

Caracterização Mecânica de Compósitos de Poliamida/Fibra de Carbono Via Ensaio de Cisalhamento Interlaminar e de Mecânica da Fratura

Edson C. Botelho

Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), CTA

Mirabel C. Rezende

Divisão de Materiais, IAE, CTA

Resumo: Compósitos termoplásticos a partir de poliamidas 6 e 6,6 e tecido de fibras de carbono com 40, 50 e 60 % em volume de reforço foram processados via moldagem por compressão a quente e caracterizados por ensaios mecânicos destrutivos (cisalhamento interlaminar em três pontos (*short-beam*), cisalhamento interlaminar por compressão (CST) e ensaios de mecânica da fratura) e por inspeção não-destrutiva (ultrassom e microscopias óptica e eletrônica de varredura). Os resultados obtidos mostraram que os compósitos termoplásticos processados apresentaram uma distribuição homogênea do polímero no reforço. Entretanto, nos compósitos com maior quantidade de poliamida (40 % de reforço) foram observadas regiões ricas em matriz entre as camadas de tecido. Os ensaios de mecânica da fratura (DCB e ENF) e de cisalhamento interlaminar em três pontos não apresentaram falha interlaminar, não sendo observada a propagação de trincas de forma homogênea e retilínea no interior do material. Em função destes resultados foi utilizado o ensaio de cisalhamento por compressão, desenvolvido no *Institute of Polymer Research Dresden* da Alemanha, que permitiu uma caracterização mais precisa dos compósitos termoplásticos estudados. Foi observado também, a partir dos ensaios de CST, que os compósitos obtidos da poliamida 6,6 apresentaram um aumento no valor do cisalhamento interlaminar de até 20 % com o aumento do volume de fibras.

Palavras-chave: *Compósitos termoplásticos, poliamida, fibras de carbono, ensaios mecânicos.*

Mechanical Characterization of Polyamide/Carbon Fiber Composites by Using Interlaminar Shear Strength and Fracture Mechanical Tests

Abstract: Thermoplastics composites of polyamide 6 and 6.6 reinforced with carbon fiber fabric were obtained by compression molding and characterized by destructive (short-beam, compression shear (CST) and fracture mechanics testing) as well as by non-destructive inspection (ultrasound analysis, optical and scanning electron microscopy). The results show that, in general, the matrix was homogeneously distributed about the reinforcing fabric. However, for the composites with higher polyamide content (>50%) matrix-rich regions were observed between the fabric layers. Fracture mechanics (DCB and ENF) as well as short-beam testing did not show evidence of inter-laminar failure as there were non-homogeneous linear crack propagation patterns in the composites investigated. As a result, a compression shear test (CST), developed in the Institute of Polymer Research in Dresden, Germany, was conducted. This test allowed a more precise characterization of the thermoplastic composites studied here.

Keywords: *Thermoplastic composites, polyamide, carbon fibers, mechanical tests.*

Autor para correspondência: Mirabel C. Rezende, Divisão de Materiais, IAE/CTA, CEP: 12288-904, São José dos Campos, SP. E-mail: mirabel@iae.cta.br

Introdução

O processo de Moldagem por Compressão a Quente (MCQ) para a produção de compósitos termoplásticos tem atraído muito a atenção dos setores aeroespacial e automobilístico, devido à possibilidade de produção de peças em escala industrial, atendendo aos requisitos de qualidade específicos de cada setor. Dentre as vantagens que este processo apresenta podem ser citadas a precisa localização do reforço, o controle do conteúdo volumétrico da matriz e a obtenção de peças com os mais variados tipos de geometria^[1-7].

O mecanismo de impregnação do reforço pelo polímero, na obtenção de compósitos via moldagem por compressão a quente, mostra que o polímero fundido é pressionado através do material de reforço, ocorrendo a percolação e o escoamento da matriz ao longo do plano do reforço. No processamento de compósitos termoplásticos ainda ocorrem o cisalhamento intralaminar ao longo da direção das fibras e o deslizamento interlaminar das camadas, em diferentes orientações^[8-10]. Um grande número de variáveis pode estar correlacionado a esse processo, tais como: características do polímero e do reforço, temperatura, pressão e tempo de moldagem, geometria do molde, entre outras. Além disso, é bem conhecido que para qualquer material com comportamento viscoelástico, as características reológicas afetam as propriedades finais do compósito obtido^[11-13]. A viscosidade do polímero e a permeabilidade do reforço são, também, dois parâmetros importantes neste processo. O conteúdo volumétrico de fibras no compósito tem um importante impacto nas propriedades mecânicas do material. Entretanto, o aumento no conteúdo de fibras pode resultar em uma maior resistência à infiltração da matriz no reforço durante o processamento, podendo gerar descontinuidades no compósito final^[11-15].

Os compósitos obtidos via moldagem por compressão a quente podem apresentar a formação de vazios e trincas no seu interior e na superfície de seus componentes. Esses vazios são formados devido à natureza da matriz polimérica utilizada ou por eventuais problemas durante o processamento do compósito, tais como: umidade excessiva, controle inadequado das taxas de aquecimento e resfriamento durante o processamento, a existência de ar entre as camadas de reforço e de matriz ou impurezas exis-

tentes na matriz polimérica. Em geral, a porosidade diminui a resistência à compressão estática e a vida em fadiga de laminados^[16]. Essa influência é bastante pronunciada nas resistências ao cisalhamento interlaminar, à compressão e à tração transversal, onde as propriedades mecânicas da matriz exercem maior influência sobre o compósito. Devido a isso, o controle da presença de vazios se faz necessário para a obtenção de compósitos de uso estrutural. Visando detectar e caracterizar essas descontinuidades, são utilizadas pela indústria aeronáutica técnicas de inspeção não-destrutivas, tais como: ensaio ultra-sônico e microscopia eletrônica de varredura^[16, 17].

Além dos fatores mencionados, o processamento de compósitos termoplásticos à base de matrizes poliamídicas podem, ainda, apresentar sérios inconvenientes decorrentes da presença de umidade. Neste caso, a matriz pode ser atacada quimicamente pela água resultando na sua degradação hidrolítica e, conseqüentemente, no decréscimo das propriedades mecânicas do compósito ou, ainda, a absorção de umidade pode resultar em um processo físico reversível, onde a água absorvida atua como plastificante do polímero^[18]. Embora para muitos polímeros a absorção de água seja muito baixa para ser considerada como um problema, para as poliamidas esse fenômeno é mais acentuado, devendo tal aspecto ser considerado na avaliação das propriedades do compósito^[18].

Quando os compósitos poliméricos são utilizados na fabricação de componentes estruturais, a determinação da resistência ao cisalhamento interlaminar é um parâmetro particularmente importante no projeto dessas estruturas^[19]. A determinação da propriedade de cisalhamento interlaminar é uma tarefa difícil, devido à natureza anisotrópica dos compósitos e de sua resposta não linear sob esforços cisalhantes. Este ensaio deve fornecer uma região de cisalhamento puro e uniforme, ser reprodutível, não necessitar de um equipamento especial de ensaios e fornecer uma resposta de tensão/deformação confiável. Para o resultado ser significativo, o modo de falha deve ser cisalhante ou apresentar uma deformação plástica com evidência de falha por delaminação. Segundo dados contidos na literatura^[19,20], o modo de falha resultante desse ensaio deve apresentar uma das notações ilustradas na Figura 1.

Entre os ensaios de cisalhamento existentes o de três pontos (*short-beam*) é o mais utilizado, por necessitar de pouco material e um dispositivo de ensaio

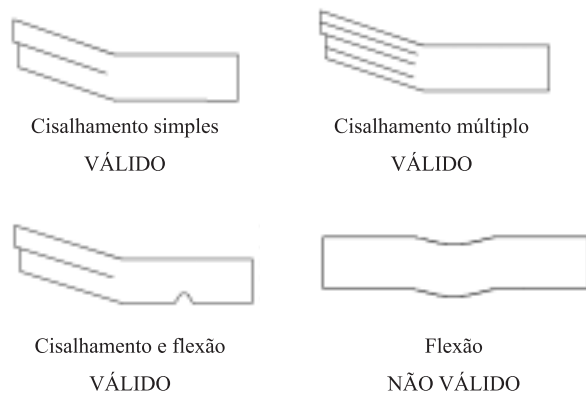


Figura 1. Validade de vários modos de falha possíveis de ocorrer em amostras ensaiadas por cisalhamento interlaminar em três pontos^[20].

simples, quando comparado a outros métodos^[21,22]. Entretanto, em se tratando de compósitos termoplásticos tem sido observado que ensaios realizados por cisalhamento em três pontos muitas vezes não satisfazem os requisitos de cisalhamento interlaminar pois, na maioria das vezes, os compósitos falham por flexão. Para resolver esse tipo de problema foi desenvolvido um dispositivo de cisalhamento interlaminar por compressão no *Institute of Polymer Research Dresden* da Alemanha, denominado *Compression Shear Test (CST)*^[20].

Assim como os ensaios de cisalhamento interlaminar, os ensaios de mecânica da fratura podem ser utilizados na avaliação do sucesso da obtenção de um laminado adequado para aplicações estruturais. Os mecanismos de danos em compósitos são geralmente utilizados na determinação do critério de tolerância à fratura e no estabelecimento dos protocolos de monitoramento da vida útil desses materiais quando utilizados em aplicações estruturais^[23]. Os principais tipos de danos que podem ocorrer em materiais compósitos são: delaminação inter e intralaminar, fratura, rompimento do reforço, falha na interface fibra/matriz e efeito de arrancamento da fibra (efeito *pull-out*). Compósitos obtidos a partir de tecidos apresentam fratura resultante do cisalhamento da trama/urdume ou devido à irregularidade no alinhamento das fibras. Todos esses tipos de danos podem ser ocasionados por defeitos introduzidos durante a tecnologia de fabricação utilizada ou por problemas que podem ocorrer durante o uso do material^[23-27].

Uma apropriada caracterização quanto à mecânica da fratura dos compósitos estruturais deve envolver a determinação dos modos de falhas I e II (abertura e cisalhamento no plano, respectivamente).

Os ensaios mais apropriados para esses tipos de determinação em compósitos são: o *Double Cantilever Beam (DCB)* e o *End-Notched Flexure (ENF)*, respectivamente^[28-31].

Em função do exposto, este artigo tem como objetivo avaliar a obtenção de compósitos de poliamida 6 e 6,6 reforçados com fibras de carbono, via ensaios de cisalhamento interlaminar em três pontos, de cisalhamento interlaminar por compressão e de mecânica da fratura (ENF e DCB). Os dados obtidos na caracterização mecânica são correlacionados com observações feitas por microscopias óptica e eletrônica de varredura e por inspeção por ultra-som. Os compósitos utilizados neste estudo foram obtidos pelo uso de moldagem por compressão a quente.

Experimental

Materiais

No presente trabalho foi utilizado um tecido de fibras de carbono tipo *plain weave* fornecido pela empresa Hexcel Composites, apresentando uma relação peso/área de fibras de 196 g/m², 3.000 filamentos de fibras de carbono por cabo, tendo cada filamento um diâmetro médio de 7,5 µm.

Como matrizes poliméricas foram utilizadas as poliamidas 6 e 6,6 disponíveis comercialmente, fornecidas na forma de grânulos pelas empresas Massferro Ltda e Rhodia Poliamidas da América do Sul, respectivamente. Essas matrizes foram transformadas em filmes de 0,2 milímetros de espessura previamente à obtenção dos laminados, utilizando-se uma máquina de sopro, projetada e construída no *Institute of Polymer Research Dresden*, na Alemanha.

Uma terceira matriz de poliamida 6,6 foi obtida a partir da polimerização interfacial do cloreto de adipóila e do hexametilenodiamina^[32], sobre os cabos de fibras de carbono^[32-34]. A partir destes cabos foram obtidos 8 metros de tecido de fibras de carbono impregnada com poliamida 6,6 tipo *plain weave* (traçagem 1 x 1), utilizando-se um tear de pedais. Com o objetivo de eliminar o excesso de solventes que ainda existia na poliamida sintetizada via polimerização interfacial, o tecido foi deixado em estufa sob vácuo (10⁻² Pa), a 130 °C por 24 horas, previamente ao processo de moldagem por compressão a quente.

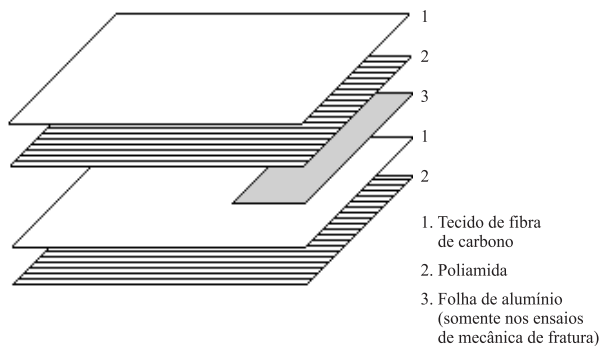


Figura 2. Laminação dos compósitos termoplásticos submetidos ao processo de moldagem por compressão a quente.

Moldagem por Compressão a Quente

O processamento dos laminados foi realizado em um molde retangular de dimensões de 200 x 220 mm e espessura variando de 1 a 4 mm, de modo a atender as normas utilizadas na caracterização mecânica das amostras processadas. Os laminados foram aquecidos até a temperatura de fusão das matrizes (250 °C para a poliamida 6 e 270 °C para a poliamida 6,6), à razão de aquecimento de 10 °C/min e consolidados utilizando-se a pressão de 2 MPa. Em ambos os casos, os ciclos térmicos foram realizados em duas etapas: um aquecimento até 220 °C, com um patamar de 10 minutos a esta temperatura, seguido de um novo aquecimento até a temperatura final desejada. Após terminado este ciclo foi acionado um sistema de resfriamento por óleo (~6 °C/min) até a prensa atingir a temperatura ambiente. Durante todo este processo, a pressão foi mantida em 2 MPa. O número de camadas e a espessura de cada compósito variaram dependendo do ensaio mecânico a ser realizado. Desta forma, três tipos de laminados foram obtidos: dois utilizando-se o tecido de fibras de carbono da Hexcel Composites e as poliamidas 6 e 6,6 comerciais, respectivamente, e o terceiro usando o tecido impregnado com poliamida 6,6, obtida via polimerização interfacial, denominado PACF.

As amostras utilizadas nos ensaios de mecânica da fratura foram processadas com uma folha de alumínio entre as camadas centrais, visando localizar a propagação da trinca. A Figura 2 apresenta o esquema da laminação dos compósitos termoplásticos preparados para estes ensaios.

Avaliação da qualidade dos compósitos obtidos

Um problema comum que pode ocorrer na fabricação de compósitos poliméricos consiste na forma-

ção de defeitos tais como: regiões ricas em polímero, desalinhamento das fibras e aparecimento de vazios, principalmente nas regiões de borda desses materiais^[35]. Para investigar esse tipo de problema foi realizada a inspeção das placas de laminados, utilizando-se a análise de varredura por ultra-som pelo uso de um equipamento C-scan. Estas análises foram feitas perpendicularmente à superfície das placas, fornecendo um mapa com diferentes gradientes de cores, diretamente relacionadas com a consolidação do laminado e com as possíveis descontinuidades presentes no material. Este equipamento ainda possui um recurso de análise de imagens, que a partir da varredura da superfície da amostra ele gera o posicionamento das descontinuidades ao longo da espessura do laminado.

As análises microscópicas foram realizadas pelo uso de um microscópio óptico da marca Olympus BH e de um microscópio eletrônico de varredura da Leo, modelo Vpi 43.

Os conteúdos de fibras e de vazios foram determinados pela técnica de digestão ácida da matriz polimérica em ácido sulfúrico, segundo a norma ASTM D 3171^[36].

Ensaios Mecânicos

Ensaio de Cisalhamento Interlaminar em Três Pontos (*Short-beam*)

Os ensaios de cisalhamento interlaminar em três pontos foram realizados de acordo com a norma DIN EN 2377^[37], com os corpos-de-prova apresentando as dimensões de 20 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3 mm de espessura. Os ensaios foram realizados em uma máquina *Zwick Material Testing Machine* do *Institute of Polymer Research Dresden*, da Alemanha.

Ensaio de Cisalhamento Interlaminar por Compressão (Compression Shear Test - CST)

A Figura 3 apresenta o dispositivo utilizado no ensaio CST. Neste ensaio, o corpo-de-prova é colocado entre os braços imóvel (direita) e móvel (esquerda). O parafuso posicionado no lado direito do dispositivo tem como objetivo ajustar de maneira precisa o corpo-de-prova, de modo que seja aplicada uma pressão perpendicular ao plano de cisalhamento. É possível, também, fazer um ajuste fino do posicionamento de ambos os braços de forma a definir a área do corpo-de-prova a ser ensaiada^[38].

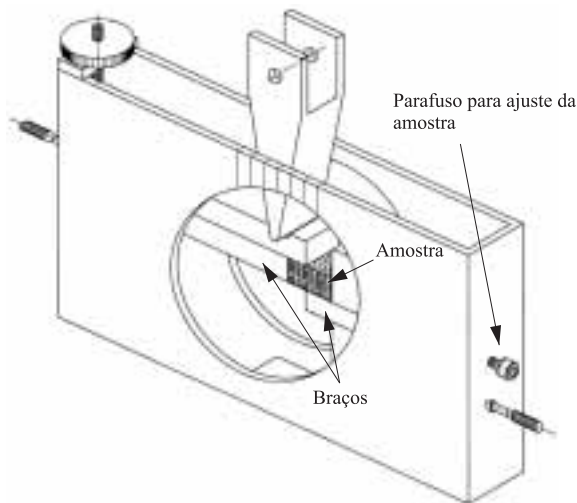


Figura 3. Dispositivo utilizado no ensaio de cisalhamento interlaminar por compressão (CST).

Neste sistema, o cisalhamento interlaminar aparente é calculado de acordo com as equações 1 e 2:

$$\sigma_{app} = P_{eff} / (l \times b) \quad (1)$$

$$P_{eff} = P_{tot} \times z / (R_d + d_i) \quad (2)$$

onde: σ_{app} é o cisalhamento interlaminar aparente em MPa, P_{eff} é a carga efetiva em Kgf, l é o comprimento efetivo em mm, b é a espessura da amostra em mm, P_{tot} é a força aplicada em Kgf, z é a distância horizontal do pivô do braço móvel em mm, R_d é o raio do braço móvel em graus e o d_i é a metade da largura da amostra que está submetida ao esforço de compressão em mm (definindo a região onde a fratura irá se propagar).

Ensaio *Double Cantilever Beam (DCB)* e *End-Notched Flexure (ENF)*

Os ensaios de DCB e ENF foram realizados à temperatura ambiente, visando a obtenção dos modos de falha I e II, de acordo com as normas DIN EN 6033 e

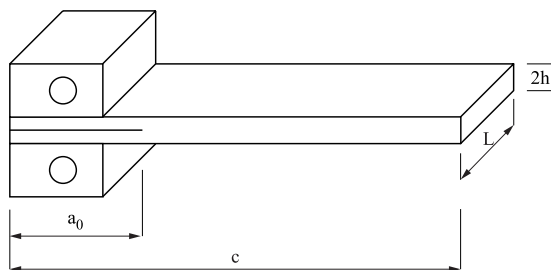


Figura 4. Geometria da amostra submetida ao teste DCB: pré-trinca inicial: $a_0 = 40$ mm, largura: $L = 20$ mm, espessura: $2h = 3$ mm, comprimento: $c = 140$ mm.

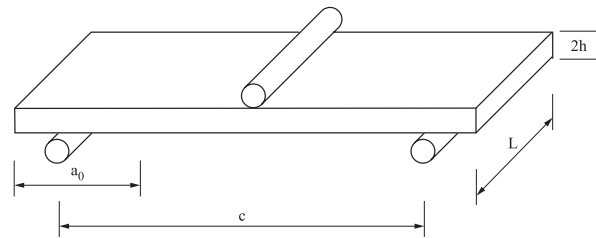


Figura 5. Geometria da amostra submetida ao teste ENF: pré-trinca inicial: $a_0 = 40$ mm, largura: $L = 20$ mm, espessura: $2h = 3$ mm e distância entre os pontos: $c = 50$ mm.

DIN EN 6034, respectivamente^[39,22]. Todas as amostras analisadas possuíam 20 mm de largura (L) por 160 mm de comprimento (c). O comprimento da pré-trinca inicial (a_0) foi de aproximadamente 40 mm (Figuras 4 e 5).

Nestes ensaios, as amostras foram tracionadas continuamente à velocidade de 2 mm/min em um equipamento *Zwick Material Testing Machine*, do *Institute of Polymer Research Dresden*. A propagação das trincas foi monitorada por uma câmara de vídeo acoplada ao equipamento de ensaios mecânicos.

Para a obtenção de G_I (*taxa de liberação crítica de energia de deformação no modo I*) é utilizada a equação 3:

$$G_I = \frac{3P\delta}{2B(a + \Delta)} \frac{F}{N} \quad (3)$$

com:

$$\delta = C \times P \quad (4)$$

onde: P = força (Kgf), δ = deslocamento no ponto de carregamento (mm), B = espessura da amostra (mm), a = comprimento da pré-trinca (mm), Δ = fator de correção associada à pré-trinca, F = correção para deslocamentos elevados, N = fator de correção correlacionado aos blocos colados na extremidade do corpo-de-prova e C = compliância. O cálculo do G_{II} (*taxa de liberação crítica de energia de deformação no modo II*) é baseado na equação 5:

$$G_{II} = \frac{9a^2P\delta}{2B(2L^3 + 3a^2)} \frac{F}{N} \quad (5)$$

Resultados e Discussão

Os compósitos termoplásticos obtidos foram caracterizados por microscopia óptica. A Figura 6 mostra a secção transversal dos compósitos de

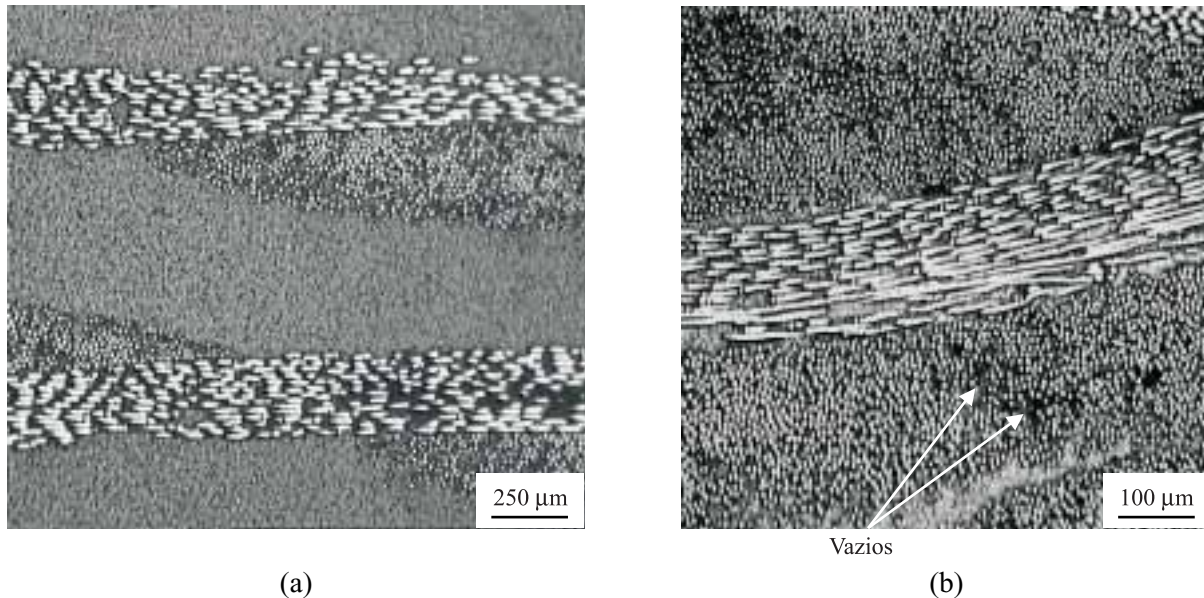


Figura 6. Fotomicrografias ópticas das amostras de compósitos de poliamida 6,6 obtidas via moldagem por compressão a quente: a) comercial com 40 % de fibras em volume; b) PACF com 60 % de fibras em volume.

poliamida 6,6 comercial com 40 % de fibras de carbono em volume e PACF com 60 %. Em ambos os casos ocorreu uma boa infiltração do polímero no reforço, entretanto, em compósitos com quantidade de poliamida superior a 50 % foi observada a presença de regiões ricas em matriz entre as camadas de tecido, devido à má homogeneização da matriz/reforço nestes materiais. Com a utilização da técnica de microscopia óptica não foi possível observar a existência de poros nas amostras processadas a partir da poliamida 6,6 comercial, entretanto, nas amostras de compósitos obtidas a partir do PACF, a existência de porosidade tornou-se nítida (Figura 6b, regiões esféricas mais escuras). Apesar da presença de porosidade, a compactação das fibras de carbono/poliamida nestas amostras ocorreu de forma mais adequada, quando comparada às amostras obtidas a partir da poliamida comercial, gerando materiais mais homogêneos e com uma menor quantidade de regiões ricas em matriz polimérica entre as camadas de tecido.

Utilizando-se da técnica de digestão ácida verificou-se que as amostras dos compósitos de poliamida, com volume de fibras de carbono de 50 e 60 %, apresentaram um volume de porosidade inferior a 1 %, enquanto as amostras com volume de fibras de carbono de 40 % apresentaram volumes de porosidade de até 1,3 % (Tabela 1). As amostras obtidas a partir do PACF apresentaram uma porosidade de, aproximadamente, 3 %, portanto maior que as encontradas

nas amostras com matriz de poliamida comercial. Este fato deve-se à presença de solventes nos compósitos PACF, apesar destes terem sido submetidos, previamente ao processo de moldagem, à secagem sob vácuo por 24 h. A presença de solventes contribuiu para o aparecimento de vazios no interior do compósito termoplástico processado.

Com o objetivo de verificar a heterogeneidade na distribuição da quantidade de vazios nas amostras, os compósitos de poliamida/fibra de carbono obtidos via moldagem por compressão a quente foram examinados utilizando-se a técnica de varredura por ultrassom. A partir destes resultados foi observado que tanto

Tabela 1. Resultados obtidos a partir da análise de digestão ácida dos compósitos de poliamida/fibras de carbono.

Matriz	Fração volumétrica do reforço (%)	Massa específica (g/cm ³)	Conteúdo de vazios (%)
	40,2	1,27	1,22
PA 6	49,8	1,33	<1,0
	61,2	1,44	<1,0
PA6,6	39,9	1,31	1,32
	50,1	1,36	<1,0
	60,3	1,39	<1,0
PACF	60,1	1,33	2,94

PACF = compósito de fibra de carbono impregnada com poliamida 6/6 obtida via polimerização interfacial.

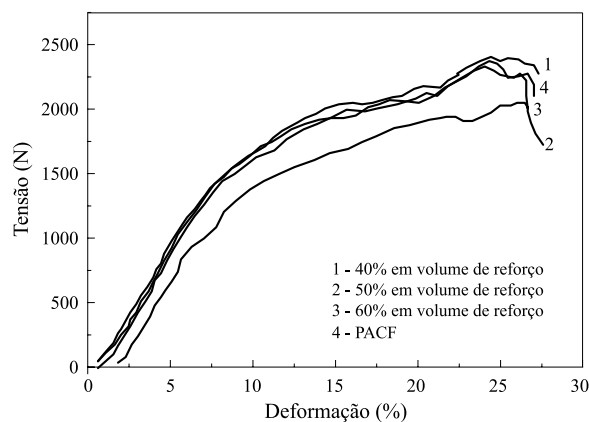
os compósitos obtidos a partir da poliamida 6,6 e do tecido comercial, quanto os obtidos a partir do tecido impregnado com poliamida 6,6 via polimerização interfacial (PACF) apresentaram, na região central do laminado uma boa impregnação do reforço pela matriz, com baixa quantidade de poros, e uma região ruim nas bordas do laminado, com uma maior quantidade de poros. Devido a este problema, foram descartados 15 milímetros de borda de todos os laminados, antes de ser efetuado o corte dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios mecânicos empregados neste estudo.

As observações feitas pela inspeção por ultra-som colaboraram com os resultados obtidos via digestão ácida (Tabela 1), sendo possível verificar a existência de uma maior quantidade de regiões com um maior volume de poros nas amostras obtidas por polimerização interfacial, quando comparadas com os laminados obtidos pelo uso da poliamida comercial. A utilização do recurso do analisador de imagens,

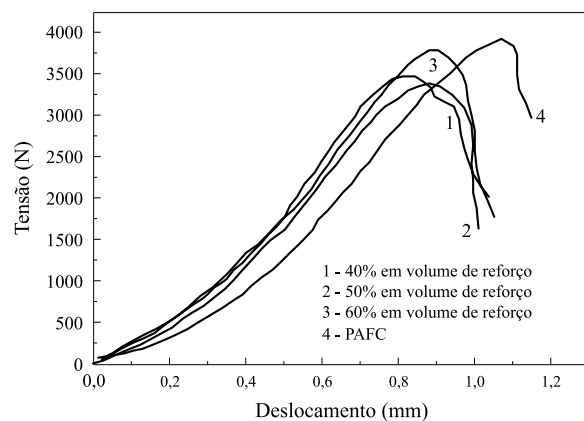
que gera um plano transversal dos laminados analisados por ultra-som, permitiu verificar a distribuição de fibras/resina e das descontinuidades no interior da placa dos compósitos processados. Estes resultados foram concordantes com as observações feitas por microscopia óptica, confirmando que os laminados obtidos a partir da poliamida comercial apresentaram uma menor quantidade de poros.

A Figura 7 e a Tabela 2 apresentam os resultados de cisalhamento interlaminar obtidos dos compósitos de tecido de fibras de carbono/poliamida estudados. Os ensaios de cisalhamento interlaminar realizados em três pontos não mostraram falha interlaminar, pois não foi possível observar a queda característica na curva de carregamento para este ensaio (Figura 7a) e, quando analisadas por microscopia eletrônica de varredura, as amostras ensaiadas apresentaram-se flexionadas (Figura 8) e não cisalhadas, não apresentando trincas horizontais e verticais características dos modos de falha de cisalhamento interlaminar apresentados na Figura 1.

Com o objetivo de caracterizar melhor os laminados termoplásticos em relação à sua resistência ao cisalhamento interlaminar foi utilizado um outro dispositivo, projetado e desenvolvido no *Institute of Polymer Research Dresden* da Alemanha, denominado CST. A Tabela 2 apresenta os resultados obtidos de resistência ao cisalhamento interlaminar utilizando-se este ensaio. Como pode ser verificado, todas as amostras ensaiadas pelo CST apresentaram valores menores de resistência ao cisalhamento interlaminar (aproximadamente 50 % dos valores encontrados no ensaio de três pontos). Observou-se, também, que os compósitos obtidos a partir da poliamida 6,6 apresentaram um aumento no valor do



(a)



(b)

Figura 7. Curvas de cisalhamento interlaminar dos compósitos de fibras de carbono/poliamida 6,6: a) cisalhamento em 3 pontos; b) CST.



Figura 8. Fotomicrografia eletrônica de varredura de uma amostra de compósito termoplástico ensaiada por cisalhamento interlaminar em 3 pontos (short-beam).

Tabela 2. Valores de cisalhamento interlaminar obtidos a partir dos ensaios de CST e cisalhamento interlaminar em 3 pontos.

Matriz	Volume em reforço (%)	CST (MPa)	Cisalhamento em 3 pontos (MPa)*
PA 6	40%	28,5 ± 2,7	58,3 ± 1,8
	50%	25,4 ± 3,1	62,2 ± 3,2
	60%	27,3 ± 2,7	57,8 ± 3,4
PA6,6	40%	22,0 ± 3,0	49,6 ± 2,4
	50%	25,5 ± 4,9	53,2 ± 1,6
	60%	27,8 ± 2,3	51,3 ± 2,1
PACF	60%	26,0 ± 2,4	48,3 ± 4,1

* embora estes valores tenham sido encontrados no ensaio de três pontos, estes não podem ser atribuídos ao cisalhamento interlaminar.

cisalhamento interlaminar de até 20 % com o aumento do volume de fibras e que a resistência ao cisalhamento para as amostras contendo 60 % de fi-

bras de carbono processadas com poliamida 6,6 comercial e com a sintetizada via polimerização interfacial foram similares, com uma diferença de, aproximadamente, 6% entre os valores médios. Entretanto, não foi possível estabelecer uma relação do volume de fibras com o aumento do valor do cisalhamento interlaminar para os compósitos obtidos a partir da poliamida 6, sendo que estes apresentaram um valor médio de 27,0±1,5 MPa.

A Figura 7b mostra as curvas obtidas a partir do uso do dispositivo CST nos ensaios de cisalhamento interlaminar. Como pode ser observado pelo perfil das curvas, os resultados são mais confiáveis que aqueles obtidos via cisalhamento em três pontos, e as amostras são cisalhadas de forma que a fratura ocorre sem a existência de flexão. A partir destes resultados pode-se concluir que o ensaio de cisalhamento interlaminar CST é mais adequado para a caracterização de compósitos termoplásticos com fibras de carbono contínuas, do que o ensaio em três

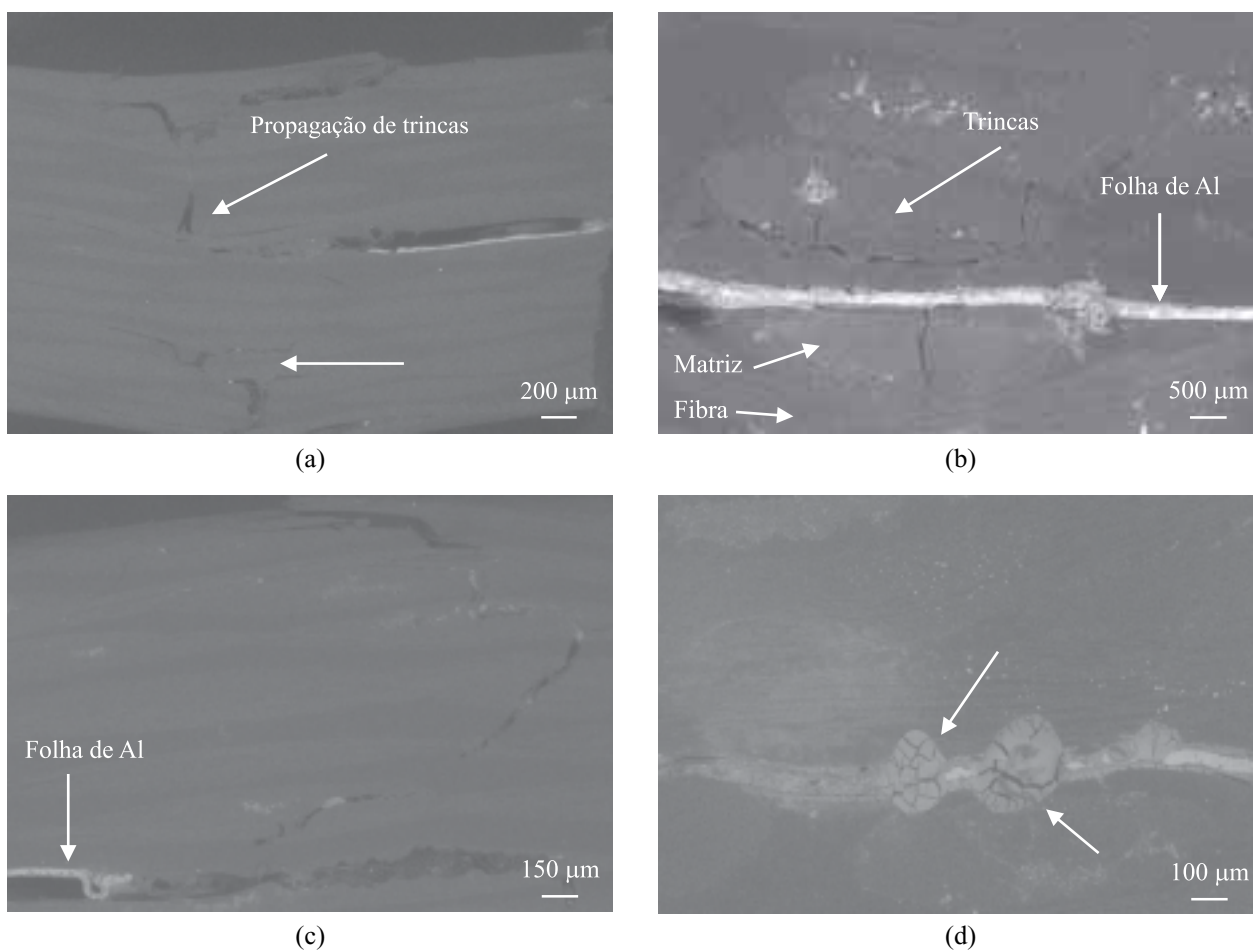

Figura 9. Fotomicrografias eletrônicas de varredura das amostras analisadas por ensaios de mecânica da fratura: a) e b) ENF; c) e d) DCB.

Tabela 3. Valores encontrados de G_{II} para os compósitos de fibra de carbono/poliamida contendo 60% de reforço em volume.

Amostra	Espessura (mm)	Largura (mm)	G_{II} (J/mm)
Poliamida 6	3,4±0,1	20,1±0,1	2158,1±475,1
Poliamida 6,6	3,3±0,1	20,1±0,2	2337,1±435,1
PACF	3,3±0,1	20,0±0,1	1747,9±557,5

pontos, uma vez que este último não cisalha a amostra e sim flexiona, alterando a determinação da resistência ao cisalhamento interlaminar do material, induzindo a sérios erros de caracterização.

Da mesma forma que os ensaios de cisalhamento em três pontos, os ensaios de mecânica da fratura (DCB e ENF) não satisfizeram os requisitos de falha interlaminar, pois não foi possível observar a adequada propagação de trincas (de forma homogênea e retilínea) no interior do material (Figuras 9a-d). Isto provavelmente ocorreu devido à existência de poros no material, representando uma barreira à propagação da trinca retilínea e favorecendo a propagação em várias direções (Figura 9d); à natureza viscoelástica da matriz e à boa adesão entre a matriz e o reforço devido à necessidade de cargas elevadas para fraturar o compósito, fatos estes que contribuíram para que o compósito se flexionasse até o final do experimento. Nos ensaios de ENF foi, ainda, observado que as trincas se propagaram ao lado das folhas de alumínio inseridas nos compósitos e não no final destas, como era esperado, apresentando uma maior facilidade de propagação em regiões ricas em polímero (Figura 9d). Este comportamento pode ser atribuído, provavelmente, à uma boa interface fibra/matriz favorecendo a propagação do dano na região mais frágil do laminado (matriz).

Devido a não ter sido possível verificar uma propagação homogênea das trincas no interior das amostras quando submetidas ao ensaio de ENF, não foi possível a obtenção precisa dos valores de G_{II} . A Tabela 3 apresenta os resultados obtidos a partir dos ensaios de ENF. Entretanto, nos ensaios de DCB como a propagação das trincas ocorreram predominantemente na direção perpendicular ao da folha de alumínio, não foi possível a obtenção dos valores de G_I .

Conclusões

A técnica de moldagem por compressão a quente, associada com a técnica de pré-impregnação via

polimerização interfacial, é viável para a obtenção de laminados de fibras de carbono com poliamida 6,6. As análises por microscopia eletrônica de varredura mostraram que os compósitos obtidos apresentaram uma distribuição homogênea do polímero no reforço. Entretanto, em compósitos com maior quantidade de poliamida (40 % de reforço) foram observadas regiões ricas em matriz entre as camadas de tecido, dificultando a homogeneização interlaminar da matriz/reforço nestes materiais. Os compósitos obtidos a partir dos pré-impregnados de fibras de carbono com poliamida 6,6, oriunda da polimerização interfacial, (PACF) apresentaram uma compactação da fibra de carbono/poliamida mais adequada, quando comparados às amostras obtidas a partir da poliamida comercial, gerando materiais mais homogêneos e com uma menor quantidade de regiões ricas em resina entre as camadas de tecido.

As amostras dos compósitos de poliamida 6 e 6,6, com teores de fibras de carbono maiores que 50 %, apresentaram um volume de porosidade inferior a 1 %, enquanto que as amostras com teores de fibras de carbono de 40 % apresentaram porosidade de até 1,3 %. Porém, as amostras obtidas a partir da impregnação interfacial apresentaram valores de porosidade de aproximadamente 3 %, devido, provavelmente, à presença de solventes no material, que não foram eliminados no processo de secagem a vácuo utilizado, gerando vazios no compósito durante o processo de moldagem por compressão a quente.

Os ensaios de mecânica da fratura (DCB e ENF) e de cisalhamento interlaminar em três pontos não satisfizeram os requisitos de falha interlaminar, pois não foi possível observar a adequada propagação de trincas (de forma homogênea e retilínea) no interior do material, fato este que fez com que o compósito se flexionasse até o final do experimento. Em função dos resultados obtidos estes ensaios mostraram-se inadequados para a avaliação do cisalhamento interlaminar em compósitos termoplásticos com fibras de carbono contínuas.

O ensaio de resistência ao cisalhamento interlaminar por compressão (CST) se mostrou mais adequado para o estudo desta propriedade nos compósitos estudados. Entretanto não foi possível observar diferenças significativas no valor da resistência ao cisalhamento com a variação do volume de fibras de carbono nos compósitos empregados neste estudo.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP (projeto nº 98/07439-6), ao CNPq, ao Dr. Bernd Lauke do *Institute of Polymer Research Dresden*, da Alemanha, pelo auxílio nos ensaios mecânicos, ao Sargento Duque do IAE pelas análises por microscopia eletrônica de varredura, às empresas Rhodia Poliamidas da América do Sul e Massaferrto Ltda pelo fornecimento das poliamidas 6,6 e 6, respectivamente, e ao Sr. Edmundo Ortiz da empresa Hexcel Composites, pelo fornecimento dos reforços em fibras de carbono.

Referências Bibliográficas

1. Offringa, A. R. - Composites: Part A, 27(A), p. 329 (1996).
2. Botelho, E. C.; Nogueira, C. L.; Rezende, M. C. - Journal of Applied Polymer Science, submitted in march (2001).
3. Gao, S. L.; Kim J. K. - Composites: Part A, 32, p. 775 (2001).
4. Phillips, R.; Glauser, T.; Manson, J-A. E. - Polymer Composites, 18 (4), p. 500 (1997).
5. Crasto, A. S.; Kim, R. Y. - Sampe Quarterly, p. 29, april (1991).
6. Yuan, Q.; Mai, Y-W.; Ye, L. - Journal of Thermoplastic Composite Materials, 14, p. 2 (2001).
7. Store, P. R.; Nairn, J. A. - Polymer Composites, 15 (3), p. 197 (1994).
8. Hou, M.; Ye, L.; Mai, Y. W. - Composites Science and Technology, 58, p. 181 (1998).
9. Hine, P. J.; Brew, B.; Duckett, R. A. - 33, p. 35 (1988).
10. Ariawan, A. B.; Hatzikiriakos, S. G.; Goyal, S. K.; Hay, H. - Advances in Polymer Technology, 20, (1), p. 1 (2001).
11. Greene, J. P.; Wilkes, J. O. - Polymer Engineering and Science, 35 (21), p. 1670 (1995).
12. Shah, P.; Steward, E.; Yazbak, G. - Polymer Engineering and Science, 34(15), p.1196 (1994).
13. Shah, P. - Polymer Engineering and Science, 34 (9), p. 759 (1999).
14. Berglund, L. A; Kenny, J. M. - SAMPE Journal, 27 (2), p. 27 (1991).
15. Lee, C-L.; Wei, K-H. - Journal of Applied Polymer Science, 77, p. 2149 (2000).
16. Costa, M. L.; Almeida, S. F. M.; Rezende, M. C. - Composites Science and Technology, 61, p. 2101 (2001).
17. Costa, M. L.; Almeida, S. F. M.; Rezende, M. C. - Criterion for Composite Laminates with Voids. 1º International Conference on Science and Technology of Composite Materials, Mar del Plata Argentina, p. 95 (2001).
18. Schults, J. M.; Fakirov, S. - Solid State Behavior of Linear Polyesters and Polyamides, Prentice-Hall, 1º edition, New Jersey (1990).
19. Nohara, E. L.; Estabelecimento de Parâmetros de Processamento de Compósitos CRFC aplicados na área de elementos de fricção, dissertação de mestrado, ITA, São José dos Campos (1998).
20. Botelho, E. C.; Figiel, L.; Lauke, B.; Rezende, M. C. - Mechanical Behavior of Polyamide/Carbon Fiber Composites Manufactured by Compression Molding, 1º International Conference on Science and Technology of Composite Materials, Mar del Plata Argentina, p. 205 (2001).
21. ANNUAL AMERICAN STANDARD TEST METHODS, Standard Test Method for Apparent Interlaminar Shear Strength of Parallel Fiber Composites by Short-Beam Method. Philadelphia, PA: ASTM: pp. 43-45 (ASTM: D2344-84 (1503)) (1988).
22. EUROPEAN STANDARD NORMATIVE, Determination of interlaminar fracture toughness energy – Mode II (G_{IIc}), (DIN EN 6034) (1995).
23. Davies, P.; Ducept, F.; Brunner, A. J.; Blackman, B. R. K.; Morais, A. B. - Development of a standard mode II shear fracture test procedure. Seventh European Conference on Composite Materials, London (UK), 14-16 May (1996).
24. Stevanovic, D.; Jar, P-Y. B.; Kalyanasundaram, S.; Lowe, A. - Composites Science and Technology, 60, p. 1879 (2000).
25. Davies, P.; Moore, D. R. - Composites Science and Technology, 38, p. 211 (1990).
26. Liou, W. J.; Tseng, C. I. - Polymer Composites 18 (4), p.492 (1997).
27. Khan, Z.; Al-Sulaiman, F. S.; Farooqi, J. K. - Journal of Reinforced Plastics and Composites, 17 (15), p. 1320 (1998).
28. Bradsky, G.; Chivers, R. A.; Crick R. A. - Composites Science and Technology, 47, p. 75 (1993).
29. Rice, B. P.; Kim, R. Y. - Fracture characterization of toughened bismaleimide/graphite composites. 35th International SAMPE Symposium, 2-5 april (1990).

30. Ye, L.; Friedrich, K. - *Composites Science and Technology*, 46, p. 187 (1993).
31. Forte, M. S.; Whitney, J. M.; Schoeppner, G. A. - *Composites Science and Technology*, 60, p. 2389 (2000).
32. Botelho, E. C.; Scherbakoff, N.; Rezende, M. C.; Kawamoto, A. M.; Sciamareli, J. - *Macromolecules*, vol. 34 (10), p. 3367 (2001).
33. Botelho, E. C.; Rezende, M. C. - *Journal of Advanced Materials*, (submetido em Janeiro, 2002).
34. Botelho, E. C.; Rezende, M. C.; Yamagishi, D. S.; Marlet, J. M. F. - *Brazilian Patent*, PI. 6561-7 (2001).
35. Cândido, G. M. - *Influência do condicionamento ambiental na resistência à delaminação de borda livre em compósitos avançados tese de doutorado, ITA, São José dos Campos, São Paulo (2001).*
36. ANNUAL AMERICAN STANDARD TEST METHODS, Standard test method for fiber content of resin-matrix composites by matrix digestion. Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials. (ASTM-D3171) (1984).
37. EUROPEAN STANDARD NORMATIVE, test method for apparent interlaminar shear strength of parallel fiber composites by short-beam method, (DIN EN 2377) (1995).
38. Schneider, K.; Lauke, B.; Beckert, W. - *Applied Composite Materials*, 8, p. 43 (2001).
39. EUROPEAN STANDARD NORMATIVE, Determination of interlaminar fracture toughness energy – Mode I (G_{Ic}), (DIN EN 6033) (1995).

Recebido: 28/03/02

Aprovado: 02/07/02