perda de massa (%)
1	10	480°C	96,31	2	10	480°C	97,82

Concluindo-se que existia perda de massa total do *ICORENE*® 9184B P sob as mesmas condições, realizou-se ensaios com a fibra de carbono à temperatura de 480°C durante 10 minutos para garantir que a perda de massa deste reforço nestas condições era desprezável. Os resultados desses ensaios estão apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 – Fibra de Carbono a 480°C durante 10 minutos

Ensaio	Referência	Perda de massa (%)	Ensaio	Referência	Perda de massa (%)
1	TORAYCA® M30S C	1,55	3	SIGRAFIL®C30	0,76
2		1,58	4	T050 TP1	0,83

Desprezando a perda de massa da fibra de carbono a 480°C durante 10 minutos, considera-se que num ensaio de calcinação sob estas condições toda a perda de massa é por parte do polipropileno.

#### 4.4.2 Resultados

Na Tabela 13 estão apresentadas as condições em estudo. O teor mássico de fibras foi calculado utilizando a Equação 3.2 e 3.3, o teor volúmico de fibras foi calculado utilizando a Equação 3.4.

Tabela 13 – Resultados Ensaio de Calcinação

Condição	Fibra carbono	PP	Pultrusão			Ensaio de calcinação	
	Tex	Referência	Pré-aq. (°C)	Fieira aq. (°C)	Vel. de puxo (m/min)	Teor mássico de fibras (%)	Teor volúmico de fibras (%)
1	3280	ICORENE® 4014	160	250	0,2	73,5	58,1
2						75,0	60,0
3						73,5	58,2
4	70		200	0,2		62,6	46,4
5						62,8	46,8
6				0,3		63,2	47,2
7		63,1			47,1		
8	760	ICORENE® 9184B P	160	240	0,2	63,0	47,0
9						65,6	49,9
10						66,5	50,8

As condições 4, 5, 6, 7 e 8 foram produzidas no decorrer desta dissertação. No capítulo 4.1 a percentagem de polímero estimada era de 33,11%. Na Tabela 14 estão apresentadas a percentagens de polímero dessas condições após os ensaios de calcinação. No Anexo C podem ser consultados estes resultados mais completos.

Tabela 14 – Teor mássico de polímero

Condição	Teor mássico de polímero (%)
4	37,4
5	37,2
6	36,8
7	36,9
8	37,0
Média	37,1
Desvio Padrão	0,24

O pequeno aumento do teor médio de polímero após transformação pode ser explicado por dois motivos:

- I. As amostras de *towpreg* cortadas e pesadas não eram representativas das bobinas utilizadas;
- II. O processo de pultrusão, durante os ciclos de pressão e temperatura espalham e uniformizam o polímero ao longo do perfil.

A uniformização de polímero ao longo dos perfis de compósito é representativa pelo baixo desvio padrão obtido após os ensaios de calcinação. A percentagem mássica média de polímero foi de 37,1% e o perfil compósito apresentava já uma razoável consolidação.

Como já era esperado, o processo de compressão a quente não faz variar significativamente o teor de polímero no compósito. Por observação da Tabela 15 podemos concluir isso mesmo.

Tabela 15 – Teores de polímero

Condições	Teor mássico de polímero (%)	
	Médio	Desvio padrão
1, 2 e 3	26	0,9
4, 5 e 6	37	0,3
7 e 8	37	0,1
9 e 10	50	0,6

Sendo o desvio padrão muito baixo, havendo variações das propriedades mecânicas em compósitos que foram comprimidos a quente os motivos estão relacionados essencialmente com este processo e não com as matérias primas ou processo de pultrusão.

#### 4.5 Ensaios de Flexão

A dimensão dos provetes, os gráficos dos ensaios de flexão e os resultados dos ensaios encontram-se sumarizadas no Anexo D.

A tensão de rotura e o módulo de elasticidade dos provetes ensaiados pode ver-se na Tabela 16. Utilizaram-se as Equações 3.6, 3.7 e 3.8 para calcular as referidas propriedades. O módulo de elasticidade teórico para comparação, foi calculado utilizando a Equação 3.5.

## 4.5.1 Resultados

Tabela 16 – Resultados Ensaio de Flexão em 3 pontos

Condição	Fibra de carbono	Polipropileno	Pultrusão			Compressão a quente	Ensaio de flexão			Ensaio de calcinação		
	Tex	Referência	Pré-aquec. (°C)	Fieira aquec. (°C)	Vel. puxo (m/min)	Temperatura (°C)	Tensão rotura flexão (MPa)	Módulo de elasticidade flexão (GPa)	Módulo de elasticidade teórico (GPa)	Teor volúmico de fibras (%)	Tensão rotura específica (MPa/v <sub>f</sub> )	Módulo de elasticidade específico (GPa/v <sub>f</sub> )
1	3280	ICORENE® 4014	160	250	0,2	-	89,4	31,3	139,9*	58,1	153,9	53,9
2						200	134,4	43,7	144,4*	60,0	224,0	72,8
3						250	207,6	61,7	140,0*	58,2	356,7	106,0
4	760	ICORENE® 4014	70	200	0,2	-	211,2	65,2	90,8**	46,4	455,2	140,5
5						200	242,6	71,5	91,5**	46,8	518,4	152,8
6						250	265,7	72,2	92,4**	47,2	562,9	153,0
7						-	146,4	61,1	92,2*	47,1	310,8	129,7
8					0,3	200	209,4	68,2	92,0**	47,0	445,5	145,1
9	ICORENE® 9184B P [2]	[2]	160 [2]	240 [2]	0,2 [2]	-	229,0 <sub>[2]</sub>	86,7 <sub>[2]</sub>	99,1**	49,9	458,9	173,7
10						250	267,4	93,3	100,9**	50,8	526,4	183,7

\* – valores calculados utilizando dados do fabricante

\*\* – valores calculados utilizando dados obtidos experimentalmente

**Fibra de Carbono Tex 3280 ICORENE® 4014**

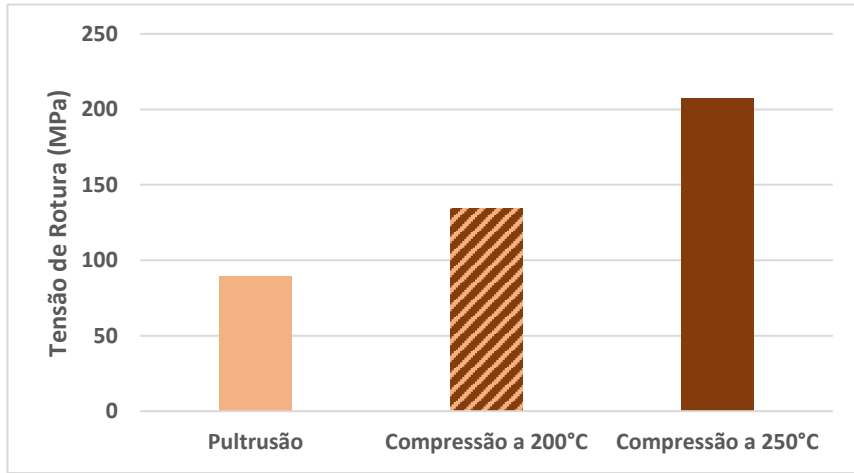


Figura 45 – Evolução Tensão de Ruptura Tex 3280

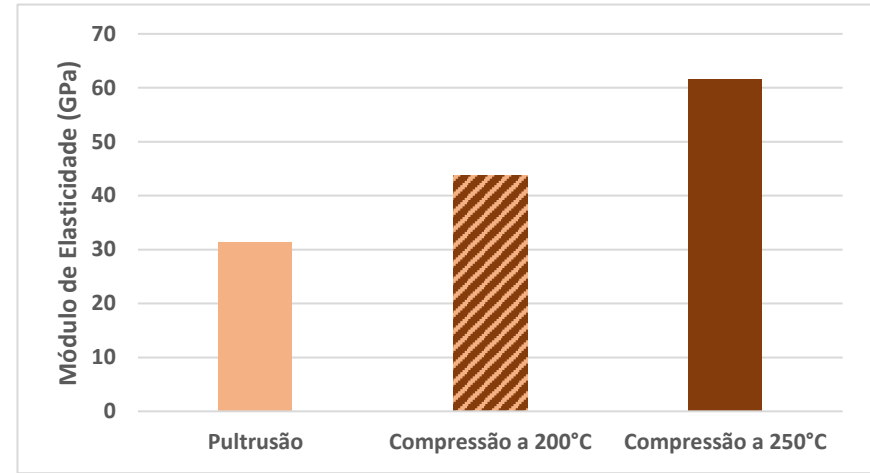


Figura 46 – Evolução Módulo de Elasticidade Tex 3280

**Fibra de Carbono Tex 760 ICORENE® 4014 v = 0,2**

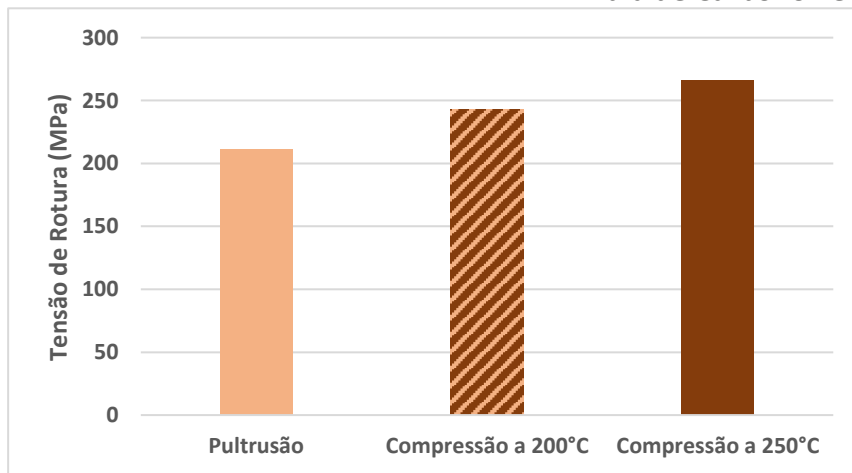


Figura 47 – Evolução Tensão de Ruptura Tex 760 v=0,2

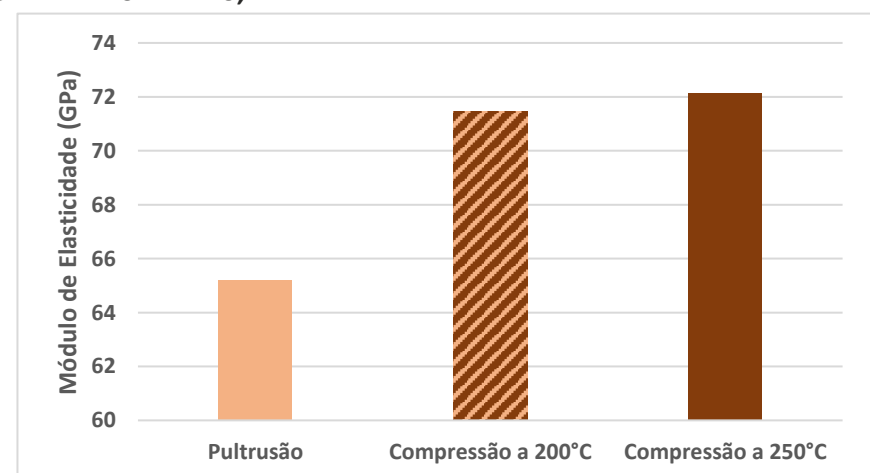


Figura 48 – Evolução Módulo de Elasticidade Tex 760 v=0,2

**Fibra de Carbono Tex 760 ICORENE® 4014 v = 0,3**

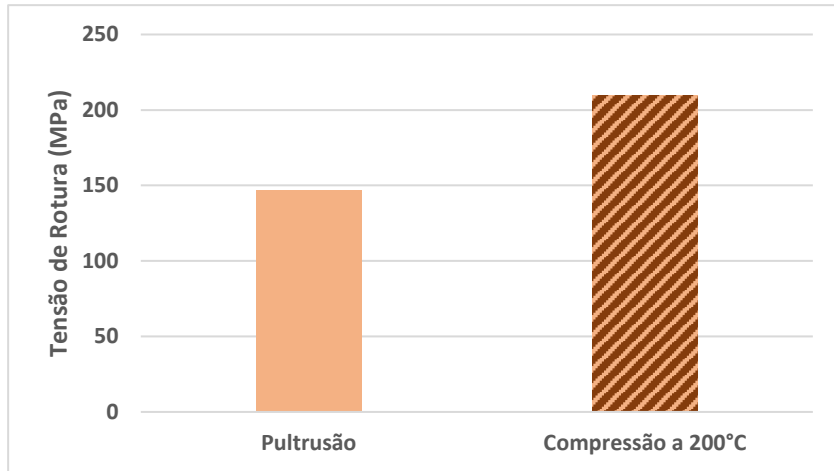


Figura 50 – Evolução Tensão de Ruptura Tex 760 v=0,3

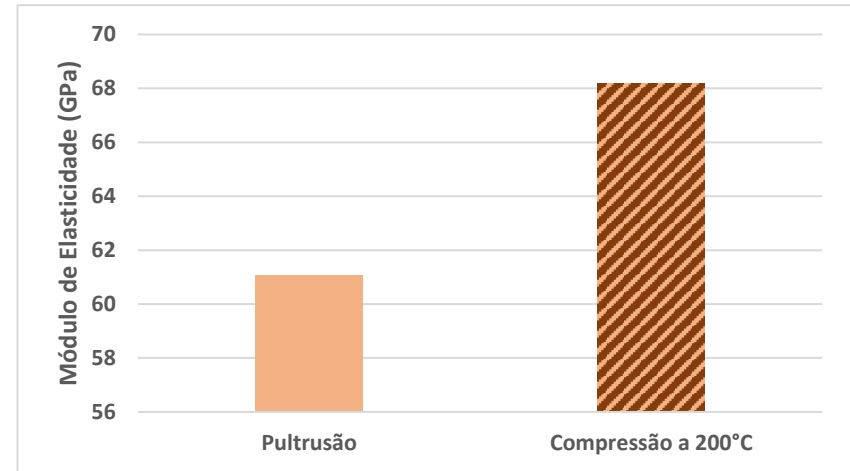


Figura 49 – Evolução Módulo de Elasticidade Tex 760 v=0,3

**Fibra de Carbono Tex 760 ICORENE® 9184B P**

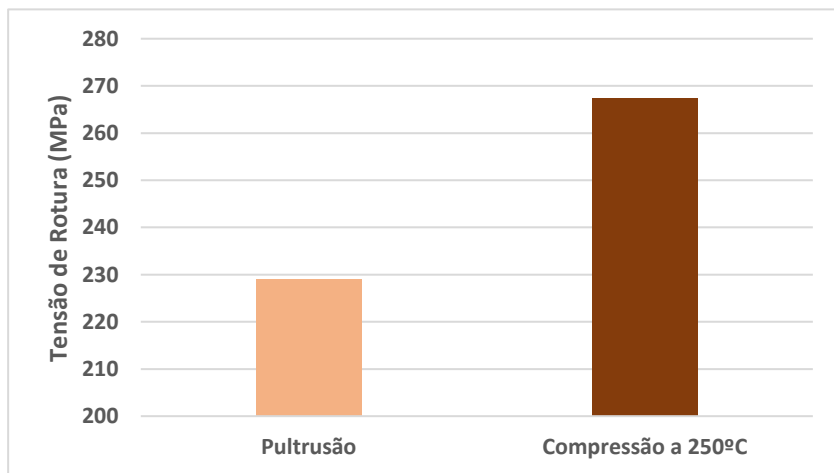


Figura 52 – Evolução Tensão de Ruptura ICORENE® 9184B P

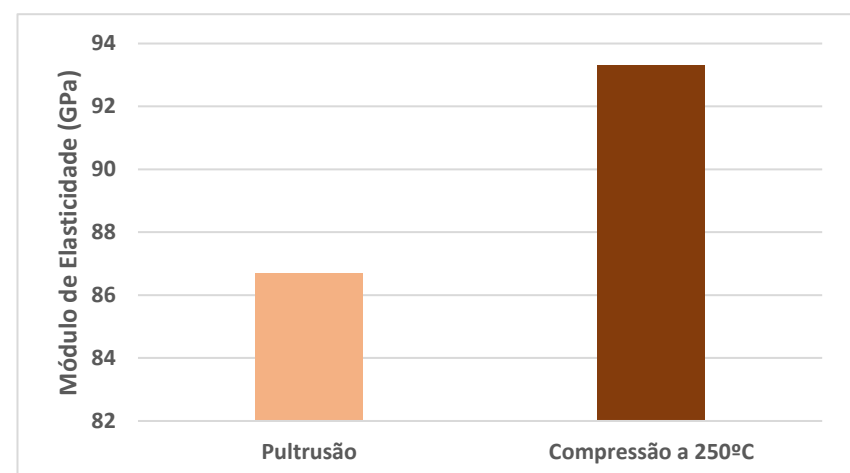


Figura 51 – Evolução Módulo de Elasticidade ICORENE® 9184B P

A discussão dos resultados dos ensaios de flexão em 3 pontos apresentam-se nos pontos seguidamente descritos.

#### 4.5.1.1 Influência da compressão a quente nos perfis de pultrusão

Tabela 17 – Comparativo de perfis e placas com diferentes Tex

Condição	Tex	Fabrico	Tensão de rotura (MPa)	Varição (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Varição (%)
4	760	Pultrusão	211,2	25,8	65,2	10,7
6		Compressão 250°C	265,7	(6 em relação a 4)	72,2	(6 em relação a 4)
1	3280	Pultrusão	89,4	132	31,3	97,0
3		Compressão 250°C	207,6	(3 em relação a 1)	61,7	(3 em relação a 1)
9	760	Pultrusão	229,0	16,8	86,7	7,61
10		Compressão 250°C	267,4	(10 em relação a 9)	93,3	(10 em relação a 9)

Por observação da Tabela 17 podemos constatar que existe um aumento de resistência e rigidez quando os perfis após pultrusão são comprimidos a quente. No entanto, esse aumento é substancialmente maior quando a fibra possui um Tex maior.

A impregnação de fibras com Tex elevado é mais complicada por ser difícil de garantir a presença de polímero no interior das mechas de fibra pelo processo de fabrico de pré-impregnados empregue. Neste Tex, o polímero encontra-se mais no exterior das mechas, não existindo uma distribuição tão uniforme.

Quando o perfil é transformado pelo processo de pultrusão, os ciclos de temperatura são mais rápidos para o polímero diminuir a sua viscosidade e espalhar-se pela fibra, por isso podemos obter um perfil compósito com menor consolidação e com uma grande percentagem de vazios.

À velocidade de 0,2 metros por minuto de pultrusão, o polímero percorre a fieira de aquecimento durante apenas 1 minuto, não tendo tempo com as variáveis de processo utilizadas de se espalhar totalmente pelas fibras. A compressão a quente vem aplicar um ciclo de temperatura e pressão adicional ao compósito transformado por pultrusão, com a vantagem de existir um tempo de estágio para garantir a uniformização da temperatura de processamento do polímero, e exista fluxo do mesmo pelas fibras. Desse modo, o módulo de elasticidade da condição 1 para a 3 ter aumentado para quase o dobro e a tensão de rotura ter mais que duplicado.

#### 4.5.1.2 Influência da temperatura de estágio na compressão a quente

A temperatura inicialmente definida para realizar os ciclos de compressão a quente foi de 250°C, que é a temperatura de processamento do polipropileno e também utilizada na feira de aquecimento no fabrico por pultrusão de perfis em trabalhos anteriores [2,3]. No entanto por ter existido problemas na pultrusão a essa temperatura, decidimos fabricar as placas a 200°C, que foi a temperatura aproximada da feira de aquecimento.

Tabela 18 – Influência da temperatura de estágio na compressão a quente

Condição	Tex	Fabrico	Tensão de rotura (MPa)	Varição (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Varição (%)
5	760	Compressão 200°C	242,6	9,51 (6 em relação a 5)	71,5	1,0 (6 em relação a 5)
6		Compressão 250°C	265,7		72,2	
2	3280	Compressão 200°C	134,4	54,6 (3 em relação a 2)	43,7	41,2 (3 em relação a 2)
3		Compressão 250°C	207,6		61,7	

Por análise da Tabela 18 podemos verificar que quando atingida uma temperatura mais elevada na compressão a quente obtemos melhores propriedades mecânicas, e como já foi referido, à temperatura de 250°C a perda de massa por parte do polímero é desprezável.

Verificamos novamente que a fibra de Tex elevado é mais suscetível a esta variação de temperatura pelos motivos já referidos anteriormente. Podemos também reparar que a fibra de Tex menor à temperatura de compressão a 200°C já se encontra bem consolidada por quase não existir variação do módulo de elasticidade e apenas uma ligeira melhoria da tensão de rotura. Associando à menor temperatura de pultrusão, podemos concluir que o pré-impregnado de Tex menor não necessita de uma temperatura tão elevada durante a compressão possivelmente pelo maior teor em polímero permitir já uma boa consolidação durante a pultrusão.

#### 4.5.1.3 Influência da velocidade de pultrusão

A viabilidade do processo de pultrusão de compósitos termoplásticos passa também pelo aumento de velocidade de processamento. Aumentando 50% a velocidade de pultrusão, obtiveram-se compósitos com as propriedades mecânicas da Tabela 19.

Tabela 19 – Influência da velocidade de pultrusão nos compósitos

Condição	Velocidade	Fabrico	Tensão de rotura (MPa)	Varição (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Varição (%)
4	0,2	Pultrusão	211,21	-30,69 (7 em relação a 4)	65,19	-6,32 (7 em relação a 4)
7	0,3	Pultrusão	146,39		61,07	

Constatamos que existe uma diminuição significativa da resistência mecânica do compósito com o aumento da velocidade de pultrusão, no entanto a diminuição da rigidez não é tão substancial. Este facto indica possivelmente o teor em vazios no compósito é mais elevado, pelo tempo de exposição do polímero na feira de aquecimento ser mais baixa.

Tabela 20 – Influência da velocidade de pultrusão nas propriedades dos compósitos obtidos

Condição	Velocidade	Fabrico	Tensão de rotura (MPa)	Varição (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Varição (%)
4	0,2	Pultrusão	211,2	14,88	65,2	9,60
5	0,2	Compressão 200°C	242,6	(5 em relação a 4)	71,5	(5 em relação a 4)
7	0,3	Pultrusão	146,4	43,06	61,1	11,63
8	0,3	Compressão 200°C	209,4	(8 em relação a 7)	68,2	(8 em relação a 7)

Por observação da Tabela 20 podemos verificar que quando comprimidos a quente existe um aumento substancial de resistência nos compósitos fabricados com uma maior velocidade de pultrusão, isto prende-se novamente por haver maior tempo de exposição do polímero à temperatura de processamento e pela aplicação de uma pressão adicional.

Tabela 21 – Influência da Velocidade de Pultrusão em Placas Comprimidas a Quente

Condição	Velocidade	Fabrico	Tensão de rotura (MPa)	Varição (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Varição (%)
5	0,2	Compressão 200°C	242,6	-13,69	71,5	-4,59
8	0,3	Compressão 200°C	209,4	(8 em relação a 5)	68,2	(8 em relação a 5)

Por análise da Tabela 21 verificamos que a resistência e rigidez dos compósitos fabricados a diferentes velocidades de pultrusão aproximam-se muito mais. Estes resultados tornam-se particularmente importantes no sentido de permitir obter compósitos com boas propriedades mecânicas e velocidades de fabrico de pultrusão relativamente elevadas.

## 4.5.1.4 Influência do tipo de polímero

Tabela 22 – Influência do tipo de polímero

Condição	PP (ICORENE®)	Fabrico	Tensão de rotura (MPa)	Variação (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Variação (%)
4	4014	Pultrusão	211,2	8,43 (8 em relação a 5)	65,2	32,98 (8 em relação a 5)
9	9184B P	Pultrusão	229,0 <sub>[2]</sub>		86,7 <sub>[2]</sub>	
6	4014	Compressão a 250°C	265,7	0,64 (10 em relação a 6)	72,2	29,22 (10 em relação a 6)
10	9184B P	Compressão a 250°C	267,4		93,3	

A diferença entre os dois polímeros nota-se especialmente no módulo de elasticidade do compósito. Analisando exclusivamente os dados do fabricante da Tabela 4, notamos que o diâmetro das partículas do ICORENE® 9184B P é duas vezes e meia menor do que o ICORENE® 4014 e existe uma diferença de 13% do módulo de elasticidade.

O módulo de elasticidade do polímero é uma propriedade que afeta relativamente pouco a rigidez do compósito, e tendo utilizado a mesma fibra podemos presumir que o menor diâmetro das partículas de polímero tem um papel importante na rigidez do material transformado por pultrusão. Cabe à matriz transmitir os esforços ao reforço, havendo um polímero que seja capaz de impregnar melhor as fibras, será mais eficaz a transmitir os esforços.

## 4.5.1.5 Módulo de elasticidade teórico e real

Tabela 23 – Módulo de elasticidade teórico vs. real

Condição	Tex	ICORENE®	Pultrusão (°C)			Compressão (°C)	Módulo de elasticidade Flexão (GPa)	Módulo de elasticidade Teórico (GPa)	Diferença em rel. ao exp. (%)
			Pré-aq.	Fieira aquec.	Vel.				
1	3200	4014	160	250	0,2	-	31,3	139,9*	347,0
2						200	43,7	144,4*	230,4
3						250	61,7	140,0*	126,9
4	760		70	200		-	65,2	90,8**	39,3
5						200	71,5	91,5**	28,0
6						250	72,2	92,4**	28,0
7	760	9184B P [2]	160	240	0,3	-	61,1	92,2**	50,9
8						200	68,2	92,0**	34,9
9	760		[2]	[2]	[2]	-	86,7	99,1**	14,3
10						250	93,3	100,9**	8,2

\* – valores calculados utilizando dados do fabricante

\*\* – valores calculados utilizando dados obtidos experimentalmente

Por observação da Tabela 23 podemos verificar que existe uma grande disparidade nos resultados experimentais e teóricos do módulo de elasticidade da fibra de Tex 3280, o principal motivo poderá atribuir-se à falta de resultados experimentais do módulo de elasticidade desta fibra.

Em ensaios experimentais as fibras de Tex 760 revelaram possuir menos 33,8% de módulo de elasticidade comparativamente com o anunciado pelo fabricante [4]. Utilizando valores experimentais das propriedades das fibras no cálculo do módulo de elasticidade teórico do compósito, podemos notar uma aproximação significativa com o módulo obtido experimentalmente. Na condição 10, a diferença dos valores teóricos para os experimentais ficou-se pelos 8%.

Se por hipótese, as fibras de Tex 3280 em resultados experimentais mostrassem ter a mesma diminuição percentual de módulo que as fibras de Tex 760 tiveram, então o módulo de elasticidade da melhor condição (3) estaria 50,4% deslocado do valor teórico e não em 126% como podemos ver na Tabela 22. Deste modo, seria importante realizar ensaios de determinação do módulo experimental das fibras de carbono de Tex 3280 para podermos realizar uma comparação mais realista.

#### 4.5.1.6 Resistência e rigidez específica

Tabela 24 – Resistência e Rigidez específica

Condição	Tex	ICORENE®	Pultrusão (°C)			Compressão (°C)	Tensão rotura específica (MPa/v <sub>f</sub> )	Módulo de Elasticidade específico (GPa/v <sub>f</sub> )
			Pré-aq.	Aquec.	Vel.			
1	3200	4014	160	250	0,2	-	153,9	53,9
2						200	224,0	72,8
3						250	356,7	106,0
4	760		70	200		-	455,2	140,5
5						200	518,4	152,8
6						250	562,9	153,0
7		0,3			-	310,8	129,7	
8	200		445,5	145,1				
9	9184B P		160	240	0,2	-	458,9	173,7
10		[2]	[2]	[2]	[2]	250	526,4	183,7

A condição 6 teve a maior tensão de rotura específica, possivelmente pela presença de polietileno no copolímero, que permite uma melhor impregnação das fibras reduzindo o teor em vazios no compósito.

Por outro lado, o melhor módulo específico é da condição 10 que foi processado com o polímero 9184B P, provavelmente por existir melhor consolidação do compósito de pultrusão, que é notório pela ligeira variação do módulo específico após compressão a quente.

#### 4.6 Ensaios de corte interlaminar (ILSS)

As condições de fabrico anteriormente referidas foram sujeitas a ensaios de corte interlaminar. Para cada condição realizou-se 4 ensaios. Não foi possível ensaiar a condição 7 por inexistência de material.

Utilizou-se a Equação 3.9 para determinar a tensão de corte interlaminar aparente. A dimensão dos provetes, os gráficos dos ensaios e os resultados dos ensaios encontram-se no Anexo E.

##### 4.6.1 Resultados

Tabela 25 – Resultado Ensaios ILSS

Condição	Tex	ICORENE®	Pultrusão (°C)			Compressão (°C)	Tensão corte interlaminar aparente (MPa)	Tensão de rotura à flexão (MPa)	
			Pré-aq.	Aquec.	Vel.				
1	3200	4014	160	250	0,2	-	6,8	89,4	
2						200	7,2	134,4	
3						250	10,4	207,6	
4	760		70	200		0,3	-	11,5	211,2
5							200	12,4	242,6
6							250	14,2	265,7
7	760	9184B P	160	240	0,2	-	-	146,4	
8						200	11,8	209,4	
9	760	9184B P	160	240	0,2	-	12,7	229,0 <sup>[2]</sup>	
10						250	13,3	267,4	

##### 4.6.1.1 Resistência interlaminar em fibras de Tex elevado

Tabela 26 – Tensões de rotura e corte interlaminar em Tex elevado

Condição	Tex	Fabrico	Tensão de rotura à flexão (MPa)	Tensão corte interlaminar aparente (MPa)
1	3280	Pultrusão	89,4	6,8
2		Compressão 200°C	134,4	7,2
3		Compressão 250°C	207,6	10,4

Por análise da Tabela 26 podemos verificar que existiu um ligeiro aumento da tensão de corte interlaminar entre o perfil de pultrusão e a placa comprimida a 200°C, enquanto nos ensaios de flexão o aumento da placa de compressão em relação ao perfil de pultrusão foi de 50%. Este facto pode ser explicado por dois motivos:

- I. Enquanto no perfil de pultrusão foram realizados dois cortes na direção transversal às fibras para obter o provete ensaiado, na placa foram realizados quatro cortes, sendo que dois deles foram na direção das fibras, onde se notou alguma dificuldade no corte devido à fraca consolidação do laminado;
- II. A espessura dos laminados obtidos era menos regular do que a dos perfis de pultrusão. Isto deve-se pelo processo de compressão a quente realizado juntar perfis de pultrusão lado a lado, e a zona onde os provetes foram retirados poderiam ser a fronteira entre dois perfis. Na Figura 53 podemos observar a zona de separação entre perfis.

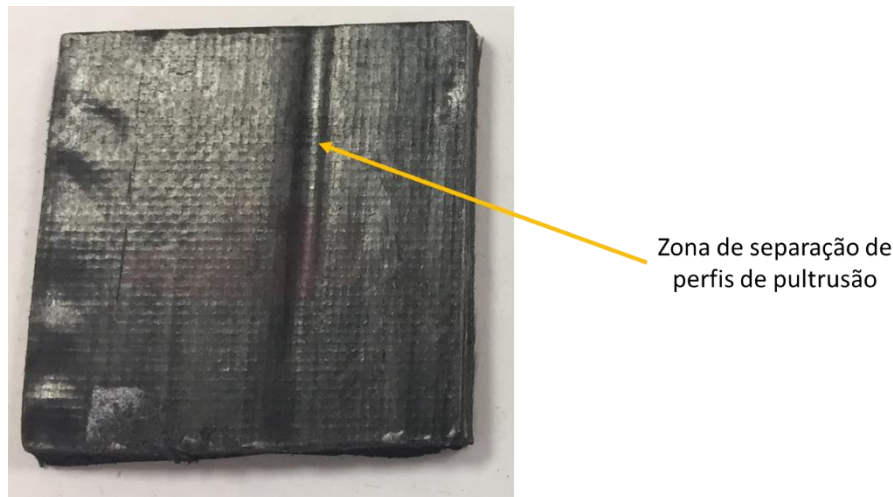


Figura 53 – Zona de separação entre perfis em provetes ILSS

Apesar da placa comprimida a 250°C poder apresentar os mesmos problemas, o aumento de 53% da resistência de corte interlaminar em comparação com o perfil de pultrusão mostra que a compressão a quente aumenta significativamente a resistência interlaminar se a temperatura de estágio for a adequada.

#### 4.6.1.2 Resistência interlaminar em fibras de Tex reduzido

Tabela 27 – ILSS em fibras de Tex reduzido

Condição	Tex	Fabrico	Tensão de rotura à flexão (MPa)	Tensão corte interlaminar aparente (MPa)
4	760	Pultrusão	211,2	11,5
5		Compressão 200°C	242,6	12,4
6		Compressão 250°C	265,7	14,2

Nas fibras de Tex menor, o efeito do corte e da separação entre perfis não é tão notório pela melhor consolidação da placa. Enquanto a variação da tensão de rotura à flexão é de cerca de 15% no laminado comprimido a 200°C comparativamente com o perfil de pultrusão, a variação da tensão de corte interlaminar é de 9%.

Nas placas comprimidas a 250°C, o aumento da resistência interlaminar comparativamente ao perfil de pultrusão foi de 25% e o aumento de resistência à flexão foi de 26%. Concluímos então que a compressão a quente à temperatura de 250°C melhora a consolidação do laminado. Além disso, verificamos que existe de facto uma relação entre a resistência interlaminar e a resistência à flexão.

#### 4.6.1.3 Resistência de corte interlaminar com aumento da velocidade de pultrusão

Tabela 28 – ILSS velocidade de pultrusão

Condição	Tex	Fabrico	Tensão de rotura à flexão (MPa)	Tensão corte interlaminar aparente (MPa)
5	760	Compressão 200°C	242,6	12,4
8			209,4	11,8

A diminuição da resistência à flexão com o aumento da velocidade de pultrusão em 50% quando comparado com a velocidade normalmente utilizada foi de 14%, enquanto a resistência de corte interlaminar ficou-se nos 5%. Estes resultados mostram novamente que existe uma coerência entre a resistência à flexão e a resistência interlaminar.

#### 4.6.1.4 Influência do tipo de polímero na resistência de corte interlaminar

Tabela 29 – Ensaio ILSS em fibras de Tex 760

Condição	PP	Fabrico	Tensão de rotura à flexão (MPa)	Tensão corte interlaminar aparente (MPa)
4	4014	Pultrusão	211,2	11,5
6		Compressão a 250°C	265,7	14,2
9	9184	Pultrusão	229,0 <sup>[2]</sup>	12,7
10	B P	Compressão a 250°C	267,4	13,3

O aumento da resistência à flexão nos provetes comprimidos a quente foi de 26% com o polímero *ICORENE*® 4014 e de 16% com o *ICORENE*® 9184B P quando comparados com os perfis de pultrusão. Nos ensaios de corte interlaminar houve um aumento de 25% com o *ICORENE*® 4014, e no *ICORENE*® 9184B P o aumento foi de 5%.

A ligeira variação da resistência interlaminar com o polímero *ICORENE*® 9184B P, pode ser explicada pela boa consolidação do compósito obtida após pultrusão.

## Referências

- [1] P.J. Novo et al. *“Production of thermoplastics matriz preimpregnated materials to manufacture composite pultruded profiles”*, Janeiro 2013
- [2] Tinoco, Valdemar. Tese de Mestrado *“Materiais Compósitos de Matriz Termoplástica”* Universidade do Minho, Outubro de 2015
- [3] Cardona, Filipe A R. Tese de Mestrado *“Estudo da Produção de Towpregs e Transformação por Pultrusão”*, Outubro 2015
- [4] P.J. Novo et al. *“Processing of Carbon Reinforced Thermoplastic Pre-Impregnated Materials”*, Junho 2016

# Conclusão

## 5.1 Sugestões para trabalhos futuros



## 5 Conclusão

No decorrer deste trabalho, produziu-se *towpreg* e transformou-se pelos processos de pultrusão e compressão a quente. Os materiais selecionados foram as fibras contínuas de carbono e o polipropileno em pó.

Para a produção de *towpreg* utilizou-se a máquina de fabrico dos pré-impregnados de matriz termoplástica existente no Laboratório de Materiais Compósitos do ISEP, e para a transformação dos pré-impregnados produzidos utilizou-se a máquina de pultrusão e a prensa de pratos quentes. Finalmente realizaram-se os ensaios mecânicos que permitiram determinar as propriedades mecânicas dos compósitos, bem como avaliar a qualidade dos processos de fabrico e a combinação dos diferentes materiais.

As conclusões tiradas após esta dissertação dividem-se nos seguintes tópicos:

- I. Produção de pré-impregnado:
  - a. Fieira de espalhamento deve ser projetada de acordo com o Tex da fibra;
  - b. O balancear das mechas entre a tina e o enrolador diminui a percentagem de polímero no pré-impregnado
  
- II. Pultrusão de perfis:
  - a. A composição do polímero tem um papel importante na temperatura de aquecimento;
  - b. A percentagem de polímero no pré-impregnado influencia também a temperatura da fieira de aquecimento.
  
- III. Compressão a quente:
  - a. A temperatura de estágio selecionada deve ser aproximada à de processamento do polímero utilizado, no caso do polipropileno deve ser de 250°C;
  - b. Deverá ter-se o cuidado na temperatura a escolher para não haver degradação do polímero.
  
- IV. Ensaio de Calcinação:
  - a. A metodologia desenvolvida é mais eficaz para determinar teores de fibra, por garantir que não exige degradação da mesma;
  - b. A metodologia desenvolvida pode também ser aplicada em polímeros de alto desempenho, em que a calcinação do reforço e matriz podem ser parciais.

#### V. Propriedades Mecânicas:

- a. A compressão a quente melhora sempre as propriedades mecânicas dos compósitos processados por pultrusão, especialmente em fibras de maior Tex;
- b. Aumentando a velocidade de pultrusão em 50%, existe uma diminuição significativa das propriedades dos compósitos. Nos casos estudados, se comprimidos a quente, essa diferença torna-se mínima. Velocidade de pultrusão à velocidade de 0,3 m/min pode ser viável;
- c. O polímero escolhido pode alterar as propriedades mecânicas do compósito pela eficiência que se espalha pelas fibras. A sua constituição e granulometria parecem ter um papel importante na consolidação;
- d. Os compósitos de menor Tex apresentaram melhor resistência e rigidez do que os compósitos que possuíam o Tex elevado.
- e. A resistência dos compósitos com a matriz *ICORENE*<sup>®</sup> 4014 foram superiores;
- f. A rigidez dos compósitos com a matriz *ICORENE*<sup>®</sup> 9184B P foi superior;
- g. O aumento das propriedades mecânicas após compressão a quente é menos notório quando utilizado o homopolímero *ICORENE*<sup>®</sup> 9184B P.

#### VI. Ensaio de corte interlaminar:

- a. Existe coerência entre a resistência interlaminar das diferentes condições e a resistência à flexão;
- b. Durante o fabrico dos provetes é necessário ter os seguintes aspetos em conta:
  - i. Nos laminados é importante evitar ensaiar zonas de fronteira entre dois perfis de pultrusão, pois as propriedades mecânicas neste ensaio serão notoriamente afetadas;
  - ii. Novamente nos laminados, o corte dos provetes na direção das fibras deve ser realizado com todo o cuidado tendo em conta que as mesmas poderão ser afetadas.

## 5.1 Sugestões para trabalhos futuros

Com o processo de aprendizagem no decorrer deste trabalho, apresento aqui as minhas sugestões para futuros trabalhos:

Processo de fabrico de pré-impregnados:

- Fabrico de novas feiras de espalhamento de acordo com o Tex das fibras;
- Melhorar solução de passagem da fibra na tina de pó;
- Criar mecanismo que evite balancear das fibras;
- Criar mecanismo para facilitar enrolamento do pré-impregnado em bobinas;

Processo de pultrusão:

- Melhorar posição das bobinas;
- Estudar métodos para utilizar fibras de Tex elevado para diminuir o número de bobinas;
- Melhorar o método de passagem dos *rovings* no interior do forno de pré-aquecimento;
- Estudar distância entre feira de aquecimento e arrefecimento de forma a melhorar consolidação;
- Estudar os efeitos de um aumento substancial da velocidade do processo;

Compressão a quente:

- Melhorar sistema de arrefecimento da prensa de pratos quentes;
- Caracterizar as propriedades mecânicas de laminados fabricados com as seguintes características:
  - Laminados com várias camadas;
  - Laminados híbridos;
  - Laminados com polímeros de alto desempenho;
  - Laminados com elevadas velocidades de pultrusão;

É também fundamental conhecer as propriedades mecânicas reais das matérias-primas utilizadas em trabalhos de investigação, de forma a valorizar o esforço de todos os intervenientes.

As fibras de carbono são um material com propriedades mecânicas interessantes para aplicações de engenharia. Conhecer as propriedades mecânicas deste material combinada com matrizes termoplásticas é um caminho importante a seguir no mundo dos compósitos.

Como resultado importante deste trabalho, salientamos que os compósitos fabricados apresentaram propriedades mecânicas que permitem antecipar que estes materiais poderão ser utilizados em bastantes aplicações de engenharia.



**ANEXOS**



## 6 Anexos

## 6.1 Anexo A - Fichas Técnicas

### Fibra de Carbono – Tex 760 – Torayca M30S

TECHNICAL  
DATA SHEET  
No. CFA-010

# TORAYCA® M30S DATA SHEET

Cost effective alternative to T800H. Suitable for applications which are not critical to composite transverse properties. This never twisted fiber is mainly used in lightweight tensile strength driven applications such as pressure vessels.

## FIBER PROPERTIES

		English	Metric	Test Method
Tensile Strength		796 ksi	5,490 MPa	TY-030B-01
Tensile Modulus		42.7 Msi	294 GPa	TY-030B-01
Strain		1.9 %	1.9 %	TY-030B-01
Density		0.062 lbs/in <sup>3</sup>	1.73 g/cm <sup>3</sup>	TY-030B-02
Filament Diameter		2.0E-04 in.	5 µm	
Yield	18K	1,960 ft/lbs	760 g/1000m	TY-030B-03
Sizing Type & Amount	50C		1.0 %	TY-030B-05
	Twist	Never twisted		

## COMPOSITE PROPERTIES \*

Tensile Strength	435 ksi	2,990 MPa	ASTM D-3039
Tensile Modulus	25.5 Msi	175 GPa	ASTM D-3039
Tensile Strain	1.6 %	1.6 %	ASTM D-3039
Compressive Strength	200 ksi	1,370 MPa	ASTM D-695
Flexural Strength	190 ksi	1,320 MPa	ASTM D-790
Flexural Modulus	21.0 Msi	145 GPa	ASTM D-790
ILSS	13 ksi	9 kgf/mm <sup>2</sup>	ASTM D-2344
90° Tensile Strength	7.5 ksi	51 MPa	ASTM D-3039

\* Toray 250°F Epoxy Resin. Normalized to 60% fiber volume.

See Section 4 for Safety & Handling information. The above properties do not constitute any warranty or guarantee of values. These values are for material selection purposes only. For applications requiring guaranteed values, contact our sales and technical team to establish a material specification document.

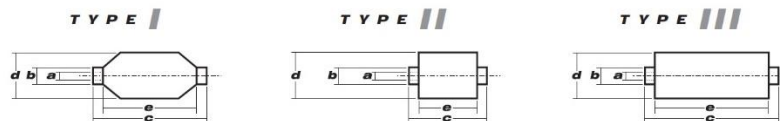
# M30S

## PACKAGING

The table below summarizes the tow sizes, twists, sizing types, and packaging available for standard material. Other bobbin sizes may be available on a limited basis.

Tow Sizes	Twist <sup>1</sup>	Sizing	Bobbin Net Weight (kg)	Bobbin Type <sup>2</sup>	Bobbin Size (mm)					Spools per Case	Case Net Weight (kg)
					a	b	c	d	e		
18K	C	50C	4.0	III	76.5	82.5	280	170	252	6	24

<sup>1</sup> Twist A: Twisted yarn B: Untwisted yarn made from a twisted yarn through an untwisting process C: Never twisted yarn  
<sup>2</sup> Bobbin Type See Diagram below



## TORAY CARBON FIBERS AMERICA, INC.

6 Hutton Centre Drive, Suite #1270, Santa Ana, CA 92707 TEL: (714) 431-2320 FAX: (714) 424-0750  
Sales@Toraycfa.com Technical@Toraycfa.com www.torayusa.com

## Polipropileno em Pó – ICORENE® 4014



### ICORENE® 4014

Polypropylene Copolymer  
Rotomolding

#### Product Description

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

This grade is UV stabilised and suitable for applications requiring high stiffness and high temperature resistance.

#### General

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

Physical	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Density	0.900 g/cm <sup>3</sup>	0.900 g/cm <sup>3</sup>	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
Impact	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Charpy Notched Impact Strength <sup>1</sup> (73°F (23°C))	3.9 ft-lb/in <sup>2</sup>	8.2 kJ/m <sup>2</sup>	ISO 179
Thermal	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Deflection Temperature Under Load			ASTM D648
66 psi (0.45 MPa), Unannealed	194 °F	90.0 °C	
264 psi (1.8 MPa), Unannealed	122 °F	50.0 °C	

#### Notes

<sup>1</sup> @ PIAT 210°C is 8.2KJ ± 1.1

Fibra de Carbono – Tex 3280 – *SIGRAFIL®C30 T050 TP1*



+

## Continuous carbon fiber tow for fiber-reinforced thermoplastics



† Continuous carbon fiber tow with thermoplastic-compatible size

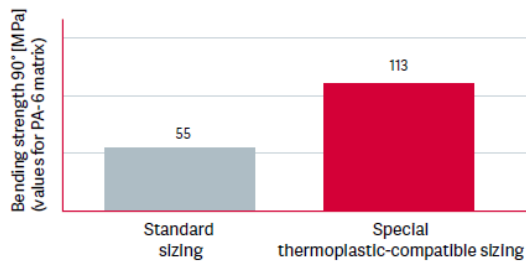
One of our innovations is a continuous carbon fiber tow for fiber-reinforced thermoplastics.

Thanks to a special size developed by us, the carbon fibers can be optimally bonded to the thermoplastic matrix. In this way, the high stiffness and strength of the fiber can be fully transferred to products and their components.

Thermoplastic carbon fiber composites open up new possibilities for serial production. Our innovative fibers are suitable for very diverse thermoplastic production chains and show good spreading behavior for textile processes.

Our fibers form the basis for these composites, enabling the outstanding properties of carbon fibers to be combined with the typical processing properties of thermoplastics. The composites can be readily shaped, repaired, and recycled. In addition, they permit short production cycles and facilitate product manufacture by making components weldable. So our material makes an important contribution to sustainability and efficiency.

### Mechanical properties achieved with thermoplastic-compatible sizings



### Material data of our SIGRAFIL® continuous carbon fiber tow

Properties	Units	C T50-4.0/240-E100
Number of filaments		50k
Fineness of yarn	tex	3300
Density	g/cm <sup>3</sup>	1.80
Filament diameter	µm	7
Tensile strength	GPa/ksi	4.0/580
Tensile modulus	GPa/Msi	240/35
Elongation at break	%	1.7
Single filament resistivity	µΩm/µΩin	15/590

## 6.2 Anexo B - Resultados pesagem de towpreg

Bobina	Comprimento [m]	Peso Fibra (g/m)	Amostra (g)	Polímero (g)	Teor Mássico Polímero (%)
1	42	0,760	2,1371	1,3771	64,4
2			2,0480	1,2880	62,9
3			1,5905	0,8305	52,2
4			1,2307	0,4707	38,3
5			1,8529	1,0929	59,0
6			1,5810	0,8210	51,9
7			1,3377	0,5777	43,2
8			1,6264	0,8664	53,3
9			1,5765	0,8165	51,8
10			1,0403	0,2803	26,9
11	49		1,5797	0,8197	51,9
12			1,0945	0,3345	30,6
13			0,9658	0,2058	21,3
14			0,9180	0,1580	17,2
15			1,2274	0,4674	38,1
16			0,9011	0,1411	15,7
17			1,7422	0,9822	56,4
18			1,0613	0,3013	28,4
19			0,8985	0,1385	15,4
20			0,9213	0,1613	17,5
21			1,0483	0,2883	27,5
22			0,9673	0,2073	21,4
23			0,9234	0,1634	17,7
24			1,0888	0,3288	30,2
25			0,8965	0,1365	15,2
26			0,9728	0,2128	21,9
27			0,9609	0,2009	20,9
28			1,0928	0,3328	30,5
29			0,9728	0,2128	21,9
30			0,9247	0,1647	17,8
31			0,9274	0,1674	18,1
32			0,9724	0,2124	21,8
33			1,4571	0,6971	47,8
34			0,8867	0,1267	14,3
35			1,0750	0,3150	29,3
36			1,2551	0,4951	39,5
<b>Média Teor Polímero: 33,11%</b>			<b>Desvio Padrão: 15,80%</b>		

## 6.3 Anexo C - Resultados Ensaio Calcinação

## Calcinação Polipropileno ICORENE® 4014

Ensaio	Condição	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa (g)	Varição (%)
1	Rampa até 300°C	2,0010	1,9113	0,0897	4,5
2	Rampa até 300°C	2,0012	1,9165	0,0847	4,2
3	Rampa até 350°C	2,0116	1,8399	0,1717	8,5
4	Rampa até 350°C	2,0070	1,8138	0,1932	9,6
5	Rampa até 450°C	2,0159	1,3512	0,6647	33,0
6	Rampa até 450°C	2,0274	0,8579	1,1695	57,7
7	Rampa até 475°C	2,0139	0,0528	1,9611	97,4
8	Rampa até 475°C	2,0088	0,0065	2,0023	99,7
9	Rampa até 500°C	2,0019	0,0052	1,9967	99,7
10	Rampa até 500°C	2,0038	0,0054	1,9984	99,7
11	10 minutos a 475°C	2,0136	0,3448	1,6688	82,9
12	10 minutos a 475°C	2,0106	0,6760	1,3346	66,4
13	12 minutos a 475°C	2,0055	0,9840	1,0215	50,9
14	12 minutos a 475°C	2,0015	0,6806	1,3209	66,0
15	10 minutos a 480°C	2,0389	0,0115	2,0274	99,4
16	10 minutos a 480°C	2,0594	0,0025	2,0569	99,9
17	10 minutos a 485°C	2,0305	0,0055	2,0250	99,7
18	10 minutos a 485°C	2,0818	0,0555	2,0263	97,3
19	10 minutos a 500°C	2,0086	0,0360	1,9726	98,2
20	10 minutos a 500°C	2,0867	0,0039	2,0828	99,8

## Calcinação Polipropileno ICORENE® 9184B P

Ensaio	Condição	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de massa (g)	Varição (%)
1	10 minutos a	2,0065	0,0741	1,9324	96,3
2	480°C	2,0190	0,441	1,9749	97,8

### Polipropileno a 260°C

Ensaio	Polímero	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa (g)	Varição (%)
1	ICORENE® 4014	2,0360	1,9712	0,0648	3,2
2		2,0923	2,0310	0,0613	2,9
3	ICORENE® 9184B P	2,0017	1,9769	0,0248	1,2
4		2,0027	1,9555	0,0472	2,4

### Fibra de Carbono a 480°C

Ensaio	Referência	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa (g)	Varição (%)
1	TORAYCA®	2,3455	2,3091	0,0364	1,6
2	M30S C	2,3307	2,2939	0,0368	1,6
3	SIGRAFIL® C30	2,4911	2,4722	0,0189	0,8
4	T050 TP1	2,4599	2,4396	0,0203	0,8

## 6.4 Anexo D – Ensaio de Flexão

## Dimensão dos provetes (em milímetros)

Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
1	19,83	19,78	2,11	2,07	1	20,74	20,53	2,05	2,04
	19,77		2,06			20,13		2,06	
	19,73		2,05			20,73		2,02	
2	19,74	19,68	2,09	2,07	2	21,12	21,01	2,01	2,04
	19,70		2,05			20,91		2,05	
	19,61		2,06			21,00		2,06	
3	19,72	19,68	2,07	2,06	3	18,85	19,22	2,03	2,05
	19,65		2,07			19,30		2,05	
	19,66		2,05			19,50		2,06	
4	19,37	19,50	2,13	2,12	4	20,56	20,74	1,96	1,96
	19,52		2,12			20,73		1,96	
	19,60		2,12			20,93		1,95	
5	19,75	19,80	2,04	2,07	5	20,10	20,59	1,96	1,96
	19,84		2,06			20,73		1,96	
	19,80		2,10			20,93		1,95	

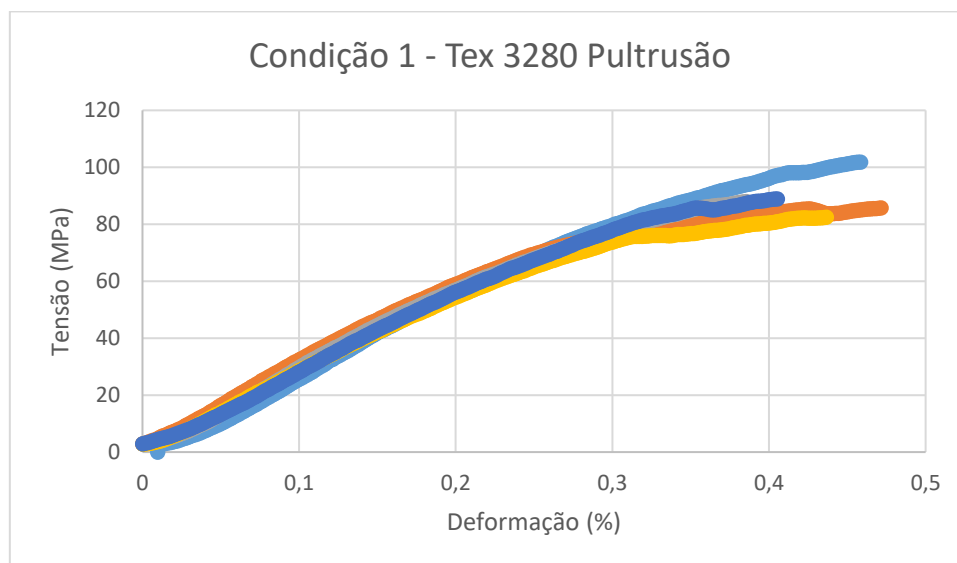
Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
1	21,31	21,45	1,89	1,89	1	19,85	19,81	2,04	2,03
	21,47		1,86			19,81		2,03	
	21,56		1,93			19,78		2,03	
2	22,00	21,94	1,95	1,95	2	19,89	19,81	2,03	2,02
	21,92		1,95			19,73		2,02	
	21,90		1,94			19,80		2,00	
3	20,00	20,42	1,84	1,80	3	19,77	19,74	2,02	2,01
	20,43		1,79			19,74		2,00	
	20,84		1,78			19,72		2,00	
4	21,01	20,89	1,88	1,89	4	19,77	19,78	2,02	2,02
	20,78		1,89			19,80		2,01	
	20,87		1,89			19,77		2,01	
5	20,54	20,01	1,84	1,88	5	19,71	19,71	2,00	2,01
	19,89		1,93			19,72		2,01	
	19,60		1,88			19,71		2,03	

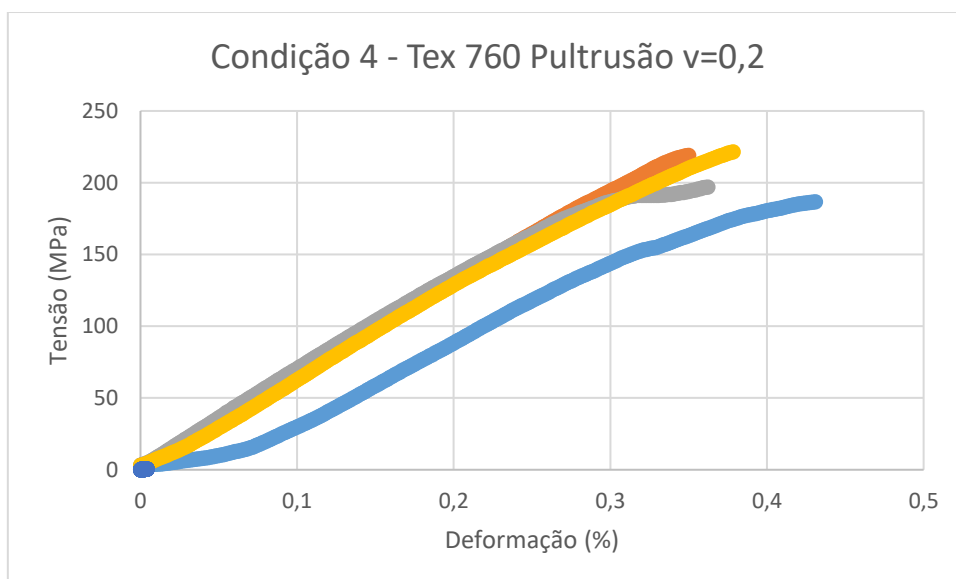
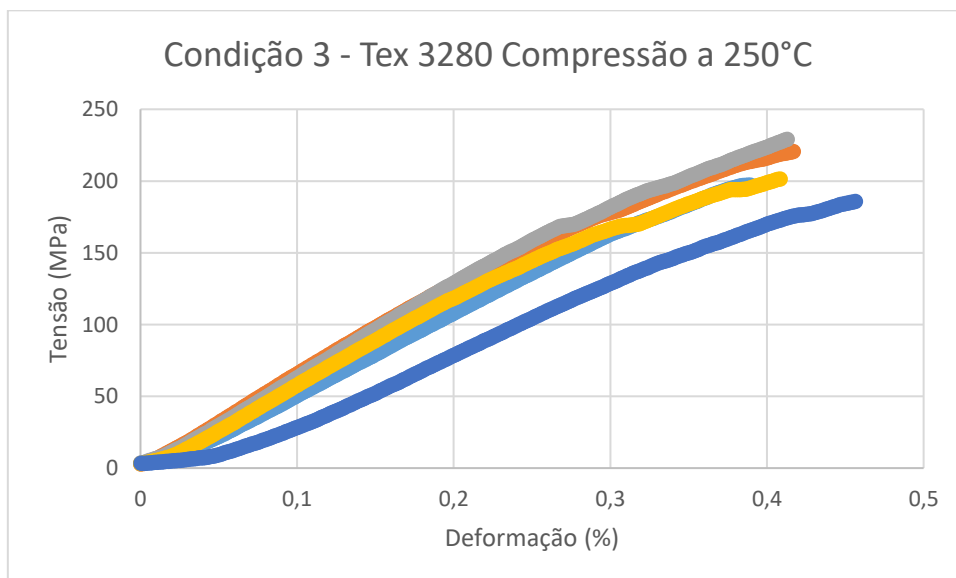
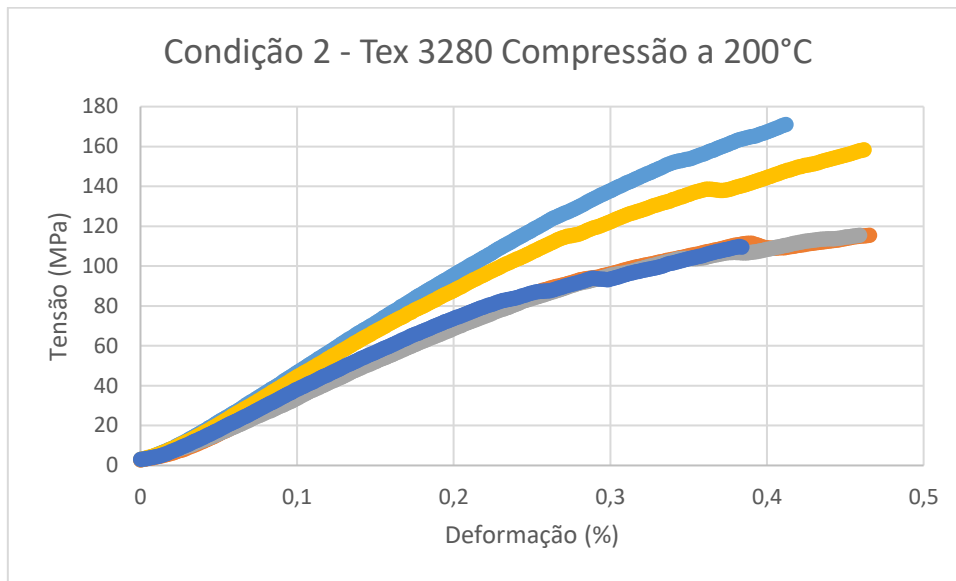
Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
5	21,27	21,45	1,89	1,90	6	22,01	22,04	1,95	1,93
	21,75		1,89			22,03		1,91	
	21,33		1,91			22,08		1,94	
2	21,06	21,05	1,92	1,89	2	20,13	20,30	1,87	1,88
	21,11		1,89			20,70		1,89	
	20,98		1,87			20,06		1,87	
3	20,48	20,38	2,01	2,02	3	22,82	22,88	1,82	1,85
	20,34		2,05			22,84		1,84	
	20,32		1,99			22,99		1,89	
4	20,17	20,23	1,80	1,78	4	21,63	21,39	1,80	1,81
	20,21		1,78			21,34		1,81	
	20,30		1,76			21,19		1,83	
5	20,61	20,51	1,79	1,81	5	21,71	21,68	1,95	1,94
	20,52		1,85			21,62		1,93	
	20,39		1,80			21,71		1,93	

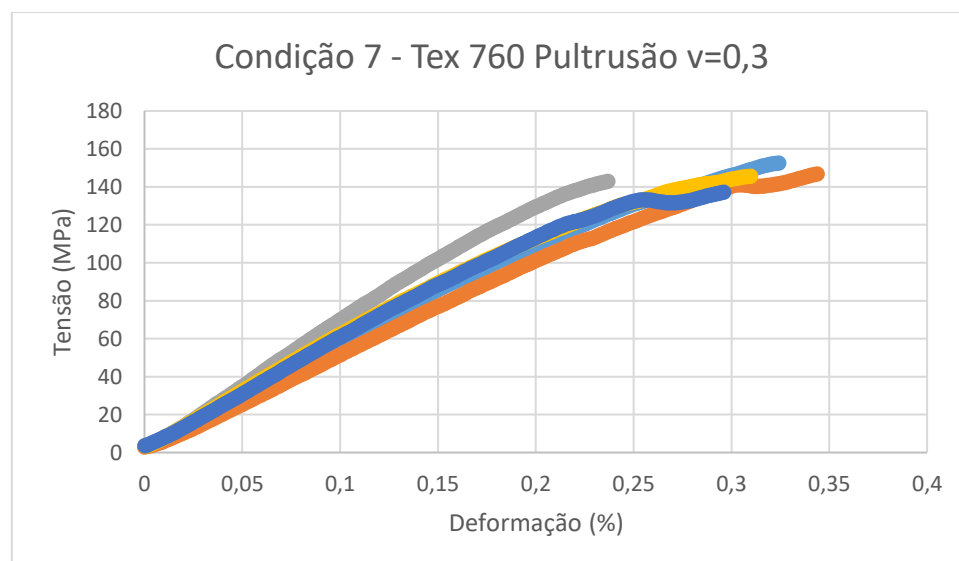
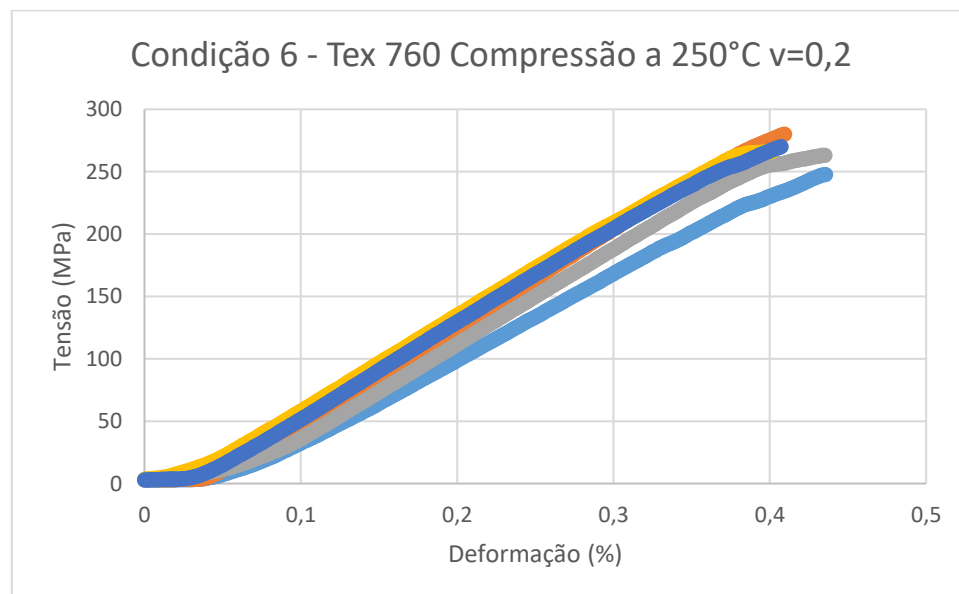
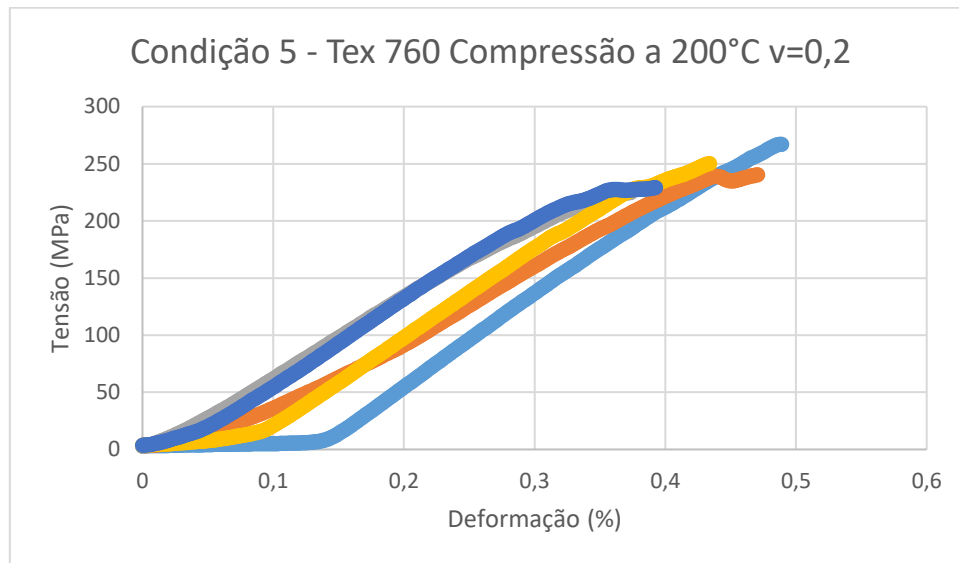
Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
7	19,66	19,51	2,07	2,04	8	21,72	21,72	1,84	1,88
	19,43		2,04			21,74		1,89	
	19,45		2,02			21,71		1,90	
2	19,69	19,64	2,02	2,02	2	21,01	20,83	1,98	1,97
	19,54		2,06			21,03		1,98	
	19,69		2,01			20,45		1,95	
3	19,50	19,55	2,02	2,02	3	21,41	21,47	1,84	1,87
	19,53		2,02			21,51		1,88	
	19,63		2,03			21,50		1,90	
4	19,73	19,64	2,02	2,01	4	20,75	20,81	1,79	1,78
	19,66		2,01			20,77		1,78	
	19,52		2,01			20,91		1,77	
5	19,64	19,76	2,01	2,02	5	21,50	21,48	2,02	2,02
	19,76		2,04			21,35		2,08	
	19,88		2,01			21,58		1,95	

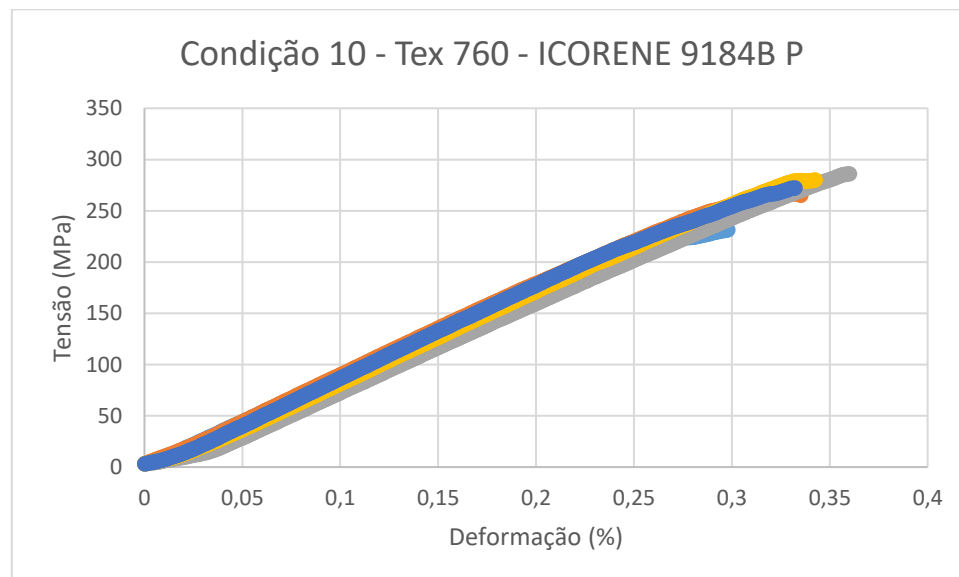
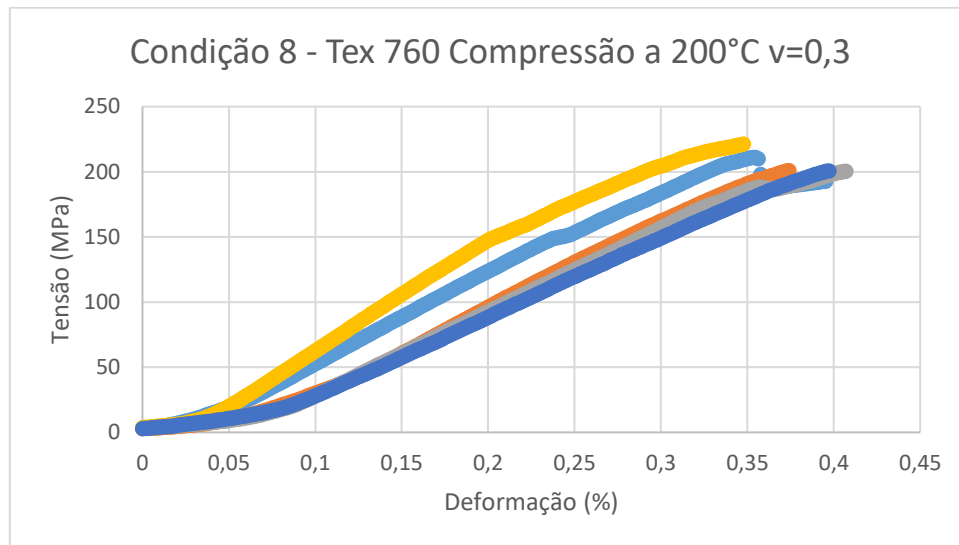
Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média
1	20,69	20,75	1,81	1,80
	20,73		1,80	
	20,82		1,78	
2	21,23	21,26	1,78	1,76
	21,08		1,78	
	21,47		1,73	
3	20,88	20,63	1,76	1,77
	20,59		1,77	
	20,41		1,77	
4	20,79	20,83	1,94	1,94
	20,81		1,95	
	20,90		1,93	
5	21,01	21,10	1,87	1,87
	21,02		1,87	
	21,27		1,87	

### Gráficos Tensão Deformação









### Resultados Ensaio de Flexão

Condição 1 – Tex 3280 - Pultrusão		
	Tensão de Ruptura (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
<b>1.1</b>	101,84	32,08
<b>1.2</b>	85,69	32,04
<b>1.3</b>	87,93	31,85
<b>1.4</b>	82,43	29,78
<b>1.5</b>	88,88	30,76
<b>Média</b>	89,35	31,30
<b>Desvio Padrão</b>	7,41	1,01

<b>Condição 2 – Tex 3280 – Compressão a 200°C</b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>2.1</b>	171,09	50,70
<b>2.2</b>	115,68	41,44
<b>2.3</b>	116,86	36,74
<b>2.4</b>	158,27	48,60
<b>2.5</b>	109,82	40,87
<b>Média</b>	134,35	43,67
<b>Desvio Padrão</b>	28,19	5,80

<b>Condição 3 – Tex 3280 – Compressão a 250°C</b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>3.1</b>	197,24	56,39
<b>3.2</b>	220,55	68,41
<b>3.3</b>	229,03	65,89
<b>3.4</b>	201,44	65,00
<b>3.5</b>	189,94	52,67
<b>Média</b>	207,64	61,67
<b>Desvio Padrão</b>	16,46	6,77

<b>Condição 4 – Tex 760 – Pultrusão – <math>\nu = 0,2</math></b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>4.1</b>	186,57	53,76
<b>4.2</b>	218,93	66,40
<b>4.3</b>	196,90	70,59
<b>4.4</b>	221,45	67,12
<b>4.5</b>	232,18	68,08
<b>Média</b>	211,21	65,19
<b>Desvio Padrão</b>	18,81	6,58

<b>Condição 5 – Tex 760 – Compressão a 200°C – <math>\nu = 0,2</math></b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>5.1</b>	267,18	83,38
<b>5.2</b>	240,33	51,19
<b>5.3</b>	225,45	71,51
<b>5.4</b>	250,24	76,93
<b>5.5</b>	229,97	74,23
<b>Média</b>	242,64	71,45
<b>Desvio Padrão</b>	16,74	12,15

<b>Condição 6 – Tex 760 – Compressão a 250°C – <math>\nu = 0,2</math></b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>6.1</b>	247,74	64,05
<b>6.2</b>	280,33	75,27
<b>6.3</b>	263,19	69,69
<b>6.4</b>	266,62	75,54
<b>6.5</b>	270,71	76,20
<b>Média</b>	265,72	72,15
<b>Desvio Padrão</b>	11,93	5,23

<b>Condição 7 – Tex 760 – Pultrusão – <math>\nu = 0,3</math></b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>7.1</b>	152,75	60,98
<b>7.2</b>	149,53	51,01
<b>7.3</b>	145,26	70,35
<b>7.4</b>	145,62	61,92
<b>7.5</b>	138,80	61,11
<b>Média</b>	146,39	61,07
<b>Desvio Padrão</b>	5,24	6,86

<b>Condição 8 – Tex 760 – Compressão a 200°C – <math>\nu = 0,3</math></b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>8.1</b>	211,04	69,09
<b>8.2</b>	201,00	60,95
<b>8.3</b>	213,24	65,45
<b>8.4</b>	221,27	87,23
<b>8.5</b>	200,55	58,12
<b>Média</b>	209,42	68,17
<b>Desvio Padrão</b>	8,76	11,45

<b>Condição 10 – Tex 760 – Compressão a 250°C – ICORENE® 9184B P</b>		
	<b>Tensão de Rotura (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
<b>10.1</b>	231,53	89,10
<b>10.2</b>	266,84	92,49
<b>10.3</b>	286,25	102,43
<b>10.4</b>	280,12	88,95
<b>10.5</b>	272,44	93,51
<b>Média</b>	267,44	93,30
<b>Desvio Padrão</b>	21,39	5,49

## 6.5 Anexo E – Ensaio ILSS

## Dimensão dos provetes (em milímetros)

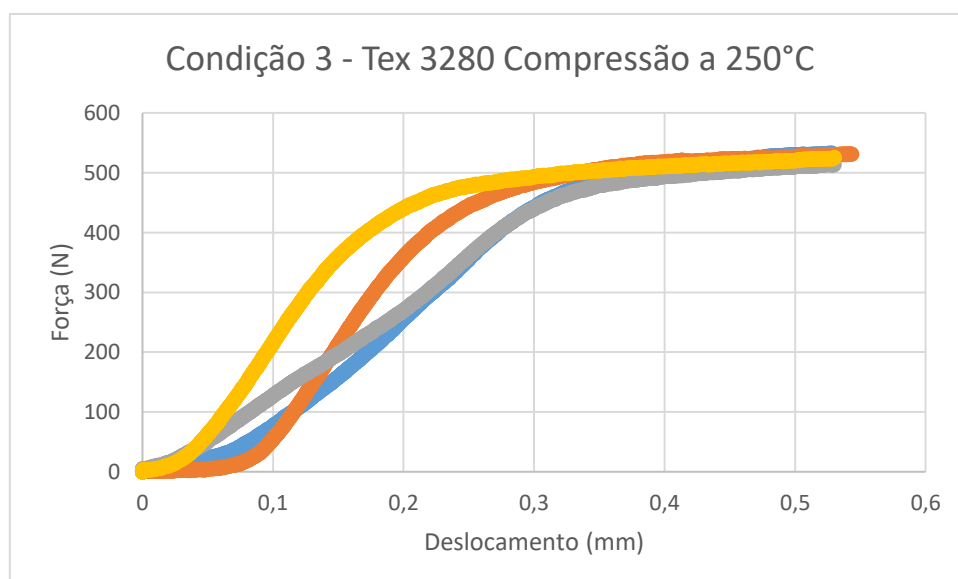
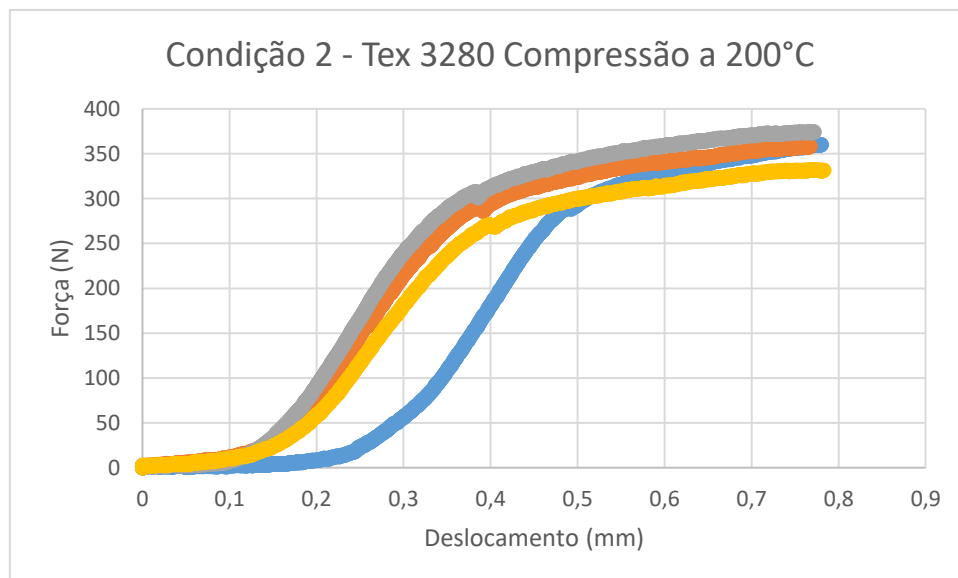
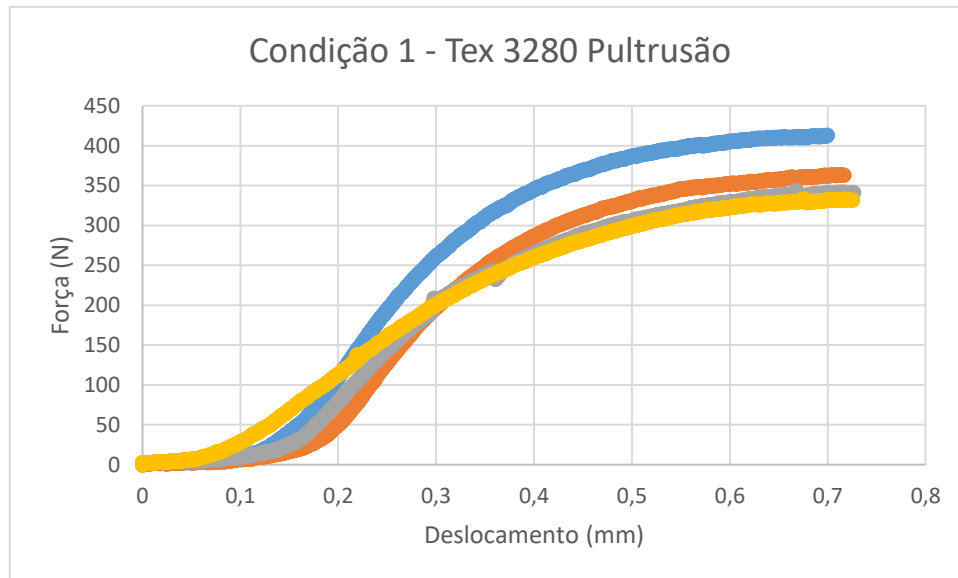
Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
1	19,55	19,54	2,11	2,10	1	20,03	20,12	1,89	1,91
	19,55		2,09			20,15		1,92	
	19,52		2,11			20,17		1,93	
2	19,54	19,59	2,15	2,11	2	20,03	20,07	1,91	1,91
	19,61		2,07			20,09		1,91	
	19,61		2,11			20,10		1,92	
3	19,49	19,50	2,09	2,10	3	19,88	19,94	1,89	1,91
	19,47		2,09			20,03		1,91	
	19,55		2,13			19,91		1,92	
4	19,51	19,48	2,05	2,06	4	20,86	20,90	1,91	1,93
	19,52		2,05			20,90		1,93	
	19,41		2,07			20,94		1,94	

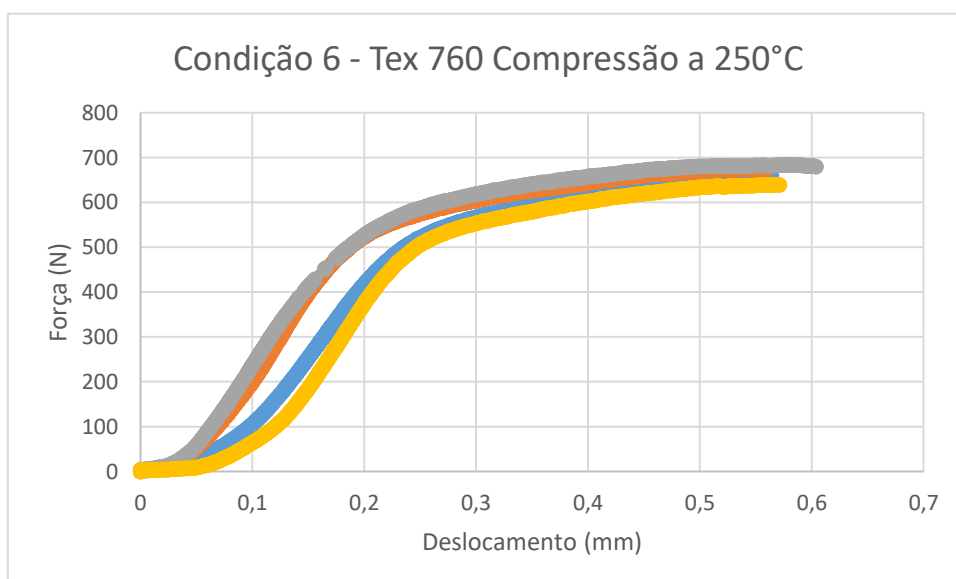
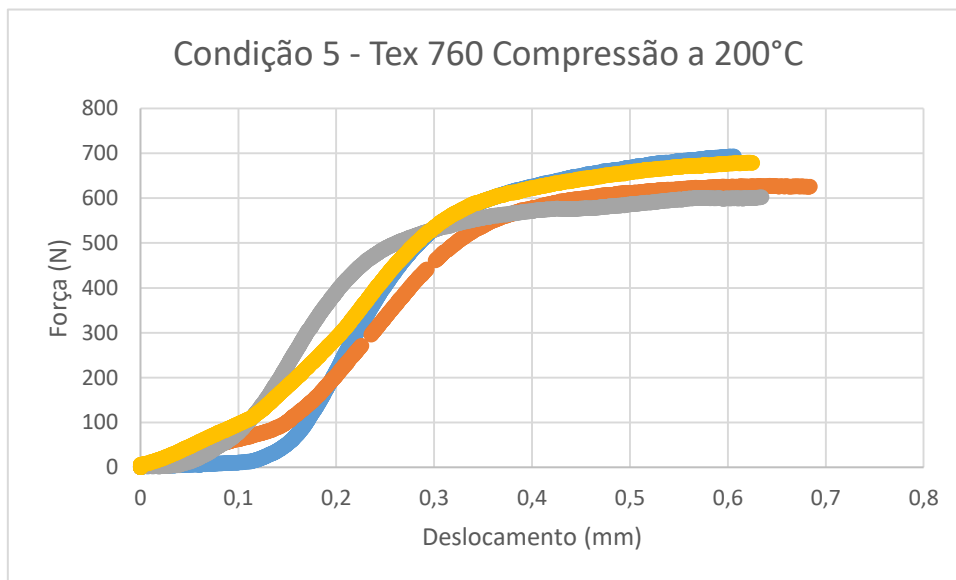
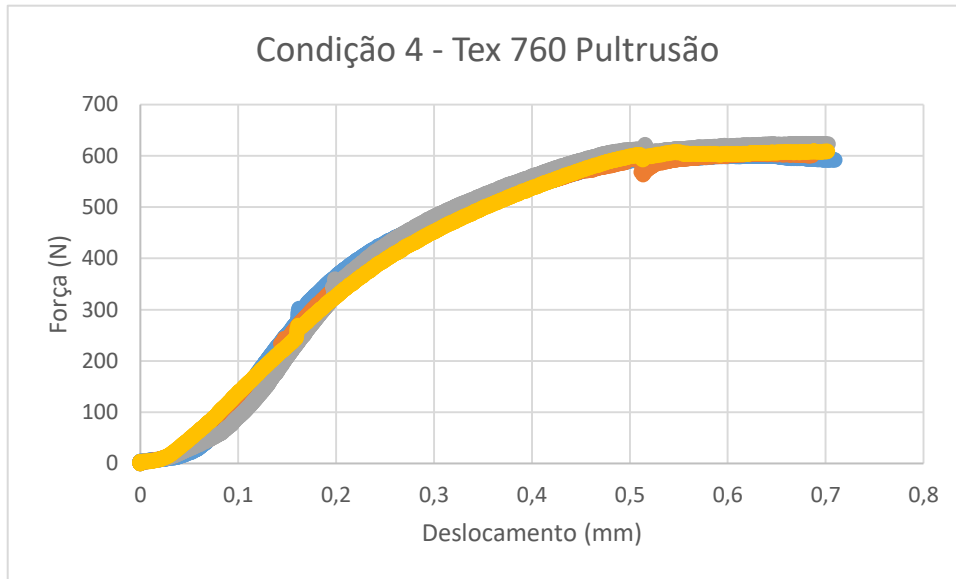
Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
1	20,43	20,41	1,87	1,87	1	19,28	19,31	1,95	1,96
	20,41		1,87			19,28		1,96	
	20,38		1,88			19,36		1,97	
2	20,20	20,20	1,88	1,88	2	19,23	19,26	1,98	1,99
	20,17		1,87			19,26		1,98	
	20,22		1,89			19,28		2,00	
3	20,30	20,32	1,90	1,91	3	19,69	19,69	2,03	2,02
	20,33		1,90			19,68		2,01	
	20,34		1,93			19,69		2,02	
4	20,19	20,16	1,90	1,91	4	19,68	19,67	2,05	2,03
	20,15		1,92			19,66		2,02	
	20,14		1,92			19,67		2,03	

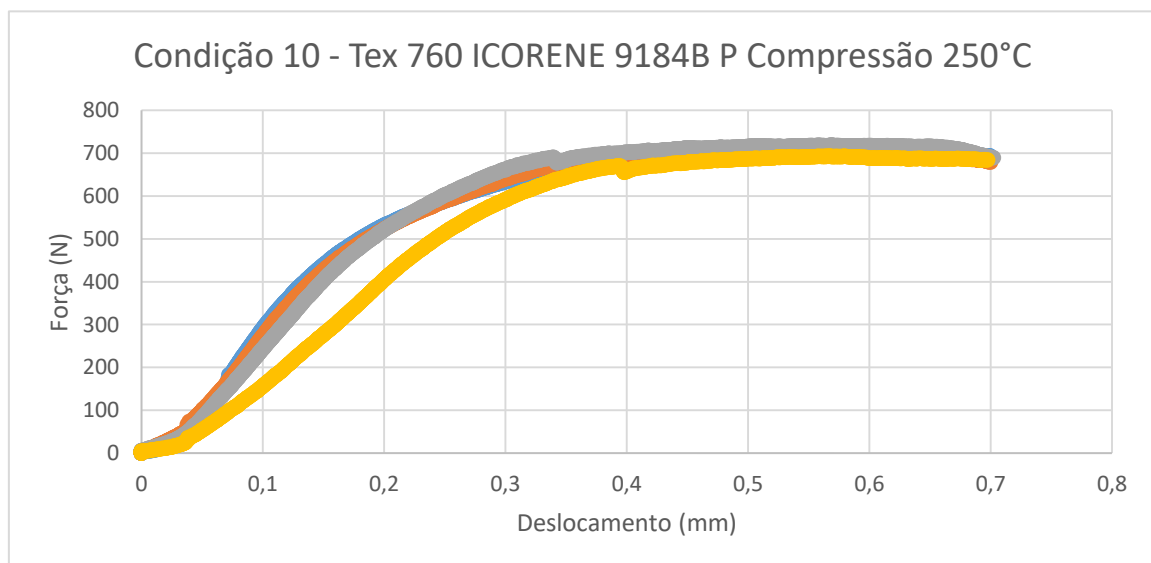
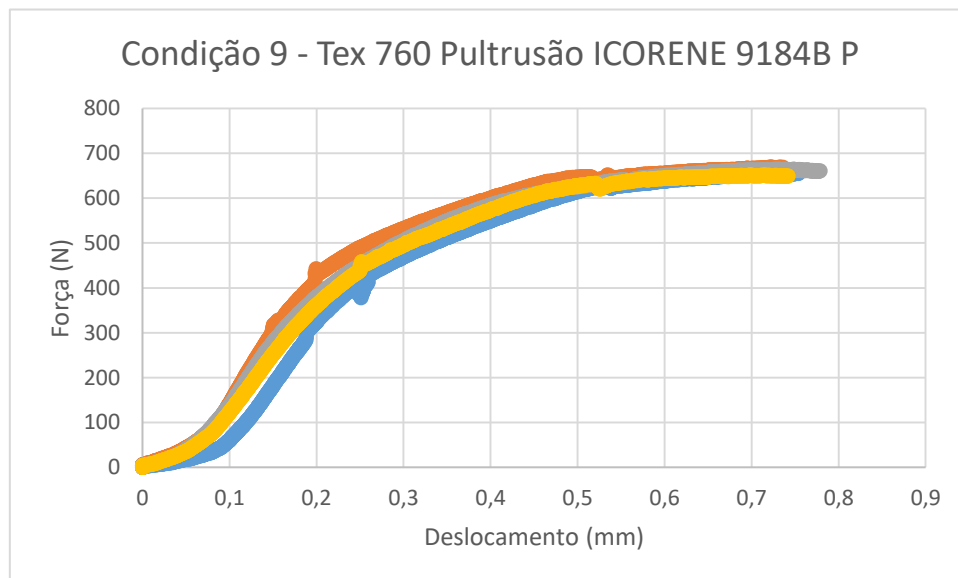
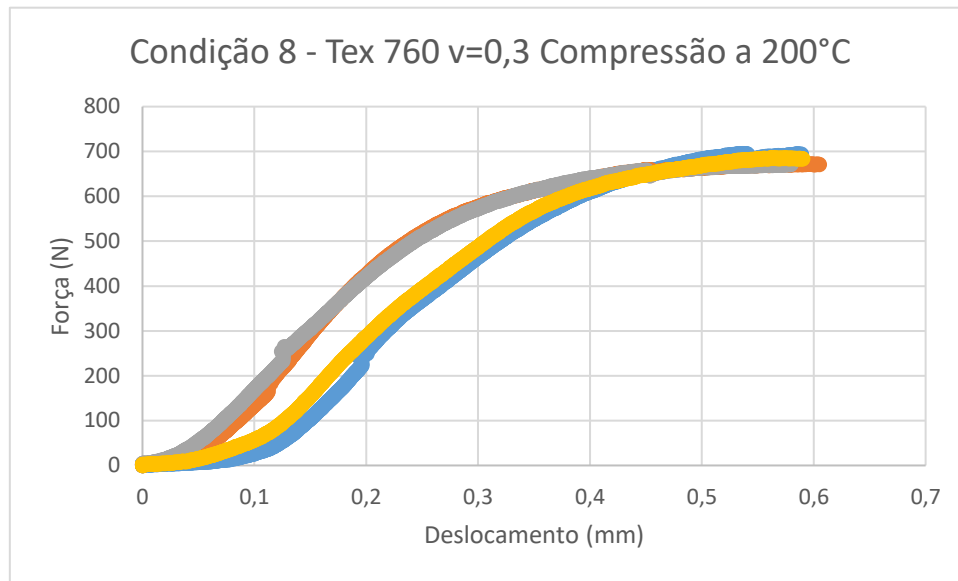
Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
5	21,90	22,06	1,88	1,89	6	19,90	19,89	1,73	1,74
	22,10		1,89			19,90		1,73	
	22,18		1,90			19,88		1,76	
1	19,99	20,19	1,92	1,92	2	19,96	19,94	1,77	1,77
	20,29		1,92			19,95		1,77	
	20,30		1,92			19,91		1,78	
2	20,61	20,68	1,91	1,92	3	20,18	20,17	1,86	1,88
	20,66		1,92			20,14		1,86	
	20,76		1,93			20,18		1,91	
3	20,34	20,51	1,91	1,90	4	19,79	19,80	1,79	1,79
	20,19		1,91			19,80		1,79	
	21,01		1,89			19,82		1,80	

Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
8	21,50	21,50	2,01	2,02	9	19,41	19,42	2,04	2,05
	21,50		2,02			19,42		2,05	
	21,50		2,02			19,43		2,05	
1	22,35	22,29	1,97	1,97	2	19,45	1,47	2,01	2,01
	22,28		1,97			19,48		2,01	
	22,25		1,97			19,49		2,02	
2	22,47	22,55	1,96	1,98	3	19,47	19,49	2,04	2,04
	22,58		1,96			19,54		2,04	
	22,61		2,03			19,47		2,03	
3	21,37	21,37	1,97	1,98	4	19,5	19,49	2,01	2,01
	21,37		1,98			19,49		2,00	
	21,36		2,00			19,47		2,01	

Condição	Largura		Espessura		Condição	Largura		Espessura	
	Medida	Média	Medida	Média		Medida	Média	Medida	Média
10	20,21	20,34	1,93	1,93	10	20,54	20,63	1,94	1,94
	20,30		1,93			20,64		1,94	
	20,53		1,94			20,70		1,95	
1	20,15	20,18	1,96	1,96	3	20,79	20,82	1,88	1,89
	20,16		1,96			20,80		1,89	
	20,24		1,97			20,87		1,89	

**Gráficos Força Deslocamento ILSS**





## Resultados Ensaio ILSS

Condição 1 – Tex 3280 – Pultrusão		Condição 2 – Tex 3280 – Compressão 200°C	
	Tensão de Rotura (MPa)		Tensão de Rotura (MPa)
1	7,61	1	7,46
2	6,68	2	7,19
3	6,98	3	7,61
4	6,56	4	6,32
<b>Média</b>	6,96	<b>Média</b>	7,15
<b>Desvio Padrão</b>	0,47	<b>Desvio Padrão</b>	0,58

Condição 3 – Tex 3280 – Compressão 250°C		Condição 4 – Tex 760 Pultrusão	
	Tensão de Rotura (MPa)		Tensão de Rotura (MPa)
1	10,79	1	11,36
2	10,31	2	11,41
3	10,18	3	11,7
4	10,32	4	11,31
<b>Média</b>	10,40	<b>Média</b>	11,45
<b>Desvio Padrão</b>	0,27	<b>Desvio Padrão</b>	0,17

Condição 5 – Tex 760 – Compressão 200°C		Condição 6 – Tex 760 – Compressão 250°C	
	Tensão de Rotura (MPa)		Tensão de Rotura (MPa)
1	12,65	1	14,31
2	12,14	2	14,29
3	11,46	3	14,19
4	13,13	4	14,05
<b>Média</b>	12,35	<b>Média</b>	14,21
<b>Desvio Padrão</b>	0,72	<b>Desvio Padrão</b>	0,12

Condição 8 – Tex 760 v=0,3 Compressão 200°C	
	Tensão de Rotura (MPa)
1	12,14
2	11,47
3	11,28
4	12,14
<b>Média</b>	11,76
<b>Desvio Padrão</b>	0,45

<b>Condição 9 – Tex 760 – Pultrusão 9184B P</b>		<b>Condição 10 – Tex 760 9184B P Compressão 250°C</b>	
	<b>Tensão de Ruptura (MPa)</b>		<b>Tensão de Ruptura (MPa)</b>
<b>1</b>	12,65	<b>1</b>	13,25
<b>2</b>	13,03	<b>2</b>	13,18
<b>3</b>	12,55	<b>3</b>	13,6
<b>4</b>	12,49	<b>4</b>	13,24
<b>Média</b>	12,68	<b>Média</b>	13,32
<b>Desvio Padrão</b>	0,24	<b>Desvio Padrão</b>	0,19