TÉCNICO LISBOA

Produção e Caracterização de Materiais Compósitos à base de Aglomerado de Cortiça

Mafalda Isabel Tremoço Ramos

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em

Engenharia Aeroespacial

Orientadores: Prof. Ana Clara Lopes Marques
Prof. Pedro Miguel Gomes Abrunhosa Amaral

Júri

Presidente: Prof. Filipe Szolnoky Ramos Pinto Cunha
Orientador: Prof. Pedro Miguel Gomes Abrunhosa Amaral
Vogal: Prof. Virgínia Isabel Monteiro Nabais Infante

Novembro 2018

Agradecimentos

Gostaria de expressar, no geral, o meu agradecimento a todas as pessoas que direta ou indiretamente estiveram envolvidas no presente trabalho, e, em particular:

Aos meus orientadores, Prof.ª Ana Marques e Prof. Pedro Amaral, pela orientação, disponibilidade, e conhecimentos partilhados ao longo deste desafio.

À Madalena Garcia e ao João Marques, por todo o tempo que dispensaram para discutir métodos e resultados, e acompanhar-me em todos os desafios ao longo deste projeto.

Aos meus colegas de curso (Ana Catarina estás aqui incluída), por partilharem comigo todas as alegrias e também os desgostos da vida de estudante. Sem eles tudo teria sido mais difícil.

À minha família, por incentivarem e apoiarem incondicionalmente na minha vida pessoal e académica.

Ao Luis porque, aunque lejos físicamente, estuvo presente en todos los días de este trabajo. Por su cariño, apoyo y paciencia muchas gracias. ¡No podría haber pedido una mejor persona para tener a mi lado!

À minha irmã, por apesar de ser a mais melga lá de casa também ser a mais alegre e bem disposta, por se sentar ao meu lado a “estudar” enquanto eu escrevia esta tese, por todos os beijinhos e abraços, obrigada, és sem dúvida o melhor presente que os pais me deram!

E finalmente aos meus pais. Obrigada por confiarem em mim, por me apoiarem, e por nunca duvidarem das minhas capacidades, mesmo quando eu própria duvidei. Cheguei aqui graças a vocês, obrigada!

Resumo

A utilização de materiais compósitos, nomeadamente de estruturas *sandwich*, tem vindo a aumentar exponencialmente nas mais diversas indústrias. Este facto deve-se a que nestes materiais, a combinação de propriedades de distintos componentes resulta numa otimização das propriedades do compósito final. Deste modo, em função da aplicação pretendida, o material pode ser mais leve, mais resistente ou apresentar um custo de produção mais baixo, em comparação com os materiais convencionais.

O presente trabalho tem como objetivo a criação de métodos de caracterização para os distintos componentes de um compósito *sandwich* com núcleo de aglomerado de cortiça e faces de tecido de fibra e resina epóxi. De modo a que seja possível compreender melhor as propriedades de cada constituinte e comparar entre distintos materiais para uma mesma função no compósito final.

Após caracterizar os diversos constituintes, pretende-se compreender qual a sua influência na rigidez do compósito final. Deste modo, desenvolveram-se várias combinações fibra-núcleo, utilizando sempre a mesma resina, que foram posteriormente ensaiadas à flexão.

Os resultados obtidos permitem compreender a influência de cada um dos componentes no compósito final, bem como identificar quais as vantagens e desvantagens da utilização de cada uma das configurações, sendo que a decisão deve ser tomada com base na aplicação para a qual o material será utilizado.

Palavras-chave: materiais compósitos, estrutura *sandwich*, aglomerado de cortiça, método de caracterização.

Abstract

The use of composite materials, namely sandwich structures, has been increasing exponentially in the most diverse industries. This is due to the fact that, in this class of material, by combining properties from different components it is possible to achieve an optimization of the final composite properties. Thus, depending on the intended application, these materials can be lighter, stronger, or less expensive when compared to conventional materials.

This work aims to develop characterization methods for the distinct components of a sandwich composite, with cork agglomerate core and woven fabric and epoxy resin skins, in order to better understand the properties of each constituent and enable to compare different materials for the same purpose in the final composite.

After characterizing the manifold components, it is intended to understand its influence on the final composite stiffness. Therefore, several fibre-core combinations were developed, always using the same epoxy resin, which were subsequently submitted to a bending test.

The obtained results allow us to understand the influence of each component on the final composite, as well as to identify the advantages and disadvantages of the use of each configuration.

Keywords: composite materials, sandwich structure, cork agglomerate, characterization method.

Conteúdo

Agradecimentos iii

Resumo v

Abstract vii

Lista de Tabelas xi

Lista de Figuras xiii

Lista de Símbolos xv

1 Introdução **1**

1.1 Objetivos do trabalho 1

1.2 Organização do documento 2

2 Revisão Bibliográfica **5**

2.1 Materiais Compósitos e Estrutura *Sandwich* 5

2.1.1 Faces 6

2.1.2 Núcleo 6

2.1.3 Adesivos 7

2.1.4 Modos de falha 7

2.2 Materiais Compósitos na Indústria Aeroespacial 8

2.3 Materiais Constituintes 10

2.3.1 Aglomerado de Cortiça 10

2.3.2 Tecidos de fibra 14

2.3.3 Resinas epóxi 16

3 Caracterização dos Componentes **21**

3.1 Normas e critérios 21

3.1.1 Normas ASTM 21

3.1.2 Critério de Chauvenet 22

3.2 Aglomerado de Cortiça 22

3.2.1 Ensaio de tração uniaxial 23

3.2.2 Ensaio de compressão 27

3.2.3 Conclusões - Aglomerados de cortiça 30

3.3 Fibras de Vidro e de Carbono 31

3.3.1 Ensaio de tração das fibras . . . 31
3.3.2 Ensaio de tração do tecido de fibras . . . 34
3.3.3 Conclusões - Fibras . . . 36
3.4 Resinas . . . 36
3.4.1 Cálculo das estequiometrias . . . 37
3.4.2 Tempo de Gel . . . 38
3.4.3 Calorimetria diferencial de varrimento (DSC) - Estudo da cura . . . 39
3.4.4 Ensaio de flexão - Estudo da pós-cura . . . 43
3.4.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) . . . 43
3.4.6 Conclusões - Resinas epóxi . . . 44
3.5 Faces . . . 45
3.5.1 Ensaio de tração - Estudo da pós-cura . . . 45
3.5.2 Conclusões - Faces . . . 50

4 Caracterização do Compósito *Sandwich* **51**
4.1 O compósito *sandwich* . . . 51
4.1.1 Distintas configurações . . . 51
4.1.2 Produção do compósito . . . 52
4.2 Ensaio de flexão de 4 pontos . . . 54
4.2.1 Validação do ensaio . . . 54
4.2.2 Procedimento Experimental . . . 58
4.2.3 Resultados . . . 59
4.3 Análise comparativa entre as distintas configurações . . . 60
4.3.1 Análise das densidades de área . . . 61
4.3.2 Análise das propriedades mecânicas . . . 61
4.3.3 Análise de custo . . . 62
4.4 Conclusões - Configurações do compósito *sandwich* . . . 63

5 Conclusões **65**
5.1 Conclusões da caracterização de componentes . . . 65
5.2 Conclusões da influência dos componentes no compósito . . . 66
5.3 Proposta de trabalhos futuros . . . 66

Referências **67**

Lista de Tabelas

3.1 Normas ASTM 22
3.2 Propriedades dos AC NL20 e NL11 23
3.3 Rigidez média nas direções tracionadas 26
3.4 Tensões de rotura nas direções tracionadas 26
3.5 Módulos de compressão na direção radial de provetes de NL20 com distintas espessuras 28
3.6 Tensões de colapso e módulos de compressão nas direções comprimidas de ambos os AC 29
3.7 Coeficiente de restituição dos aglomerados de cortiça depois do ensaio (t/t_0) 30
3.8 Propriedades das Fibras de vidro e de carbono 31
3.9 Valores de C_l para o ensaio de tração das fibras 33
3.10 Tensões de rotura e rigidez das fibras tracionadas 33
3.11 Cargas de rotura nas direções tracionadas 36
3.12 Propriedades das resinas 37
3.13 EEW e AHEW das resinas e respetivos endurecedores e A/B calculado 38
3.14 Tempos de gel a distintas temperaturas 39
3.15 Calor latente das reações de cura a distintas taxas de aquecimento e seu valor médio . . 40
3.16 Instantes nos quais o grau de cura assume valores próximos da unidade 42
3.17 Espessuras aparentes das malhas de fibra 45
3.18 Tensões de rotura (em MPa) para as distintas faces com diferentes pós curas a 70ºC . . 47
3.19 Valores de C_l para o ensaio de tração das faces 49
3.20 Rigidez (em GPa) para as distintas faces com diferentes pós curas a 70ºC 49

4.1 Relação de pesos matriz/fibra para a produção das faces 53
4.2 Cálculo da resina absorvida pelos aglomerados de cortiça 54
4.3 Carga máxima para os distintos valores de suporte de vão 58
4.4 Média das cargas máximas para as distintas configurações do compósito 59
4.5 Rigidez à flexão para as distintas configurações 60
4.6 Densidades de área das distintas configurações 61
4.7 Custo dos materiais constituintes 62
4.8 Custos das distintas configurações 62

Lista de Figuras

1.1 Componentes a caracterizar no presente trabalho 2

2.1 Estrutura *sandwich* simples 5
2.2 Modos de falha em compósitos *sandwich* 8
2.3 Evolução do peso estrutural de material compósito nos aviões da *Airbus* 9
2.4 Percentagens dos materiais em peso estrutural no Boeing 787 9
2.5 Sobreiro (*Quercus suber L.*) 10
2.6 Fotomicrografias da estrutura celular da cortiça, obtidas com MEV 11
2.7 Curvas tensão-extensão resultantes dos ensaios de compressão e tração nas distintas direções da cortiça 12
2.8 Aglomerados de cortiça compostos NL11 e NL20 13
2.9 Exportações de cortiça portuguesa em milhões de euros ao longo dos anos 14
2.10 Distintas montagens de tecido de fibra 16
2.11 Processo de cura de uma resina epóxi 18
2.12 Exemplo da influência da temperatura no tempo de cura de uma resina epóxi 19

3.1 Processo de produção dos provetes de AC para ensaios de tração axial e tangencial . . . 23
3.2 Processo de produção dos provetes de AC ensaios de para tração radial 24
3.3 Provetes de AC depois dos ensaios à tração 25
3.4 Gráficos tensão-extensão resultantes dos ensaios de tração dos provetes de NL20 e NL11 26
3.5 Provetes numerados para os ensaios à compressão 28
3.6 Gráficos tensão-extensão resultantes dos ensaios de compressão de ambos os AC . . . 29
3.7 Provetes de fibra de vidro para o ensaio de tração 31
3.8 Gráficos força-deslocamento aparente resultantes dos ensaios de tração das fibra 32
3.9 Determinação da complacência do sistema de amarração (C_l) para o ensaios de tração das fibras 33
3.10 Teste em provetes de tecido de fibra sem reforço na região das amarras 34
3.11 Provetes de tecido de fibra de vidro 34
3.12 Provetes de tecido de fibras após serem tracionados 35
3.13 Gráficos força-deslocamento aparente resultantes dos ensaios de tração dos tecidos de fibra 35

3.14 Ensaio de tempo de gel com a *Gelnorm* 38
3.15 Material utilizado nos ensaios de DSC 40
3.16 Resultados dos ensaios DSC em rampa 40
3.17 Evolução do grau de cura das resinas ao longo do tempo a determinadas temperaturas . 41
3.18 Comparação do DSC das resinas não curadas com as curadas 42
3.19 Formação de bolhas durante a produção dos provetes de resina 43
3.20 Espectros de FTIR dos pré-polímeros de epóxi 44
3.21 Modos de falha dos provetes de faces 46
3.22 Evolução da tensão de rotura das faces com o tempo de pós cura das mesmas 47
3.23 Provetes para determinação da complacência do sistema de amarração para o ensaio de tração das faces 48
3.24 Determinação da complacência do sistema de amarração (C_l) para o ensaio de tração das faces 48
3.25 Evolução da rigidez das faces com o tempo de pós cura das mesmas 49

4.1 Configurações *sandwich* em estudo 52
4.2 Configurações de carregamento utilizadas para os ensaios de flexão de 4 pontos 55
4.3 Resultados da análise da restituição com o VIC na configuração C3 57
4.4 Configurações de carga utilizadas para determinar a rigidez 59
4.5 Modos de falha identificados nos provetes ensaiados à flexão 60
4.6 Comparação das distintas configurações com a configuração C1 63

Lista de Símbolos

Simbolos gregos

α	Grau de cura
Δ	Deflexão a meio do vão do provete
ρ_f	Densidade das fibras
ρ_m	Densidade da matriz
σ	Tensão
σ_c	Tensão de colapso
σ_f	Tensão à flexão
σ_{rot}	Tensão de rotura
ε	Extensão

Simbolos romanos

A_0	Área da secção transversal
b	Largura do provete
C_l	Complacência do sistema de amarração
$C_{t,o}$	Complacência total inicial
D	Rigidez à flexão
d	Desvio padrão
E	Módulo de Young
E_c	Módulo de compressão
H_{rxn}	Calor latente da cura
H_r	Calor latente libertado até um dado instante
L	Comprimento do vão de carregamento

L_0 Comprimento inicial do provete

P Carga aplicada

t Espessura do provete

U Rigidez ao corte

V_c Volume do compósito

V_f Volume das fibras

V_m Volume da matriz

W_f Peso das fibras

W_m Peso da matriz

S Comprimento de vão de suporte

Acrómonos

A Pré-polímero de epóxi

AC Aglomerado de cortiça

ASTM American Society for Testing and Materials

B Endurecedor

C1 Configuração 1

C2 Configuração 2

C3 Configuração 3

C4 Configuração 4

DIC Correlação digital de imagem

DIN Deutsches Institut für Normung

DMA Análise dinâmico-mecânica

DSC Calorimetria diferencial de varrimento

EN Eropean Standard

ESA European Space Agency

FTIR Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

MEV Microscopia eletrónica de varrimento

NASA National Aeronautics and Space Administration

NR Não Radial

PP Polipropileno

PU Poliuretano

PVC Policloreto de vinilo

R Radial

RAF Royal Air Force

Capítulo 1

Introdução

Os materiais acompanharam a humanidade desde o começo de sua existência. Entre os primeiros materiais utilizados pelo homem encontrava-se a pedra, madeira, ossos, penas, conchas, pele de animal e argila, servindo cada um deles para um propósito específico. Os materiais eram predominantemente utilizados para ferramentas, armas, utensílios, abrigo, ou para auto-expressão, sendo inequívoco que o avanço das civilizações conduziu à invenção, desenvolvimento e utilização de materiais cada vez mais elaborados.

Nos dias de hoje, com o aumento da concorrência industrial, acresce também a incansável busca por materiais de elevada performance. Neste contexto, o interesse por materiais compósitos, incluindo as estruturas *sandwich*, tem vindo a aumentar progressivamente em distintas indústrias, desde o sector aeronáutico ao sector da construção.

Com o aumento da procura, surgem também novas configurações e ideias de utilização de materiais alternativos para a conceção das mesmas. É nesta gama que surgem os aglomerados de cortiça que, devido à sua elevada resistência mecânica ao corte, baixo peso específico, elevada compressibilidade, bom isolamento térmico e acústico e supressão de vibrações, é cada vez mais um material utilizado como núcleo de compósitos *sandwich*.

Deste modo, surge então a necessidade de desenvolver métodos que permitam caracterizar e comparar os distintos constituintes das novas estruturas *sandwich*, uma vez que a caracterização individual contribuí para o desenvolvimento de materiais compósitos mais eficientes quer ao nível do comportamento mecânico, económico, e ao nível ambiental. No entanto, tal apenas é possível se se conhecer detalhadamente o contributo de cada elemento, assim como a forma como o mesmo influencia o resultado final.

1.1 Objetivos do trabalho

O presente trabalho objetiva o desenvolvimento de um material compósito com núcleo de cortiça, que possa vir a ser utilizado na indústria aeronáutica, em componentes não estruturais, tais como galleys e painéis de chão.

Para tal, primeiramente, é necessário desenvolver métodos de caracterização para os distintos constituintes da estrutura *sandwich* em análise (aglomerado de cortiça, fibras de reforço e resinas).

No presente trabalho serão caracterizados dois tipos de aglomerado de cortiça para a função de núcleo, NL20 e NL11, sendo que este último apresenta um retardante de chamas sob a forma de um pó superficial. Pelo que os dois aglomerados se destinam maioritariamente a aplicações distintas.

Como reforço das faces serão caracterizadas tanto fibras de vidro como de carbono. As fibras de carbono são conhecidas por apresentar uma maior rigidez e resistência em comparação com as fibras de vidro, pelo que conferem distintas *performances* ao compósito final.

Por último como matriz das faces e camada adesiva foram testadas duas resinas epóxi, a CX e a AD, provenientes de fabricantes de dimensões distintas.

Os constituintes a caracterizar no presente trabalho encontram-se esquematizados na Figura 1.1.

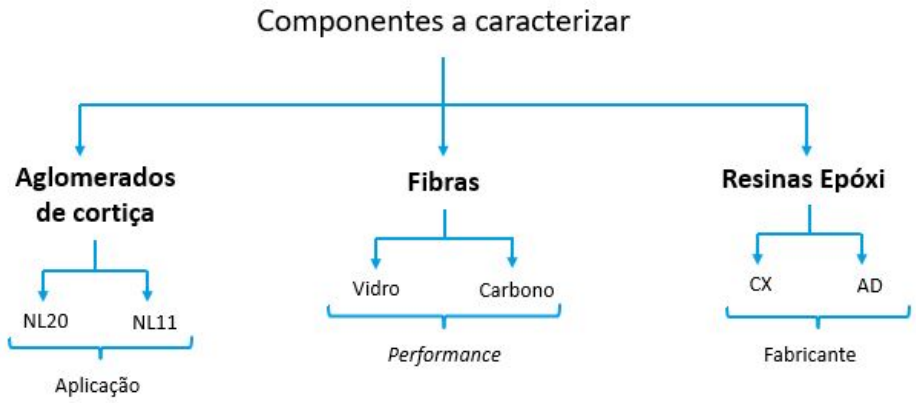


Figura 1.1: Componentes a caracterizar no presente trabalho

Uma vez caracterizados os componentes isoladamente, é então necessário desenvolver um método que permita compreender a influência dos distintos constituintes na rigidez à flexão do compósito final.

1.2 Organização do documento

O trabalho apresentado encontra-se estruturado em 5 capítulos, incluindo o presente.

Capítulo 2

Este capítulo encontra-se subdividido em três partes. Uma primeira, na qual será abordado o funcionamento e princípios de um compósito com estrutura *sandwich* e os respetivos modos de falha. Seguido de um resumo da aplicação de compósitos na indústria aeroespacial. E, por último, uma introdução aos materiais que serão utilizados para produzir os compósitos em análise neste trabalho (aglomerado de cortiça, fibra de vidro e carbono, e resinas epóxi).

Capítulo 3

Este capítulo foca-se na caracterização dos distintos constituintes do material compósito através de ensaios adaptados, de modo a que seja possível estabelecer um método que permita caracterizar e comparar vários materiais para uma mesma função no compósito final.

Capítulo 4

Neste capítulo explicam-se quais as configurações distintas do compósito *sandwich* a serem analisadas, bem como o método de produção das mesmas. Encontram-se também documentadas as metodologias utilizadas para os ensaios de flexão em 4 pontos, de modo a compreender a influência dos diversos constituintes na rigidez à flexão do compósito final. Por último, encontra-se uma análise comparativa entre as várias configurações tendo em conta as suas propriedades mecânicas e físicas, bem como o seu custo de produção.

Capítulo 5

Neste último capítulo são apresentadas as conclusões finais relativamente aos estudos realizados ao longo deste trabalho, bem como diversas propostas para trabalhos futuros.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

2.1 Materiais Compósitos e Estrutura *Sandwich*

Um material compósito pode ser definido como o resultado da combinação macroscópica de dois ou mais constituintes distintos, de modo a funcionarem como uma unidade que apresente propriedades que nenhum dos materiais apresenta isoladamente [1].

A estrutura *sandwich* dos compósitos foi principalmente impulsionada pela indústria aeronáutica, devido à procura de materiais com elevada resistência mecânica, associada a uma redução de peso. As estruturas deste tipo são, na sua forma mais simples, constituídas por duas placas finas paralelas de um material estrutural de elevada resistências, as faces, separadas entre si por um outro material de maior espessura com menor densidade, o núcleo. Sendo que, em geral, o núcleo encontra-se fixado às faces por uma camada adesiva, como representado na Figura 2.1.

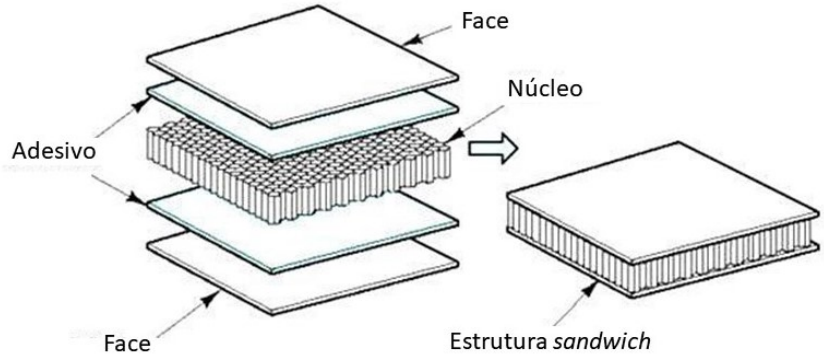


Figura 2.1: Estrutura *sandwich* simples (adaptado de [2])

Através desta montagem, o núcleo assegura que os carregamentos são “transferidos” entre as duas faces, pelo que uma construção *sandwich* pode ser representada por uma viga em I para solicitações à flexão. Neste tipo de viga as abas são responsáveis pelo suporte dos esforços de tração ou compressão no plano, tal como as faces da estrutura *sandwich*, enquanto que a barra central suporta os esforços de corte, tal como o núcleo, sendo que, quanto mais afastados estiverem os banzos, maior será a rigidez

à flexão. Assim, uma maior espessura do núcleo irá resultar em melhores propriedades de rigidez da estrutura [3].

Deste modo, para que a estrutura funcione corretamente, todos os componentes devem trabalhar em conjunto, sendo fundamental a escolha adequada de cada um dos componentes.

2.1.1 Faces

Sendo esta a camada da *sandwich* que suporta os esforços em flexão da estrutura, as faces trabalham sempre à tração/compressão, pelo que, são constituídas por materiais de espessura reduzida e elevada rigidez e densidade quando comparados com o núcleo. Para este efeito são utilizados materiais tais como, ligas de alumínio, polímeros com reforço de fibras, titânio ou aço [4].

Na maioria dos casos, as faces são também o revestimento da estrutura, constituindo a camada que protege o núcleo de impactos e outros tipos de danos externos. Deste modo, é importante que propriedades como a resistência à humidade, corrosão, fogo, entre outros, seja tida em consideração em função da aplicação final do material [5].

2.1.2 Núcleo

Estruturalmente, o núcleo executa diversas funções, tais como, fornecer um suporte contínuo para as faces, suportar as tensões de corte, e também apresentar espessura suficiente de modo a fornecer rigidez e evitar o engelhamento do painel [4]. O núcleo deve também fornecer isolamento térmico e acústico, bem como absorção de energia durante um impacto [3].

Os materiais utilizados para o núcleo podem ser, em geral, agrupados em três categorias: madeira ou balsa, espumas poliméricas rígidas e *honeycombs* [4].

Os núcleos de madeira ou balsa foram desde cedo utilizados para a concepção de compósitos *sandwich* mantendo uma posição competitiva ao longo dos anos devido à baixa densidade e custo, boa resistência à compressão e fadiga, bem como à facilidade da sua manipulação [3].

As espumas, tipicamente poliméricas, apresentam também um baixo custo e densidade, no entanto, em geral a sua resistência ao corte e à compressão apresenta uma desvantagem em comparação com outros tipos de núcleo. As propriedades de isolamento destes núcleos são normalmente excelentes, sendo que o policloreto de vinilo (PVC), o poliuretano (PU) e o polipropileno (PP) são três dos materiais mais utilizados nesta categoria.

Por último, os núcleos de *honeycombs* são constituídos por um conjunto de células prismáticas, na maioria dos casos hexagonais, conectadas entre si, de modo a formar uma estrutura. Os *honeycombs* podem ser feitos de distintos materiais, tais como, polímeros, metais, cerâmicos ou até mesmo de cartão. Devido ao seu peso reduzido e propriedades mecânicas aprimoradas, quando comparados aos outros núcleos não homogéneos, os núcleos *honeycombs* são frequentemente utilizados para aplicações de engenharia, sendo que apresentam, em geral, boa rigidez, e elevada resistência à compressão [5].

Os aglomerados de cortiça (AC), que será o material utilizado neste projeto para o núcleo do material compósito, não se enquadram diretamente em nenhuma destas categorias, no entanto, apresentam uma estrutura alveolar com alguma semelhança aos *honeycombs*, com células fechadas.

2.1.3 Adesivos

Os adesivos têm como principal função unir o núcleo às faces, servindo como elemento de transição de modo a garantir que as cargas sofridas pelo material sejam devidamente distribuídas pelas camadas. Pelo que, a camada adesiva é de fundamental importância no comportamento final do painel. Esta camada apresenta uma estrutura complexa e com propriedades que, em geral, diferem consideravelmente das do núcleo ao qual adere. Normalmente, os adesivos aplicam-se na forma líquida, de modo a permitir uma fácil incorporação e manipulação durante o processo de produção [5].

2.1.4 Modos de falha

As estruturas *sandwich*, quando sujeitas a condições limite, apresentam distintos modos de falha comuns, representados na Figura 2.2. Entre eles encontram-se os seguintes:

- Falha das faces: ocorre devido a uma espessura insuficiente das faces e/ou resistência insuficiente das mesmas, tanto para solicitações de tração como de compressão.

- Falha por esforço transverso: ocorre quando a resistência do núcleo ao corte ou a espessura do painel são insuficientes.

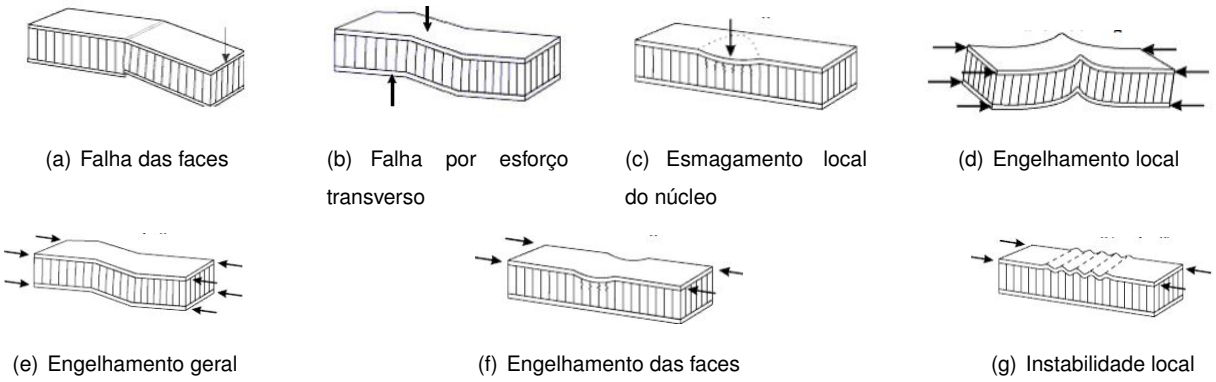
- Esmagamento local do núcleo: ocorre quando a resistência do núcleo à compressão é demasiado baixa.

- Engelhamento local: ocorre quando a espessura do painel ou a resistência do núcleo ao corte são insuficientes.

- Engelhamento geral: ocorre quando o módulo de corte do núcleo ou a resistência às tensões de corte do adesivo são demasiado baixas, podendo ser uma consequência do engelhamento local.

- Engelhamento das faces: falha à compressão do núcleo (engelhamento para dentro), ou falha nos adesivos (engelhamento para fora), dependendo da resistência relativa do núcleo à compressão em relação à resistência dos adesivos à tensão no plano.

- Instabilidade local: engelhamento intracelular que acontece quando as faces são muito mais finas relativamente à dimensão das células. Este efeito provoca a falha se ocorrer a sua propagação para células adjacentes (passível de ocorrer apenas em materiais celulares).



(a) Falha das faces (b) Falha por esforço transverso (c) Esmagamento local do núcleo (d) Engelhamento local

(e) Engelhamento geral (f) Engelhamento das faces (g) Instabilidade local

Figura 2.2: Modos de falha em compósitos *sandwich* [6]

2.2 Materiais Compósitos na Indústria Aeroespacial

A busca incansável pela melhoria do desempenho das aeronaves, tanto comerciais como militares, na indústria aeronáutica é um dos principais impulsionadores para o desenvolvimento de materiais de elevado desempenho estrutural. Os compósitos são um dos tipos de materiais que podem ser incluídos nessa categoria, sendo que estes são particularmente interessantes para a indústria aeronáutica devido à sua relação rigidez-densidade, podendo apresentar rigidez elevada para densidades relativamente baixas, o que permite reduzir o peso da aeronave, um fator chave para esta indústria [7].

Inicialmente, este tipo de materiais era apenas utilizado em estruturas secundárias, e posteriormente, com o seu desenvolvimento passaram a ser utilizados em estruturas principais, como asas e fuselagem.

Um dos maiores impulsionadores na utilização de compósito *sandwich* na indústria aeronáutica foi o DeHavilland Mosquito, desenvolvido durante a Segunda Guerra Mundial para utilização da RAF. Esta aeronave tratava-se de um caça bombardeiro bi-motor de dois tripulantes que se diferenciava dos restantes por não possuir qualquer armamento defensivo, apoiando-se na sua velocidade de defesa. Tal foi possível devido à vasta utilização da tecnologia *sandwich*, principalmente na fuselagem, que era constituída por núcleos de balsa, sendo por isso muitas vezes apelidado de Maravilha de Madeira (*Wooden Wonder*) [8].

Desde então, os materiais compósitos têm sido cada vez mais utilizados na produção de aeronaves, sendo considerados a forma do futuro na indústria aeroespacial [9]. Um exemplo desta evolução encontra-se representado na Figura 2.3.

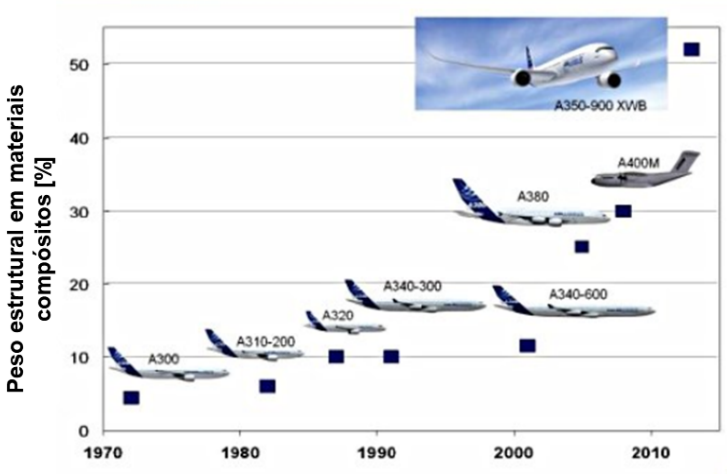


Figura 2.3: Evolução do peso estrutural de material compósito nos aviões da *Airbus* (adaptado de [9])

Como é possível observar, a percentagem de peso estrutural das aeronaves da *Airbus* em materiais compósitos tem vindo a aumentar significativamente, sendo que o A350 XWB apresenta uma percentagem já superior a 50%. Esta aeronave possui principalmente compósitos à base de polímeros termoendurecíveis reforçados com fibras de carbono, o que origina uma estrutura mais resistente, bem como uma redução de peso da mesma [9].

Também na *Boeing* a utilização de materiais compósitos nos aviões comerciais tem sido cada vez mais comum. A última aeronave deste fabricante já em utilização, apresenta 50% da sua estrutura em materiais compósitos (Figura 2.4), o que permitiu uma redução de cerca de 20% do peso em comparação com aeronaves convencionais maioritariamente constituídos por alumínio [10].

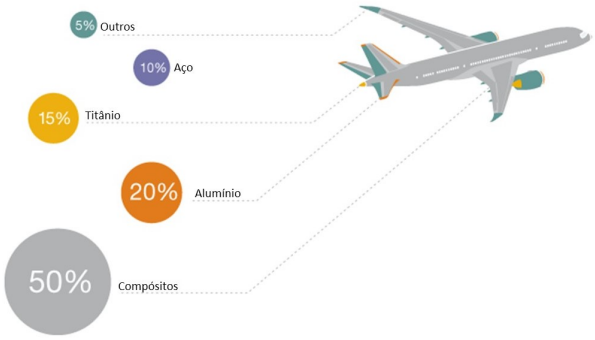


Figura 2.4: Percentagens dos materiais em peso estrutural no Boeing 787 (adaptado de [10])

Segundo o fabricante, o aumento da utilização de materiais compósitos também permitiu a redução da manutenção programada e não programada, diminuindo os custos e aumentando os rendimentos das companhias aéreas [10].

Atualmente, encontra-se também em fase final de desenvolvimento o Boeing 777X, que promete ser o bi-motor de grande capacidade mais eficiente do mercado, sendo que para tal, irá contribuir a incorporação de materiais compósitos na aeronave. A asa desta aeronave trata-se da mais comprida alguma vez fabricada pela *Boeing*, possuindo uma estrutura leve resultante das longarinas constituídas

por fibra de carbono. Devido à sua extensa envergadura, as pontas de asa foram projetadas de modo a dobrarem para cima, de modo a evitar que ocorram colisões nos aeroportos [11].

2.3 Materiais Constituintes

Como referido anteriormente, a escolha dos materiais constituintes para uma estrutura *sandwich* é de extrema importância para que o comportamento final da mesma seja o desejado. Como tal, é fulcral compreender quais os materiais utilizados neste projeto, bem como as suas propriedades.

2.3.1 Aglomerado de Cortiça

A cortiça é um material celular natural que atua como camada protetora do sobreiro (*Quercus suber L.*), tratando-se do revestimento exterior do seu tronco e ramos [12].

Ao longo do tempo, as distintas aplicações da cortiça foram descobertas por diversos povos e civilizações que habitaram a zona da baía do Mediterrâneo. Os egípcios utilizavam a cortiça para o fabrico de ânforas, os gregos como boias de redes de pesca, e os romanos para o fabrico do calçado [13]. No entanto, considera-se que o maior impulso para a indústria da cortiça ocorreu no século XVII, quando o monge beneditino Don Pierre Pérignon decidiu trocar as rolhas de madeira por rolhas de cortiça. Desde então, a indústria corticeira tem vindo a crescer e a desenvolver inúmeras aplicações nas mais diversas áreas.

O sobreiro e o descortiçamento

A extração da cortiça dos sobreiros, denominada descortiçamento, ocorre a cada nove anos e é realizada entre maio e agosto, época na qual a cortiça se encontra na sua fase mais ativa de crescimento. No entanto, são necessários cerca de 25 anos para que um tronco de sobreiro comece a ser rentável, uma vez que para realizar o descortiçamento, o tronco tem que atingir um perímetro de 70 cm quando medido a 1,3 metros do solo [14].

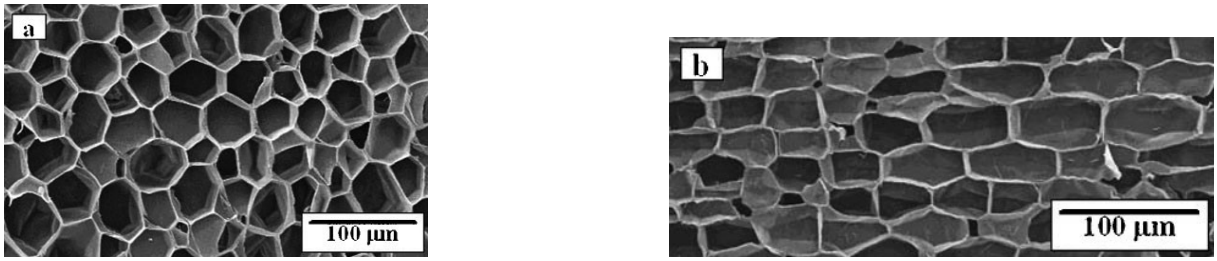
Figura 2.5: Sobreiro (*Quercus suber L.*)

A primeira cortiça produzida pelo sobreiro é denominada de *cortiça virgem* e apresenta uma estrutura muito irregular, com sulcos e fendas verticais, devido às fortes tensões tangenciais provocadas pelo crescimento radial do tronco. No segundo descortiçamento, obtém-se uma cortiça já mais regular

(*cortiça segundeira*) mas ainda com numerosas fraturas verticais. Apenas no terceiro descortiçamento é possível obter a denominada *cortiça amadia*, que apresenta uma camada de espessura uniforme, com poucas fraturas e de pequenas dimensões, constituindo a principal matéria prima para a indústria das rolhas [15]. A partir desta terceira etapa, o sobreiro irá produzir *cortiça amadia* durante cerca de 150 anos [14].

Estrutura e Propriedades da cortiça

Como referido anteriormente, a cortiça trata-se de um material celular, sendo que a sua estrutura foi pela primeira vez observada por Hooke no seu microscópio ótico. Microscopicamente, a cortiça é constituída por camadas homogéneas de células de aspeto alveolar, cujas membranas celulares possuem um certo grau de impermeabilização e encontram-se preenchidas de um gás semelhante ao ar [15] (Figura 2.6).



(a) Direção radial (b) Direção tangencial

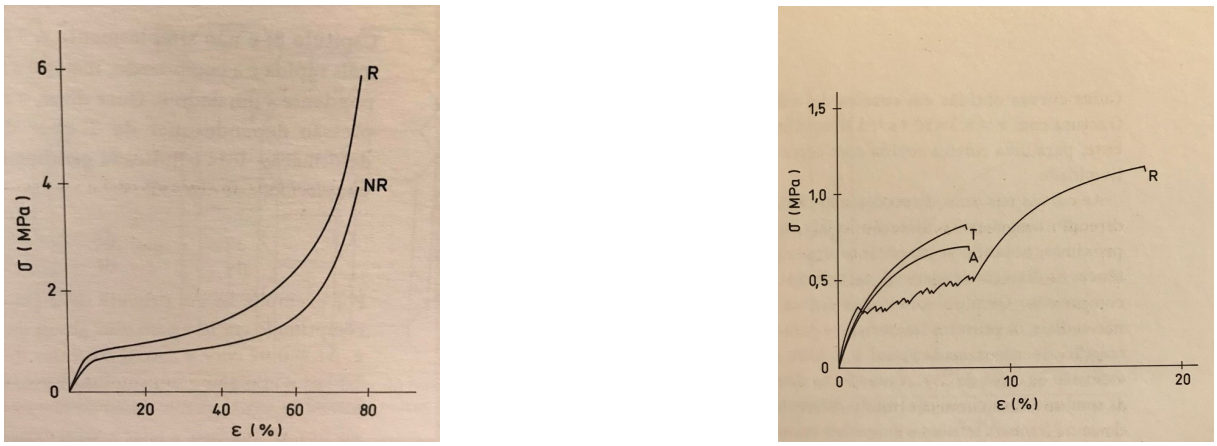
Figura 2.6: Fotomicrografias da estrutura celular da cortiça, obtidas com MEV [12]

Os materiais celulares apresentam como característica, quando comprimidos, poder manter baixos níveis de tensão para uma elevada deformação, antes de alcançar a densificação. Este tipo de resposta é caracterizado por um longo patamar na curva de tensão-extensão, que resulta na absorção de grandes quantidades de energia. No entanto, após a aplicação de altas tensões, a capacidade destes materiais para absorver mais energia é praticamente nula. Na maioria dos casos, as deformações sofridas pelos materiais deste tipo são permanentes, no entanto, a cortiça e os seus aglomerados são alguns dos materiais que fogem a esta regra, retornando praticamente à sua forma inicial depois do descarregamento [16].

Deste modo, quando submetidos à compressão, os materiais celulares apresentam uma curva tensão-extensão caracterizada por três etapas, representadas na Figura 2.7 (a) para a direção radial (R) e para a direção não radial (NR), que representa tanto a direção tangencial como a axial. Na primeira etapa da curva, para tensões e deformações pequenas, ocorre uma deformação elástica (viscoelástica no caso da cortiça). Quando a tensão alcança um determinado valor denominado por tensão de cedência ou de colapso, inicia-se uma segunda etapa que corresponde ao patamar referido anteriormente, sendo que no caso da cortiça este patamar é substituído por uma zona com um pequeno declive. Nesta região da curva ocorre um novo mecanismo de deformação devido ao colapso celular, por encurvamento das paredes juntamente com deformações permanentes. Por último, ocorre uma terceira etapa na qual as células são comprimidas umas contra as outras e a tensão aumenta

significativamente, alcançando no limite o comportamento de um sólido não celular [15].

Em relação ao comportamento quando submetida a tração uniaxial, o mesmo encontra-se menos documentado, uma vez que a maior parte das aplicações da cortiça solicitam a mesma à compressão. As curvas tensão-extensão resultantes dos ensaios à tração, representadas na Figura 2.7 (b) para as três direções principais da cortiça (tangencial (T), axial (A) e radial (R)), apresentam uma parte inicial, correspondente a pequenas deformações, com um comportamento não linear. Na região final da curva, quando as tensões de tração atingem valores críticos, ocorre a rotura da cortiça a nível macroscópico [15].



(a) Compressão

(b) Tração

Figura 2.7: Curvas tensão-extensão resultantes dos ensaios de compressão e tração nas distintas direções da cortiça [15]

Produção de aglomerados de cortiça

Os aglomerados de cortiça são produzidos utilizando a cortiça virgem, segundeira e amadia de má qualidade, bem como as sobras resultantes, por exemplo, da produção de rolhas. Deste modo, o aparecimento deste produto foi um acontecimento importante para o sector, uma vez que permitiu a utilização integral da cortiça produzida [15].

Existem diversos tipos de aglomerados: aglomerados puros de cortiça expandida, aglomerados compostos e compósitos cortiça-borracha. Neste projeto, o enfoque será nos aglomerados compostos.

O processo de produção dos aglomerados inicia-se com a trituração da cortiça, de modo a obter um *granulado*, que posteriormente é filtrado, seco e limpo, de acordo com a sua dimensão.

No caso dos aglomerados compostos, estes pretendem obter propriedades semelhantes às da cortiça natural, no entanto permitem obter produtos finais com formas geométricas mais complexas. Para obter este tipo de aglomerado os grânulos de cortiça são aglutinados entre si por uma resina adesiva, sendo que as propriedades finais do material dependem do teor do adesivo bem como das dimensões dos grânulos utilizados, do processo e das condições de fabrico. O fabrico deste tipo de AC pode ser feito através de prensagem em moldes ou por extrusão [15].

Os aglomerados são produzidos a partir da compactação de granulado de cortiça orientados aleatoriamente, pelo que, apresentam uma resposta quasi-isotrópica [16].

No final do processo de produção, os aglomerados apresentam um aspeto aleatório, como se pode observar na Figura 2.8, onde se encontram os dois tipos de aglomerados compostos a ser utilizados no presente trabalho (NL11 e NL20).

Figura 2.8: Aglomerados de cortiça compostos NL11 e NL20

A cortiça e a indústria aeroespacial

No sector espacial, a incorporação da cortiça teve início com a missão Apollo 11 que, em 1969, levou o Homem à Lua pela primeira vez. Deste então, a *Corticeira Amorim* é o principal parceiro tecnológico no que diz respeito a soluções de isolamento, tanto para a NASA como para a ESA. A composição química da cortiça e a sua estrutura celular tornam-na num excelente isolador térmico, capaz de suportar cargas térmicas superiores a mil graus celsius. Deste modo, quando a nave é projetada para o espaço, ou quando, no regresso, entra em contacto com a atmosfera terrestre, o compósito de cortiça protege-a da propagação de chamas, sendo por isso aplicado em componentes críticos da mesma, para garantir a sua segurança [17].

A cortiça e o meio ambiente

A cortiça apresenta também vantagens a nível ambiental, uma vez que se trata de um recurso não tóxico, reciclável e renovável.

"Eucaliptos são para nós, os pinheiros para os nossos filhos e os sobreiros para os nossos netos" [18], diz o ditado popular, enquadrando a cortiça num plano de desenvolvimento sustentável, isto é, atender às necessidades do presente sem comprometer a capacidade das gerações futuras satisfazerem as suas próprias necessidades [13].

Nos últimos anos, tem-se vindo a desenvolver uma consciencialização global em relação aos problemas ambientais e à progressiva escassez de determinados recursos naturais. Por esse motivo, a procura de recursos alternativos aos tradicionais têm vindo a crescer significativamente, sendo que é

notória uma maior procura de materiais sustentáveis tanto ao nível dos fabricantes, como ao nível do consumidor final.

Portugal e a cortiça

Entre os anos de 2011 e 2014, o número de empresas na indústria da cortiça aumentou na ordem dos 12%, contrariando uma descida em anos anteriores. Atualmente o sector conta com 670 empresas a operar em Portugal que empregam cerca de nove mil trabalhadores. No ano de 2016, Portugal foi responsável pela produção de 49,6% da cortiça a nível mundial, o que equivale a cerca de 100000 toneladas [19].

Devido às elevadas quantidades de produção, Portugal é líder mundial nas exportações de cortiça. No ano de 2016, o setor da cortiça atingiu 937,5 milhões de euros em exportações, um aumento de 4% face a 2015, atingindo deste modo um valor recorde [20].

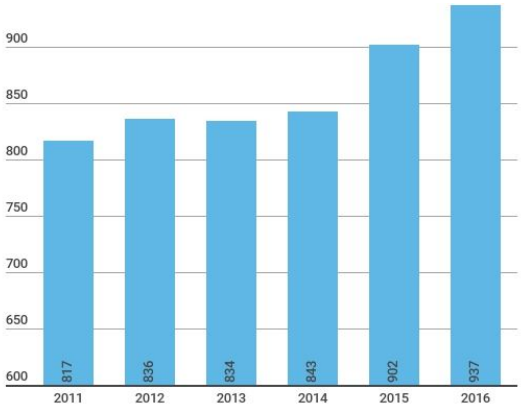


Figura 2.9: Exportações de cortiça portuguesa em milhões de euros ao longo dos anos [20]

Deste modo, é possível compreender que a cortiça representa um produto importante para a economia de Portugal, sendo que o desenvolvimento de novas aplicações para este produto teria um impacto positivo na mesma.

2.3.2 Tecidos de fibra

Fibras de vidro

As fibras de vidro constituem o tipo de reforço de matriz mais utilizado em compósitos. A sua composição principal é à base de sílica (SiO_2), sendo que outros componentes são adicionados para transmitir propriedades que serão úteis em aplicações específicas [1].

Em geral, as fibras de vidro podem ser divididas em duas categorias principais: fibras de baixo custo para aplicações gerais (Vidro E), e fibras de aplicação especial (Vidro S), sendo que mais de 90% das fibras de vidro têm aplicações em produtos de uso geral [21]. O Vidro E é preferido pela maioria das indústrias por motivos económicos, sendo que originalmente este tipo foi desenvolvida para aplicações elétricas devido às suas melhores propriedades de isolamento, daí o uso da letra “E”. Existem ainda

outros tipos de fibra de vidro menos utilizados, como por exemplo a fibra de Vidro C, que é utilizada para aplicações químicas uma vez que apresentam elevada resistência à corrosão em meios ácidos.

Em comparação com outros tipos de fibras, as fibras de vidro apresentam como vantagens o seu baixo custo, elevada resistência à tração, elevada resistência química e excelentes propriedades de isolamento acústico, térmico e elétrico. Como desvantagem, apresentam um baixo módulo de elasticidade, elevada densidade, sensibilidade à abrasão e baixa resistência à fadiga [22].

Fibras de carbono

A procura por fibras de reforço com resistência e rigidez superiores às das fibras de vidro levaram ao desenvolvimento de fibras de carbono ou grafite.

As fibras de carbono são fibras sintéticas compostas por filamentos de carbono de 5 a $10\mu m$ de diâmetro. Os átomos de carbono são ligados em microestruturas cristalinas, que se encontram alinhadas paralelamente ao eixo ao longo da fibra, o que torna a fibra incrivelmente resistente face ao seu tamanho [1].

Atualmente, a maioria das fibras de carbono derivam do poliacrilonitrilo (PAN), um polímero obtido a partir da polimerização de acrilonitrilo. As restantes são produzidas a partir de *rayon* ou polímeros provenientes de petróleo. Todos estes materiais têm altas concentrações de carbono em relação a outros átomos e permitem a sua conversão em material de grafite [3].

Esta categoria de fibras apresenta como vantagem excelentes rácios resistência à tração/peso, bem como módulo de elasticidade/peso, baixo coeficiente de dilatação térmica, elevada resistência à fadiga e elevada condutibilidade térmica. Como desvantagens, apresentam pequenas deformações antes da fratura, reduzida resistência ao impacto, elevada condutividade elétrica e um custo elevado, o que faz com que as mesmas sejam excluídas de uma grande fração das indústrias [22].

Tecidos bi-direcionais

Existem diversos tipos de tecidos, uni-direccionais, bi-direccionais, cuatri-axiais, complexos, entre outros. Neste caso, o foco são os tecidos bi-direcionais, produzidos através do entrelaçamento de fibras, denominadas por urdidura ($0°$) e trama ($90°$), num padrão regular. A integridade do tecido é mantida pelo intertravamento mecânico das fibras, sendo que, o resultado final pode apresentar distintas configurações, representadas na Figura 2.10 [23]:

- Tecido plano: Cada fibra de urdidura passa alternadamente por baixo e por cima de cada fibra de trama. O tecido é simétrico, com boa estabilidade e porosidade razoável. No entanto, é o tipo de tecido mais difícil de ser cortado, um dos mais difíceis de moldar a superfícies curvas, e devido a uma elevada ondulação das fibras, o que leva a que as suas propriedades mecânicas sejam inferiores quando comparados a outras configurações de tecido.

- Sarja: Uma ou mais fibras de urdidura passam alternadamente sobre e sob duas ou mais fibras de trama de um modo regular. Este tipo de configuração permite obter uma porosidade e capacidade

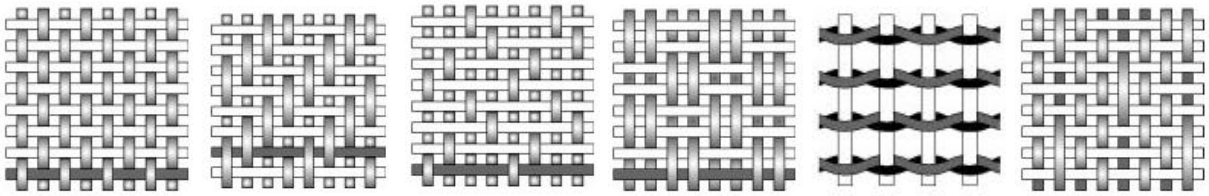
de moldagem a superfícies curvas superior ao anterior, sofrendo apenas uma pequena redução a nível de estabilidade. Devido a uma ondulação inferior das fibras, esta configuração permite obter superfícies mais macias e propriedades mecânicas mais elevadas.

- Cetim: São fundamentalmente tecidos de sarja modificados para produzir menos interseções de urdidura e trama. Este tipo de configuração é muito plano, pelo que a baixa ondulação das fibras produz boas propriedades mecânicas. Possui elevada porosidade e capacidade de ser moldada a superfícies curvas. Apresenta como desvantagens, a baixa estabilidade e assimetria.

- Cesta: É fundamentalmente o tecido plano, com a diferença de que duas ou mais fibras de urdidura se entrelaçam alternadamente com duas ou mais fibras de trama. Um arranjo de duas urdiduras cruzando duas tramas é designado como cesta 2x2, mas o arranjo de fibra não precisa ser simétrico. Portanto, é possível ter 8x2, 5x4, etc. A trama da cesta é mais plana e, através de menos frisado, mais forte que o tecido plano, mas menos estável.

- Leno: O tecido Leno melhora a estabilidade em tecidos abertos que têm poucas fibras. Uma forma de tecido liso em que as fibras de urdidura adjacentes são torcidas em torno das de trama de modo a formar um par espiral, efetivamente travando cada trama no lugar. Este tipo de tecidos é normalmente utilizado em conjunto com outros estilos de tecido, uma vez que, se utilizado individualmente, a sua abertura não poderia produzir um componente composto eficaz.

- Mock Leno: Este tecido trata-se de uma versão do tecido plano na qual fibras de urdidura, em intervalos regulares, se desviam do entrelaçamento alternado e, em vez disso, entrelaçam-se a cada duas ou mais fibras. O resultado final é um tecido com espessura aumentada, superfície mais rugosa e porosidade adicional.



(a) Plano (b) Sarja (c) Cetim (d) Cesta (e) Leno (f) Mock Leno

Figura 2.10: Distintas montagens de tecido de fibra [23]

2.3.3 Resinas epóxi

Para a concepção de materiais compósitos podem ser utilizados distintos tipos de matriz, sendo um deles as matrizes poliméricas [3].

A palavra polímero significa literalmente “muitas partes”, pelo que, um material polimérico é constituído por pequenas e simples unidades químicas (monómeros, ou, mais concretamente, unidades de repetição), que se repetem ligadas covalentemente entre si, originando cadeias lineares ou redes tridimensionais.

Dentro da categoria dos polímeros existem duas categorias de particular interesse, os termoendurecíveis, como a resina epoxídica, poliéster e viniléster, ou os termoplásticos, como o polipropileno. A principal diferença entre estes dois tipos, reside no facto de, nos termoplásticos as cadeias de moléculas estarem ligadas entre si por ligações químicas secundárias, isto é, por ligações mais fracas que as covalentes, enquanto que nos termoendurecíveis as mesmas juntam-se através do estabelecimento de ligações cruzadas, originando uma estrutura tri-dimensional rígida que não pode ser remoldada com a aplicação de calor.

As resinas termoendurecíveis, como é o caso das resinas epóxi, são mais comuns em compósitos reforçados por fibras longas e contínuas, principalmente devido ao fácil manuseamento, durante o processo de produção, em consequência da sua baixa viscosidade [22]. Uma vez que neste trabalho os compósitos serão produzidos com tecidos de fibra, optou-se pela utilização de resinas epóxi.

As resinas epóxi apresentam como vantagem o facto de praticamente não libertarem produtos voláteis durante o processo de cura, e apresentarem boas propriedades mecânicas e excelentes propriedades adesivas. Em geral, estas resinas são mais dispendiosas do que as de poliéster e viniléster, não sendo por isso, muito utilizadas em indústrias nas quais se procura obter desempenhos razoáveis a baixo custo. No entanto, em compósitos de alto desempenho, como é o caso da maioria dos utilizados na indústria aeroespacial, a epóxi é o tipo de resina mais utilizado [1].

As resinas epóxi são caracterizadas pela presença de anéis de três membros, denominados por grupo oxirano. Estes anéis podem conectar-se diretamente a grupos orgânicos, ou então, a outro carbono, formando um grupo glicídico que, por sua vez, se conecta a um grupo orgânico.

Deste modo, o pré-polímero epóxi pode ser visto como composto por duas partes: o anel de epóxi (sendo este apenas o anel de três membros ou em conjunto com a ponte de carbono) e o resto do polímero [3].

Processo de cura e pós cura

O processo de cura destas resinas tem por base a polimerização por abertura dos anéis de epóxi que, maioritariamente, se encontram nas extremidades das cadeias poliméricas ou, por vezes, nas extremidades de cadeias laterais que constituem os pré-polímeros de epóxi. Durante o processo de cura, os anéis são "abertos" fazendo reagir o pré-polímero com o endurecedor. Os endurecedores são constituídos, usualmente, por grupos de amina (NH_2) nas extremidades, que irão reagir com os anéis de duas moléculas distintas de pré-polímero, formando uma rede tridimensional de resina epóxi, como se encontra representado na Figura 2.11, resultando numa solidificação irreversível. Durante esta reação ocorre libertação de calor, pelo que, se trata de um processo exotérmico.

A nível macroscópico, este processo é caracterizado por uma queda inicial da viscosidade devido ao aumento da temperatura. Em seguida, devido ao aumento do peso molecular da amostra a viscosidade aumenta, tornando a diminuição inicial de viscosidade desprezável. Este incremento ocorre até que a massa se transforma num gel altamente viscoso (ponto de gel). A partir deste ponto, a viscosidade tende para infinito, ou seja, ocorre a formação da rede tridimensional, com a transformação da massa polimérica numa estrutura sólida [24].

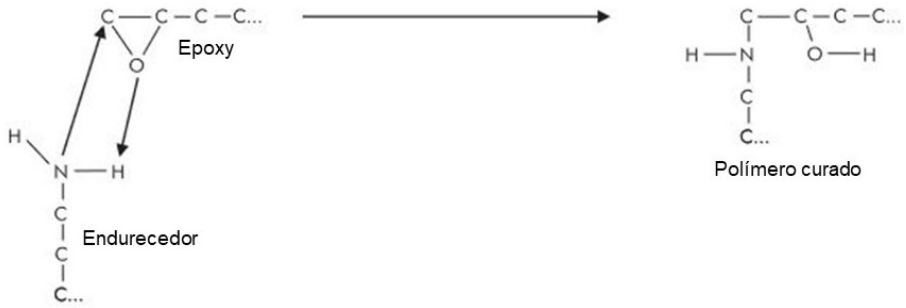


Figura 2.11: Processo de cura de uma resina epóxi (adaptado de [3])

Após ter ocorrido uma percentagem considerável do processo de cura, de modo a que o material seja dimensionalmente estável, é comum recorrer à pós cura. A pós cura é realizada removendo a resina do molde e, em seguida, colocando-a num forno para um tempo adicional de cura a uma temperatura elevada. Sendo que este processo contribui para uma melhoria das propriedades físicas e mecânicas do material [3].

Influência da estequiometria, tempo e temperatura no processo de cura e pós cura

A seleção das condições de cura e pós cura das resinas epóxi é de extrema importância para que as propriedades obtidas sejam as pretendidas.

A estequiometria resina/endurecedor é um dos parâmetros influencia a cura da resina. Em teoria, cada anel de epóxi deve reagir com um grupo funcional de endurecedor de modo que, quando a cura está completa, a amostra não deverá conter nem anéis de epóxi nem grupos reativos por reagir. Sendo que, em ambos os casos, as propriedades mecânicas finais serão inferiores às propriedades que se obteriam caso uma estequiometria correta fosse utilizada.

No que diz respeito à temperatura, as resinas epóxi podem, na maior parte dos casos, ser curadas tanto à temperatura ambiente como a temperaturas mais elevadas. No entanto, a maioria são curadas a temperaturas superiores à temperatura ambiente, de modo a facilitar o movimento das cadeias de resina, aumentando assim a probabilidade da sua colisão com as moléculas de endurecedor, e resultando no estabelecimento de ligações cruzadas [3]. Deste modo, um aumento da temperatura à qual a resina é curada, resulta numa diminuição do tempo de cura. Este fenómeno pode ser observado no exemplo da Figura 2.12, onde se encontra representada a evolução do grau de cura de uma resina epóxi ao longo do tempo a uma determinada temperatura. Sendo que se evidencia que, para temperaturas mais elevadas um grau de cura próximo da unidade é mais rapidamente alcançado do que para temperaturas mais baixas. Considerando que, no presente caso, um grau de cura próximo da unidade significa que os grupos reativos de pré-polímero epóxi e/ou grupos contendo H reativos (como por exemplo de amina) foram totalmente consumidos e, por esse motivo, a reação encontra-se completa.

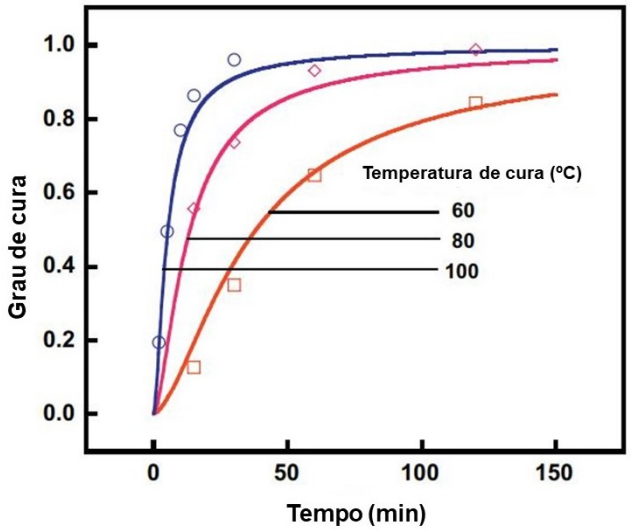


Figura 2.12: Exemplo da influência da temperatura no tempo de cura de uma resina epóxi (adaptado de [25])

A temperatura selecionada para a cura da epóxi depende também da natureza da resina e do endurecedor, bem como da aplicação pretendida, sendo que a temperatura máxima de utilização não deve ultrapassar a temperatura de transição vítrea do polímero que, por sua vez, aumenta com a temperatura de cura. Deste modo, resinas epóxi que têm como objetivo a sua utilização a temperaturas elevadas, necessitam de temperaturas de cura superiores [3]. De notar que uma densidade de ligações cruzadas muito elevada resulta numa redução da ductilidade do material e, por consequência, num aumento da fragilidade do mesmo [24].

Deste modo, é necessário encontrar um equilíbrio entre a temperatura de cura e a duração da mesma, de modo a alcançar as propriedades finais desejadas.

O processo de cura é ainda influenciado por outros fatores, tais como a humidade e a pressão [3].

Capítulo 3

Caracterização dos Componentes

Tal como referido anteriormente, as propriedades dos materiais compósitos resultam da combinação das propriedades dos materiais constituintes.

Deste modo, com o objetivo de caracterizar os diversos integrantes do compósito final, foram desenvolvidos distintos métodos de ensaio para que fossem testados vários aglomerados de cortiça, fibras de vidro e carbono e resinas epóxi, obtendo assim, propriedades mecânicas e químicas destes componentes, que permitem uma comparação entre os mesmos.

Esta caracterização é também importante para futuras simulações computacionais, visto que para a realização das mesmas é necessário conhecer as propriedades mecânicas dos diversos constituintes do compósito.

3.1 Normas e critérios

Para o desenvolvimento dos métodos de caracterização dos distintos componentes foram tidas como referência algumas normas e critérios já existentes.

3.1.1 Normas ASTM

Para a construção dos métodos experimentais dos ensaios (dimensões dos provetes, velocidades de ensaio, sistemas de amarração, entre outros parâmetros) foram tidas por base as normas ASTM.

No presente trabalho foram utilizadas as normas ASTM apresentadas na Tabela 3.1. No entanto, em muitos casos, a aplicação da norma não é direta, uma vez que, ao contrário dos metais, os materiais compósitos apresentam uma vasta gama de combinações, que resultam em distintos comportamentos mecânicos. Também para materiais alternativos, como é o caso dos aglomerados cortiça, não existem normas desenvolvidas especificamente, pelo que os métodos resultantes derivam de adaptações das normas existentes.

Tabela 3.1: Normas ASTM [26–33]

Designação	Título da norma
ASTM C297	Método de teste padrão para resistência à tensão de construções *sandwich*
ASTM C365	Método de teste padrão para propriedades à compressão de núcleos *sandwich*
ASTM D5034	Método de teste padrão para resistência à rotura e alongamento de tecidos têxteis
ASTM D3822	Método de teste padrão para propriedades à tração de fibras têxteis individuais
ASTM D790	Métodos de teste padrão para propriedades à flexão de plásticos sem e com reforço
ASTM D3039	Método de teste padrão para propriedades à tração de compósitos de matriz polimérica
ASTM C393	Método de teste padrão para propriedades ao corte do núcleo de construções *sandwich*
ASTM D7250	Prática padrão para determinar a rigidez à flexão e ao corte de uma construção *sandwich*

3.1.2 Critério de Chauvenet

Após a realização dos ensaios, os valores obtidos foram submetidos ao teste de Chauvenet. Este critério permite identificar valores medidos que sejam discrepantes dos restantes valores da amostra, supondo que a mesma segue uma distribuição normal.

Para aplicar o critério de Chauvenet, começa-se por calcular o desvio médio de cada um dos provetes ($desv$), ou seja, a diferença entre o valor medido para esse mesmo provete e a média da amostra, bem como, o desvio padrão do conjunto de dados medidos (d). Em seguida, o rácio desvio médio-desvio padrão obtido para cada um dos provetes é comparado com os valores tabelados, que diferem conforme o número de amostras consideradas, de modo a eliminar os pontos duvidosos. Por exemplo, quando se consideram 6 amostras se $desv/d$ for superior a $1,73$ esse ponto deverá ser excluído [34].

Para a apresentação dos dados finais, um novo valor médio e um novo desvio padrão são calculados, sem incluir os pontos eliminados.

3.2 Aglomerado de Cortiça

Para a caracterização dos aglomerados de cortiça foram realizados ensaios tanto de tração como de compressão, em dois tipos distintos de aglomerados, NL20 e NL11, ambos fornecidos pelo fabricante *Amorim*.

A principal diferença entre estes dois aglomerados reside no facto de o NL11 ter sido desenvolvido de modo a apresentar maior resistência ao fogo, o que se considera uma característica de extrema importância para a maioria das aplicações, principalmente no sector aeroespacial.

Segundo as respetivas fichas técnicas, o aglomerado NL20 apresenta maior densidade e melhores propriedades mecânicas tanto à tração como à compressão. No entanto, ao corte ambos são equivalentes e, enquanto isolante, o aglomerado NL11 apresenta melhores propriedades (Tabela 3.2).

Tabela 3.2: Propriedades dos AC NL20 e NL11

Propriedades	NL20	NL11
Densidade [Kg/m^3]	200	160
Resistência à tração [MPa]	0,7	0,6
Módulo de compressão [MPa]	6,0	5,1
Módulo de cisalhamento [MPa]	5,9	5,9
Condutividade Térmica [W/mK]	0,044	0,032

3.2.1 Ensaio de tração uniaxial

Como referido anteriormente, os aglomerados de cortiça apresentam uma resposta quasi-isotrópica [16], pelo que é de prever que as propriedades na direção axial e tangencial sejam idênticas. De modo a validar esta hipótese o ensaio de tração uniaxial realizou-se nas três direções principais para ambos os aglomerados (axial, tangencial e radial).

Validação do ensaio

Uma vez que em trabalhos realizados anteriormente, sem qualquer tipo de reforço na região das amarras, os resultados obtidos não foram os desejados [35]; foi necessário desenvolver um novo método de produção de provetes que conduzisse a resultados mais satisfatórios.

No caso das direções axial e tangencial, o processo de produção dos provetes encontra-se representado por quatro etapas na Figura 3.1.

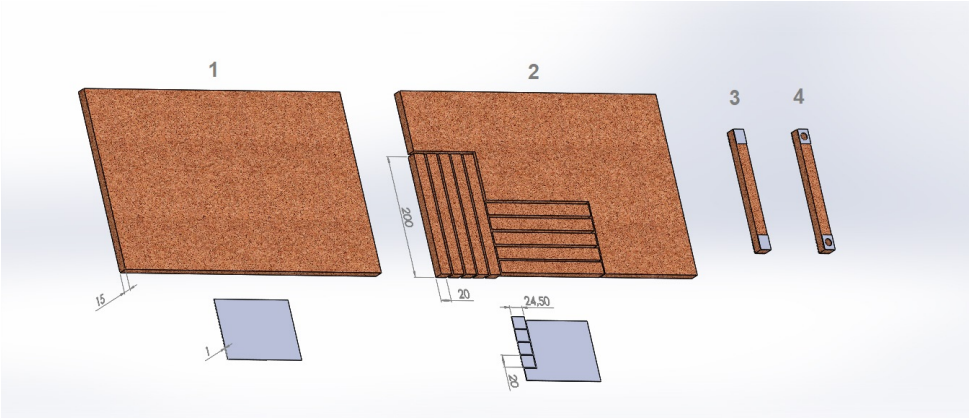


Figura 3.1: Processo de produção dos provetes de AC para ensaios de tração axial e tangencial

Sendo que se partiu de uma placa de aglomerado de cortiça com 15mm de espessura e uma placa de alumínio com 1 mm de espessura que, em seguida, foram cortadas com as dimensões desejadas para o provete e respetivos reforços. Após o corte, as pequenas chapas metálicas foram adicionadas com resina epóxi nas extremidades do provete de aglomerado de cortiça (quatro por provete) e, por

último, furadas de modo a permitir o seu encaixe no sistema de amarração utilizado. Deste modo, o reforço estrutural fornecido pelas chapas de alumínio impediu a rotura junto à amarra, permitindo então analisar as propriedades do aglomerado.

No caso da direção radial, o processo de produção dos provetes encontra-se representado em três etapas na Figura 3.2.

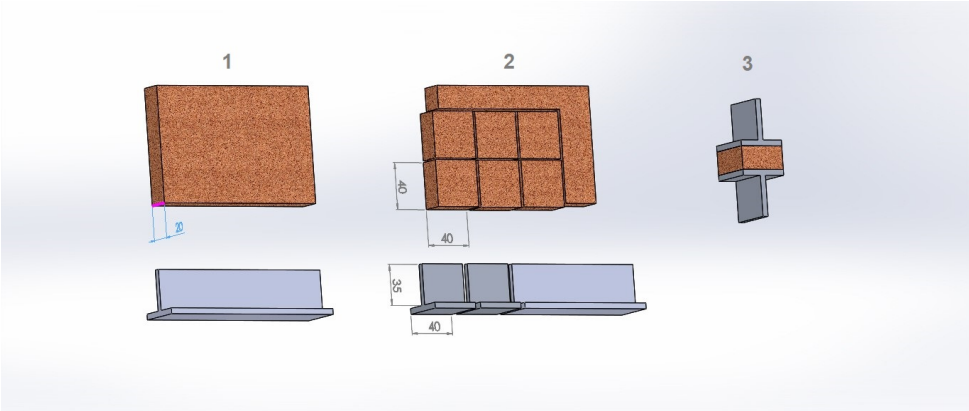


Figura 3.2: Processo de produção dos provetes de AC para ensaios de tração radial

Sendo que se partiu de uma placa de aglomerado de cortiça com 20mm de espessura no caso do NL20, e de 15 mm no caso do NL11, e de um vão com perfil em “T” que foram posteriormente cortados com as dimensões desejadas para os provetes (baseadas na norma ASTM C297 [26]). Em seguida, as peças em “T” foram adicionadas aos provetes com resina epóxi. Este sistema permitiu a criação de um método para “agarrar” a cortiça, de modo a que a mesma possa ser tracionada na direção radial.

Em ambos os casos os provetes para cada uma das direções foram produzidos a partir da mesma placa, de modo a minimizar a discrepância dos resultados obtidos. Ou seja, sendo os aglomerados de cortiça resultante de uma compactação de grãos de cortiça distribuídos aleatoriamente existem sempre aéreas, inclusive dentro da mesma placa de aglomerado, com mais ou menos espaços vazios. Pelo que, a utilização de placas distintas poderia conduzir a discrepâncias de resultados que iriam requerer um número de provetes ensaiados superior, o que conduziria a um aumento do tempo para a realização do ensaio e respetiva análise de dados.

Procedimento Experimental

Uma vez definido o método de produção dos provetes foi então possível realizar os ensaios de tração uniaxial. Os ensaios foram realizados para ambos os aglomerados de cortiça (NL20 e NL11), sendo que foram testados seis provetes de cada tipo em cada uma das direções.

Para as direções axial e tangencial, o ensaio realizou-se à velocidade de 3mm/min, com uma célula de carga de 500N. Enquanto que, no caso da direção radial, o ensaio realizou-se à mesma velocidade que para as direções anteriores, mas com uma célula de carga de 10KN.

Durante os ensaios, mediu-se a carga aplicada no provete, em simultâneo com o deslocamento aparente do mesmo, utilizando a máquina INSTRON 5566 com o auxílio do *software* Bluehill. Sendo que em todos os ensaios mecânicos realizados ao longo deste trabalho este foi o equipamento utilizado.

Análise de Resultados

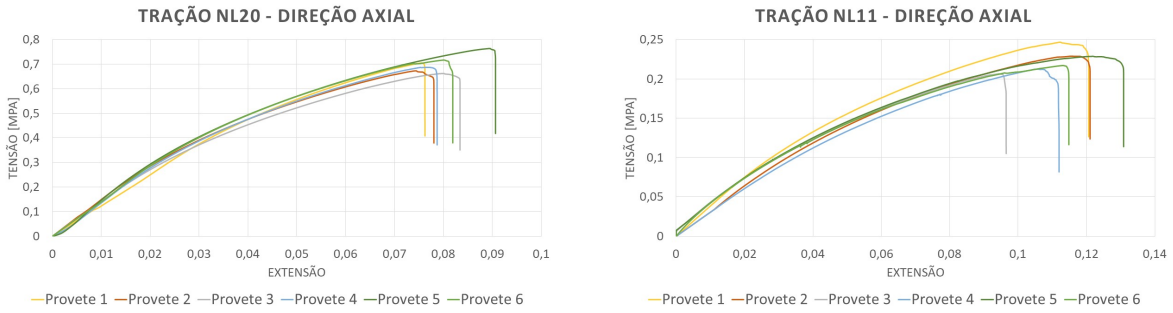
Como é possível observar na Figura 3.3 os resultados obtidos foram satisfatórios uma vez que a rotura dos provetes ocorreu no aglomerado de cortiça, para as três direções tracionadas. Apenas na direção radial, houve um provete de NL20 no qual houve um decolamento em perfil em "T" do aglomerado (provete 4), pelo que o mesmo não foi considerado. Em todos os restantes provetes, a falha gerou-se na ligação entre grãos de cortiça, isto é, nas resinas aglomerantes.

(a) Direção axial - NL20 (b) Direção tangencial - NL20 (c) Direção radial - NL11 e NL20

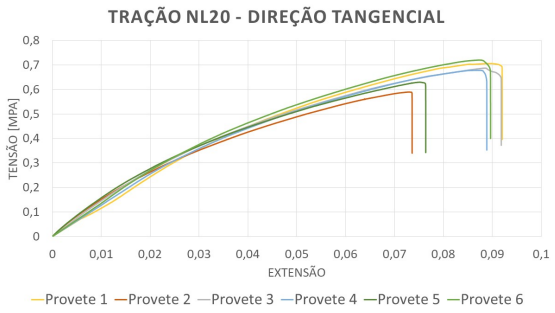
Figura 3.3: Provetes de AC depois dos ensaios à tração

A partir dos valores da carga aplicada e dos respetivos deslocamentos é possível calcular a tensão de tração $\sigma = \frac{P}{A_0}$, onde P é a carga aplicada e A_0 a área inicial da secção transversal do provete, e a extensão $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$, onde L_0 é o comprimento inicial do provete e ΔL é o deslocamento medido. Sendo que se considerou que o deslocamento medido pela máquina é igual à deformação sofrida do provete, uma vez que o mesmo apresenta uma rigidez muito inferior em comparação à rigidez da máquina, pelo que o erro associado pode ser desprezado.

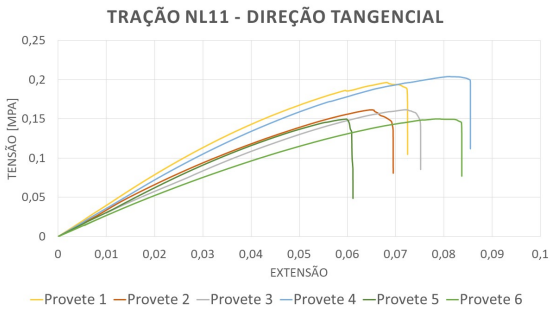
Deste modo, é possível obter as curvas tensão-extensão dos ensaios realizados (Figura 3.4). No entanto, nota-se que a parte inicial da curva, correspondente a pequenas deformações, não é linear pelo que é necessário definir uma rigidez média entre dois valores pequenos de ε, utilizando a Lei de Hooke, $\sigma = E \times \varepsilon$ [15]. Nesta análise, foram utilizados valores de extensão entre $0,01$ e $0,02$.



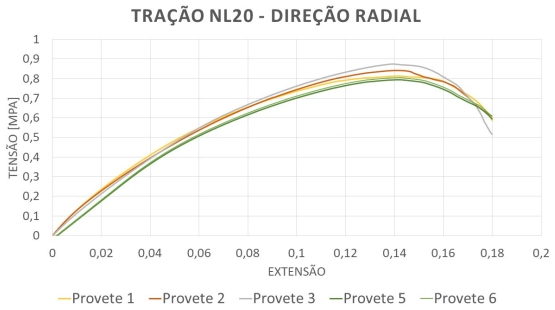
(a) Direção axial - NL20 (b) Direção axial - NL11



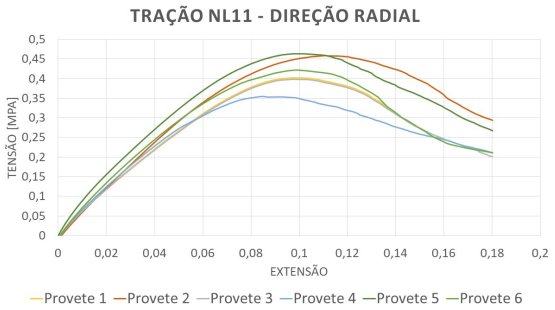
(c) Direção tangencial - NL20



(d) Direção tangencial - NL11



(e) Direção radial - NL20



(f) Direção radial - NL11

Figura 3.4: Gráficos tensão-extensão resultantes dos ensaios de tração dos provetes de NL20 e NL11

Os resultados obtidos para as médias da rigidez e das tensões de rotura dos nas três direções tracionadas encontram-se na Tabela 3.3 e 3.4, respetivamente.

Tabela 3.3: Rigidez média nas direções tracionadas

	Rigidez Axial [MPa]	Rigidez Tangencial [MPa]	Rigidez Radial [MPa]
NL20	13,77±0,83	12,67±0,52	9,88±0,03
NL11	3,20±0,47	3,16±0,12	6,02±0,41

Tabela 3.4: Tensões de rotura nas direções tracionadas

	Tensão de rotura Axial [MPa]	Tensão de rotura Tangencial [MPa]	Tensão de rotura Radial [MPa]
NL20	0,70±0,04	0,66±0,05	0,83±0,03
NL11	0,17±0,02	0,22±0,01	0,42±0,04

Como é possível observar o aglomerado NL20 apresenta maior rigidez em todas as direções quando comparado ao NL11, bem como uma maior tensão de rotura, tal como seria de esperar de acordo com as respetivas fichas técnicas.

Para cada um dos aglomerados os valores obtidos para as direções axial e tangencial são rela-

tivamente próximos para as tensões de rotura e para as rigidezes média, o que acontece devido à quasi-isotropia transversal dos AC. Comparando estas duas direções com a direção radial é de notar que, no caso do NL20 a rigidez na direção radial é ligeiramente inferior à rigidez nas restantes direções enquanto que no NL11 é superior. Esta discrepância pode ter diversas causas, entre elas, o "pó" superficial que o NL11 contem para que apresente uma maior resistência ao fogo, o *uptake* de resina superior do aglomerado de cortiça NL11 em comparação com o NL20, ou o facto de terem sido utilizadas espessura distintas para o ensaio nesta direção, como referido anteriormente. Em relação às tensões de rotura, em ambos os casos, esta é superior para a direção radial.

É também importante documentar que se constatou uma maior dificuldade na adesão das chapas metálicas nos provetes das direções axial e tangencial de aglomerado NL11, sendo que durante a execução do furo, as mesmas saltaram e tiveram que ser novamente coladas com resina epóxi, o que pode ter ocorrido devido ao aditivo anti fogo, que se apresenta sob a forma de um "pó" superficial e poderá dificultar a adesão.

3.2.2 Ensaio de compressão

Uma vez que já foi demonstrado que o comportamento do aglomerado de cortiça se assemelha ao de um material transversalmente isotrópico no ensaio de tração, o teste de compressão foi apenas realizado em duas direções: radial e não radial (que representa tanto a direção axial como a tangencial).

Procedimento Experimental

Para a realização do ensaio à compressão utilizou-se a norma ASTM C365-03 [27] como principal referência, sendo que todos os ensaios se realizaram em seis provetes, à velocidade de 5 mm/min, utilizando uma célula de carga de 10KN.

Este ensaio, já foi validado anteriormente [35], no entanto, tiveram que realizar-se ajustes nas dimensões dos provetes de modo a que os mesmos pudessem ser produzidos a partir das placas de aglomerados disponíveis.

Uma vez que a norma utilizada apenas faz referência à área da secção transversal do provete, na direção radial, foram utilizados provetes de 30x30mm, com três espessuras distintas (10, 15 e 20 mm) no caso do NL20, para verificar se a mesma tem ou não influência nos resultados. Para o aglomerado NL11 na direção radial apenas se produziram provetes de 15mm de espessura (Figura 3.5(a)). Na direção não radial, no caso do NL20 foram utilizados provetes com 20x45mm com 20mm de espessura (Figura 3.5(b)), e para o NL11 provetes de 15x45 com 20mm de espessura.

Durante os ensaios, mediu-se a carga aplicada no provete, em simultâneo com o deslocamento aparente do mesmo.

(a) Direção radial

(b) Direção não radial

Figura 3.5: Provetes numerados para os ensaios à compressão

Análise de Resultados

Seguindo o procedimento descrito na análise de resultados do ensaio de tração uniaxial, considerando uma vez mais que o deslocamento medido pela máquina é igual à deformação sofrida pelo provete, é possível obter as curvas tensão-extensão dos ensaios de compressão.

Como referido anteriormente, esta curva para o ensaio de compressão apresenta três regiões bem definidas (Figura 2.7 (a)) , sendo que a utilizada para o cálculo do módulo de compressão (E_c) corresponde à primeira, isto é, à região de deformação elástica. Nesta região pode ser utilizada a Lei de Hooke, $\sigma = E_c \times \varepsilon$, para calcular o módulo de compressão, sendo que se considerou que a região elástica termina nos 7% de extensão [12].

Primeiramente, realizou-se o cálculo do módulo de compressão para os provetes de NL20 ensaiados na direção radial, com 10, 15 e 20 mm de espessura. De modo a averiguar se a mesma tem o não influência nos resultados obtidos, apresentados na Tabela 3.5.

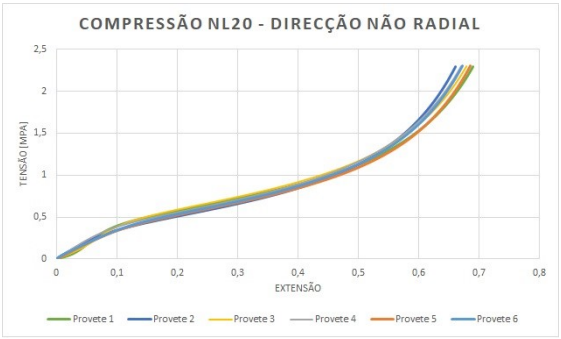
Tabela 3.5: Módulos de compressão na direção radial de provetes de NL20 com distintas espessuras

	10mm	15mm	20mm
E_c [MPa]	5,30$\pm$0,13	5,34$\pm$0,16	5,74$\pm$0,31

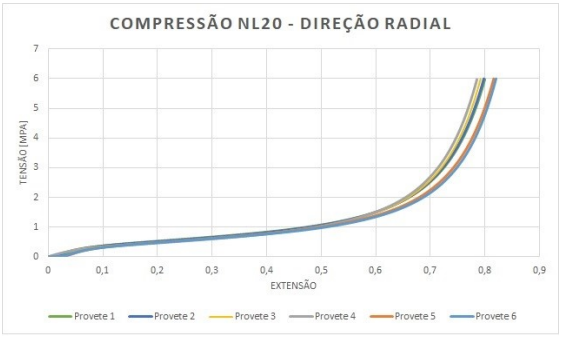
Através dos valores calculados para os módulos de compressão, não é possível concluir que a espessura do provete tenha influência no cálculo deste valor, uma vez que os intervalos calculados para as três espessuras ensaiadas se encontram sobrepostos.

Sendo que apenas se encontravam disponíveis placas de aglomerado NL11 de 15mm de espessura, também uma espessura de 15 mm foi utilizada nos provetes de NL20 aquando da realização de uma comparação entre os dois aglomerados de cortiça.

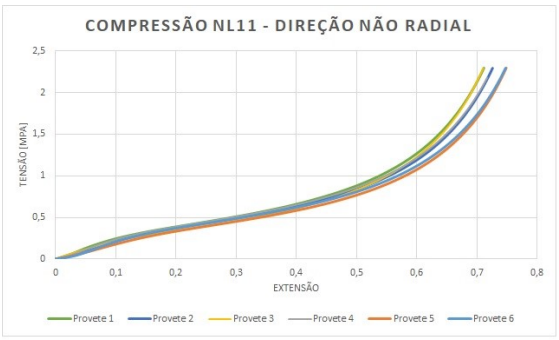
Na Figura 3.6, encontram-se representadas as curvas tensão-extensão dos ensaios de compressão dos provetes de NL20 e NL11 em ambas as direções. Sendo visível a semelhança entre estas e a curva tipo apresentada na (Figura 2.7 (a)).



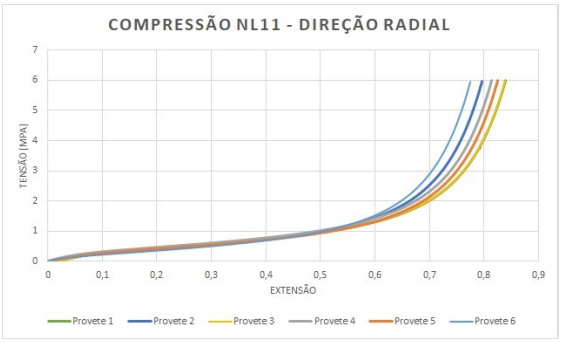
(a) Direção não radial - NL20



(b) Direção radial - NL20



(c) Direção não radial - NL11



(d) Direção radial - NL11

Figura 3.6: Gráficos tensão-extensão resultantes dos ensaios de compressão de ambos os AC

Os resultados obtidos para as médias das tensões de colapso (σ_c) e dos módulos de compressão (E_c) dos dois aglomerados de cortiça nas direções não radial (NR) e radial (R) encontram-se na Tabela 3.6.

Tabela 3.6: Tensões de colapso e módulos de compressão nas direções comprimidas de ambos os AC

	σ_c (NR) [MPa]	σ_c (R) [MPa]	E_c (NR) [MPa]	E_c (R) [MPa]
NL20	0,27$\pm$0,02	0,35$\pm$0,02	3,73$\pm$0,26	5,34$\pm$0,16
NL11	0,16$\pm$0,02	0,21$\pm$0,02	2,51$\pm$0,21	2,96 $\pm$0,71

Evidencia-se que os provetes de NL20 apresentam, em ambas as direções, valores de tensão de colapso superiores quando comparados aos provetes de NL11, pelo que se entende que o NL20 é capaz de suportar tensões mais elevadas sem que ocorra encurvadura das suas paredes celulares e, por esse motivo, uma deformação permanente.

Em relação à rigidez durante a deformação elástica, os provetes de NL20 apresentam também valores superiores em comparação com os provetes de NL11 em ambas as direções, o que seria de esperar de acordo com as respetivas fichas técnicas.

Depois de realizar os ensaios de compressão a espessura dos provetes foi novamente medida em quatro instantes de tempo: no final do ensaio ainda com a carga aplicada, logo após o ensaio, uma semana e um mês após a realização do mesmo. A média dos coeficientes entre os valores medidos (t)

e a espessura inicial dos provetes (t_0) encontram-se na Tabela 3.7.

Tabela 3.7: Coeficiente de restituição dos aglomerados de cortiça depois do ensaio (t/t_0)

	Final do ensaio	Logo após o ensaio	Uma semana após o ensaio	Uma mês após o ensaio
NL20 (NR)	0,32±0,01	0,80±0,02	0,91±0,01	0,91±0,01
NL20 (R)	0,20±0,01	0,77±0,01	0,89±0,01	0,89±0,01
NL11 (NR)	0,27±0,02	0,79±0,03	0,93±0,01	0,93±0,01
NL11 (R)	0,18±0,02	0,75±0,02	0,91±0,01	0,91±0,01

Através desta análise é possível compreender que, mesmo após alcançar a terceira fase da sua curva de compressão, a cortiça apresenta uma restituição de cerca de 90% da sua espessura para ambos os aglomerados nas duas direções.

É também importante frisar a recuperação imediata de uma percentagem elevada da espessura, logo após a retirada da carga. Sendo esta superior à recuperação que ocorre na semana após o ensaio. Averiguou-se também que entre uma semana e um mês após o ensaio não houve recuperação da espessura dos provetes, pelo que os cerca de 10% que não foram restituídos resultam da deformação permanente dos aglomerados de cortiça.

Comparando os dois aglomerados, os mesmo apresentam restituições semelhantes, sendo que ambos recuperam ligeiramente mais espessura na direção não radial. Este facto poderá dever-se ao método de fabrico do próprio aglomerado, durante o qual é aplicada pressão na direção radial, podendo provocar uma menor restituição nesta direção.

3.2.3 Conclusões - Aglomerados de cortiça

Após a realização dos ensaios de tração uniaxal e de compressão é possível concluir que o aglomerado de cortiça NL20 apresenta propriedades mecânicas significativamente melhores em comparação ao NL11, visto que apresenta maior rigidez, o que é de interesse para o presente trabalho, e é capaz de suportar tensões superiores.

Deste modo, conclui-se que a única vantagem na utilização do NL11 poderia residir na sua resistência ao fogo.

Em relação aos métodos de caracterização utilizados, para os ensaios de tração e compressão, verificou-se que ambos se tratam de bons métodos a nível comparativo, uma vez que permitem a caracterização dos dois tipos de aglomerados nas mesmas condições. A nível de comparação dos valores obtidos pelos métodos utilizados com os valores da ficha técnica dos aglomerados constatou-se que, para os provetes NL20 os resultados não apresentaram grande discrepância (11% para a média tensão de rotura à tração e 19% para a média do módulo de compressão), enquanto que para os provetes de NL11 os resultados já apresentaram maiores discrepâncias (42% para a média tensão de rotura à tração e 30% para a média do módulo de compressão).

3.3 Fibras de Vidro e de Carbono

Para a caracterização das fibras de vidro e de carbono foram realizados ensaios tanto de tração das fibras isoladamente bem como dos respetivos tecidos.

Foram caracterizados dois tipos de tecido, um deles de fibra de vidro, tipo plano com uma gramagem de $205gr/m^2$, e outro de fibra de carbono, do tipo sarja com gramagem de $200gr/m^3$, ambos fornecidos pelas *Resinas Castro*. Algumas propriedades das fibras ensaiadas encontram-se na Tabela 3.8, sendo evidente a superior rigidez das fibras de carbono em comparação com as fibras de vidro.

Tabela 3.8: Propriedades das Fibras de vidro e de carbono

Propriedades	Fibra de vidro	Fibra de carbono
Densidade [g/m^3]	2,61	1,76
Módulo de Young [GPa]	70	230
Extensão na rotura [%]	4	1,5

3.3.1 Ensaio de tração das fibras

Validação do ensaio

De modo a adaptar o ensaio às amarras disponíveis no laboratório foram adicionados reforços de cartolina de 50x50mm nas extremidades dos provetes com cola liquida UHU, de modo a que não ocorresse escorregamento dos mesmos, como se pode observar na Figura 3.7.

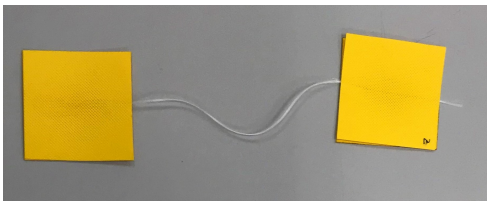


Figura 3.7: Provetes de fibra de vidro para o ensaio de tração

Procedimento Experimental

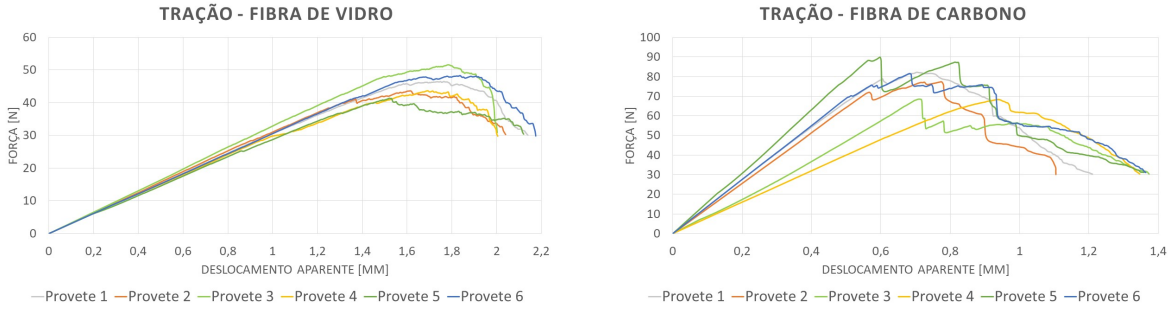
Para o ensaio de tração das fibras foi tida como referência a norma ASTM D3822-01 [29], pelo que os provetes apresentavam uma distância de 100 mm entre as amarras. O ensaio realizou-se em seis provetes de cada tipo de fibra, à velocidade de 3mm/min, utilizando a célula de carga de 500N.

É também importante referir que, visto não ser possível medir a área transversal dos provetes de fibra, os mesmos foram pesados e medidos antes de que fossem adicionadas as extremidades de cartolina para que mais tarde, conhecendo a densidade das fibras, uma aproximação da respetiva área transversal pudesse ser calculada.

Durante os ensaios, mediu-se a carga aplicada no provete, em simultâneo com o deslocamento aparente do mesmo.

Análise de Resultados

Após os ensaios, é possível obter os gráficos força-deslocamento aparente para ambos os tipos de fibra, representados na Figura 3.8. Observando estes gráficos é notória a diferença entre a rotura das fibras de vidro e de carbono, sendo que as primeiras têm uma rotura quase imediata, ou seja, quando falha um filamento de fibra os restantes falham também, quase em simultâneo. Enquanto que no caso da fibra de carbono, apesar da falha de um dos filamentos de fibra os restantes continuam a oferecer resistência à tração, ocorrendo em muitos casos, depois da rotura, um aumento da carga aplicada, sem nunca atingir o valor máximo alcançado antes da primeira falha, criando um efeito de "degraus" no gráfico força-deslocamento aparente [36].



(a) Tecido de fibra de vidro

(b) Tecido de fibra de carbono

Figura 3.8: Gráficos força-deslocamento aparente resultantes dos ensaios de tração das fibra

Através dos gráficos anteriores é também possível calcular a tensão de rotura $\sigma_{rot} = \frac{P_{max}}{A_0}$, onde P_{max} é a carga máxima aplicada e A_0 a área da secção transversal do provete. Os valores obtidos para as médias as tensões de rotura encontram-se na Tabela 3.10.

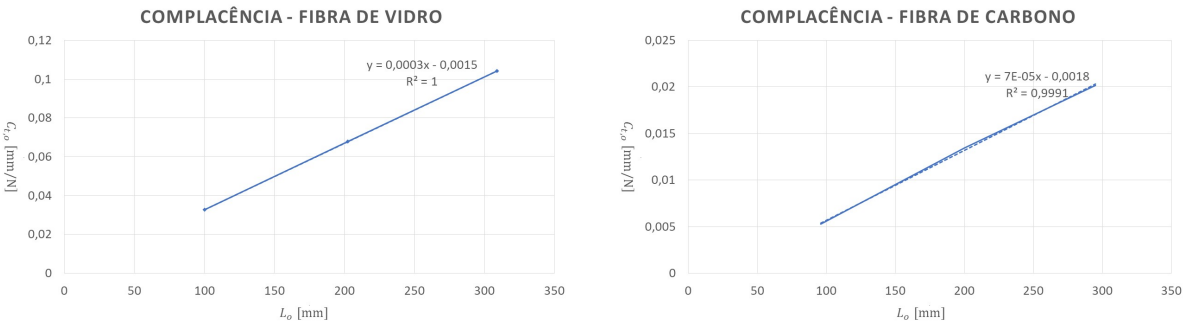
Em relação ao cálculo da rigidez, uma vez que não foi utilizado um extensómetro devido à flexibilidade e pequena áreas das fibras, e também não se encontrava disponível nenhum outro sistema que permitisse determinar diretamente a extensão do material, e se trata de um material de elevada rigidez, é necessário calcular a complacência da máquina. Para tal foram produzidos provetes com três comprimentos distintos, 100, 200 e 300 mm, de modo a que fosse possível extrapolar o valor de C_l, correspondente apenas ao sistema de amarração, ou seja, quando L_o tende para zero.

A complacência total ($C_{t,o}$) do sistema envolvido no ensaio (máquina + amarras + provete) calculada a partir dos gráficos força-deslocamento, correspondendo ao rácio entre a variação do deslocamento e a variação da força (equação 3.1).

$$C_{t,o} = \frac{L_0}{\Delta P} = \frac{1}{m} \tag{3.1}$$

Onde $C_{t,o}$ é a complacência total inicial, L_0 é o comprimento inicial do provete, ΔP a carga aplicada e m o declive do gráfico força-deslocamento [37].

Em seguida, representam-se os valores de $C_{t,o}$ em função dos comprimentos dos provetes (Figura 3.9).



(a) Fibra de vidro

(b) Fibra de carbono

Figura 3.9: Determinação da complacência do sistema de amarração (C_l) para o ensaios de tração das fibras

Efetuando uma regressão linear obtém-se o a complacência do sistema de amarração (C_l), que corresponde ao valor da ordenada na origem, ou seja, a complacência para um provete com comprimento de prova nulo. Os valores de C_l obtidos para os provetes de fibra de vidro e de carbono encontram-se na Tabela 3.9.

Tabela 3.9: Valores de C_l para o ensaio de tração das fibras

	C_l [mm/N]
Fibras de vidro	0,0015
Fibras de carbono	0,0018

Após conhecer os valores de C_l é então possível calcular o módulo de Young (E) de cada um dos provetes de fibras, através da Equação 3.2.

$$E = \frac{A_0}{L_0(C_{t,o} - C_l)} \tag{3.2}$$

Onde A_0 é a área da secção transversal do provete, L_0 é o comprimento inicial do provete e $C_{t,o}$ é a complacência total inicial, dada pelo inverso declive do gráfico força-deslocamento do provete [37]. As médias dos valores obtidos para a rigidez das fibras encontram-se na Tabela 3.10.

Tabela 3.10: Tensões de rotura e rigidez das fibras tracionadas

	Tensão de rotura [MPa]	Módulo de Young [GPa]
Fibras de vidro	854,85±16,68	62,21±10,39
Fibras de Carbono	982,73±13,71	207,45±25,80

Como anotamento visual é também importante referir que depois de tracionadas, as fibras de vidro eram facilmente separadas com a mão enquanto que as de carbono permaneciam unidas.

3.3.2 Ensaio de tração do tecido de fibras

Validação do ensaio

Inicialmente o ensaio do tecido de fibras foi realizado sem qualquer tipo de reforço na zona das amarras. No entanto, como é possível observar na Figura 3.10, ocorreu um escorregamento das fibras, pelo que não foi possível obter os resultados pretendidos.

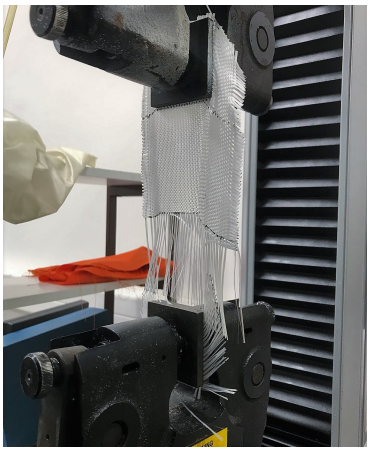


Figura 3.10: Teste em provetes de tecido de fibra sem reforço na região das amarras

Para solucionar esta questão foram adicionados reforços de cartolina semelhantes aos utilizados na secção 3.3.1, com as dimensões das amarras (50x50mm), colados nas extremidades dos provestes de tecido de fibra com cola liquida UHU.

Durante a validação deste ensaio também se verificou que as fibras horizontais devem ser cortadas com dimensões superiores à das amarras, caso contrários os provetes não apresentam estabilidade transversal suficiente para que o ensaio seja realizado.

Procedimento Experimental

Este ensaio teve por base a norma ASTM D5034-05 [28], sendo que entre as amarras todos os provetes apresentavam uma distância de 75mm, tal como se encontra representado na Figura 3.11.

O ensaio de tração dos tecidos de fibra foi realizado apenas numa direção do tecido, uma vez que ambos os tecidos apresentavam uma configuração que lhes confere as mesmas propriedades em ambas as duas direções principais.

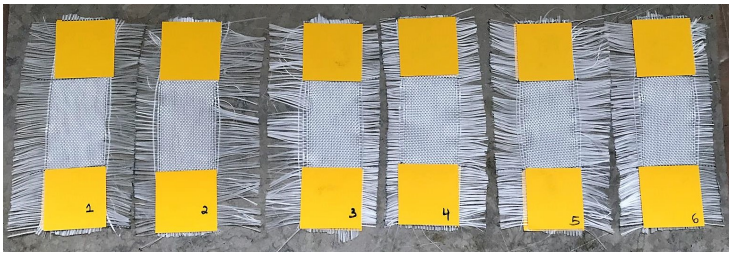


Figura 3.11: Provetes de tecido de fibra de vidro

Seis provetes de cada tipo de tecido de fibra foram tracionados a uma velocidade de 300mm/min, utilizando uma célula de carga de 10 KN. Medindo-se, durante o ensaio, a carga aplicada no provete, em simultâneo com o deslocamento aparente do mesmo.

Análise de Resultados

Como é possível observar na Figura 3.12 os resultados obtidos foram satisfatórios na medida em que a falha dos provetes ocorreu na zona central de tecido e não junto à amarra.

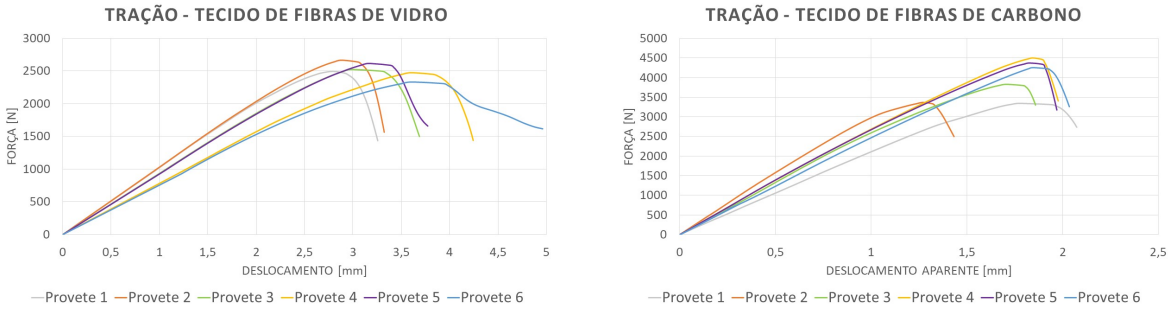
(a) Tecido de fibra de vidro

(b) Tecido de fibra de carbono

Figura 3.12: Provetes de tecido de fibras após serem tracionados

É de notar que os provetes de tecido de fibra de vidro apresentam uma falha mais evidente do que provetes de tecido de fibra de carbono. Sendo que nos primeiros, um provete termina o ensaio separado em duas partes enquanto que nos segundos após o ensaio o provete permanece unido, à semelhança do que aconteceu no ensaio das fibras isoladas (secção 3.3.1).

Após a realização dos ensaios é possível obter as curvas força-deslocamento aparente, apresentadas na Figura 3.13. Sendo que, ao contrário do que se constatou para os ensaios das fibras isoladas (secção 3.3.1), os gráficos força-deslocamento aparente para ambos os tecidos apresentam comportamento semelhantes.



(a) Tecido de fibra de vidro

(b) Tecido de fibra de carbono

Figura 3.13: Gráficos força-deslocamento aparente resultantes dos ensaios de tração dos tecidos de fibra

Uma vez que qualquer aproximação de área de secção transversal que pudesse ser realizada teria

um erro associado bastante elevado. Optou-se por, para estes provetes, analisar apenas as cargas de rotura, apresentadas na Tabela 3.11.

Tabela 3.11: Cargas de rotura nas direções tracionadas

	Carga de rotura [N]
Fibras de vidro	2555,9$\pm$72,2
Fibras de carbono	4174,0$\pm$419,8

Pelos resultados obtidos é possível concluir que o tecido de fibra de carbono apresenta uma carga de rotura significativamente mais elevada que o tecido das fibras de vidro.

Tal acontece devido à maior resistência das fibras de carbono, isoladamente, como se verificou na secção 3.3.1, bem como, devido à montagem do próprio tecido, uma vez que as fibras de vidro encontram-se na forma de tecido plano, enquanto que as de carbono encontram-se em sarja, que, regra geral, apresenta melhores propriedades mecânicas, tal como referido na secção 2.3.2.

3.3.3 Conclusões - Fibras

Após a análise das fibras de vidro e de carbono, conclui-se que as fibras de carbono apresentam uma melhor rigidez que as fibras de vidro, tal como seria expectável de acordo com os dados do fornecedor. Verificou-se também, que o tecido de fibra de carbono apresenta uma carga de rotura quase duas vezes superior ao tecido de fibra de vidro.

No entanto, apesar das melhores propriedades das fibras de carbono em comparação com as de vidro, o fator custo torna a decisão entre qual o tipo de fibras a utilizar ligeiramente mais complexa, uma vez que as fibras de carbono apresentam um custo bastante mais elevado do que as de vidro.

Em relação aos métodos de caracterização utilizados verificou-se que ambos são um bom método a nível comparativo, uma vez que permitem a caracterização dos dois tipos de fibras e respetivos tecidos nas mesmas condições. A nível de comparação com dos valores obtidos pelos método utilizado para caracterização das fibras com os valores da ficha técnica das mesmas constatou-se que, tanto para os provetes de fibra de vidro como de carbono, as propriedades obtidas foram relativamente próximas das apresentadas nas fichas técnicas (com discrepâncias de 10 e 11%, respetivamente), sendo que em ambos os casos o valor da ficha técnica se encontra dentro no intervalo estimado.

No que diz respeito aos ensaios dos tecidos de fibra, não é possível realizar nenhuma comparação com a ficha técnica, uma vez que nas mesmas não é apresentado nenhum dado relacionado com a carga de rotura dos tecidos.

3.4 Resinas

Para a caracterização das resinas é fundamental a plena compreensão do seu processo de cura, uma vez que as propriedades e desempenho em trabalho de um polímero termo endurecível, como a epóxi,

depende significativamente do seu grau de cura. Um polímero menos curado terá menor resistência ao calor e a solventes, bem como uma menor rigidez, quando comparado com um polímero com uma cura adequada [38]. Deste modo, as resinas foram submetidas a vários testes que permitiram otimizar as suas condições de cura.

Em relação às resinas utilizadas, consideraram-se duas resinas epóxi fenólicas de fornecedores distintos, a resina CX, de um fornecedor de pequena dimensão, e a resina AD, de um fornecedor de maior dimensão. Sendo que, de acordo com as respetivas fichas técnicas, ambas as resinas apresentam resistência à flexão semelhantes, no entanto os ciclos de cura recomendados para cada uma delas são muito distintos (Tabela 3.12).

Tabela 3.12: Propriedades das resinas

Propriedades	Resina CX	Resina AD
Resistência à flexão [MPa]	110	115
Ciclos de cura	6h a 70ºC	30min a 80ºC+20min a 120ºC

3.4.1 Cálculo das estequiometrias

Como referido na secção 2.3.3 a utilização de uma estequiometria resina/endurecedor (A/B) adequada é fundamental para que as propriedades finais do material sejam as mais otimizadas. Como tal, é necessário calcular este parâmetro.

Para calcular este rácio (em peso) é necessário conhecer o peso equivalente dos reagentes, ou seja, a massa de reagente que contém um grupo reacional. Sendo que, nos cálculos deve assegurar-se que um equivalente reage com 1 equivalente (1:1), ou seja, no presente caso, os equivalentes de pré-polímero de epóxi e de endurecedor deverão estar na proporção de 1 para 1.

Deste modo, através do peso equivalente de epóxi (EEW), ou seja, da quantidade de pré-polímero de epóxi em gramas que contem um grupo funcional reativo de epóxi, e do peso equivalente de hidrogénio ativo (AHEW), isto é, da quantidade de endurecedor em gramas que contem um funcional reativo de amina, considerando que um equivalente de epóxi reage com um equivalente de hidrogénio ativo, a razão estequiométrica A/B pode ser calculada através da equação 3.3 [39].

$$\frac{A}{B} = \frac{EEW}{AHEW} \tag{3.3}$$

Os valores de EEW e AHEW, bem como as estequiometrias calculadas para as resinas CX e AD encontram-se na Tabela 3.13.

Tabela 3.13: EEW e AHEW das resinas e respetivos endurecedores e A/B calculado

	Resina CX	Resina AD
EEW [gr/eq]	165-175	161-173
AHEW [gr/eq]	50	24,4
A/B	3,3-3,5	6,6-7,1

Após realizar o cálculo, optou-se por utilizar um rácio A/B de 3,3 e 6,7 para as resinas CX e AD, respetivamente. Optou-se por estes valores uma vez que se tratavam dos rácios recomendados pelos fabricantes e, simultâneamente, se encontravam dentro da gama de valores calculada.

3.4.2 Tempo de Gel

A determinação do tempo de gel é um parâmetro muito utilizado a nível industrial, uma vez que corresponde ao tempo que a resina tarda em torna-se viscosa ao ponto de que já não seja possível manuseá-la.

Neste trabalho, o tempo de gel foi determinado com o auxílio do instrumento *Gelnorm* (Figura 3.14), segundo um procedimento que tem por base as normas DIN 16945, DIN 16916 e EN 14022.

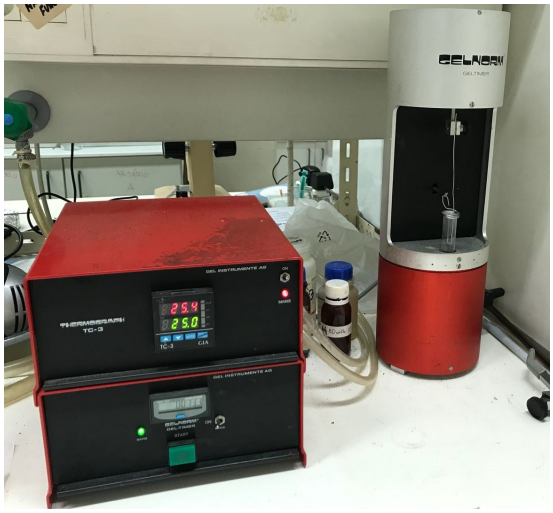


Figura 3.14: Ensaio de tempo de gel com a *Gelnorm*

Para a realização deste ensaio, as amostras de aproximadamente 12g de mistura resina-endurecedor, foram colocadas em tubos de ensaio de 160 mm de altura e 16mm de diâmetro. Em seguida, os tubos de ensaio foram colocados num suporte onde uma vareta fina de alumínio com a cabeça encaracolada executa ciclos de subida e descida, cada um deles com uma duração de 10 segundos, a uma temperatura controlada. Quando o ponto de gelificação é atingido, a resina gelificada oferece resistência ao movimento, fazendo com que a vareta fique presa na resina e se desprenda do atuador. Deste modo a contagem do tempo que foi iniciada no início do ensaio é interrompida, e o tempo de gel pode ser lido diretamente.

O ensaio foi realizado a três temperaturas que poderão corresponder a temperaturas ambiente, isto é, a temperaturas nas quais pode ocorrer o manuseamento da resina (20, 25 e 30ºC). Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 3.14.

Tabela 3.14: Tempos de gel a distintas temperaturas

	20ºC	25ºC	30ºC
Resina CX	3h 02min 17s	2h 45min 25s	2h 19min 38s
Resina AD	2h 27min 33s	2h 20min 1s	2h 16min 9s

Como é possível observar os tempos de gel obtidos para a resina CX foram, para todas as temperaturas utilizadas, superiores aos obtidos para a resina AD. No entanto, com o aumento da temperatura, esta diferença foi diminuindo, o que se deve às elevadas variações dos tempos de gel da resina CX (aproximadamente entre 17 e 26 minutos), quando comparadas às variações dos tempos de gel da resina AD (aproximadamente entre 7 e 4 minutos).

Deste modo, conclui-se que para temperaturas semelhantes à temperatura ambiente, a resina CX apresenta uma maior sensibilidade do que a resina AD. Contudo, ambas as resinas apresentam tempos de gel que permitem garantir que a produção do compósito possa ser executada sem que a resina utilizada para a laminação gelifique.

3.4.3 Calorimetria diferencial de varrimento (DSC) - Estudo da cura

A calorimetria diferencial de varrimento (DSC) é uma técnica térmica que mede o fluxo de calor que entra ou sai de uma amostra sob aquecimento ou arrefecimento a velocidade constante, ou sob condições isotérmicas, de uma maneira quantitativa como uma função direta em relação ao tempo ou à temperatura da amostra [40].

Uma vez que o processo de cura das resinas epóxi se trata de uma reação exotérmica, ou seja, na qual ocorre libertação de calor, e que a energia envolvida na reação corresponde maioritariamente à energia correspondente à abertura dos anéis de epóxi, considera-se que o pico exotérmico, observado no termograma obtido por DSC, simboliza a cura da resina. Deste modo é possível monitorizar por DSC a cura das resinas epóxi, e definir quais as condições em que a mesma deve ser realizada [25].

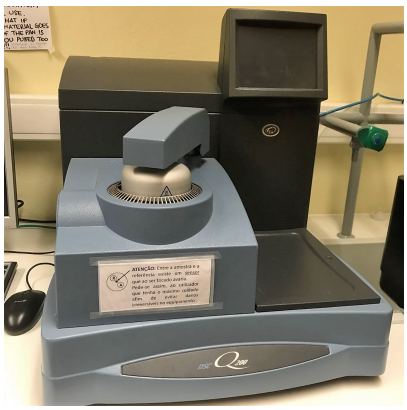
Para iniciar o estudo da cura das resinas as mesmas foram submetidas tanto a ensaios em rampa (com uma taxa de aquecimento contante) como isotérmicos, utilizando o equipamento DSC Q200 (Figura 3.15 (a)) com o auxílio do *software* TA Explorer.

Ensaios com taxas de aquecimento distintas

Primeiramente, as resinas não curadas foram submetidas a taxas de aquecimento distintas: 10, 15 e 20ºC/min.

Para tal foi realizada uma mistura de resina-endurecedor com as estequiometrias definidas anteriormente na secção 3.4.1. Em seguida, cerca de 4 mg de mistura foram colocados num cadinho (Figura

3.15 (b)) que foi posteriormente colocado na DSC Q200 ao lado de um cadinho de referência que se encontrava vazio.



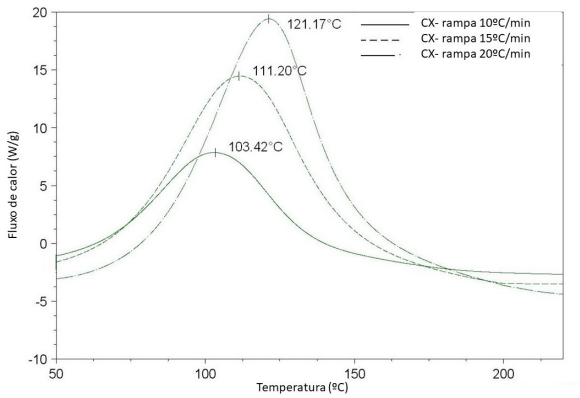
(a) DSC Q200

(b) Cadinho

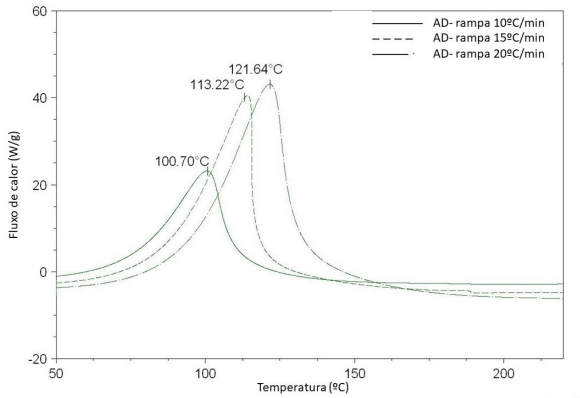
Figura 3.15: Material utilizado nos ensaios de DSC

Este processo foi realizado no menor tempo possível, de modo a que não se iniciasse o processo de cura antes da análise de DSC.

Através deste teste é possível analisar a temperatura do pico de cura (Figura 3.16), bem como o calor latente da reação, que resulta da integração do fluxo de calor no tempo, durante a cura (Tabela 3.15).



(a) Resina CX



(b) Resina AD

Figura 3.16: Resultados dos ensaios DSC em rampa

Tabela 3.15: Calor latente das reações de cura a distintas taxas de aquecimento e seu valor médio

	10ºC/min	15ºC/min	20ºC/min	Média
Resina CX [J/g]	49,54	54,58	53,07	52,39±2,11
Resina AD [J/g]	67,36	65,66	66,59	66,59±0,70

Conclui-se que com o aumento da taxa de aquecimento a cura inicia-se a uma temperatura mais

alta, provocando um aumento da magnitude do pico de cura, tal como seria espectável segundo [25].

Os resultados permitiram também concluir que a área do pico de cura é aproximadamente igual independentemente da taxa de aquecimento, o que se deve ao facto de o número de ligações cruzadas estabelecidas ser aproximadamente o mesmo, uma vez que o rácio A/B não foi alterado. A ligeira discrepância entre os valores obtidos pode ser devida ao fator erro humano associado à medição da área da curva.

Ensaios isotérmicos

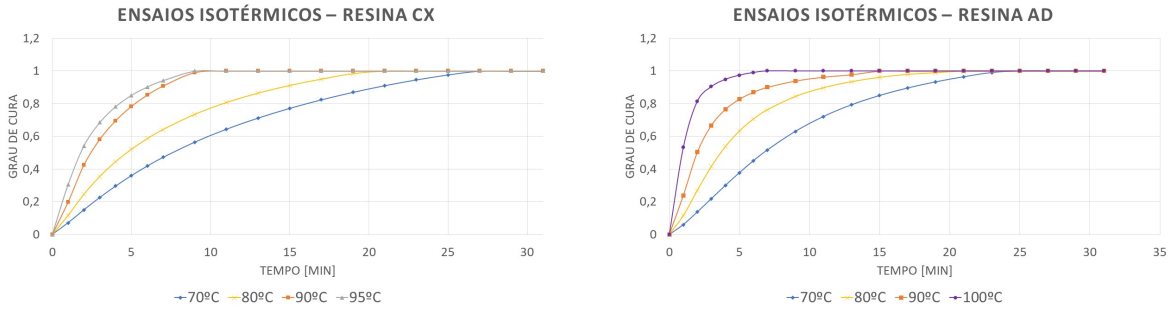
Seguidamente, foram realizados ensaios isotérmicos a distintas temperaturas, seguindo o procedimento experimental descrito para os ensaios com distintas taxas de aquecimento.

Através destes ensaios foi possível modelar as respetivas velocidades de cura a cada uma das temperaturas utilizadas. Sendo que, o grau de cura das amostras (α) pode ser calculado através da equação 3.4.

$$\alpha = \frac{H_{rxn} - H_r}{H_{rxn}} \tag{3.4}$$

Onde H_{rxn} é o calor latente da cura completa da resina, que pode ser obtido através de uma média dos valores para as distintas taxas de aquecimentos (Tabela 3.15) , e H_r é o calor latente libertado até um determinado instante de tempo [25].

Aplicando a equação 3.4 às curvas fluxo de calor-tempo resultantes dos ensaios isotérmicos é possível estudar a evolução do grau de cura ao longo do tempo a uma determinada temperatura (Figura 3.17).



(a) Resina CX

(b) Resina AD

Figura 3.17: Evolução do grau de cura das resinas ao longo do tempo a determinadas temperaturas

Observa-se que o grau de cura (conversão) alcançou valores próximos da unidade para as distintas temperaturas nos instantes apresentados na Tabela 3.16, para ambas as resinas.

Tabela 3.16: Instantes nos quais o grau de cura assume valores próximos da unidade

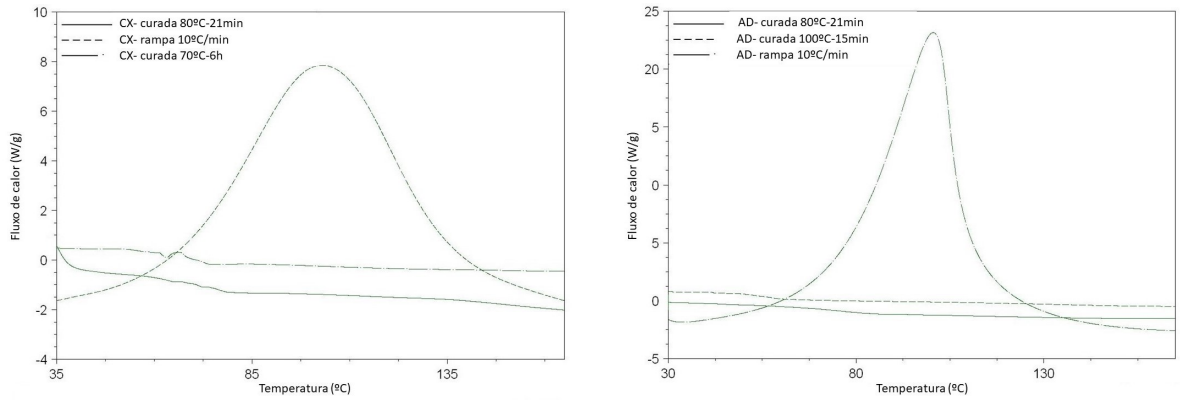
	70ºC	80ºC	90ºC	95ºC	100ºC
Resina CX	27 min	21 min	11 min	9 min	-
Resina AD	25 min	21 min	15 min	-	7 min

Como é possível verificar, para 70ºC a resina CX apresentou um tempo de cura mais elevado que a resina AD, para 80ºC ambas apresentaram o mesmo tempo de cura e para 90ºC a resina CX curou mais rapidamente que a resina AD. Verificando-se que, em ambos os casos, um aumento da temperatura conduz a uma diminuição do tempo de cura, tal como seria de prever de acordo com a Figura 2.12.

Após a realização destes ensaio, optou-se por utilizar no presente trabalho uma temperatura de cura de 80ºC, de modo a que os tempos de cura fossem iguais para ambas as resinas.

Verificação da cura

Por último, as resinas foram curadas de acordo com as condições recomendadas pelo fabricante e a 80ºC durante 21 minutos e, em seguida, foram submetidas novamente a DSC a uma taxa de aquecimento de 10ºC/min. Sendo que nos gráficos da Figura 3.18, são apresentados os resultados da DSC das resinas curadas em simultâneo com uma não curada, submetida a uma taxa de aquecimento de 10ºC/min, para que fosse utilizada como referência do pico de cura.



(a) Resina CX (b) Resina AD

Figura 3.18: Comparação do DSC das resinas não curadas com as curadas

Como é possível verificar as resinas parecem estar completamente curadas, uma vez que não é visível nenhum pico exotérmico. No entanto, ainda irão existir curas residuais e libertação de tensões, que deverão ser otimizadas durante a pós cura. Estes processos são mais difíceis de estudar através de análise térmica, pelo que devem ser investigados através de análise das propriedades mecânicas e dinâmico-mecânicas do material.

3.4.4 Ensaio de flexão - Estudo da pós-cura

De modo a analisar a influência da pós cura nas propriedades mecânicas da resina optou-se pela realização de ensaios de flexão. O processo de validação deste ensaio iniciou-se com a produção de provetes de resina epóxi, de acordo com a norma ASTM D790-03 [30].

Para o fabrico destes provetes foram testados vários métodos, durante os quais se constatou a formação de bolhas após o tratamento térmico da resina no forno (Figura 3.19 (a)). Com o objetivo de uma melhor compreensão deste fenómeno o processo de produção foi repetido diversas vezes, alterando alguns fatores, tais como, a temperatura, a quantidade e a forma (recipiente) na qual os mesmo estavam a ser produzidos.

(a) Produção 1 (b) Produção 2 (c) Produção 3

Figura 3.19: Formação de bolhas durante a produção dos provetes de resina

Após várias produções, conclui-se que os voláteis presentes na resina não conseguiam “escapar” antes de que a mesma se tornasse viscosa ao ponto de que a sua libertação fosse impossível, pelo que se decidiu reduzir a temperatura para 70ºC. Esta redução de temperatura resultou numa redução do aparecimento de bolhas, no entanto este fenómeno não desapareceu por completo (Figura 3.19 (b)). Em seguida, constatou-se também uma influência da espessura, pelo que se reduziu a mesma e, por fim, foi possível obter uma amostra sem bolhas (Figura 3.19 (c)). No entanto, esta amostra era relativamente pequena, e quando se repetiu o processo numa forma maior para que fosse possível produzir provetes para o ensaio à flexão voltou a constatar-se o aparecimento de bolhas.

Deste modo concluiu-se que este fenómeno deriva de distintos fatores, entre eles a espessura, a temperatura e o volume.

Devido ao tempo limitado para a concretização deste trabalho optou-se por prosseguir com o estudo da pós cura diretamente nas faces do compósito, constituídas por tecido de fibra e resina.

3.4.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A posteriori da realização dos ensaios no compósito final foi possível analisar os pré-polímeros de epóxi por Espectroscopia de infravermelho (IR) por transformada de Fourier (FT).

Neste tipo de análise, uma amostra é exposta a radiação infravermelha, sendo que, parte da radiação é absorvida pela amostra e outra parte é transmitida. O espectro resultante representa a

absorção e transmissão molecular, criando uma “impressão digital molecular” da amostra, uma vez que não há duas estruturas moleculares que produzam o mesmo espectro infravermelho.

Deste modo, a técnica FTIR pode ser utilizada para elucidar quanto à presença de grupos orgânicos característicos da estrutura molecular do pré-polímero.

Duas absorções no IR característico dos grupos de oxirano presentes nos pré-polímeros de epóxi podem ser vistas no intervalo de 4000 - 400 cm^{-1}. A primeira, deverá ser visível por volta de 915 cm^{-1}, e é devida, principalmente à deformação da ligação C-O do grupo oxirano. A segunda, encontra-se perto dos 3050 cm^{-1}, e é atribuída ao alongamento da ligação C-H dos anéis [41].

Os espectros para ambras as resinas (Figura 3.20) foram obtidos utilizando o instrumento Perkin-Elmer Spectrum Two com um ATR Miracle da Pike, utilizando 8 varreduras (scans) de acumulação e 8 cm^{-1} de resolução.

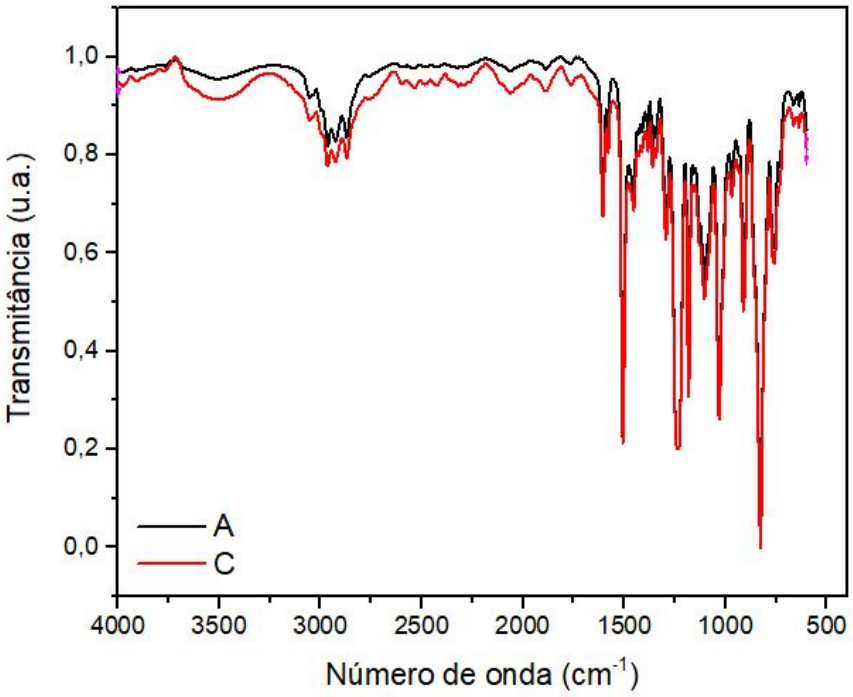


Figura 3.20: Espectros de FTIR dos pré-polímeros de epóxi

Verificou-se que este método permite identificar a presença dos anéis no pré-polímero de epóxi pelo que poderá também ser uma alternativa para o estudo das condições de cura das resinas, mais especificamente através da monotorização da evolução do pico a 915 cm^{-1} de uma mistura A/B ao longo do tempo [41].

3.4.6 Conclusões - Resinas epóxi

Uma vez que as diferenças nos tempos de cura não foram muito significativas e não foi possível avaliar diretamente as propriedades mecânicas das resinas, não seria viável nesta fase optar por uma das resinas. Deste modo, prosseguiu-se o estudo das faces com ambas as resinas. Sendo que, se decidiu

utilizar como temperatura de cura 70ºC em vez de 80ºC, uma vez que na resina CX não foi possível produzir amostras sem bolhas à temperatura de 80ºC. Deste modo, para que não houvesse problemas no futuro a temperatura de cura foi alterada.

3.5 Faces

De modo a caracterizar as faces e avaliar a influência da pós cura nas suas propriedades, foram realizados ensaios de tração.

3.5.1 Ensaio de tração - Estudo da pós-cura

Validação do Ensaio

Durante a validação deste ensaio foram testados distintos tipo de reforço nas extremidades dos provetes de faces de modo a evitar a fratura junto às amarras. Dos métodos utilizados, o que apresentou melhores resultados consistiu em reforços de cartolina com dimensões de 30x30mm colados aos provetes com cola super cola UHU - ultra rápida. Esta cola foi utilizada em substituição da cola UHU utilizada anteriormente (secção 3.3) pois, uma vez que se pretendia avaliar distintos tempos de pós cura, o processo de produção dos provetes deveria ser o mais breve possível.

Procedimento Experimental

Para a realização do ensaio de tração das faces foi utilizada a norma ASTM D3039 [31] como principal referência, pelo que foram produzidos provetes com as mesmas dimensões: 200X20mm com a espessura resultante da laminação (aproximadamente 0,23 e 0,29mm para as faces de fibras de vidro e de fibras de carbono, respetivamente).

Para a produção dos provetes os mesmo foram banhados com resina, de modo a conterem 60% de volume de fibras.

Uma vez que na ficha técnica das respetivas fibras apenas se indica a gramagem do tecido, foram realizadas várias medições da espessura aparente com o auxílio de um paquímetro digital, das quais se realizou uma média apresentada na Tabela 3.17, de modo a poder realizar-se uma estimativa do volume do tecido através do seu peso e densidade.

Tabela 3.17: Espessuras aparentes das malhas de fibra

	Espessura aparente [mm]
Fibra de vidro	0,18$\pm$0,008
Fibra de carbono	0,34$\pm$0,020

Em seguida os provetes foram colocados na prensa à temperatura de 70ºC a 1 bar durante os tempos definidos na secção 3.4.3, através de DSC (27 e 25 minutos para a resina CX e AD, respetiva-

mente). Após o seu arrefecimento à temperatura ambiente, alguns provetes foram colocados no forno para que ocorresse a pós cura enquanto que outros foram diretamente ensaiados. Deste modo, os provetes dividiram-se então em três categorias:

- Provetes do tipo 1: sem pós cura.
- Provetes do tipo 2: 3h no forno a 70°C.
- Provetes do tipo 3: 6h no forno a 70°C.

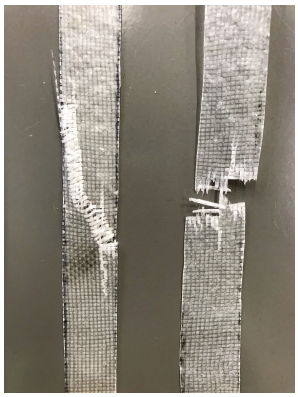
Os provetes produzidos (seis de cada tipo) foram tracionados à velocidade de 2mm/min com a célula de carga de 10KN. Sendo que durante os ensaios, mediu-se a carga aplicada no provete, em simultâneo com o deslocamento aparente do mesmo.

Análise de resultados

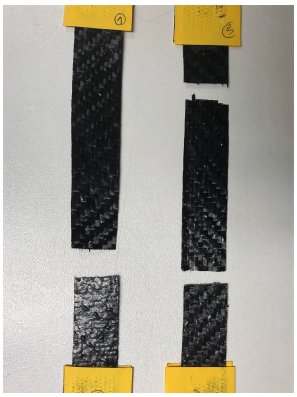
Após o ensaio foi possível identificar os distintos modos de falha das faces de fibra de vidro e de carbono.

No caso das faces de fibra de vidro os modos de falha identificados encontram-se representados na Figura 3.21 (a). No representado mais à esquerda, ocorre uma falha na resina, que se propaga pelo provete, enquanto que no representado à direita a falha corresponde a um comportamento mais frágil. O primeiro modo de falha ocorreu principalmente nos provetes sem pós cura, nos provetes com 6h de pós cura apenas se verificou o segundo modo de falha.

No caso das faces com fibra de carbono os modos de falha fora mais similares (Figura 3.21 (b)). Sendo que única diferença residiu no número de locais de rotura. Como é possível observar no provete da esquerda a rotura ocorreu apenas num local enquanto que no provete da direita ocorreu em dois. Este facto está relacionado com o aparecimento de micro falhas em vários pontos durante o ensaio. Quando, numa delas ocorre uma rotura completa, dá-se uma libertação de energia que, por vezes, provoca a rotura de outras micro falhas.



(a) Fibra de viro



(b) Fibra de carbono

Figura 3.21: Modos de falha dos provetes de faces

Em seguida, através dos valores medidos de carga aplicada, é possível calcular a tensão de rotura $\sigma_{rot} = \frac{P_{max}}{A_0}$, onde P_{max} é a carga máxima aplicada e A_0 a área da secção transversal do provete. Os valores obtidos para a média das tensões de rotura encontram-se representados graficamente na Figura 3.22, e especificados na Tabela 3.18. Sendo que no caso das faces de fibras de carbono, as mesmas apenas foram produzidas com resina CX pois, depois de ensaiar as faces de fibra de vidro com ambas as resinas decidiu-se prossegui o estudo com a resina CX, tal como será justificado mais à frente neste trabalho.

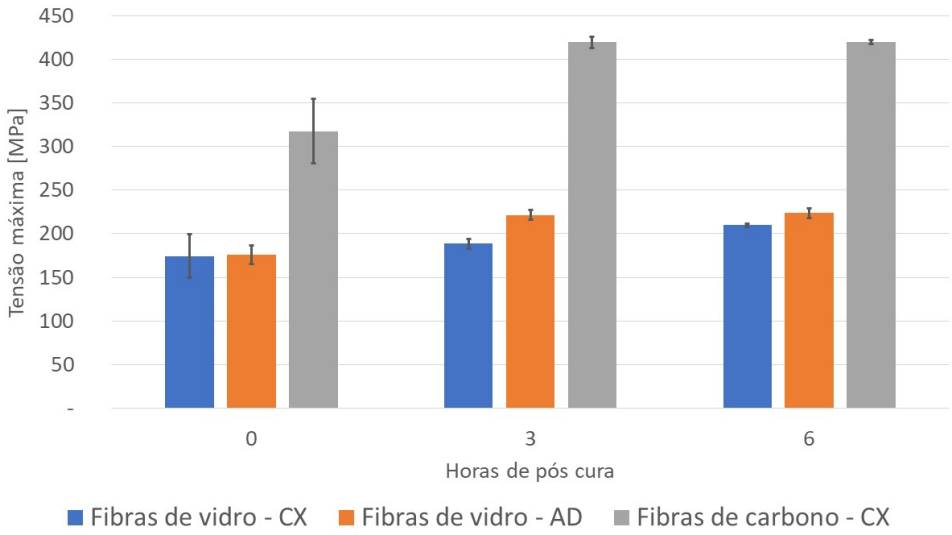


Figura 3.22: Evolução da tensão de rotura das faces com o tempo de pós cura das mesmas

Tabela 3.18: Tensões de rotura (em MPa) para as distintas faces com diferentes pós curas a 70ºC

	Sem pós cura	Pós cura de 3h	Pós cura de 6h
Fibras de vidro - Resina CX	174,3±24,9	198,8±5,6	209,7±1,9
Fibras de vidro - Resina AD	175,7±10,8	221,5±5,6	223,7 ±5,4
Fibras de carbono - Resina CX	317,5±37	419,5± 6,7	420,3±2,3

Como é possível observar na Figura 3.22 houve uma tendência para o aumento da média da tensão de rotura suportada pelas faces com a aplicação de um maior tempo de pós cura. Sendo que, em todos os casos, a diferença mais significativa ocorreu entre os provetes que não foram submetidos a qualquer pós cura e os que foram colocados a 70ºC durante 3h. A diferença entre estes últimos e os colocados à mesma temperatura durante 6h, já não é tão elevada.

É também notória, uma diminuição dos desvios padrão com o aumento do tempo de pós cura, o que demonstra que a aplicação deste processo é importante, não só para otimizar as propriedades do material, mas também para homogenizá-los, o que é de extrema importância a nível industrial para efeitos de qualidade.

Por último, comparando entre as diferentes faces testadas, nota-se que para as faces com fibra de

vidro a média das tensões de rotura obtidas para o máximo tempo de pós cura foi ligeiramente superior nas faces produzidas com a resina AD. Em relação às faces produzidas com fibra de carbono, estas apresentam tensões de rotura superiores a ambas as faces de fibra de vidro, no entanto a comparação mais direta deve ser realizada para as faces produzidas com a mesma resina. Deste modo, conclui-se que, apenas alterando as fibras de vidro para fibras de carbono, aplicando o máximo tempo de pós cura, a tensão de rotura aumenta para aproximadamente o dobro.

Em relação ao cálculo da rigidez, tal como na secção 3.3.1, foi necessário calcular a complacência da máquina para este ensaio. Para tal foram realizados provetes com três comprimentos distintos, 100, 200 e 300 mm (Figura 3.23), de modo a repetir o processo descrito anteriormente.

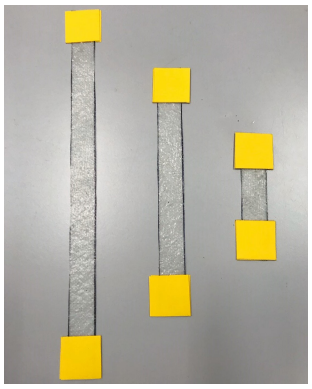
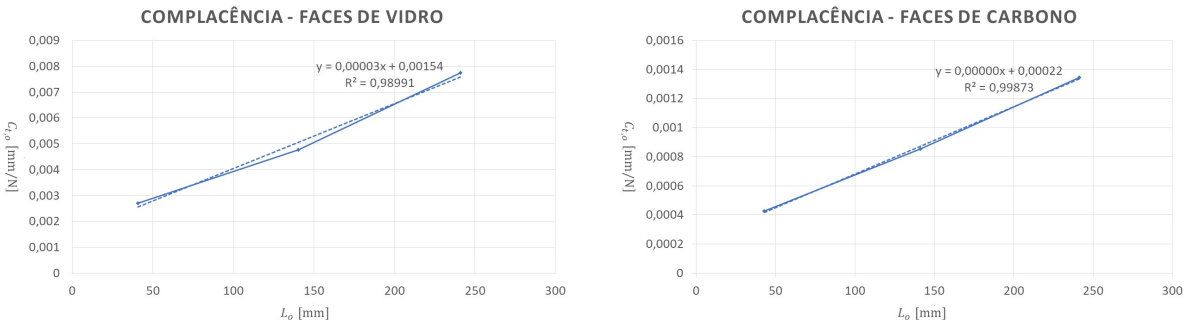


Figura 3.23: Provetes para determinação da complacência do sistema de amarração para o ensaio de tração das faces

Sendo que os valores de $C_{t,o}$ em função dos comprimentos dos provetes encontram-se representados na Figura 3.24.



(a) Faces de fibra de vidro

(b) Faces de fibra de carbono

Figura 3.24: Determinação da complacência do sistema de amarração (C_l) para o ensaio de tração das faces

Efetuando uma regressão linear obtêm-se o valor de C_l, para os provetes de faces de fibra de vidro e de carbono, apresentados na Tabela 3.19.

Tabela 3.19: Valores de C_l para o ensaio de tração das faces

	C_l [mm/N]
Faces de fibras de vidro	0,00154
Faces de fibras de carbono	0,00022

Após conhecer os valores de C_l é então possível calcular a rigidez de cada um dos provetes de faces, através da Equação 3.2. As médias dos valores obtidos encontram-se representados graficamente na Figura 3.25 e especificadas na Tabela 3.20.

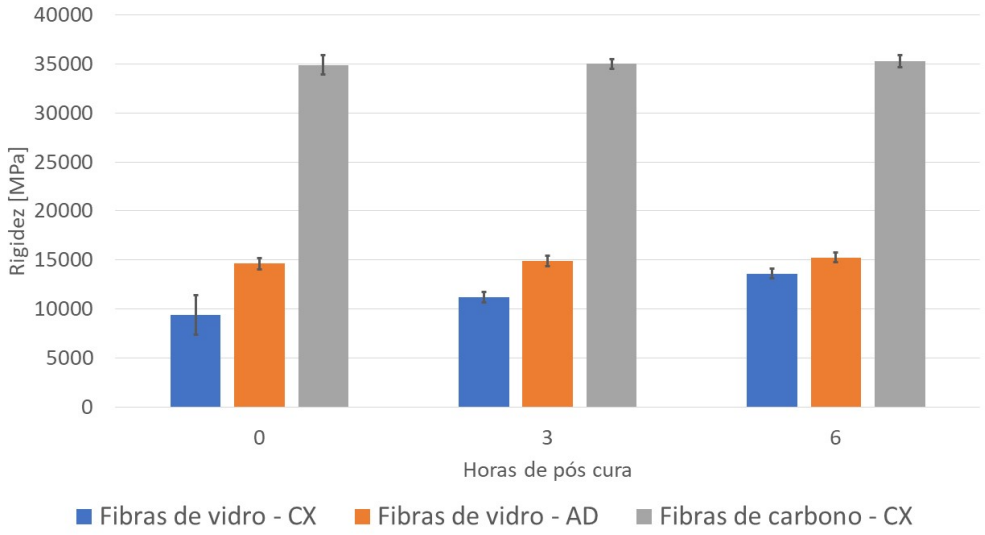


Figura 3.25: Evolução da rigidez das faces com o tempo de pós cura das mesmas

Tabela 3.20: Rigidez (em GPa) para as distintas faces com diferentes pós curas a 70ºC

	Sem pós cura	Pós cura de 3h	Pós cura de 6h
Fibras de vidro - Resina CX	9,37±2,01	11,23±0,53	13,61±0,51
Fibras de vidro - Resina AD	14,62±0,57	14,91±0,54	15,26 ±0,51
Fibras de carbono - Resina CX	34,88±0,98	34,99±0,63	35,30 ± 0,52

Tal como para os valores obtidos para a tensões de rotura, também na Figura 3.25 é possível observar uma tendência do aumento da rigidez média dos provetes com a aplicação de um maior tempo de pós cura à temperatura de 70ºC. No entanto, para esta propriedade o aumento foi mais gradual, não se notando uma discrepância tão elevada dos valores. Sendo que, também se verificou novamente uma diminuição do desvio padrão com o aumento do tempo de pós cura.

Por último, comparando entre as diferentes faces testadas, verificou-se, tal como para as tensões de rotura, que para as faces com fibra de vidro a média da rigidez obtida para o máximo tempo de pós cura

foi ligeiramente superior nas faces produzidas com a resina AD. Em relação às faces produzidas com fibra de carbono, estas apresentam uma rigidez superior a ambas as faces de fibra de vidro. Sendo que, se conclui que, apenas alterando as fibras de vidro para fibras de carbono, aplicando o máximo tempo de pós cura, a rigidez aumenta para aproximadamente o dobro.

3.5.2 Conclusões - Faces

Através deste ensaio de tração, foi possível concluir que a pós cura tem de facto influência nas propriedades mecânicas do compósito, otimizando-as e contribuindo também para a homogenização das mesmas, pelo que se trata de uma etapa importante no processo de produção.

Verificou-se também que, para a resina CX o tempo de pós cura aplicado deverá ser de 6h a 70ºC, enquanto que para a resina AD, a diferença nas propriedades das faces expostas a 3h e 6h a 70ºC é muito baixa, pelo que a melhor combinação de propriedades e tempo de pós cura resulta de 3h a 70ºC.

Após estes ensaios, decidiu-se prosseguir o estudo com a resina CX. Apesar das propriedades obtidas para as faces produzidas com a resina AD serem ligeiramente superiores às obtidas com a resina CX (em média cerca de 7 e 12% superiores), esta decisão teve por base decisões de logística, relacionadas com um processo de produção em curso.

Em relação ao método utilizado, conclui-se que apesar de ter demonstrado o efeito da pós cura nas propriedades das faces, talvez não seja o procedimento mais adequado para estudar este fator. Tal deve-se ao facto de que, para avaliar a pós cura deste modo, é utilizada uma análise discreta em vez de uma análise continua, ou seja, os tempos de cura são definidos previamente em vez de irem sendo adquiridos dados ao longo do tempo.

Capítulo 4

Caracterização do Compósito *Sandwich*

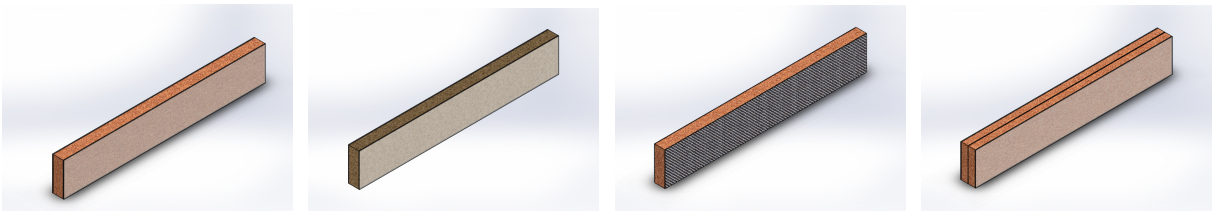
4.1 O compósito *sandwich*

Após caracterizar os distintos constituintes do compósito *sandwich*, pretende-se compreender qual a sua influência nas propriedades do compósito final. Deste modo, desenvolveram-se várias combinações fibra-núcleo que foram posteriormente testadas. Sendo que a resina utilizada em todas as configurações foi a resina CX, devido a um processo de produção em curso.

4.1.1 Distintas configurações

As configurações produzidas foram as seguintes:

- **NL20 - Fibra de vidro (C1)**: configuração convencional com duas faces de fibra de vidro e resina epóxi CX, separadas por um núcleo de aglomerado de cortiça NL20 de 15 mm de espessura (Figura 4.1 (a)).
- **NL11 - Fibra de vidro (C2)**: configuração convencional com duas faces de fibra de vidro e resina epóxi CX, separadas por um núcleo de aglomerado de cortiça NL11 de 15 mm de espessura (Figura 4.1 (b)).
- **NL20 - Fibra de carbono (C3)**: configuração convencional com duas faces de fibra de carbono e resina epóxi CX, separadas por um núcleo de aglomerado de cortiça NL20 de 15 mm de espessura (Figura 4.1 (c)).
- **NL20 - Fibra de vidro - Dupla (C4)**: configuração que visa ao aumento da rigidez através da utilização de uma estrutura "duplicada", constituída por três faces de fibra de vidro e resina epóxi CX, separadas entre si por dois núcleos de aglomerado de cortiça NL20 de 10 mm de espessura (Figura 4.1 (d)).



(a) Configuração 1 (C1) (b) Configuração 2 (C2) (c) Configuração 3 (C3) (d) Configuração 4 (C4)

Figura 4.1: Configurações *sandwich* em estudo

4.1.2 Produção do compósito

O compósito *sandwich* foi produzido com o método de laminação manual (*Hand Lay-up*), que pode ser descrito por várias etapas:

- **Preparação dos materiais constituintes**: Corte das placas de aglomerado de cortiça e das fibras com as dimensões desejadas, e cálculo, pesagem e mistura do pré-polímero de epóxi com o endurecedor de modo a iniciar a reação de cura.
- **Laminação**: Metade da mistura de epóxi produzida é colocada sobre a placa de aglomerado de cortiça e bem distribuída sobre a mesma com auxílio de uma espátula. Em seguida coloca-se o tecido de fibra bem esticado sobre o aglomerado, sendo que, é necessário verificar que as fibras são colocadas com a orientação pretendida. Para terminar a laminação, a outra metade de mistura é vertida sobre o tecido e distribuído uniformemente sobre o mesmo, novamente com o auxílio da espátula.
- **Pressão e temperatura:** Após a laminação de um dos lados da placa, a mesma é colocada numa prensa onde se aplica uma pressão de 1 bar, à temperatura de 70ºC durante o tempo definido anteriormente como tempo de cura por DSC (secção 3.4.3).
- **Segunda laminação**: Depois de retirar a placa da prensa, espera-se que a mesma arrefeça à temperatura ambiente, e repete-se o processo de laminação no outro lado. Em seguida, a placa é novamente colocada na prensa nas condições anteriores.
- **Arrefecimento:** Após retirar a placa da prensa pela segunda vez, já com ambos os lados laminados, a mesma é deixada a arrefecer à temperatura ambiente.
- **Corte:** Após arrefecida, procede-se ao corte da placa em provetes com as dimensões desejadas, com o auxílio de uma serra de recortes.
- **Pós cura:** Uma vez cortados, os provetes são colocados num forno a 70ºC, para prosseguir com a pós cura nas condições previamente definidas (secção 3.5).

Este processo de produção do compósito *sandwich* apresenta como vantagens o facto de se tratar de um método simples, que requer um baixo investimento, no qual a quantidade de fibra e de matriz

utilizadas é facilmente controlada, através de uma balança, e que permite a produção de peças de diversas formas e dimensões.

Como desvantagens este método apresenta o facto de ser um processo de produção, cuja qualidade do resultado final deriva fortemente da habilidade do laminador [1].

Cálculos das quantidades de resina

Para manter os *standards* do processo de laminagem é necessário definir um método para o cálculo da resina necessária para produzir o compósito.

Tal como nas faces anteriormente ensaiadas (secção 3.5), também no compósito final são utilizadas faces com 60% de volume de fibras. No entanto, para o processo de produção, uma relação de volumes não é a mais funcional para calcular qual a quantidade de resina necessária para uma determinada quantidade de fibras. Deste modo, é vantajoso converter a relação de volumes numa relação de pesos, o que pode ser feito através da equação 4.1.

$$\frac{V_f}{V_m} = \frac{0,6V_c}{0,4V_c} = \frac{W_f \times \rho_m}{W_m \times \rho_f} \tag{4.1}$$

Onde V_f, V_m e V_c representam o volume das fibras, da matriz e do compósito, respetivamente, W_f e W_m representam o peso das fibras e da matriz, e ρ_f e ρ_m as densidades das fibras e da matriz. Substituindo as densidades da resina e das fibras de vidro e carbono a ser utilizadas, é possível obter as seguintes relações de pesos apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Relação de pesos matriz/fibra para a produção das faces

	Fibra de vidro - 205	Fibra de carbono - 200
$\frac{W_m}{W_f}$	$\approx 67\%$	$\approx 130\%$

Deste modo, para a produção do compósito apenas é necessário medir a área da fibra a ser utilizada e multiplicar pela gramagem (dado da ficha técnica), obtendo o respetivo peso. Conhecendo o peso do tecido de fibra, através das relações da Tabela 4.1 é possível calcular o peso da resina necessária para a face (W_{m_1}).

No entanto, a resina utilizada para produzir o compósito em questão, não corresponde apenas ao 40% de volume no laminado, é também necessária resina para a adesão entre as faces e o núcleo. Esta componente, depende apenas da área de contacto entre as faces e o núcleo, sendo que pode ser calculada através da equação 4.2.

$$W_{m_2} = 6,90 \times 10^{-5} \times A_{contacto} \tag{4.2}$$

Onde W_{m_2} simboliza a quantidade, em gramas, de resina necessária para a adesão, e $A_{contacto}$, a área de contacto entre a face e o núcleo, em mm^2.

Nas faces exteriores apenas era necessária uma camada de resina de adesão. Contudo, utilizam-se duas camadas, não para efeitos de adesão, mas sim para proteção do compósito a impactos e outros tipos de danos externos.

Por último, é também necessário considerar que uma fração de resina utilizada é absorvida pelo aglomerado de cortiça (W_{m_3}). Sendo que esta parcela depende do tipo de aglomerado utilizado, bem como da área do mesmo. As expressões para o cálculo da quantidade do *uptake* de resina para cada um dos aglomerados de cortiça utilizados encontra-se na Tabela 4.2, onde W_{m_3} simboliza a quantidade, em gramas, do *uptake* de resina, e $A_{contacto}$, a área de contacto entre a face e o núcleo, em mm^2.

Tabela 4.2: Cálculo da resina absorvida pelos aglomerados de cortiça

	NL20	NL11
W_{m_3}	$5,52 \times 10^{-5} \times A_{contacto}$	$1,10 \times 10^{-4} \times A_{contacto}$

Compreende-se então que, para calcular a resina total necessária para a produção do compósito é necessário considerar três contribuições: a da laminagem (W_{m_1}), calculada com as relações de pesos da Tabela 4.1, a da adesão (W_{m_2}), calculada através da equação 4.2, e a do *uptake* da cortiça (W_{m_3}), calculada com as expressões da Tabelas 4.2.

Ao longo dos processos de produção constatou-se que na segunda laminação, ou seja, depois da placa já ter sido colocada uma vez na prensa, a resina produzida nunca era utilizada por completo. Ou seja, a resina necessária para a segunda laminação é ligeiramente inferior à necessária para a primeira. Tal deverá estar relacionado com o facto de a cortiça ter sido comprimida na prensa, fazendo com que haja menos "espaço livre" para que a resina se infiltre no aglomerado. No entanto, não foi possível quantificar esta diferença.

4.2 Ensaio de flexão de 4 pontos

Após produzir os compósitos com as distintas configurações de acordo com o processo descrito na secção 4.1.2, foi necessário definir um método de caracterização para determinar a rigidez à flexão dos compósitos.

Para tal, foi utilizado um ensaio de flexão de quatro pontos. Sendo que, este ensaio se considerou mais vantajoso que um ensaio de flexão de três pontos, uma vez que este minimiza o efeito das tensões de contacto (não se trata de uma carga pontual), simulando de uma forma mais realista uma aplicação em contexto real, uma vez que na maioria dos casos são cargas distribuídas.

4.2.1 Validação do ensaio

Apesar deste tipo de ensaio já ter sido realizado em trabalhos anteriores em compósitos com núcleo de cortiça [42], em tais casos o compósito continha um componente adicional em relação ao compósito

a ser caracterizado neste trabalho (a pedra). Deste modo, o ensaio de flexão de 4 pontos apenas foi aplicado a compósitos *sandwich* com núcleo de cortiça assimétricos.

Como tal, considerou-se importante iniciar-se a validação deste ensaio através da aplicação as normas ASTM desenvolvidas para determinar a rigidez de compósitos *sandwich* convencionais, que revelaram anteriormente não ser adequadas para o compósito assimétrico.

Aplicação das normas ASTM C393 e ASTM D750

Para a realização deste ensaio foi inicialmente utilizada como referência a norma ASTM C393 [32] e D7250 [33], que permitem calcular a rigidez à flexão e ao corte de vigas de compósitos *sandwich*.

De acordo com estas normas, é necessário testar os provetes em pelo menos duas configurações de carregamento distintas, sendo que o provete de teste utilizado nas duas configurações deverá ser o mesmo, de modo a garantir as mesmas propriedades do material em ambos os ensaios. Deste modo, é necessário assegurar que as forças aplicadas são mantidas consideravelmente baixas, para que não provoquem falhas e deformações permanentes nos provetes.

As duas configurações de carregamento escolhidas encontram-se representadas na Figura 4.2, ambas com um vão de suporte de $S = 250$mm, e com $L_1 = 2S_1/11$ e $L_2 = S_2/3$. A escolha destas configurações residiu no facto de serem as que apresentam uma maior diferença no vão de carregamento, proporcionando deste modo, melhores resultados.

(a) Configuração de carregamento 1

(b) Configuração de carrgamento 2

Figura 4.2: Configurações de carregamento utilizadas para os ensaios de flexão de 4 pontos [32]

Após a realização dos ensaios, a rigidez deve ser calculada num troço no qual se assume a linearidade da resposta força-deslocamento, tanto para o núcleo como para as fibras.

O cálculo deve ser realizado, no mínimo, em 10 níveis de carga igualmente espaçados, sendo que o valor final da rigidez resulta da média destes valores. Para as configurações utilizadas a rigidez à flexão (D) e ao corte (U), podem ser obtida através das Equações 4.3 e 4.4, respetivamente.

$$D = \frac{P_1 S_1^3 (2538 - 2783 S_2^2/S_1^2)}{5808 \Delta_1 (22 - 27 P_1 S_1 \Delta_2 / P_2 S_2 \Delta_1)} \tag{4.3}$$

$$U = \frac{9 P_1 S_1 (2538 S_1^2/S_2^2 - 2783)}{4 \Delta_1 (34263 (P_1 S_1^3 \Delta_2 / P_2 S_s^3 \Delta_1) - 30613)} \tag{4.4}$$

Sendo que a tensão à flexão pode ser calculada através da equação 4.5.

$$\sigma_f = \frac{3P(S-L)}{2bt^2} \tag{4.5}$$

Para compreender qual o valor da carga na configuração de carregamento 2 que provoca a mesma tensão que uma dada carga na configuração de carregamento 1 procedeu-se ao seguinte cálculo:

$$\sigma_{f_1} = \sigma_{f_2} \Leftrightarrow \frac{3P_1(S-2S/11)}{2bt^2} = \frac{3P_2(S-S/3)}{2bt^2} \Leftrightarrow P_1 = \frac{22}{27}P_2 \approx 0,815P_2 \tag{4.6}$$

Deste modo, conhecendo as cargas equivalentes nas duas configurações de carregamento, é possível calcular a rigidez à flexão e ao corte, através das equações 4.3 e 4.4, respetivamente.

No entanto, após a realização de ensaios deste tipo, verificou-se que o cálculos dependem de um declive ponto a ponto, que apresenta elevadas discrepâncias, o que conduzia ao aparecimento de valores negativos, que não apresenta qualquer significado físico. Pelo que se concluiu que a aplicação das normas ASTM C393 e D7250, não se trata do melhor método para o cálculo da rigidez à flexão dos provetes em análise.

Método da regressão linear da rigidez em função do vão de suporte

Uma vez que os resultados da aplicação das normas ASTM específicas para a flexão de compósitos *sandwich* não foram satisfatórios. Em seguida, optou-se pela aplicação do método da regressão linear da rigidez em função do vão de suporte. Sendo que este método já tinha sido anteriormente aplicado em compósitos assimétricos com núcleo de cortiça [42].

Este método tem por base a realização de vários ensaios de quatro pontos com a mesma configuração de carregamento, mas incrementado o comprimento do vão de suporte (S=100mm, S=150mm, S=200mm e S=250mm). Sendo que, tal como na norma ASTM D750, o provete de teste utilizado para os distintos comprimentos de vão deverá ser o mesmo, de modo a garantir as mesmas propriedades do material em ambos os ensaios. Pelo que, uma vez mais, é necessário assegurar que não ocorrem falhas nem deformações permanentes nos provetes durante os ensaios.

Deduzindo a equação de deflexão a meio vão e substituindo $L = S/3$, uma vez que a configuração utilizada foi a representada na Figura 4.2 (b), obtém-se uma expressão que se assemelha a uma equação linear do tipo $y = mx + q$ (equação 4.7).

$$\frac{\Delta}{SP} = \frac{1,7}{96D}S^2 + \frac{1}{6U} \tag{4.7}$$

Traçando o gráfico da equação 4.7 em função do quadrado do comprimento do vão de suporte (S^2), pode ser delineada uma regressão linear que, por sua vez, permite o cálculo da rigidez à flexão e ao corte através das equações 4.8 e 4.9, respetivamente.

$$D = \frac{1,7}{96m} \tag{4.8}$$

$$U = \frac{1}{6q} \tag{4.9}$$

Após a realização de um ensaio de validação comprovou-se que este método se adequa aos provetes produzidos.

Determinação do tempo de restituição da cortiça

Uma vez que o mesmo provete é diversas vezes submetido ao ensaio de flexão, é importante conhecer o tempo que o mesmo demora até recuperar do ensaio.

De modo a que fosse possível determinar o tempo de restituição dos provetes após a aplicação de 40% da carga máxima foi utilizado um sistema de correlação digital de imagem (DIC), denominado por VIC.

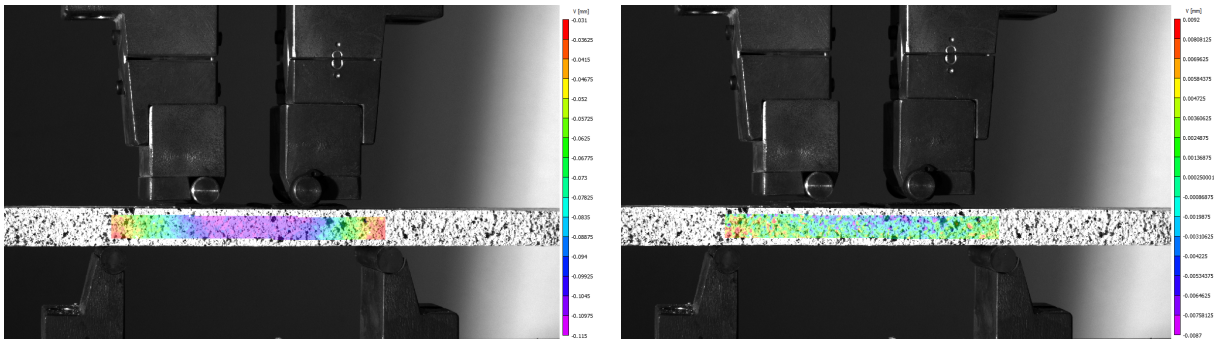
Este sistema é composto por um *hardware*, constituído por duas câmaras (para análises em 2D ou 3D) que capturam imagens a preto e branco, adquirindo dados sem qualquer tipo de interação com o provete. Sendo que neste caso se pretende analisar as deflexões numa única direção, utiliza-se apenas uma das câmaras para análise 2D.

O *software* do sistema funciona com base no mapeamento e seguimento de pixéis, sendo necessária uma calibração mm/pixel para cada análise.

Para tal é necessário pintar os provetes de branco e, em seguida, criar um padrão aleatório de pontos negros cujo tamanho esteja entre 3 a 7 pixéis. Em seguida, depois de deixar secar a pintura, aplicou-se uma carga de 40% da carga máxima e após a retirada da mesma inicia-se a aquisição de dados, através de fotografias com um intervalo pré definido de 1 minuto.

Este ensaio foi realizado nos provetes da configuração C2 e C3, uma vez que seria esperado que estas fossem as configurações que apresentassem menor e maior rigidez, respectivamente.

Na Figura 4.3 encontram-se imagens captadas pelo VIC para a configuração C3, logo após a retirada da carga no final do ensaio e 5 minutos após o primeiro instante.



(a) Logo após a retirada da carga

(b) 5 min após retirar a carga

Figura 4.3: Resultados da análise da restituição com o VIC na configuração C3

Após este ensaio conclui-se que, para a configuração C3, ao fim de 5 minutos, a deformação máxima registada no provete diminuiu de 0,115 mm (Figura 4.3 (a)) para 0,087 mm (Figura 4.3 (b)). Sendo que, após a aplicação da carga a região entre os roletes superiores apresentava a deformação máxima e, 5 minutos após o ensaio já apresentava uma deformação mais uniforme com as restantes áreas do provete.

Para a configuração C2, para uma redução equivalente das deformações, obteve-se um tempo de restituição de 3 minutos após a retirada da carga.

Pelo que se concluiu que deverá decorrer um intervalo mínimo de 5 minutos, desde que termina o ensaio do provete numa determinada configuração de carregamento, até que o mesmo volte a ser ensaiado.

4.2.2 Procedimento Experimental

O procedimento experimental inicia-se com a produção de oito provetes de cada uma das configurações a ser analisadas (Figura 4.1), de acordo com o método descrito na secção 4.1.2, com as dimensões de 300x50mm, e a espessura resultante da laminação.

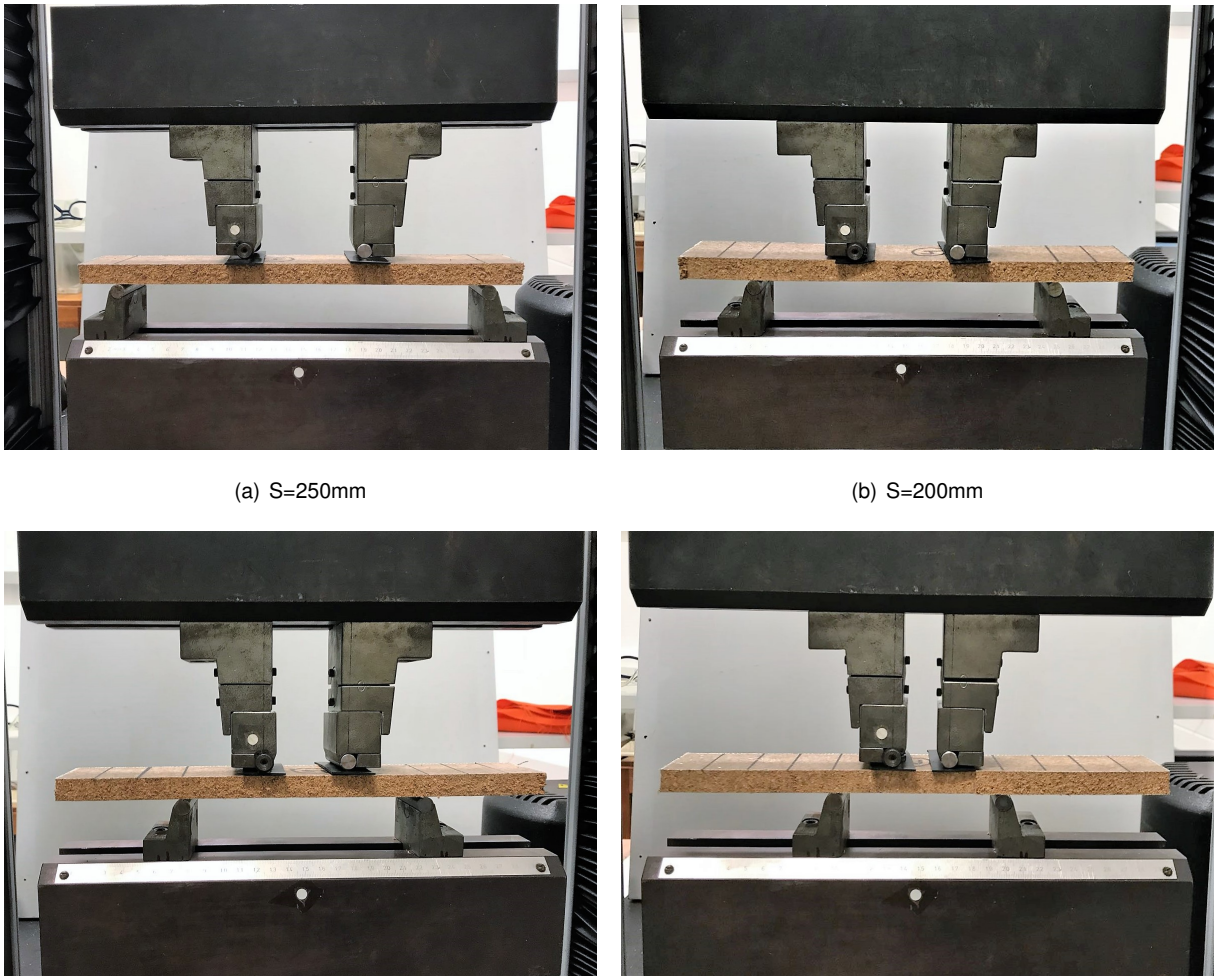
Três dos provetes produzidos foram utilizados para determinação da carga máxima, e os restantes cinco para o cálculo da rigidez à flexão.

Os três primeiros ensaios foram realizados com um vão de suporte de S=250mm, uma vez que a carga equivalente para os vãos mais curtos será superior, pelo que este seria o valor maior critico. Para os restantes comprimentos de vão de suporte, uma relação com a carga máxima para S=250mm pode ser estabelecida através da equação 4.5. As relações calculadas encontram-se na Tabela 4.3.

Tabela 4.3: Carga máxima para os distintos valores de suporte de vão

	100	150	200	250
Carga máxima	$\frac{5}{4}P_{Max}$	$\frac{5}{3}P_{Max}$	$\frac{5}{2}P_{Max}$	P_{Max}

Em seguida os restantes cinco provetes foram ensaiados para os quatro comprimentos de suporte de vão (Figura 4.4), sendo que é necessário garantir que o tempo de restituição da cortiça é respeitado.



(a) S=250mm

(b) S=200mm

(c) S=150mm

(d) S=100mm

Figura 4.4: Configurações de carga utilizadas para determinar a rigidez

4.2.3 Resultados

Após ensaiar os três primeiros provetes, obtiveram-se os valores de carga máxima para um vão de suporte de S=250mm apresentados na Tabela 4.4, para cada uma das configurações de compósito testadas. No caso da configuração C4 a carga máxima apresentada não corresponde a carga máxima suportada pelo provete, uma vez que o mesmo apresenta uma falha e, em seguida, a carga continua a aumentar até cerca de 403,03$\pm$28,93 N, notando-se apenas una alteração no declive da curva força-deslocamento.

Tabela 4.4: Média das cargas máximas para as distintas configurações do compósito

	C1	C2	C3	C4
Carga máxima [N]	238,8 $\pm$8,5	69,05 $\pm$ 11,3	386,6 $\pm$ 26,4	142,9 $\pm$ 6,8

Após ensaiar os provetes para os distintos valores de vão de suporte, calculou-se a rigidez das configurações de compósito testadas, através do método anteriormente descrito. Os valores obtidos

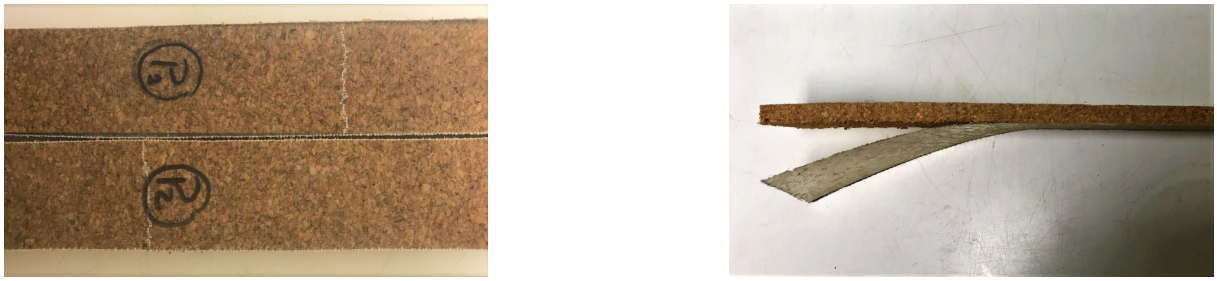
encontram-se na Tabela 4.5.

Tabela 4.5: Rigidez à flexão para as distintas configurações

	C1	C2	C3	C4
Rigidez à flexão [MPa]	17,85±1,25	6,50±0,32	50,41±6,74	28,49±2,91

Modos de falha

Após a realização dos ensaios foram identificados dois modos de falha distintos, a falha das faces debaixo de um dos roletes e a delaminação, representados na Figura 2.2 (a) e (b), respetivamente.



(a) Falha das faces (b) Delaminção

Figura 4.5: Modos de falha identificados nos provetes ensaiados à flexão

A falha das faces foi o modo de falha característico das configurações C1, C3 e C4, sendo que apenas variou o rolete sob o qual ocorreu a falha. No caso da configuração C2 a falha ocorreu por delaminação, o que poderá dever-se ao "pó" superficial apresentado pelo aglomerado de cortiça NL11 para lhe conferir uma maior resistência às chamas. A presença deste componente poderá dificultar a adesão das faces ao núcleo, originando a falha por delaminação. O que demonstra que talvez seja mais vantajosa a utilização de aglomerado de cortiça NL20 e adicionar um retardante de chama à formulação da resina epóxi.

4.3 Análise comparativa entre as distintas configurações

Em todos os processos de projeto de uma determinada estrutura, um passo importante é a seleção do material a ser utilizado, sendo que, cada aplicação, exige um determinado perfil de material [43].

Este processo pode ser dividido em duas etapas principais:

1. Identificar o perfil requerido pela estrutura;
2. Comparar o perfil pretendido com as propriedades dos materiais considerados de modo a encontra o que melhor se adequa.

Uma vez que neste trabalho não foi considerada uma aplicação específica, apenas se realizou a segunda etapa. Deste modo, compararam-se algumas das propriedades das configurações desenvol-

vidas entre elas, as densidades de área, as propriedades mecânicas obtidas pelos ensaios de flexão de quatro pontos e os custos de produção.

4.3.1 Análise das densidades de área

Como referido anteriormente, o peso constitui um importante fator na indústria aeronáutica, pelo que deve ser sempre um elemento considerado aquando da decisão sobre qual o material a utilizar.

Para avaliar este fator foram pesados e dimensionados os vários provetes de cada uma das configurações, de modo a que fosse possível realizar uma estimativa das respetivas densidades de área, as médias dos valores calculados encontram-se na Tabela 4.6.

Tabela 4.6: Densidades de área das distintas configurações

	C1	C2	C3	C4
Densidade de área [Kg/m^2]	46,84 $\pm$0,33	37,38$\pm$0,90	47,60 $\pm$0,88	56,39$\pm$0,65

Através desta análise é possível constatar que a configuração C2 trata-se da que apresenta uma menor densidade de área. Tal deve-se ao facto de apesar do NL11 apresentar um *uptake* de resina superior ao NL20, apresenta também uma densidade muito inferior (diferença de 40 Kg/m^3). Pelo que se conclui que o primeiro fator não é suficiente para compensar a diferença de densidades dos dois aglomerados de cortiça.

Comparando a configuração C1 com a configuração C3, é possível compreender que estas apresentam densidades de área muito semelhantes. Pelo que a diferença de peso das fibras de carbono (mais leves) e das fibras de vidro (mais pesadas), é, neste caso, compensada pela resina requerida a mais pelas fibras de carbono em comparação com as fibras de vidro.

Por último, a configuração que apresenta uma maior densidade de área é, como se previa, a configuração C4, uma vez que esta recorre a utilização de mais materiais que as configurações anteriores.

4.3.2 Análise das propriedades mecânicas

Em relação às propriedades mecânicas podem ser analisados os dados resultantes dos ensaios de flexão de 4 pontos, através da rigidez à flexão (Tabela 4.5) determinada para as distintas configurações.

Constata-se que a configuração C2 foi a que apresentou menor rigidez à flexão. Sendo que este resultado reflete as fracas propriedades do aglomerado de cortiça utilizado (NL11) em comparação com as do aglomerado utilizado na configuração C1 (NL20), tal como se tinha averiguado anteriormente (secção 3.2). Esta discrepância de propriedades conduziu a uma diminuição da rigidez à flexão na configuração C2 em comparação com a configuração C1.

Verifica-se também que a utilização de faces de fibra de carbono (configuração C3) em prol de fibras de vidro (configuração C1), resultou num aumento muito significativo da rigidez.

Por último, o recurso a uma configuração alternativa (configuração C4) permitiu um aumento da rigidez em comparação com a configuração C1. No entanto, este aumento não foi suficiente para alcançar valores tão elevados de rigidez como quando utilizado um reforço de fibras de carbono (configuração C3). No entanto, esta última configuração (C4) apresentou um comportamento que poderá ser interessante uma vez que é capaz de suportar cargas superiores a todas as outras configurações, apesar de, antes de alcançar esta carga máxima, já apresentar deformações permanentes.

4.3.3 Análise de custo

Também o custo constitui um aspeto importante na seleção do material a utilizar.

Para que seja possível considerar este fator, é necessário conhecer os custos associados às matérias primas utilizadas (Tabela 4.7).

Tabela 4.7: Custo dos materiais constituintes

	Custo [€]
Aglomerado de cortiça NL20 (t=10mm)	11,00 $/m^2$
Aglomerado de cortiça NL20 (t=15mm)	17,00 $/m^2$
Aglomerado de cortiça NL11 (t=15mm)	20,25/m^2
Fibra de vidro - 205	7,26/m^2
Fibra de carbono - 200	39,93/m^2
Resina Castropox	32,67/(1Kg A + 0,3Kg B)

Após conhecer os custos associados às matérias primas é possível calcular o custo de 1 m^2 de cada uma das configurações (Tabela 4.8). Sendo que para este cálculo, foram tidas em consideração as quantidades de matéria prima utilizadas para produzir 1 m^2 de cada uma das configurações.

Tabela 4.8: Custos das distintas configurações

	C1	C2	C3	C4
Custo [€/m^2]	48,12	54,15	120,85	70,08

Com este cálculo constatou-se que a utilização de fibras de carbono (configuração C3) apresenta um custo muito superior quando comparado a configurações que recorrem a fibras de vidro.

Nesta análise apenas foram considerados os custos das matérias primas, sendo que não foram considerados os custos de produção (mão de obra, energia, entre outros), no entanto estes representam custos fixos, que irão acrescentar igual valor a todas as configurações pelo que para efeitos comparativos não têm influência.

4.4 Conclusões - Configurações do compósito *sandwich*

Por último, considerando os factores que influenciam a seleção do material analisados anteriormente e utilizando a configuração C1 como referência, foi realizada uma comparação percentual dos mesmos, apresentada na Figura 4.6. Ou seja, avaliou-se o aumento ou diminuição dos distintos factores em comparação com os valores dos mesmos para a configuração C1.

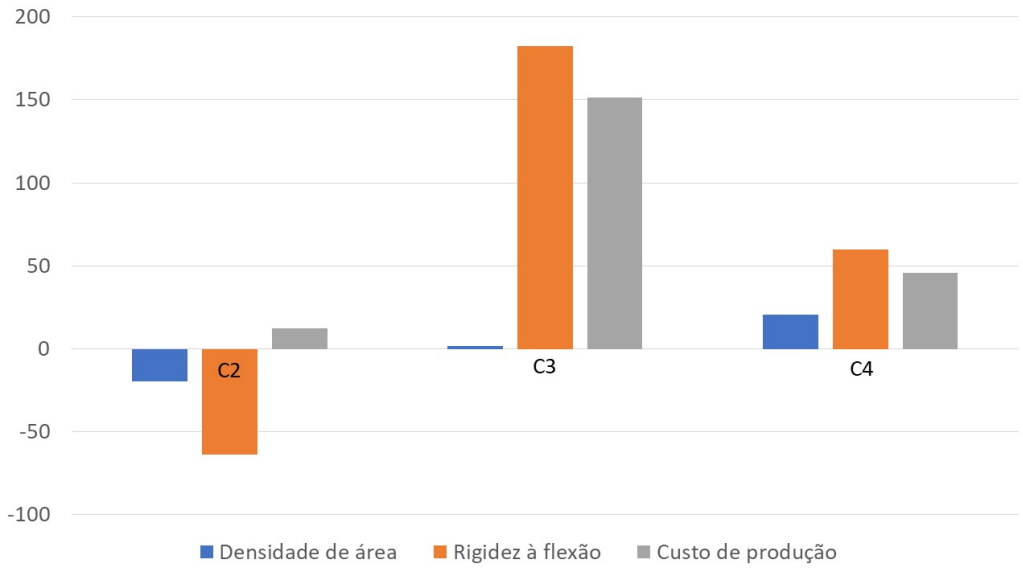


Figura 4.6: Comparação das distintas configurações com a configuração C1

Deste modo é possível concluir que a configuração C2 constitui uma diminuição da densidade de área, o que se trata de uma vantagem. Mas, simultaneamente, apresenta uma diminuição em quase 70% da rigidez à flexão e um aumento do custo de produção. A adicionar a esta análise é também importante referir que nesta configuração ocorreu falha por delaminação o que constitui uma desvantagem.

Em relação à configuração C3, a mesma apresenta uma densidade de área muito semelhante à da configuração C1, e um aumento de cerca de 180% da rigidez à flexão, o que constitui uma vantagem para esta configuração. No entanto, a mesma apresenta também um aumento de cerca de 150% do custo de produção, pelo que apenas fará sentido recorrer a esta configuração em situações nas quais o custo não seja um dos fatores de decisão com maior peso.

Por último, a configuração alternativa C4 apresenta um aumento da rigidez à flexão de cerca de 60%, em simultâneo com um aumento da densidade de área e do custo de produção. Apesar de para esta configuração o aumento da rigidez à flexão não ser tão elevado como na configuração C3, também o aumento do custo de produção apresenta um valor mais baixo (apenas aumentou cerca de 45%). Pelo que esta configuração poderá constituir uma alternativa ao recurso de fibras de carbono.

No entanto apenas será possível tomar uma decisão sobre qual a melhor configuração através da atribuição de pesos relativos a cada um dos factores, o que dependerá da aplicação pretendida.

Capítulo 5

Conclusões

5.1 Conclusões da caracterização de componentes

O principal foco deste trabalho foi o desenvolvimento de métodos que permitam caracterizar e comparar os distintos constituintes do compósito em estudo: aglomerados de cortiça, fibras de vidro e de carbono e resinas epóxi.

Começando pelos aglomerados de cortiça, foi possível estabelecer métodos de ensaio para este material tanto à tração como à compressão de modo a analisar, as tensões de rotura e rigidez à tração, e as tensões de colapso e módulos de compressão de dois aglomerados distintos. Com o ensaio de tração foi também possível validar a hipótese de um comportamento transversalmente isotrópico dos aglomerados de cortiça.

No caso das fibras, foi possível realizar ensaios de tração tanto nas fibras como nos respetivos tecidos. No entanto, os ensaios realizados nas fibras demonstraram ser mais precisos, uma vez que os valores obtidos para a rigidez à tração se aproximavam significativamente dos valores das fichas técnicas de ambas as fibras analisadas. Nos ensaios de tração aos tecidos de fibra apenas foi possível calcular uma carga máxima, uma vez que qualquer aproximação de área de secção transversal que pudesse ser realizada teria um erro associado bastante elevado.

Por último, em relação às resinas epóxi definiu-se um método de estudo das condições de cura através de DSC. No entanto, não foi possível produzir provetes que permitissem o estudo das propriedades mecânicas da resina isolada através das quais as condições de pós cura irão ser analisadas. Deste modo, o estudo da pós cura foi realizado nas faces, o que na realidade, reproduz melhor a estrutura utilizada no compósito final.

Pelo que se conclui que, de um modo geral, foram desenvolvidas metodologias robustas que poderão ser reproduzidas no futuro.

5.2 Conclusões da influência dos componentes no compósito

Após a caracterização de cada um dos componentes do compósito, fixou-se também um método para a determinação da rigidez à flexão do compósito final. O que permitiu avaliar a influência dos distintos componentes através do recurso a distintas combinações de aglomerado de cortiça e fibra, que resultaram em diversas configurações.

Em relação à substituição de um aglomerado de cortiça com uma rigidez superior (configuração C1) por um aglomerado menos rígidos (configuração C2), verificou-se uma diminuição da rigidez à flexão do compósito final. No entanto, esta diminuição foi superior ao esperado, tendo em conta que as faces do compósito eram as mesmas nos dois casos. Deste modo, conclui-se que esta diminuição estava associada não só à rigidez dos aglomerados, mas também às suas propriedades de adesão, uma vez que no NL11, devido ao seu pó superficial ocorreu escorregamento das faces o que diminuiu a rigidez do compósito final.

Quando substituídas as faces de fibras de vidro por umas mais rígidas de fibras de carbono, verificou-se um aumento significativo da rigidez à flexão do compósito final. O que demonstra que as faces têm uma influência relevante nesta propriedade do compósito.

Por último, o desenvolvimento da configuração alternativa (configuração C4) permitiu um aumento da rigidez à flexão do compósito, relacionado com o aumento da espessura do mesmo. No entanto esta configuração precisa de mais estudos que deverão ser desenvolvidos em trabalhos futuros.

5.3 Proposta de trabalhos futuros

Como propostas de trabalhos futuros, visto terem sido definidas metodologias de ensaios que permitem caracterizar os distintos componentes do compósito, seria interessante vir a testar outros materiais e avaliar a sua influência no compósito final, de modo a construir uma base de dados mais ampla. Com esta base de dados seria possível desenvolver um modelo de projeto com este tipo de materiais que, por sua vez, irá permitir explorar configurações alternativas mediante requisitos de produto.

Adicionalmente, seria também interessante realizar os ensaios no compósito final utilizando a resina AD com uma pós cura de 3h a 70°C, sendo que este foi o sistema que apresentou uma melhore relação entre as condições de pós cura e as propriedades mecânicas neste trabalho.

No que diz respeito às resinas, seria fundamental o desenvolvimento um método de produção de provetes de resina de modo a que seja possível uma melhor compreensão das propriedades mecânicas das mesmas. Bem como, o desenvolvimento de um método continuo para o estudo da pós cura, como por exemplo através da análise dinâmico-mecânica (DMA). Seria também proveitoso, explorar a técnica de FTIR como método complementar ou alternativo para a monitorização do grau de cura da resina ao longo do tempo.

Por último, seria vantajoso desenvolver um teste para avaliar a resistência ao fogo tanto ao nível dos aglomerados de cortiça, como no compósito final, de modo a verificar se é mais vantajosa a utilização de aglomerado de cortiça NL11 ou resinas epóxi aditivadas com retardantes de chama.

Referências

[1] M. F. de Moura, A. D. de Morais, and A. G. de Magalhães. *Materiais Compósitos*. Publindústia, 2011.

[2] Fabricação de compósitos. http://fabricacaodecompositos.blogspot.com. Acedido: 26 de abril de 2018.

[3] A. B. Strong. *Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods, and Applications*. Society of Manufacturing Engineers, Dearborn, Michigan, 2008.

[4] W. D. Callister. *Materials Science and Engineering*. John Wiley and Sons, Inc, 2007.

[5] J. Davies. *Lightweight sandwich construction*. John Wiley and Sons, 2008.

[6] W. R. Broughton, L. E. Crocker, and M. R. L. Gower. Design requirements for bonded and bolted composite structures. *National Physical Laboratory*, 2002.

[7] A. Quilter. Composites in aerospace applications. Documento da empresa IHS.

[8] S. Wilkinson. The miraculous mosquito. http://www.historynet.com, agosto 2015. Acedido: 27 de maio de 2018.

[9] Composites: Airbus continues to shape the future. http://www.airbus.com. Acedido: 23 de abril de 2018.

[10] Boeing 787 from the ground up. http://www.boeing.com. Acedido: 27 de maio de 2018.

[11] E. Milberg. Boeing begins production of 777x aircraft. *Composites Manufacturing Magazine*, outubro 2017.

[12] S. P. Silva, M. A. Sabino, E. M. Fernandes, V. M. Correlo, L. F. Boesel, and R. L. Reis. Cork: properties, capabilities and applications. *International Materials Review*, 50(6):345–365, 2005.

[13] A. Mestre and L. Gil. Cork for sustainable product design. *Ciência e Tecnologia dos Materiais*, 23 (3/4):52–63, 2011.

[14] Composites: Airbus continues to shape the future. https://www.apcor.pt. Acedido: 20 de março de 2018.

[15] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira. *a Cortiça*. IST Press, 2006.

[16] R. T. Jardin, F. A. O. Fernandes, A. B. Pereira, and R. J. A. de Sousa. Static and dynamic mechanical response of different cork agglomerates. *Materials and Design*, pages 121–126, 2014.

[17] Competência e tecnologia à conquista do universo. https://amorim.com. Acedido: 10 de maio de 2018.

[18] Preservando o património da cortiça portuguesa. https://natureza-portugal.org. Acedido: 23 de maio de 2018.

[19] Anuário de cortiça 2016. Technical report, Associação Portuguesa da Cortiça, 2016.

[20] Portugal exportou quase mil milhões de euros em cortiça em 2016, um recorde. *Observador*, maio 2017. https://observador.pt.

[21] F. T. Wallenberger, J. C. Watson, and H. Li. Glass fibers. *ASM Handbook: Composites*, 21, 2001.

[22] P. Mallick. *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. Taylor and Francis Group, Boca Raton, Florida, 2008.

[23] D. Cripps. Woven fabrics. https://netcomposites.com. Acedido: 8 de maio de 2018.

[24] H. Dodiuk and S. Goodman. *Handbook of Thermoset Plastics*. William Andrew, 2014.

[25] R. Hardis, J. L. Jessop, F. E. Peters, and M. R. Kessler. Cure kinetics characterization and monitoring of an epoxy resin using DSC, raman spectroscopy, and DEA. *Composites: Part A*, pages 101–108, 2013.

[26] A. International. *ASTM C297/C297M - Standard Test Method for Flatwise Tensile Strength Constructions*. American Society for Testing and Materials, 2004.

[27] A. International. *ASTM C365 - Standard Test Method for Flatwise Compressive Properties of Sandwich Cores*. American Society for Testing and Materials, 2003.

[28] A. International. *ASTM D5034 - Standard Test Method for Breaking Strength and Elongation of Textile Fabrics (Grab Test)*. American Society for Testing and Materials, 1995.

[29] A. International. *ASTM D3822/D3822M - Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers*. American Society for Testing and Materials, 2014.

[30] A. International. *ASTM D790- Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*. American Society for Testing and Materials, 2003.

[31] A. International. *ASTM D3039/D3039M - Standard Test Method for Tensile Porperties of Polymer Matrix Composite Materials*. American Society for Testing and Materials, 2000.

[32] A. International. *ASTM C393 - Standard Test Method for Flexural Properties of Sandwich Constructions*. American Society for Testing and Materials, 2000.

[33] A. International. *ASTM D7250/D7250M - Standard Practice for Determining Sandwich Beam Flexural and Shear Stiffness*. American Society for Testing and Materials, 2006.

[34] J. R. Taylor. *An introduction to error analysis*. University Science Books, 1982.

[35] N. Soares. Mechanical behavior characterization of planar and non-planar sandwich composite panels with agglomerated cork core. Tese de mestrado, Instituto Superior Técnico, março 2017.

[36] N. P. N. E. P. Sweety Kumari, S. Nithya and J. Subrahmanyam. Tensile properties and fracture behaviour of carbon fibre filament materials. *Journal of Materials Science*, 45:192–200, 2010.

[37] L. G. Rosa. Caracterização mecânica de cerâmicos. draft version nº1, 2017.

[38] C. Augustsson. *NM Epoxy Handbook*. Nils Malmgren AB, 2004.

[39] A. C. Marques. Cálculos estequiométricos para formulação de resina epóxi. Apontamentos da unidade curricular de Materiais Poliméricos do curso de Engenharia de Materiais.

[40] W. Sichina. Characterization of epoxy resins using DSC. *PerkinElmer*, 2000.

[41] J. C. C. María González and J. Baselga. *Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology*, chapter 13, pages 261–284. InTech, 2012.

[42] J. Ribeiro. Avaliação do comportamento mecânico de estruturas compósitas do tipo sanduíche de baixo peso específico utilizando materiais naturais. Tese de mestrado, Instituto Superior Técnico, novembro 2016.

[43] M. F. Ashby. *Materials Selection in Mechanical Design*. Butterworth-Heinemann, 1999.