

Fractografia de Compósito Estrutural Aeronáutico Submetido à Caracterização de Tenacidade à Fratura Interlaminar em Modo I

Geraldo Maurício Cândido, Mirabel Cerqueira Rezende
Instituto de Aeronáutica e Espaço, AMR/IAE

Maurício Vicente Donadon, Sérgio Frascino Müller de Almeida
Instituto Tecnológico da Aeronáutica, ITA

Resumo: Muitos componentes das modernas aeronaves estão sendo manufaturados em compósitos poliméricos. Laminados de resina epóxi modificada reforçada com fibras de carbono contínuas são empregados em estruturas primárias e secundárias para reduzir o peso e melhorar o desempenho operacional. Porém, se ocorrer uma falha circunstancial, o processo de fratura desses laminados é complexo e pode envolver mecanismos de danos interlaminares. A delaminação é a descontinuidade interlaminar que pode se propagar de forma catastrófica com a aplicação de cargas mecânicas. O ensaio de corpos de prova denominado de *Double Cantilever Beam* (DCB) é o método mais utilizado para determinar a tenacidade à fratura em Modo I de compósitos estruturais. Neste trabalho, amostras preparadas de um laminado de tecido bidirecional, estilo plain weave, foram submetidas ao carregamento estático de delaminação em Modo I, à temperatura ambiente. A análise fractográfica das superfícies delaminadas foi realizada por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostram que o processo de fratura se inicia nas bolsas de resina após um inserto de Teflon® e se propaga ao longo das regiões ricas em resina posicionadas nos interstícios de entrelaçamento das mechas da trama e da urdidura. Os principais aspectos fractográficos revelados são identificados, documentados e discutidos neste trabalho.

Palavras-chave: *Fractografia, compósito polimérico, delaminação, fratura interlaminar, Modo I.*

Fractography of Aeronautical Composite Structures Submitted to Mode I Interlaminar Fracture Toughness Characterization

Abstract: Many components of modern aircrafts are now manufactured from polymer composites. Reinforced laminates with continuous carbon fibers and modified epoxy resin are employed in primary and secondary structures to reduce weight and improve the aircraft performance. However, if a circumstantial failure happens, the complex fracture process of the laminates may involve interlaminar damage mechanisms. The delamination is the interlaminar discontinuity which may propagate catastrophically with the application of mechanical loads. The Double Cantilever Beam (DCB) is the most used method to determine the Mode I fracture toughness of structural composites. In this work samples prepared from a plain weave fabric laminate were submitted to Mode I delamination under static load at room temperature. The analysis of the delaminated surfaces was performed with scanning electron microscopy (SEM). The results show that the fracture process initiates at the resin pockets after a Teflon® insert and propagates along the resin rich areas at the crossing of weft and warp tows. The main fractographical aspects revealed are identified, reported and discussed.

Keywords: *Fractography, polymer composites, delamination, interlaminar fracture, Mode I.*

Introdução

O advento dos materiais compósitos, em sua maioria os de fibras de vidro, motivou a indústria aeronáutica a substituir os componentes secundários de alumínio nas aeronaves de utilidade comercial. O bom resultado alcançado com os primeiros componentes produzidos em compósitos poliméricos, associado ao desenvolvimento de fibras mais avançadas, como as de carbono, aramida e boro, incentivou o projeto e a fabricação de modelos de estruturas mais leves e com propriedades superiores de rigidez e resistência específica, em maiores dimensões e formatos mais complexos. Em sendo assim, diferentes conjuntos de estruturas primárias e secundárias das modernas aeronaves são atualmente fabricados em laminados de material pré-impregnado de fibras contínuas curados em autoclave^[1-3]. Porém, para que esse significativo avanço dessa classe de materiais possa ser economicamente viável, novas tecnologias de processamento automatizado e novas formas de matéria-prima estão sendo desenvolvidas e implantadas na fabricação de estruturas aeronáuticas de elevado desempenho operacional^[4-7].

A superioridade comparativa das propriedades de rigidez e resistência específica de estruturas em materiais compósitos, em relação às de alumínio, se restringe à tendência de menor resistência a danos dos materiais compósitos. Uma estrutura de compósito quando submetida a cargas de impacto pode ser danificada pela possibilidade de ocorrer o descolamento das partes laminadas, microtrincas na matriz, ruptura das fibras e/ou delaminação entre as camadas. Desta forma, o processo de fratura de materiais compósitos de elevado desempenho estrutural é relativamente complexo, pois envolve a manifestação de mecanismo de dano intralaminar e/ou mecanismo de dano interlaminar. A identificação dos aspectos observados na topologia da superfície de fratura para revelar as informações sobre o modo de falha, direção de propagação da falha e possível influência das condições ambientais, dependendo da situação em que a fratura foi produzida, é difícil podendo conduzir a interpretações equivocadas. Além disso, as características da topologia da superfície de fratura dos compósitos dependem de vários e diferentes fatores, tais como a situação do meio em que foi produzida, configuração do material

Autor para correspondência: *Mirabel Cerqueira Rezende, Divisão de Materiais – AMR, Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial, Instituto de Aeronáutica e Espaço – IAE, Praça Marechal-do-Ar Eduardo Gomes, 50, Vila das Acácias, CEP 12228-904, Sao José dos Campos, SP, Brasil, e-mail: mirabel@iae.cta.br*

utilizado no processo de fabricação, plano de falha atuante na microestrutura, tipo e natureza do carregamento mecânico imposto ao laminado.

A delaminação ou modo de fratura interlaminar é o mecanismo de dano interlaminar que se manifesta com maior potencial e é um fator limitante da vida útil de um componente estrutural aeronáutico. Este tipo de dano pode ser introduzido durante o processo de fabricação do compósito ou ocorrer durante a vida em serviço do componente. Normalmente, a formação do dano é influenciada pelo estado tridimensional de tensões interlaminares que se desenvolve na vizinhança da borda livre do laminado ou produzida por carregamento acidental de baixa velocidade de impacto na superfície do componente. Esse assunto vem sendo extensivamente pesquisado nas três últimas décadas e, a maior parte dos trabalhos publicados foi dedicada ao conhecimento do mecanismo de início e propagação do dano a partir da borda livre de laminados estruturais^[18-17].

Entretanto, a capacidade de um laminado estrutural resistir ao início e à propagação da falha por delaminação é evidenciada pela propriedade de tenacidade à fratura interlaminar do compósito. Vários métodos de testes padronizados com diferentes modos de carregamento estático e dinâmico são empregados na caracterização experimental da tenacidade à fratura interlaminar de laminados planos de fibras contínuas. Para isto, laminados são fabricados com a inserção de um filme não adesivo entre as duas camadas que demarcam o plano médio, próximo à extremidade de carregamento, para simular o início da delaminação.

A maioria dos procedimentos de testes utiliza corpos de prova na forma de uma viga retangular de espessura fina. O *Double Cantilever Beam* (DCB) é o modelo mais comum utilizado na caracterização experimental da tenacidade à fratura interlaminar em Modo I. O carregamento de tração aplicado na extremidade do corpo de prova para iniciar a abertura interfacial entre as duas metades das superfícies parcialmente descoladas pelo inserto, proporciona a propagação contínua de uma frente de delaminação ao longo do plano médio do laminado caracterizando a topologia da superfície de fratura^[18-20].

Uma das ferramentas essenciais desenvolvida para obter informações e compreender como sucede o processo de falha nos compósitos é a fractografia. Essa ferramenta consiste em identificar os aspectos fractográficos impressos na topologia da superfície de fratura e estabelecer as relações entre a presença ou ausência desses aspectos com a sequência de eventos da fratura, podendo levar à determinação do carregamento e condições dos esforços no momento da falha. A fractografia confirma ou remove as suspeitas que possam recair sobre os modos de falha ocorridos.

As técnicas fractográficas podem ser empregadas no estudo sistemático dos micromecanismos da fratura de amostras padronizadas submetidas à caracterização experimental, falhas de subcomponentes estruturais testados em laboratórios e na análise *post-mortem* de componentes ou estruturas que falham em serviço, especificamente na investigação de acidentes aeronáuticos. O procedimento da análise utiliza a inspeção visual inicial e a óptica macroscópica, seguida da microscópica óptica, microscópica eletrônica de varredura e, em alguns casos, microscópica eletrônica de transmissão. A análise deve atentar não somente para a identificação e documentação da superfície de fratura, mas também para as informações que ajudam a determinar as causas da falha e possibilitar o avanço no domínio do entendimento e confiança no comportamento estrutural do sistema compósito^[21-30].

Em todos os estágios da vida de um compósito, o estudo sistemático da microestrutura e da superfície de fratura, por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, proporciona informações

essenciais sobre a qualidade do material, o processo de fabricação, os micromecanismos de propagação de dano, as causas de falhas em amostras, subcomponentes ou componentes, em apoio aos processos de qualificação, certificação e desenvolvimento de modelos analíticos e análise de falhas de componentes em serviço. Em sendo assim, o uso da análise fractográfica está aumentando continuamente e tem sido reconhecida como uma ferramenta de fundamental importância nas interpretações de aspectos da fratura de compósitos estruturais utilizados em aeronaves.

Em vista da importância dos compósitos poliméricos nas aplicações aeronáuticas que requerem elevado desempenho estrutural, este trabalho apresenta um estudo ordenado dos aspectos fractográficos indicativos de falha de um específico laminado de configuração bidirecional de carbono/epóxi, após solicitação mecânica estática de tenacidade à fratura interlaminar em Modo I, à temperatura ambiente. Assim, o principal objetivo do presente estudo é identificar e documentar as peculiaridades dos diversos micromecanismos que influenciaram na ruptura do sistema epóxi modificado, utilizado como matriz polimérica, e na resistência à propagação da delaminação. O experimento de fratura realizado utilizou corpos de prova DCB convencionais e as imagens das faces superior e inferior da topologia da superfície de fratura foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Experimental

Material pré-impregnado

O material pré-impregnado selecionado para fabricar o laminado de estudo deste trabalho é o carbono/epóxi, comercialmente identificado como HEXPLY®M21/40%/196 PW/IM7-6K/1250 MM, produzido pela empresa *Hexcel Composites* na forma de tecido bidirecional (0°, 90°), estilo *plain weave* para cura a 180 °C e fornecido pela empresa EMBRAER. O referido material foi desenvolvido e qualificado para atender aos requisitos de especificação aeronáutica de elevado desempenho estrutural.

A matriz polimérica de designação de HexPly® M21 é um sistema de matriz epóxi modificada pela adição parcial de matriz termoplástica de elevada tenacidade à fratura, pelo uso da tecnologia *interleaves*^[31]. Este sistema de matriz polimérica representa a terceira geração de resina epóxi, que assegura maior tolerância a dano, particularmente em casos de carregamento por impacto de elevada energia, sem comprometer as propriedades mecânicas do compósito. Além disso, a matriz epóxi HexPly® M21 apresenta boas propriedades higrótérmicas em ambientes com temperaturas de até 150 °C^[31].

Os reforços fibrosos do pré-impregnado utilizado são provenientes da carbonização da poliácilonitrila (PAN) e designados de fibras de carbono HexTow™ IM7 (HS-CP-5000). Essas são fibras contínuas fornecidas em mechas de até 12.000 filamentos (12 K), seção transversal circular e classificada como fibra de carbono de módulo intermediário, ou seja, em torno de 270 GPa. As fibras de carbono HexTow™ IM7 (HS-CP-5000) igualmente exibem propriedades excepcionais de elevada resistência à tração e módulo, como também apresentam boa resistência ao cisalhamento, o que permite o desenvolvimento de projetos estruturais para aplicações críticas com margens de segurança mais elevadas nas propriedades de rigidez e resistência^[31].

Fabricação do compósito estrutural

O processamento do material pré-impregnado na fabricação do compósito estrutural foi realizado na EMBRAER em conformidade com as normas praticadas na produção de componentes estruturais

de compósitos poliméricos curados em autoclave^[1]. Dessa forma, um painel com dimensões aproximadas de (600 × 400 mm) foi moldado com dezoito camadas empilhadas na direção (0°, 90°) sobre a superfície plana e adequadamente limpa de uma placa de alumínio. Durante o procedimento de moldagem foi inserida na interface entre a nona e a décima camada um filme de Teflon® com espessura variando entre 0,070 e 0,085 mm para simular o início da falha por delaminação em uma das extremidades do plano médio do painel. Em seguida, foi preparada uma bolsa de vácuo e iniciado o procedimento para a cura em autoclave.

O ciclo de cura do painel foi realizado a 180 ± 5 °C com 0,70 MPa de pressão e vácuo atuando a 0,083 MPa, com razão de aquecimento alternando de 0,5 a 2,7 °C/min e a taxa máxima de resfriamento de 2,7 °C/min. Concluída a operação de cura, o painel foi desmoldado e inspecionado por técnica de varredura ultrassônica de transmissão por coluna de água. Nenhum tipo de descontinuidade foi observado no painel que compromettesse o padrão de qualidade exigido na aplicação final do compósito estrutural.

Preparação dos corpos de prova DCB

A geometria definida dos corpos de prova DCB, utilizados na caracterização experimental estática da tenacidade à fratura interlaminar em Modo I, seguiu o modelo especificado pela norma ASTM D5528-94a^[20].

Em sendo assim, com um disco diamantado refrigerado a água, cinco corpos de prova foram recortados do painel nas dimensões nominais mostradas na Figura 1. Igualmente esta figura elucida o início da delaminação simulada pelo inserto de Teflon® (a_0) localizado no plano médio da extremidade de carregamento e a direção das fibras a 0° do tecido bidirecional *plain weave*, posicionadas no sentido longitudinal do espécime.

Em seguida, as bordas dos corpos de prova foram aplanadas por polimento manual executado com lixa fina para conferir melhor qualidade no acabamento e assegurar maior precisão nas medições das dimensões. Medidas da largura e espessura foram realizadas em cinco pontos diferentes (1/4, centro, 3/4 e nas duas extremidades) ao longo de cada corpo de prova. A variação na espessura e os valores médios da largura e espessura foram registrados para os cinco espécimes.

Além disso, todos os corpos de prova foram avaliados individualmente pela técnica de inspeção ultrassônica de acoplamento manual por pulso-eco para atestar a inexistência de delaminação na borda livre. Após a realização dessas atividades, as bordas dos corpos de prova foram recobertas com uma fina camada de tinta branca à base de água para facilitar a percepção visual da evolução da delaminação no tempo de aplicação da carga.

Para o ensaio, blocos de alumínio introdutórios de carga, com a mesma largura dos corpos de prova e com um pino giratório centralizado, foram alinhados e colados nas superfícies da extremidade com inserto de Teflon® com adesivo de elevada resistência. Para medir com exatidão a extensão da delaminação resultante, foi esboçada uma escala de 80 mm com divisões em intervalos de 5 mm e fixada ao longo de uma das bordas de cada corpo de prova. Os 30 mm iniciais foram delineados em intervalos de 1 mm e a marca zero da linha graduada foi fixada a 10 mm do inserto de Teflon® para facilitar a localização do limite deste filme no plano médio do espécime.

A Figura 1 mostra o diagrama esquemático do corpo de prova utilizado no ensaio DCB, com as dimensões nominais e o comprimento inicial da trinca localizada no plano médio, próxima à extremidade de carregamento. Os corpos de prova foram preparados conforme o padrão ASTM D5528-94a^[20]. A fração volumétrica de fibras dos corpos de prova é de 60,5% e foi obtida pelo método de digestão química da matriz epóxi conforme norma ASTM D3171^[32].

Obtenção da superfície de fratura

A superfície de fratura foi obtida por carregamento estático aplicado na extremidade previamente delaminada do corpo de prova DCB, para determinar o modo de abertura de tenacidade à fratura interlaminar (G_I) do compósito. O corpo de prova foi montado nas garras de uma máquina de ensaio mecânico *INSTRON 5500R*, calibrada e equipada com célula de carga de 20 kN. O teste foi realizado em ambiente sob condições normais de temperatura e umidade relativa do ar (23 ± 2 °C, $50 \pm 5\%$ UR).

O carregamento de tração, indispensável para produzir a abertura das duas metades da extremidade separada pelo inserto de Teflon®, foi aplicado através dos pinos centralizados nos blocos de alumínio. O movimento rotacional dos pinos permitiu que o carregamento aplicado produzisse, a partir do final do inserto, estados de tensões

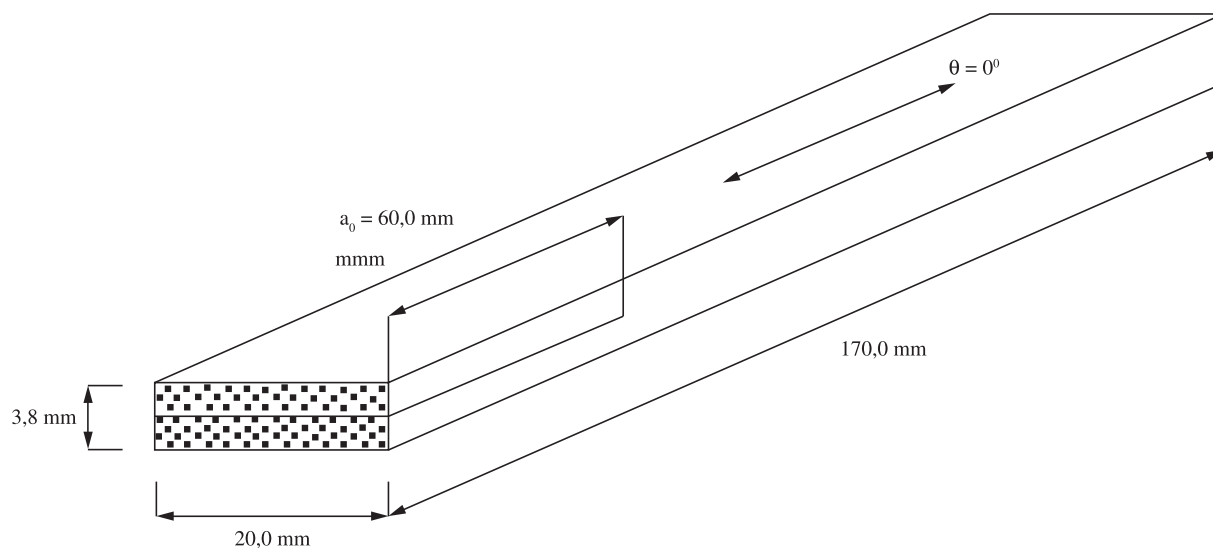


Figura 1. Geometria do corpo de prova DCB com a indicação das dimensões nominais, posicionamento do inserto de Teflon® no plano médio de uma das extremidades e as fibras do tecido orientadas a 0°, alinhadas na direção longitudinal.

interlaminares proporcionando o início e a evolução de uma frente de delaminação ao longo do plano médio do corpo de prova. O corpo de prova foi carregado continuamente sob deslocamento controlado até que a frente de delaminação alcançasse o seu limite.

Os valores do carregamento empregado, os sinais de deslocamento e o nível de tensão de saída revelado no marcador de falha, associado a cada par carregamento/deslocamento que ocorreu no tempo de evolução da frente de delaminação, foram registrados eletronicamente durante o transcorrer do ensaio, incluindo o ciclo de descarregamento.

A extensão da frente de delaminação em função dos valores de carregamento e deslocamento foi monitorada pelo marcador de falha posicionado sobre a borda do corpo de prova e acompanhada por uma câmera digital com sensor CCD (*charge coupled devise*). A utilização desse aparelho tornou possível a visualização do movimento da frente de delaminação ampliada na tela de um monitor. A Figura 2 mostra a configuração esquemática do carregamento utilizado no corpo de prova DCB, onde: P e δ são os símbolos que representam, respectivamente, a carga aplicada e o deslocamento transversal de abertura no ponto de carregamento, α a extensão da delaminação e w a largura do corpo de prova.

Preparação das amostras das seções do laminado

Para a caracterização da microestrutura do compósito foi selecionada e removida a porção íntegra do corpo de prova localizada próxima à região da fratura. Amostras representativas das seções longitudinal e transversal do laminado foram seccionadas com disco diamantado refrigerado a água, submetidas à limpeza, identificadas e posicionadas com a superfície a ser analisada em contato com a base de moldes de silicone flexível.

O embutimento foi processado manualmente vertendo-se sobre os moldes uma mistura homogênea de resina poliéster ortoftálica com a quantidade proporcional de catalisador metil-etil-cetona

(MEK) e expostos à temperatura ambiente pelo espaço de doze horas para a cura. Posteriormente, as amostras foram retiradas dos moldes e submetidas ao lixamento mecânico com lixas d'água de diferentes granulometrias, padronizadas em malhas de 220, 400 e 600 para remover a aspereza e os danos causados no corte. Finalmente, as amostras foram polidas em duas etapas com pasta de diamante sintético de granulometrias 4 e 0,04 μm , respectivamente, em estofa de feltro fixo no prato giratório impregnado.

O procedimento de preparação foi concluído com a imersão das amostras em água destilada para a limpeza por agitação ultrassônica durante dez minutos. Em seguida, as amostras foram removidas e submetidas à secagem com jatos de ar quente soprados sobre as superfícies e armazenadas em dessecador.

Os embutimentos das seções transversais dos laminados foram observados em um microscópio óptico da marca Leica, modelo DMRXP, com câmera de vídeo JVC TK-C600 acoplada e as imagens obtidas foram coletadas em um microcomputador.

Preparação das amostras da superfície de fratura

O procedimento adotado na seleção e preparação das amostras para a análise topológica da superfície de fratura foi metódico e estruturado de forma que as imagens capturadas apresentassem informação precisa. Em sendo assim, a primeira etapa envolveu a inspeção visual macroscópica prévia para definir e identificar as áreas de interesse do estudo. Conforme ilustra a Figura 3, três regiões foram delimitadas ao longo da superfície de fratura e classificadas como: a) região de origem da fratura localizada entre o fim da pré-trinca simulada pelo inserto de Teflon® e o início da delaminação originária do carregamento aplicado; b) região mediana da fratura em que a tendência de crescimento e propagação da delaminação foi acentuada; e c) região extrema da fratura, que foi seccionada da parte íntegra do laminado para expor a fronteira da superfície delaminada para a análise.

De cada região foi seccionado um par de amostras nas dimensões apropriadas para atender as análises de MEV. O processo de corte foi cuidadosamente executado com disco diamantado refrigerado a água, de forma que as faces superior e inferior da superfície de fratura se mantivessem inalteradas. Para a remoção das partículas de pó proveniente do corte mecânico, as amostras foram imersas em uma solução com álcool isopropílico diluído em proporção igual de água destilada e submetidas à limpeza ultrassônica durante 5 minutos. Limpas e livres de contaminações, as amostras foram secas com sopros de ar comprimido sobre a superfície de fratura e recobertas com um fino filme de carbono em um evaporador de vácuo.

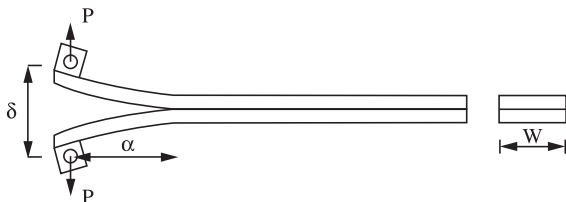


Figura 2. Configuração do esquema de carregamento para o espécime DCB.

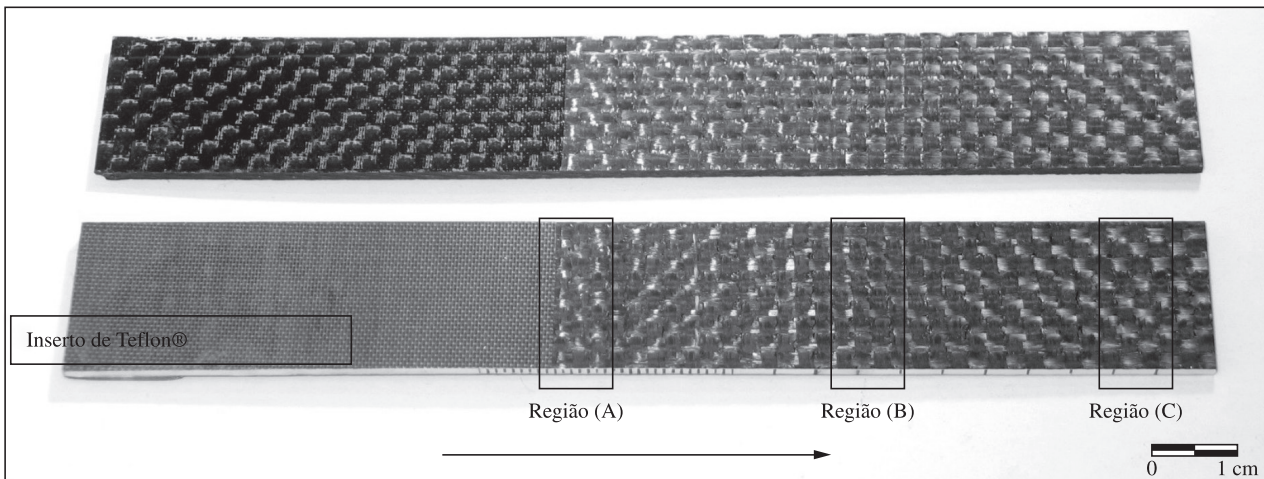


Figura 3. Superfícies de fratura do corpo de prova DCB com o inserto de Teflon® e a indicação das regiões selecionadas para análise de MEV.

Em seguida, essas amostras foram examinadas em um microscópio eletrônico de varredura Zeiss, modelo DSM 950 com plataforma Scandium acoplada para a digitalização de imagens e, quando necessário, em um segundo microscópio eletrônico de varredura da marca LEO, modelo 435 VPI. Ambos foram utilizados para caracterizar os micromecanismos que influenciaram na ruptura da matriz epóxi e na resistência ao crescimento da falha por delaminação do laminado em estudo.

Resultados e Discussão

Os resultados fornecidos pelos exames de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, ambos realizados em amostras devidamente preparadas das seções internas e da superfície de fratura dos corpos de prova DCB, conduziram a discussões de tópicos associados à certificação de estruturas e análise de falhas de componentes aeronáuticos de compósitos.

A caracterização da microestrutura do material pela técnica de microscopia óptica revela o padrão de qualidade conseguido na compactação das camadas e na distribuição das fibras e resina no interior do laminado fabricado por moldagem em autoclave. Essas informações possibilitam a verificação de evidências de cumprimento dos requisitos de aeronavegabilidade previstos nos documentos FAR 25.603, FAR 25.605 e FAR 25.613^[33], aplicáveis aos processos de certificação de resistência estrutural de aeronaves categoria transporte.

Esses requisitos fazem observações sobre o controle de materiais, métodos de fabricação, propriedades de resistência do material e valores de projeto utilizados para substanciar informações de programas de testes em corpos de prova, em atenção às propostas de desenvolvimento de valores admissíveis de projeto, elementos, subcomponentes e validação de métodos analíticos.

Análise da microestrutura

A Figura 4 é representativa do laminado em estudo, onde se observa a regularidade obtida na compactação das camadas do material pré-impregnado, a formação de pequenas regiões ricas em resina e a inexistência de defeitos maiores, como assegurado anteriormente pela inspeção ultrassônica.

A análise desta figura revela que as camadas são de tecido bidirecional e todas foram empilhadas na sequência (0°, 90°), conforme estabelecido no roteiro de fabricação do compósito. Nas aplicações estruturais, a sequência de empilhamento de camadas, a compactação exercida no ciclo de cura e a operação de corte ou fresamento praticado na etapa final de fabricação são características decisivas na obtenção de laminados com elevadas propriedades de resistência e rigidez. Também podem ser observadas várias camadas delimitadas por uma região de resina, que se estabilizou entre as camadas vizinhas durante o processo de cura na autoclave. A formação dessas regiões ricas em resina é comum à maioria dos laminados processados por empilhamento de camadas em uma sequência apropriada e consolidado em produto acabado. Todavia, a sua espessura está sujeita às variações intrínsecas ao material selecionado e às condições estabelecidas pela metodologia de fabricação empregada.

Dos diferentes tipos de tecidos utilizados na indústria aeronáutica o estilo *plain weave* é o mais simples, onde cada mecha da urdidura passa alternadamente acima e abaixo de cada mecha da trama, desalinhando as fibras e formando interstícios vazios no entrelaçamento das mechas. Durante a evolução do ciclo de cura, esses pequenos espaços são completamente ocupados pelo fluxo de resina com a viscosidade na região de gelificação, formando regiões

interlaminares ricas em resina e espalhadas entre as mechas ao longo de toda estrutura do laminado.

Dependendo da espessura, essas regiões de resina podem exercer alguma influência desfavorável nas propriedades mecânicas do compósito. Muitas vezes, uma eventual falha por delaminação pode facilmente ter o seu início e propagação em regiões ricas em resina, quer esta esteja localizada entre as camadas vizinhas, borda livre das camadas, falha interfacial no contorno das regiões de resina ou em alguma combinação de várias microtrincas na resina. Embora possam servir de locais iniciadores de falhas, as regiões ricas em resina são extremamente úteis nas análises fractográficas.

Da mesma forma, a Figura 5 mostra que o laminado está desprovido de microvazios, inclusões e microtrincas nas regiões ricas em resina, que as fibras são igualmente de seção circular e ainda indica evidências da formação de uma consistente adesão interfacial fibra/matriz.

Como em qualquer laminado de aplicação estrutural, a interface fibra/matriz é de importância fundamental na determinação das propriedades de engenharia assumidas em dados de projeto. A capacidade de absorção de energia e a tenacidade do laminado são otimizadas pelos mecanismos de molhabilidade e adesão, que controlam a formação de uma região interfacial fibra/matriz consistente. Entretanto, se pequenas variações acontecerem no tratamento superficial das fibras, mudanças significativas podem ser introduzidas na resistência à adesão interfacial fibras/matriz e, conseqüentemente, alterar as propriedades do compósito. A fraca adesão interfacial resulta em fibras com a superfície sem o revestimento de resina, que por sua vez, causa a redução na resistência à tração transversal, resistência à compressão e cisalhamento, deixando o compósito mais susceptível à delaminação^[34].

Independente da formação das regiões ricas em resina, o processo básico de cura utilizando bolsa de vácuo, com moldagem em autoclave sob condições controladas, com especificações pré-estabelecidas, ainda é um dos principais métodos de fabricação convencional de compósitos, na obtenção de componentes que exigem elevado desempenho estrutural.

As figuras apresentadas mostram que os efeitos simultâneos da temperatura, pressão de cura e vácuo atuando com precisão sobre as camadas do material pré-impregnado, fornecido com o conteúdo útil do sistema de resina, foram essenciais para produzir o laminado com arranjo físico de fibras e resina melhor ordenado, consistente, com espessura uniforme e isento de microdefeitos. Nesta classe de laminados, os tipos de microdefeitos considerados são: vazios, inclusões, imperfeições nas fibras, fibras desalinhadas, variações na distribuição das fibras e fraca adesão interfacial entre a fibra e a matriz. Esta multiplicidade de microdefeitos pode ocorrer em qualquer laminado de qualidade superior e provocar uma redução relativa da resistência, como também atuar sobre os diferentes mecanismos de falha.

Apesar disso, esta influência somente poderá ser verificada em processos de fratura de pequenos corpos de prova, uma vez que em grandes componentes, os microdefeitos têm menor importância e podem ser considerados como pertencentes ao compósito. Porém, a exceção está na variação da resistência à adesão interfacial fibra/matriz. Neste caso, a avaliação deverá ser conduzida realizando testes experimentais em cada lote de material pré-impregnado disponível para a fabricação de componentes de engenharia.

Análise fractográfica

Neste estudo, o conjunto de imagens capturadas apresenta os aspectos mais importantes da topologia da superfície de fratura das regiões qualificadas como (a), (b) e (c) (Figura 3). As imagens foram organizadas de maneira a ilustrar a formação da superfície de

fratura da frente de delaminação, a deformação plástica da resina, a direção de propagação da frente de delaminação e outros aspectos microscópicos do compósito, significativos no processo de fratura do corpo de prova. A análise microscópica foi realizada nas faces superior e inferior de todas as amostras pesquisadas para detectar a possível presença de elementos estranhos ao material, que às vezes, podem ser confundidos como partes integrantes dos aspectos

fractográficos. Contudo, nenhum tipo de impureza foi detectado ao longo da varredura executada em ambas as faces das superfícies delaminadas.

Região (A) - origem da frente de delaminação

As Figuras 6 e 7 mostram imagens das faces superior e inferior da região de transição existente entre a extremidade da



Figura 4. Seção transversal do laminado carbono/epóxi mostrando a regularidade obtida na compactação das camadas de tecido na cura em autoclave.

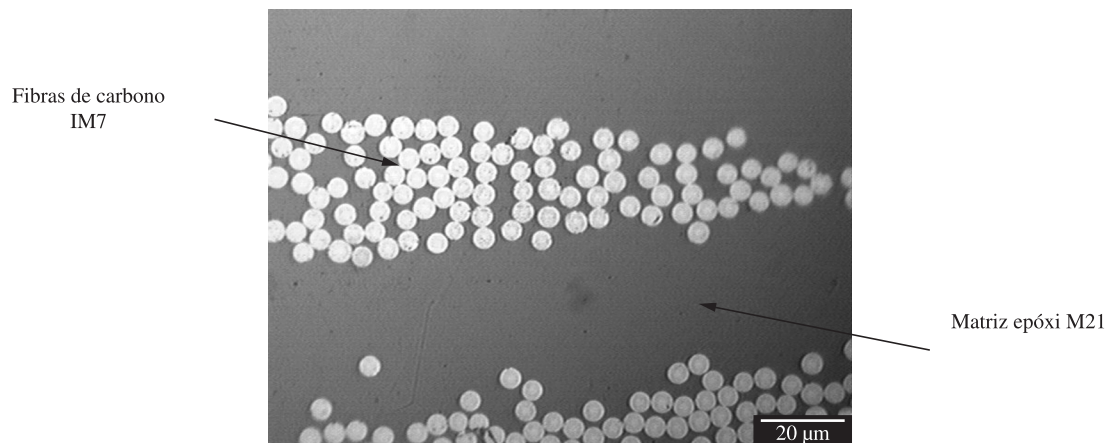


Figura 5. Detalhe da seção transversal do laminado mostrando a seção circular das fibras de carbono e as regiões ricas em resina epóxi livres de defeitos.

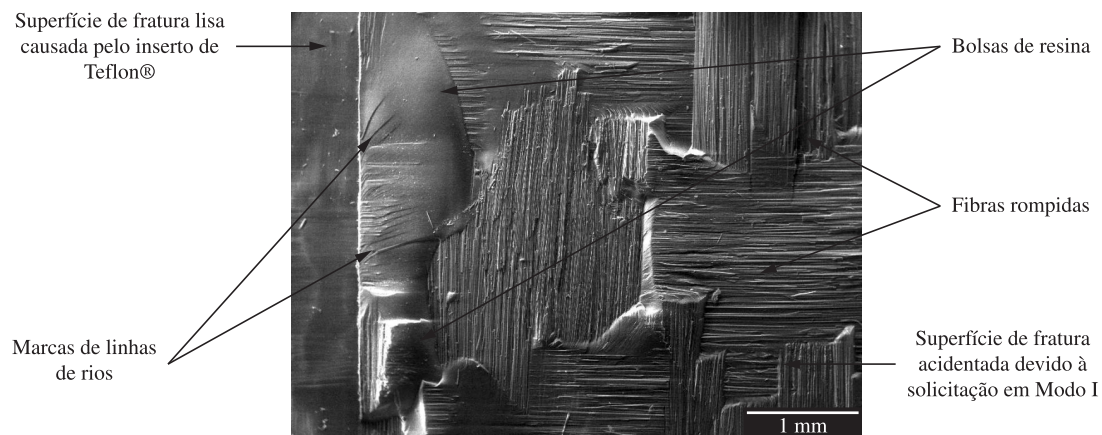


Figura 6. Superfície de fratura do laminado carbono/epóxi (região A). Face superior da região de transição existente entre a extremidade da falha simulada pelo inserto de Teflon® e a origem da frente de delaminação.

falha simulada pelo inserto de Teflon® e a origem da frente de delaminação, procedente do carregamento estático aplicado. A face inferior é a região espelhada da face superior. Esta metodologia utilizada na análise fractográfica do laminado em estudo amplia a identificação dos aspectos presentes na superfície de fratura, podendo revelar detalhes necessários ao completo entendimento dos eventos envolvidos no processo em estudo.

As imagens das Figuras 6 e 7 referem-se à região de início da formação do processo de fratura em uma das diversas áreas ricas em resina, especificamente identificadas como bolsas de resina, que se fixaram na vizinhança da linha vertical imaginária sinalizadora do limite do inserto de Teflon®. A análise dessas figuras revela a presença das primeiras marcas de linhas de rio estampadas nas faces da bolsa de resina, mostra ainda a configuração típica do entrelaçamento das mechas de fibras de carbono no tecido *plain weave*, indica também, com exatidão, que a direção de propagação da frente de delaminação nas duas imagens ocorreu da esquerda para a direita, que o descolamento interlaminar comprometeu parcialmente a integridade das fibras nas elevações das posições de entrelaçamento das mechas de fibras e que o fenômeno de pontes de fibras (*fiber bridging*), comumente encontrado nos compósitos de fibra unidirecional contínua, não se manifestou neste compósito de configuração têxtil.

As dimensões das bolsas de resina estão diretamente associadas à espessura do inserto de Teflon®, que neste laminado variou entre 0,070 e 0,085 mm e as condições de processamento do compósito. Além disso, deve ser considerado que o conteúdo de resina dessas bolsas foi acrescido com a porção de resina distribuída ao longo das regiões interlaminares do compósito, devido aos parâmetros de temperatura e pressão atuantes durante a cura em autoclave. Na formação das referidas bolsas deve-se ainda considerar a resina naturalmente retida nos interstícios de entrelaçamento das mechas de fibras da trama e urdidura localizadas próximas à extremidade do inserto.

No instante em que foi aplicado o carregamento de tração para promover a abertura do corpo de prova, ocorreu simultaneamente a ruptura das bolsas de resina e o descolamento interfacial fibra/resina no interior das referidas bolsas, iniciando o processo de falha por delaminação, como mostram as Figuras 8 e 9. Além disso, essas figuras revelam os indícios da deformação plástica da resina, que ocorreu na extremidade das bolsas com o deslocamento da falha e o rompimento parcial de fibras. Esse aspecto é atribuído ao fato do sistema epóxi HexPly® M21 ser modificado com a adição de matriz termoplástica, pelo emprego da tecnologia *interleaves*, para melhorar a resistência à delaminação dos compósitos^[31].

A frente de delaminação se estendeu além das bolsas de resina pelo desenvolvimento de tensões de cisalhamento no plano de falha do laminado durante o carregamento, conforme previsto na literatura^[30]. A combinação da tensão de tração aplicada com o componente de tração (σ_{zz}) das tensões interlaminares proporcionou o aumento progressivo do ângulo de abertura do corpo de prova, resultando em um descolamento igual das partes ao longo do plano de falha do laminado. O aspecto predominante encontrado nas superfícies delaminadas refere-se às marcas de linhas de rios estampadas nas bolsas de resina orientadas em ângulos sob diferentes níveis de fratura. As marcas de linhas de rios são arestas de fratura basicamente formadas pela unificação progressiva de vários planos de fratura vizinhos, muito pequenos e desordenados durante a falha, das quais a direção de fluxo pode ser utilizada para determinar a direção de propagação da falha^[21-30].

A Figura 10 ilustra como as marcas de linhas de rios se originaram na impressão da superfície da fibra (a) retida na resina e se dirigiram em ângulo para a impressão da fibra (b) à esquerda.

Esse processo é observado repetidamente nas outras impressões de fibras paralelas, como mostra a Figura 10. A Figura 11 mostra a formação ocorrendo na face oposta a partir da superfície da resina residual que cobre as fibras. Igualmente, as marcas de linhas de rios podem ser observadas nas faces das superfícies de fraturas de uma região rica em resina situada em um interstício de entrelaçamento das mechas de fibras, mostradas nas Figuras 12 e 13.

As Figuras 12 e 13 mostram também a ocorrência de ruptura de resina em forma de lamelas irregulares denominados de cúspides de cisalhamento. A presença de cúspides ocupando o espaço entre fibras vizinhas da trama é causada por impulsos das cargas aplicadas na superfície dessas fibras durante o processo de abertura do corpo de prova, induzindo ao cisalhamento interlaminar transversal na interface fibra/matriz. A formação parcial do mecanismo de cúspides ao longo da mecha da trama, onde a resistência ao crescimento da delaminação é consideravelmente maior, explica o aumento da tenacidade à fratura observada nos laminados de tecidos^[23,30]. Conforme apresentado nos primeiros estudos de fractografia de compósitos estruturais, essa morfologia foi denominada de *cusps* pela *UK Royal Aircraft Establishment*^[21-26] ou *hackles* no programa de pesquisa sobre análise de falhas de compósitos da *US Air Force*^[35,36].

Outra consequência da mudança de ângulo do plano de falha está ilustrada na Figura 14 em que as marcas de linhas de rios convergem para alguns aspectos de escarpas localizadas entre fibras paralelas da urdidura. As formações de escarpas na topologia da superfície de fratura é o resultado da unificação de dois planos de trincas ligeiramente diferentes na resina, com o descolamento das duas metades do corpo de prova. Esses aspectos surgem quando a força de separação atuante no plano de fratura é maior do que aquela causadora das marcas de linhas de rios. As escarpas têm a tendência a iniciar e interromper o crescimento em fibras vizinhas e são observadas com predominância nas superfícies de fratura de laminados submetidos ao carregamento em Modo I. Contudo, o alinhamento das escarpas não fornece informações consistentes sobre a direção de crescimento da falha^[21-30]. Nesta imagem, em particular, as escarpas se propagaram lateralmente na fratura da resina entre as fibras da urdidura.

Região (B) - propagação da frente de delaminação

Dada a condição de propagação contínua da frente de delaminação ao longo do plano médio do laminado, marcas de linhas de rios, modelo de pluma, também denominado de microfluxo texturizado, e longas trincas são visualizadas nas elevações da superfície de fratura de uma volumosa bolsa de resina mostrada na Figura 15. Igualmente, podem ser observados alguns aspectos fractográficos como cúspides entre as fibras da trama e escarpas aproximadamente paralelas às impressões das fibras da urdidura. Neste caso, as escarpas foram formadas pela convergência de pequenas marcas de linhas de rios que se iniciaram e cresceram a partir das impressões de duas fibras vizinhas na fratura da resina, mantendo-se alinhadas com a direção de propagação da frente de delaminação. Na Figura 15 a direção de crescimento e propagação da frente de delaminação ocorre da direita para a esquerda, devido ao posicionamento da amostra na captura de imagens.

Da mesma forma, a análise fractográfica nesta região da fratura mostra que próximo às impressões das superfícies das fibras retidas na resina, ocorre o início e a propagação de uma textura plana e muito fina formando sucessivas linhas de fluxo que se curvam. Essas linhas de fluxo têm a origem em uma linha de centro imaginária, quando várias microtrincas caminham para frente em planos levemente diferentes, formando um modelo com aspecto de pluma, conforme o esquema reproduzido na Figura 16.

O modelo de pluma indica que a fratura progride como uma ponta de dedo, nas diversas frentes de trincas curvas que se manifestam. Porém, o progresso destas frentes de trincas pode causar pequenas perturbações no plano de fratura, necessárias para a convergência do resultado em marcas de linhas de rios. Enquanto a fratura progride, os planos mais distantes convergem a direção de confluência das marcas de linhas de rio, dando uma clara indicação da direção local de propagação da falha^[21-30].

Ambos os aspectos, marcas de linhas de rios e modelos de plumas, observados nas Figuras 12, 13 e 15, não são apenas indicativos de carregamento estático de tenacidade à fratura interlaminar em Modo I, mas também podem ser considerados como indicativos da direção de propagação da falha. Os modelos de plumas são, particularmente, evidências da ocorrência de uma grande superfície plana e nivelada na fratura das regiões ricas em resina.

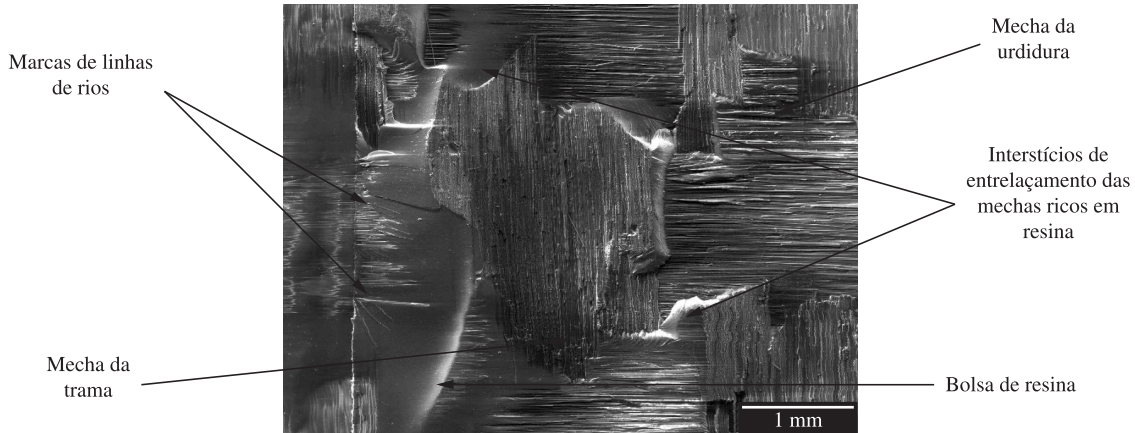


Figura 7. Superfície de fratura do laminado carbono/epóxi (região A). Face inferior da região de transição existente entre a extremidade da falha simulada pelo inserto de Teflon® e a origem da frente de delaminação.

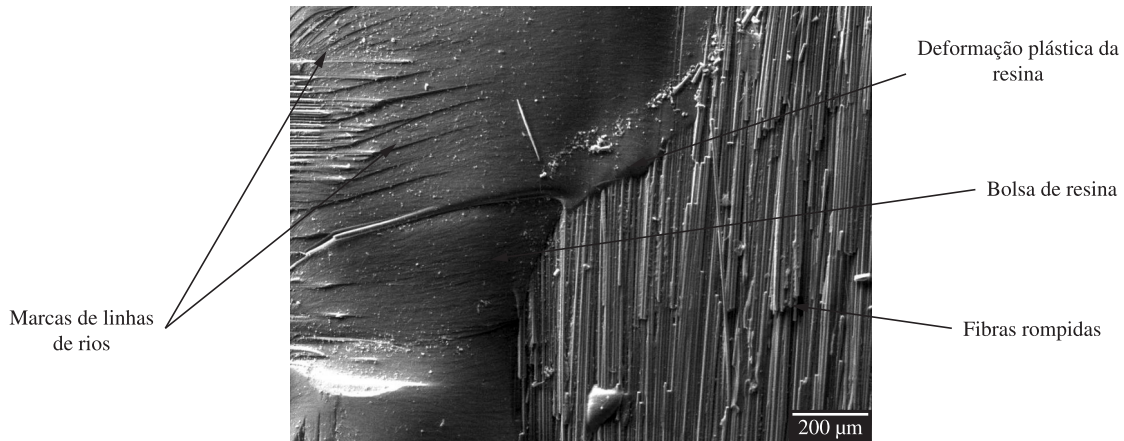


Figura 8. Superfície de fratura do laminado carbono/epóxi (região A). Detalhe de bolsa de resina (região superior).

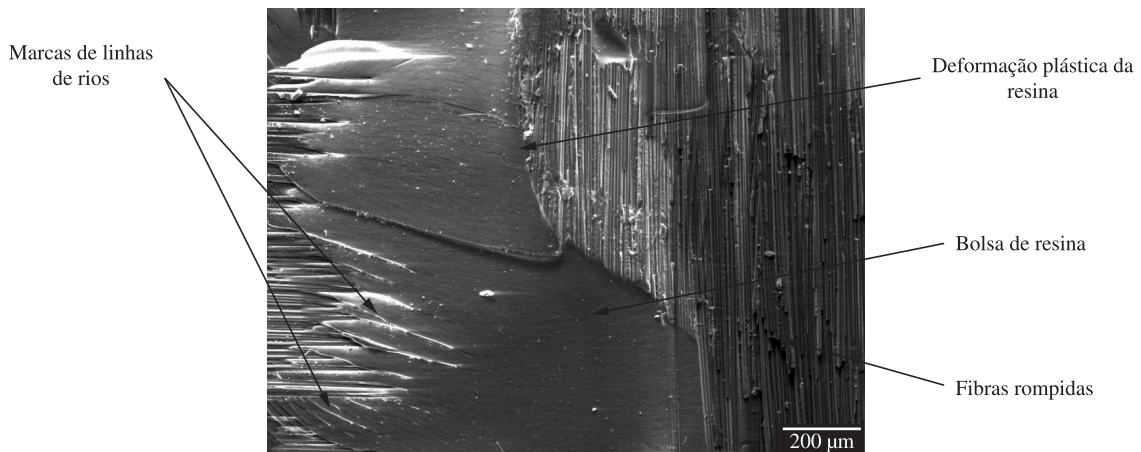


Figura 9. Superfície de fratura do laminado carbono/epóxi (região A). Detalhe de bolsa de resina (região inferior).

Região (C) - frente da frente de delaminação

Conforme pode ser observado nas Figuras 17 e 18, marcas de linhas de rios bem definidas se sobressaem nas faces superior e inferior da fratura de uma bolsa de resina, na região limitativa

da frente de delaminação (Região C) (Figura 3). Verificam-se ainda inúmeras superfícies de fibras recobertas de resina, com as eventuais impressões de diversas delas localizadas na face oposta da bolsa (face inferior da superfície da fratura), aspectos típicos de escarpa e cúspides. A forma, dimensão e

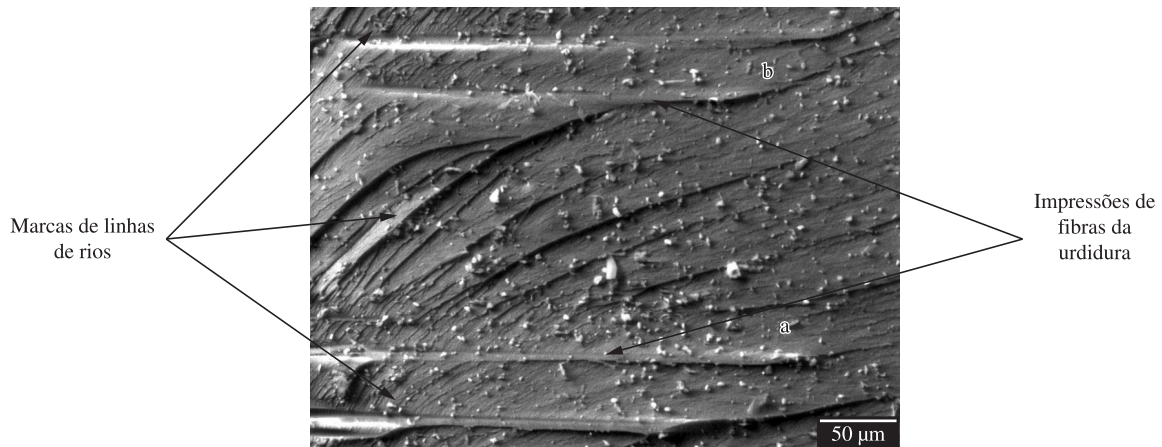


Figura 10. Detalhe da formação de marcas de linhas de rios a partir das impressões das superfícies de fibras da urdidura retidas na resina.

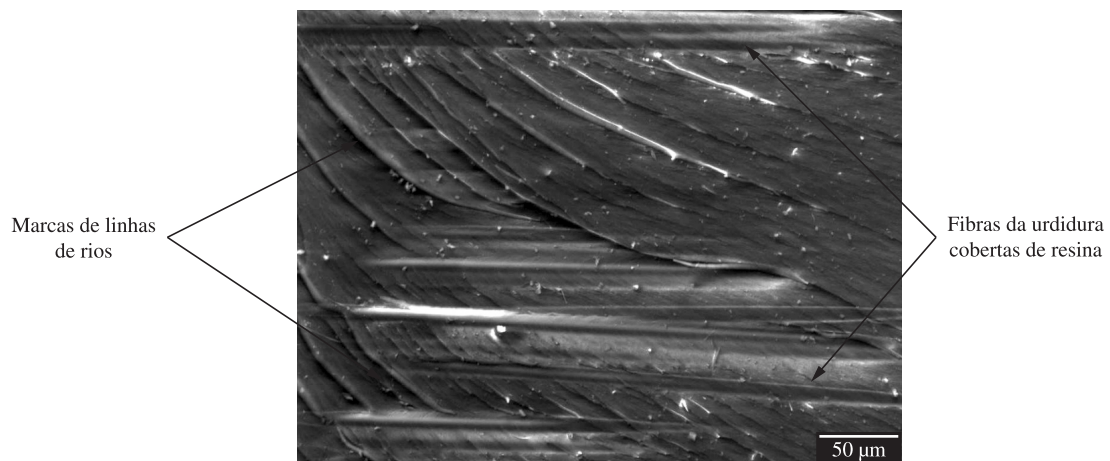


Figura 11. Detalhe da formação de marcas de linhas de rios na região espelhada da fratura a partir da resina residual que cobre as fibras da urdidura.

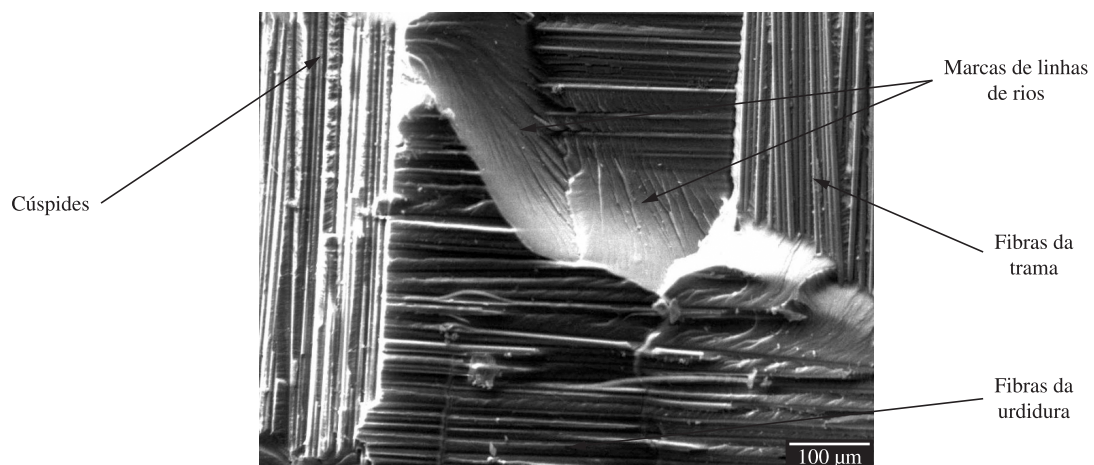


Figura 12. Marcas de linhas de rios na face superior da superfície de fratura da região rica em resina posicionada em um interstício de entrelaçamento das mechas trama/urdidura.

alinhamento desses aspectos apresentam-se diversificados na superfície de fratura. Isto é devido à orientação das fibras e à quantidade de resina retida entre essas, em resposta às variantes do carregamento local.

Da mesma forma, a análise destas figuras mostra a formação de aspectos denominados de bandas de resina na superfície de fratura. Essas bandas se desenvolvem devido à sobreposição e posterior ligação de duas propagações de trincas em planos de fratura



Figura 13. Marcas de linhas de rios na face inferior da superfície de fratura da região rica em resina posicionada em um interstício de entrelaçamento das mechas trama/urdidura.

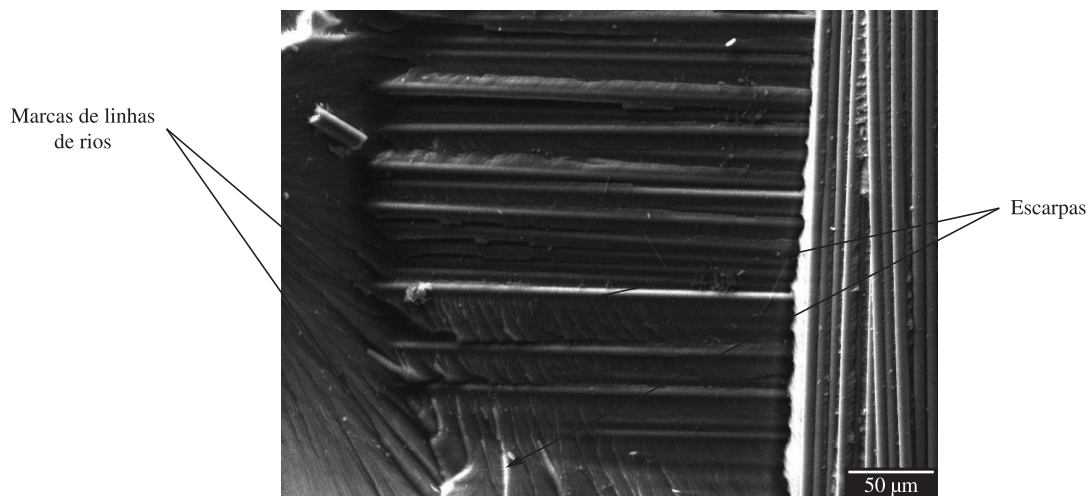


Figura 14. Aspectos de escarpas originários da fratura da resina entre as fibras da urdidura.

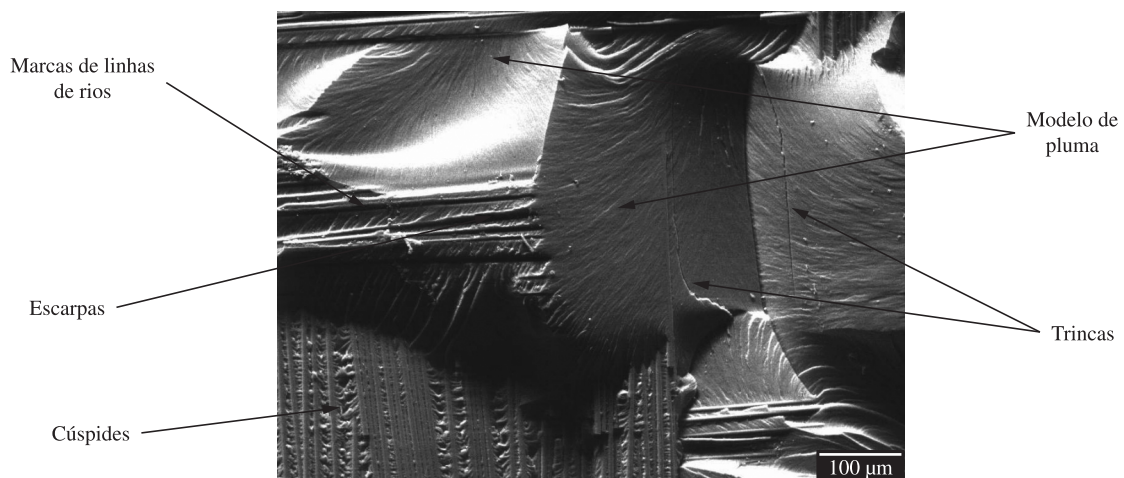


Figura 15. Vista da região B, onde se dá a propagação contínua da frente de delaminação ao longo do plano médio do laminado.

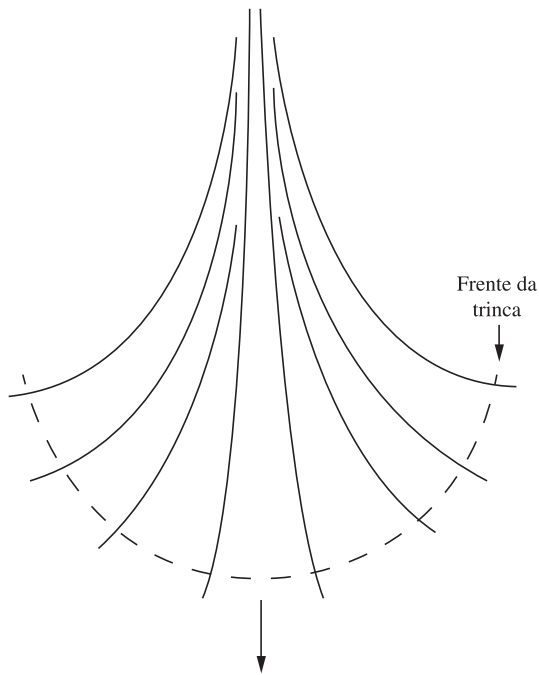


Figura 16. Representação gráfica de propagação da falha como modelo de pluma^[23].

ligeiramente diferentes. Conforme ilustra o esquema da Figura 19, assim que as duas trincas se aproximam (a) para sustentar a tensão de tração local é necessário que uma ou ambas as trincas mudem a direção para que ocorra a ligação (b). Como consequência dessa junção, ao invés de formar uma escarpa, uma banda de resina é despreendida podendo ou não permanecer na superfície de fratura^[21-30].

Com a finalização do processo de propagação de frente de delaminação no espécime DCB, fica evidente que a falha induzida mecanicamente em um específico laminado (0°, 90°) de tecido *plain weave* ocorre sob uma mistura de eventos de fratura. Eventos esses caracterizados por vários aspectos fractográficos dispersos na superfície de fratura das áreas ricas em resina posicionadas nos interstícios de entrelaçamento das mechas trama/urdidura com o mínimo de fibras quebradas. No entanto, a resistência à adesão interfacial e a deformação plástica da resina parecem ter a maior influência no comportamento da fratura do laminado.

O exame da maioria das imagens microscópicas utilizadas mostra que a fratura da resina ocorre preferencialmente próxima à região de interface fibra/resina e se estende ao longo das fibras, visto que extensas áreas de fibras estão completamente cobertas com uma fina espessura de resina. Isto é um indicativo de que a adesão interfacial fibra/resina é muito forte e por esta razão a fratura da resina acontece em volta das fibras. Também é evidenciada a deformação plástica na extremidade das bolsas de resina formadas após o inserto de Teflon® e em algumas áreas ricas em resina concentradas entre as camadas vizinhas o que aponta a ocorrência da elevada tenacidade à fratura do compósito.

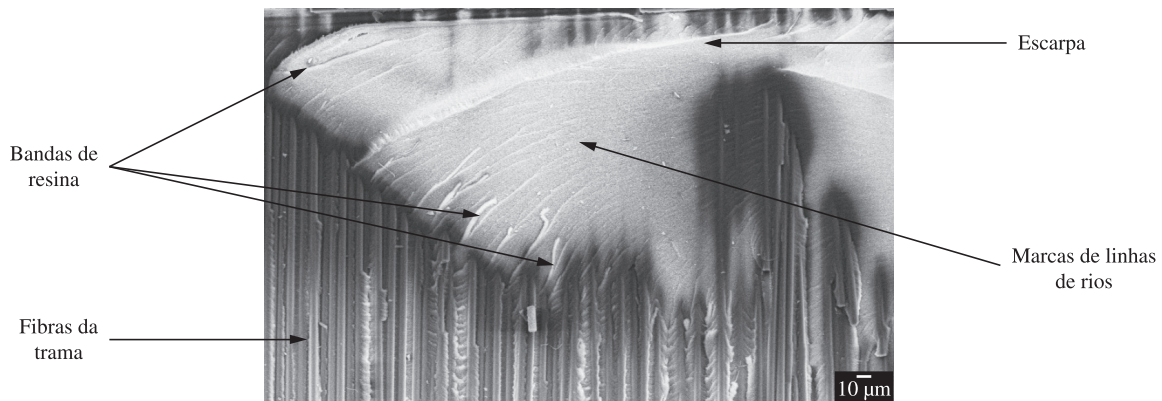


Figura 17. Vista da face superior que limita a frente de delaminação mostrando a formação de bandas de resina e escarpas na superfície de fratura de uma área rica em resina.

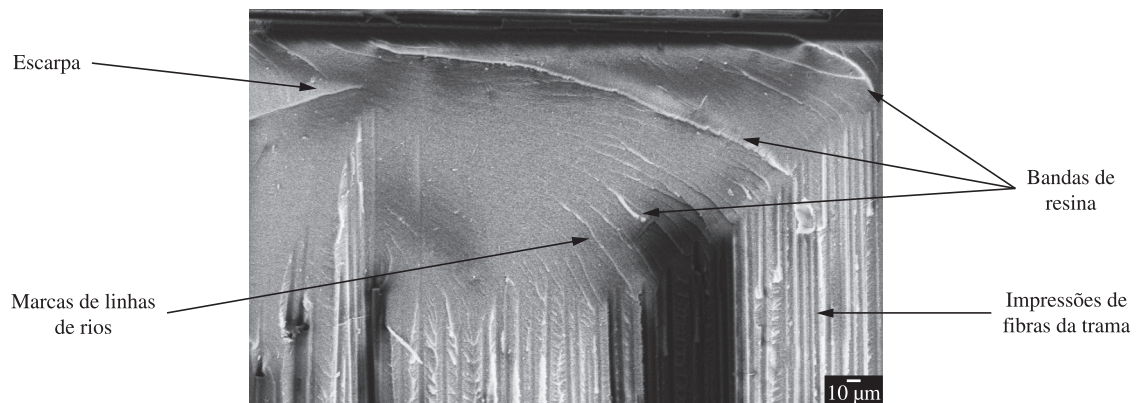


Figura 18. Vista da face inferior que limita a frente de delaminação mostrando a formação de bandas de resina e escarpas na superfície de fratura de uma área rica em resina.

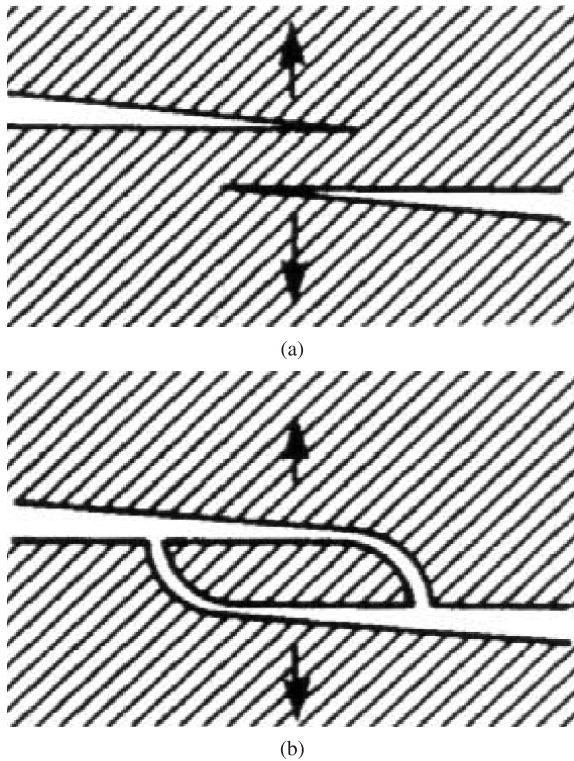


Figura 19. Representação gráfica de como ocorre a formação de bandas de resina^[23].

Conclusões

Neste trabalho, o processo de fratura interlaminar foi produzido por ensaio realizado em um ambiente de laboratório sob condições bem controladas, em um laminado de material pré-impregnado de tecido bidirecional com estilo *plain weave*. As imagens capturadas nas análises por microscopia eletrônica de varredura revelam a ocorrência de significativas variações na topologia da superfície de fratura que, conseqüentemente, influenciaram na tenacidade do compósito. O plano da superfície de fratura resultante foi caracterizado por extensas áreas ricas em resina, localizadas nos interstícios de entrelaçamento das mechas da trama e urdidura e a propagação da frente de delaminação se estendeu ao longo das fibras, devido à combinação de deformação induzida por trinca na resina e descolamento próximo à região interfacial fibra/resina. A seqüência de empilhamento de camadas (0° , 90°) influenciou na formação das regiões ricas em resina e no surgimento do aspecto ondulado da superfície de fratura desse laminado de configuração têxtil, impedindo o desenvolvimento das pontes de fibras na abertura do corpo de prova, normalmente observadas nos laminados de fibras unidirecionais. Além disso, é observada na superfície de fratura das regiões ricas em resina uma textura de aspecto ligeiramente granular e uma considerável deformação plástica da resina termorrígida, como consequência do sistema epóxi M21 ser modificado com adição parcial de agentes tenacificadores de resina termoplástica para melhorar à tenacidade do compósito.

A partir dos resultados obtidos na análise fractográfica conclui-se que laminados similares ao estudado quando submetidos ao carregamento estático de tenacidade à fratura interlaminar em Modo I é caracterizado pela presença dos seguintes aspectos: marcas de linhas de rios, modelos de pluma, escarpas, bandas de resina e cúspides de cisalhamento. Nas mechas de fibras da urdidura é verificada a existência das marcas de linhas de rios e escarpas,

enquanto que nas mechas de trama ocorre a formação de cúspides de cisalhamento.

Também a extensão do descolamento próximo à interface fibra/resina pode ser verificada no exame da superfície das fibras retidas em uma face da fratura e nas impressões dessas fibras na resina da outra face. Como a colagem interfacial neste compósito é muito forte, a falha da resina ocorre sem a exposição das fibras e as fibras se mantêm amplamente recobertas com uma fina camada de resina. Isto é um indicativo de maior absorção de energia durante o carregamento, devido à extensa deformação da resina. Da mesma forma, marcas de linhas de rios, modelos de plumas, escarpas e bandas de resina foram observados nas elevações da fratura na áreas ricas em resina dos interstícios de entrelaçamento das mechas. Marcas de linhas de rios e modelos de pluma são aspectos considerados importantes na análise fractográfica, em apoio à determinação da direção de propagação da delaminação em carregamento puro de Modo I.

Agradecimentos

Os autores expressam seus agradecimentos ao CNPq (Processos 151839/2008-5, 305478/2009-5 e 303287/2009-8), à FAPESP (Processo 2006/06808-6) pelo apoio financeiro recebido e à Divisão de Materiais/IAE/DCTA pelo suporte na realização da atividade de análise de falhas.

Referências Bibliográficas

- Cândido, G. M.; Almeida, S. F. M. & Rezende, M. C. - *Polímeros*, **10**, p.31 (2000).
- Mayer, S.; Cândido, G. M. & Rezende, M. C. - *Polímeros*, **13**, p.147 (2003).
- Mohaghegh, M. - *J. Aircr.*, **42**, p.814 (2005).
- Bannister, M. - *Compos. Part A, Appl. Sci. Manuf.*, **32**, p.901 (2001).
- Edwards, K. L. - *Mater. Des.*, **25**, p.565 (2004).
- Soutis, C. - *Progr. Aerosp. Sc.*, **41**, p.143 (2005).
- Stickler, P. - "Composite Materials for Commercial Transport: Issues and Future Research Direction", in: *Anais do 17º Proceedings of the American Society for Composites - Technical Conference* (2002).
- Puppo, A. H. & Evensen, H. A. - *J. Compos. Mater.*, **4**, p.204 (1970).
- Pipes, R. B. & Pagano, N. J. - *J. Compos. Mater.*, **4**, p.538 (1970).
- Pagano, N. J. - *J. Compos. Mater.*, **8**, p.65 (1974).
- Wang, A. S. D. & Crossman, F. W. - *J. Compos. Mater.*, **11**, p. 92 (1977).
- Wang, A. S. D. & Crossman, F. W. - *J. Compos. Mater.*, **11**, p.300 (1977).
- O' Brien, T. K. - "Characterization of Delamination Onset and Growth in a Composite Laminate", in: *Damage in Composite Materials*, ASTM STP 775, p.140 (1982).
- Kim, R. Y. & Soni, S. R. - *J. Compos. Mater.*, **18**, p.70 (1984).
- Soni, S. R. & Kim, R. Y. - "Delamination of Composite Laminates Stimulated by Interlaminar Shear", in: *Composite Materials*, ASTM STP 893, p.286 (1986).
- Lagace, P. A. - *SAMPE J.*, **22**, p.53 (1986).
- Almeida, S. F. M. & Cândido, G. M. - *Compos. Struct.*, **25**, p.287 (1993).
- Bascom, W. D.; Bitner, R. J.; Moulton, R. J.; & Siebert, A. R. - *Composites*, **11**, p.9 (1980).
- Wilkins, D. J.; Eisenmann, J. R.; Camin, R. A.; Margolis, W. S. & Benson, R. A. - "Characterizing Delamination Growth in Graphite-Epoxy", in: *Damage in Composite Materials*, ASTM STP 775, p.168. (1982).

20. American Society for Testing and Materials - ASTM. - "Test method for mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites", West Conshohocken, ASTM (2001). (ASTM D5528-94a).
21. Purslow, D. - Composites, **12**, p.241 (1981).
22. Purslow, D. - Composites, **15**, p.112 (1984).
23. Purslow, D. - Composites, **17**, p.289 (1986).
24. Purslow, D. - Composites, **18**, p.365 (1987).
25. Purslow, D. - Composites, **19**, p.115 (1988).
26. Purslow, D. - Composites, **19**, p.358 (1988).
27. Franco, L. A. L. - "Análise Fractográfica de Compósitos Poliméricos Estruturais", Tese de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, Brasil 2003.
28. Rezende, M. C. - Polímeros, **17**, p.E4 (2007).
29. Franco, L. A. L.; Botelho, E. C.; Cândido, G. M.; Rezende, M. C. - Rev. Matéria, **14**, p.694 (2009).
30. Greenhalgh, E. S. "Failure Analysis and Fractography of Polymer Composites", Woodhead Publishing Limited, Cambridge (2009).
31. Ortiz, E. C. - "Avaliação do Comportamento Dinâmico-Mecânico de Compósito Carbono/Epóxi/Termoplástico em Espectro Amplo de Frequência", Tese de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, Brasil (2008).
32. American Society for Testing and Materials - ASTM. - "ASTM D 3171", ASTM (1999).
33. Code of Federal Regulations. - "Airworthiness Standards: Transport Category Airplanes", Aeronautics and Space (CFR) (2009). Part 25.
34. Newaz, G. M. - "Delamination in Advanced Composites", Technomic, Lancaster (1991).
35. Kar, R. J. - "Composite Failure Analysis Handbook", Federal Aviation Administration Technical Center, New Jersey (1992). (WL-TR-91-4032 DOT/FAA/CT-91/23, v. 2, part. 2).
36. Stumpff, P. L. "Composites", ASM Handbook, ASM, Materials Park, Ohio (2001).

Enviado: 24/10/10
Aceito: 29/04/11