



# Caracterização de compósitos de fibra de carbono e ligas de memória de forma NiTiInol

Sullivam Prestes de Oliveira

Dissertação apresentada ao curso de **Engenharia Industrial** - Ramo Mecânica para obtenção do Grau de Mestre.

Bragança

2021





# Caracterização de compósitos de fibra de carbono e ligas de memória de forma NiTiinol

Sullivam Prestes de Oliveira

Dissertação apresentada à **Escola Superior de Tecnologia e de Gestão de Bragança** para obtenção do Grau de Mestre em **Engenharia Industrial** - Ramo Mecânica. No âmbito da Dupla Diplomação com a **Universidade Tecnológica Federal do Paraná**.

Trabalho orientado por:

**Prof. Doutor Carlos Alberto Rodrigues Andrade**

**Prof. Doutor Bruno Bellini Medeiros**



"Transportai um punhado de terra todos os dias e fareis uma montanha"

*Confúcio*



# Dedicatória

Aos meus pais, João e Vitória, e meu irmão, Stefam.

# Agradecimentos

Sou grato, primeiramente, a Deus, por sempre ter proporcionado feitos incríveis em minha vida e me dar forças para seguir nos momentos mais difíceis.

Agradeço aos meus pais, João e Vitória, por tornarem possíveis meus objetivos e contribuírem para se tornar realidade, auxiliando nas decisões e me apoiando em todos os momentos da vida, me inspirando, a cada dia, a ser uma pessoa melhor.

Agradeço ao meu irmão, Stefam, por sempre estar presente e contribuir para tornar este momento possível, me apoiando e guiando nos caminhos onde parecia não existir uma saída, sendo um grande parceiro todos os dias da minha vida. Minha inspiração e um grande exemplo. O maior amigo, confidente e, definitivamente, irmão que alguém poderia ter.

Agradeço a minha companheira, Mariana, por auxiliar em todos os momentos, ser compreensiva, atenciosa e me acompanhar em cada etapa desse processo. Se fez presente em momentos bons e ruins neste período e, com toda calma e paciência, sempre me proporcionou uma luz para continuar.

Agradeço ao meu orientador, Professor Doutor Carlos Andrade, que me ofereceu todo seu tempo para discussões, novas ideias e desenvolvimento do projeto durante este período no Instituto, se disponibilizando a tirar dúvidas e auxiliando nos ensaios experimentais. Agradeço também, ao Professor Doutor Bruno Bellini, que conheci no início da minha graduação, e que pôde observar e contribuir em toda minha trajetória. Desde então, tive a oportunidade de trabalhar com ele, durante muito tempo, em vários projetos extracurriculares, sempre aprendendo e agregando grandes ideais para minha vida pessoal e profissional. Uma mente brilhante e um grande coração. A ele, devo grande parte do meu

aprendizado durante este período.

Agradeço a Engenheira Luísa, por sempre estar disponível e auxiliar na realização de todo meu trabalho experimental, garantindo a qualidade dos ensaios e colaborando no desenvolvimento do mesmo.

Agradeço a todos os amigos que conheci durante a minha graduação na UTFPR, passando momentos felizes e, também, dificuldades em várias situações, mas sempre mantendo a cabeça erguida. Amizade é um grande alicerce para a vida.

E, finalmente, gostaria de agradecer aos amigos que fiz durante o período do mestrado, principalmente aqueles com que passei maior parte deste tempo, Mychel, William, Laura, Samuel e Ana. Estes foram fundamentais para tornar o intercâmbio cada dia melhor e me proporcionar experiências únicas. Aqui também reconheço o grande significado de parceria.

# Resumo

Os materiais inteligentes são compósitos capazes de receber estímulos do ambiente externo e responder de uma forma pré-determinada. Eles possuem a capacidade de se adaptar às situações que exijam seu esforço ou relaxamento mecânico, permitindo uma grande eficiência na sua atuação e uma ampla área de aplicação para diversos setores. Entre essa classe de materiais inteligentes, incluem-se as ligas de memória de forma, que possuem a capacidade de modificar suas propriedades em função da temperatura e/ou tensão mecânica. Estes materiais de alta performance possuem grande potencial. Ao serem dominados seu processamento e, em conjunto com os efeitos de memória de forma, podem abrir novas perspectivas com respeito ao desenvolvimento da engenharia estrutural com formas e outras propriedades adaptativas. Os principais objetivos deste trabalho foram o processamento e a caracterização do compósito inteligente formado por uma matriz polimérica epóxi, fibras de carbono e ligas de memória de forma NiTi. Foram estabelecidos, o comportamento e as propriedades mecânicas destes materiais. A partir da aplicação e avaliação de tratamentos superficiais dos fios embutidos nos provetes ensaiados, foram obtidos os efeitos de cada um deles na rugosidade da interface entre matriz e filamentos por meio de testes de tração e adesão, e determinado qual método apresenta os melhores resultados em um compósito de liga de memória de forma de alta performance. No que diz respeito às características mecânicas, conclui-se que, o objetivo de obter a melhor resistência interfacial nos filamentos foi alcançado. A configuração que obteve a melhor performance, durante ambos os ensaios, apresentou provetes com filamentos submetidos ao tratamento químico. Estes provetes resultaram em uma tensão máxima de ruptura mais elevada, com  $255,43 \text{ MPa}$ , provocando um deslocamento dos provetes

de 2,71% (um aumento de até 10% em comparação aos demais provetes), e mantendo seu módulo de elasticidade constante, em torno de 14,64 *GPa*. Com o tratamento químico, também foi obtida uma melhor adesão da resina nos fios, com valores de até 122,31 *N* para remoção dos filamentos do compósito. Desse modo, a infiltração em uma área de contato maior entre os dois materiais, através das saliências presentes na superfície dos fios, induz a uma força média de extração elevada.

**Palavras-chave:** Materiais inteligentes, liga de memória de forma, tratamento de superfície, ligação interfacial.

# Abstract

Smart materials are composites capable of receive stimuli from the external environment and responding in a predetermined way. They can adapt to situations that require their effort or mechanical relaxation, allowing a great efficiency in their performance and a wide application area for several sectors. Among this class of intelligent materials are shape memory alloys, which can modify their properties as a function of temperature and/or mechanical stress. These high-performance materials have great potential. When mastered their processing and, in conjunction with shape memory effects, they can open new perspectives regarding the development of structural engineering with shapes and other adaptive properties. The main objectives of this work were the processing and characterization of the intelligent composite formed by an epoxy polymer matrix, carbon fibers, and NiTi shape memory alloys. During this, were established the behavior and mechanical properties of these materials. From the application and evaluation of surface treatments of the wires embedded in the tested specimens, the effects of each on the roughness of the interface between matrix and filaments were obtained by tensile and adhesion tests and determined which method presents the best results in a high-performance shape memory alloy composite. Concerning mechanical characteristics, was achieved the objective of obtaining better interfacial strength in the filaments. The configuration that gives the best performance during both tests presented specimens with filaments submitted to chemical treatment. These specimens resulted in higher maximum rupture stress, with  $255.43 \text{ MPa}$ , causing a specimen displacement of  $2.71\%$  (an increase of up to  $10\%$  compared to the other specimens), and keeping its elasticity modulus constant, around  $14.64 \text{ GPa}$ . With the chemical treatment, better adhesion of the resin to the threads was also

obtained, with values of up to 122.31  $N$  for removal of the filaments from the composite. Thus, infiltration into a larger contact area between the two materials, through the protrusions on the surface of the wires, induces a high average extraction force.

**Keywords:** Smart materials, shape memory alloys, surface treatment, interfacial bond.

# Conteúdo

<b>Dedicatória</b>	<b>vii</b>
<b>Agradecimentos</b>	<b>viii</b>
<b>Resumo</b>	<b>x</b>
<b>Abstract</b>	<b>xii</b>
<b>Acrônimos</b>	<b>xxiii</b>
<b>1 Introdução</b>	<b>1</b>
1.1 Enquadramento . . . . .	1
1.2 Objetivos . . . . .	3
1.3 Estrutura do documento . . . . .	4
<b>2 Fundamentação Teórica</b>	<b>5</b>
2.1 Materiais compósitos . . . . .	5
2.1.1 Definição e classificação . . . . .	7
2.1.2 Interface reforço/matriz . . . . .	8
2.1.3 Classificação dos materiais da fase matriz . . . . .	9
2.1.4 Classificação dos materiais da fase reforço . . . . .	14
2.1.5 Materiais compósitos reforçados com fibras . . . . .	16
2.1.6 Fibras sintéticas . . . . .	21
2.1.7 Processamento de materiais termoendurecíveis . . . . .	25

2.2	Propriedades mecânicas dos compósitos de matriz polimérica com reforço de fibras . . . . .	29
2.2.1	Ensaio mecânicos . . . . .	31
2.3	Ligas de memória de forma . . . . .	37
2.3.1	Transformação de fases nas ligas de memória de forma . . . . .	38
2.3.2	Efeitos de memória de forma (EMF) . . . . .	41
2.3.3	Pseudoelasticidade e superelasticidade . . . . .	43
2.3.4	Efeito amortecedor . . . . .	45
2.3.5	Ligas à base de cobre . . . . .	46
2.3.6	Ligas à base de níquel-titânio (NiTi) . . . . .	47
2.3.7	Aplicações da liga NiTi . . . . .	49
2.3.8	Resumo dos fatores que afetam o nitinol . . . . .	50
2.4	Tratamentos de superfície em ligas de memória de forma (LMF) e mecanismos de adesão . . . . .	51
<b>3</b>	<b>Materiais e Métodos</b>	<b>55</b>
3.1	Materiais . . . . .	55
3.1.1	Fase matriz: resina termoendurecível epóxi . . . . .	56
3.1.2	Fase reforço: tecidos de fibra de carbono . . . . .	56
3.1.3	Fase reforço: filamentos de LMF NiTinol . . . . .	57
3.1.4	Reagentes e abrasivos . . . . .	58
3.2	Procedimentos experimentais . . . . .	59
3.2.1	Tratamentos de superfície nas LMF . . . . .	59
3.2.2	Produção dos compósitos com LMF . . . . .	60
3.2.3	Ensaio de tração . . . . .	63
3.2.4	Ensaio de adesão ( <i>Pull-Out</i> ) . . . . .	66
3.2.5	Análise de superfície com microscopia . . . . .	68
<b>4</b>	<b>Resultados e Discussões</b>	<b>70</b>
4.1	Provetes . . . . .	70

4.1.1	Provetes de tração . . . . .	71
4.1.2	Provetes de adesão . . . . .	71
4.2	Tratamentos de superfície . . . . .	73
4.2.1	Abrasivo . . . . .	74
4.2.2	Químico . . . . .	75
4.3	Ensaio mecânicos . . . . .	76
4.3.1	Propriedades mecânicas dos fios NiTi . . . . .	76
4.3.2	Ensaio de tração . . . . .	77
4.3.3	Ensaio de adesão ( <i>Pull-Out</i> ) . . . . .	85
<b>5</b>	<b>Conclusões</b>	<b>99</b>
5.1	Proposta de trabalhos futuros . . . . .	101
<b>A</b>	<b>Ficha técnica da fibra de carbono</b>	<b>A1</b>
<b>B</b>	<b>Ficha técnica da resina SR1500</b>	<b>B1</b>

# Lista de Tabelas

2.1	Principais vantagens e desvantagens entre os materiais poliméricos termoendurecíveis e termoplásticos. Adaptado [18]. . . . .	13
2.2	Principais vantagens e desvantagens das fibras mais utilizadas. Adaptado [20]. . . . .	17
2.3	Classificação das fibras de carbono. Adaptado [27]: . . . . .	24
2.4	Propriedades de resinas utilizadas em materiais compósitos. Adaptado [2] . . . . .	28
2.5	Propriedades mecânicas de compósitos com matriz epóxi reforçados com fibras contínuas alinhadas de vidro e carbono nas direções longitudinal e transversal. Adaptado [1]. . . . .	30
2.6	Dimensões dos provetes recomendadas pela norma ISO 527 [40]. . . . .	33
2.7	Comparação entre as principais LMF comercializadas. Adaptado [58]. . . . .	47
3.1	Composição química dos filamentos NiTi obtidas pelo fornecedor. . . . .	58
3.2	Propriedades mecânicas dos filamentos NiTi obtidas pelo fornecedor. . . . .	58
3.3	Algumas propriedades mecânicas dos fios Níquel-Titânio (NiTi) [68]. . . . .	66
4.1	Propriedades mecânicas dos provetes sem fios NiTi. *SF: Sem fios . . . . .	78
4.2	Propriedades mecânicas dos provetes com fios NiTi sem tratamento de superfície. *ST: Sem tratamento. . . . .	80
4.3	Propriedades mecânicas dos provetes com fios NiTi e tratamento de superfície abrasivo. *ABR: Tratamento abrasivo. . . . .	82
4.4	Propriedades mecânicas dos provetes com fios NiTi e tratamento de superfície químico. *Q: Químico. . . . .	84
4.5	Propriedades mecânicas médias dos provetes com fios NiTi. . . . .	85

4.6 Forças médias de adesão para diferentes tratamentos de superfície e comprimentos de fio embutidos no compósito. . . . . 86

# Lista de Figuras

2.1	Fragmento antigo de papiro [6] . . . . .	6
2.2	Comparação entre materiais compósitos e materiais monofásicos [7]. . . . .	7
2.3	Apresentação das fases componentes de um material compósito [1]. . . . .	8
2.4	Interfaces de um material compósito, adaptado de [9]. . . . .	8
2.5	Compósitos de Matriz Polimérica. Adaptado [13]. . . . .	10
2.6	Compósitos de Matriz Metálica. Adaptado [13]. . . . .	10
2.7	Compósitos de Matriz Cerâmica. Adaptado [13]. . . . .	11
2.8	Classificação dos compósitos [1] . . . . .	14
2.9	Razão entre a área superficial/volume de uma partícula cilíndrica de um dado volume em função da razão de aspecto ( $a=1/d$ ) [19]. . . . .	15
2.10	Representação de compósitos reforçados com fibras: (a) contínuas e alinhadas, (b) descontínuas e alinhadas, (c) descontínuas e aleatórias. Adaptado [1]. . . . .	18
2.11	Curvas tensão-deformação (a) fibra frágil e matriz dúctil; (b) comparação do comportamento do compósito com fibras alinhadas submetido a um carregamento na direção do alinhamento com (a). Adaptado [1]. . . . .	19
2.12	Padrão de deformação de uma fibra sob efeito de aplicação de carga ao longo do material [1]. . . . .	21
2.13	Classificação das fibras sintéticas. . . . .	22
2.14	Um filamento de carbono de $6 \mu\text{m}$ de diâmetro (indo do canto inferior esquerdo ao superior direito) em comparação com um cabelo humano. . . . .	22
2.15	Classificação das fibras de carbono [29]. . . . .	25

2.16	Esquema de síntese e cadeia molecular do poliepóxido. . . . .	27
2.17	Representação esquemática de um provete para ensaios de tração - ASTM D3039 [41] [39]. . . . .	33
2.18	Provete para o ensaio de Pull-Out. Adaptado de [43]. . . . .	34
2.19	Exemplo de bloco de teste para o ensaio Pull-Out, para a norma ASTM D-2229. Adaptado [43]. . . . .	35
2.20	Processos de adesão em fibras curtas (superior) e fibras longas (inferior). Adaptado [45]. . . . .	36
2.21	Fases de transformação de uma Ligas de Memória de Forma (LMF). Adap- tado de [52] [53]. . . . .	39
2.22	Curvas de histerese nas LMF [48]. . . . .	40
2.23	Gráfico tensão-deformação-temperatura exibindo o efeito de memória de forma em uma liga NiTi [48]. . . . .	42
2.24	Mecanismo do Efeito de Memória de Forma (EMF) em escala microscópica. Adaptado de [56]. . . . .	43
2.25	Diagrama tensão-deformação de uma liga NiTi demonstrando a pseudoe- lasticidade $A_f < T < M_d$ [5]. . . . .	44
2.26	Mecanismo do efeito superelástico. Adaptado de [56]. . . . .	45
2.27	Efeito amortecedor nas LMF [3], onde M - martensite; A - austenite; A+M - zona de transição. . . . .	46
2.28	Curvas típicas de tensão-deformação para as amostras de 25 mm em cada preparação de superfície [48]. . . . .	53
3.1	Resina epóxi e catalisador utilizados. . . . .	56
3.2	Tecido simples de fibra de carbono - bidirecional 90°. . . . .	57
3.3	Filamento de LMF NiTiNOL. . . . .	58
3.4	Filamento de LMF NiTi após tratamento químico. . . . .	60
3.5	Representação dos vários passos no processo de fabricação do compósito com LMF. . . . .	61

3.6	Máquina de ensaios Shimadzu® AGS-X. . . . .	63
3.7	Geometria do provete para ensaios de resistência à tração [39]. . . . .	64
3.8	Guilhotina Guifil®Mini 320. . . . .	65
3.9	a) Provetes utilizados para ensaio de tração; b) Ensaio sendo realizado. . .	65
3.10	Ensaio de adesão: a) materiais utilizados; b) provetes finalizados, conforme norma ASTM D2229 [43]. . . . .	68
3.11	Ensaio de adesão sendo realizado, conforme norma ASTM D2229 [43]. . . .	69
3.12	Microscópio utilizado para visualização da superfície dos fios - Nikon® Optiphot 2. . . . .	69
4.1	Provetes para os ensaios de tração (a) e provetes descartados dos ensaios (b). .	71
4.2	Provetes utilizados nos ensaios de adesão com filamentos: com tratamento químico (Linha A); abrasivo (Linha B); e sem tratamento (Linha C) . . . .	73
4.3	Visão microscópica da superfície do filamento NiTi sem tratamento. . . . .	74
4.4	Visão microscópica da superfície do filamento NiTi após realização de tratamento abrasivo. . . . .	75
4.5	Visão microscópica da superfície do filamento NiTi após realização de tratamento químico. . . . .	76
4.6	Curvas força-deslocamento para provetes sem fios. . . . .	78
4.7	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento. . .	80
4.8	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo. . . . .	82
4.9	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico. . . . .	83
4.10	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento para os ensaios de adesão (27mm embutidos). . . . .	86
4.11	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento para os ensaios de adesão (54mm embutidos). . . . .	87

4.12	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento para os ensaios de adesão (70mm embutidos). . . . .	87
4.13	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo para os ensaios de adesão (27mm embutidos). . . . .	88
4.14	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo para os ensaios de adesão (54mm embutidos). . . . .	88
4.15	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo para os ensaios de adesão (70mm embutidos). . . . .	89
4.16	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico para os ensaios de adesão (27mm embutidos). . . . .	89
4.17	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico para os ensaios de adesão (54mm embutidos). . . . .	90
4.18	Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico para os ensaios de adesão (70mm embutidos). . . . .	90
4.19	Curvas típicas de força/deslocamento para os ensaios de adesão [65]. . . . .	91

# Acrônimos

**CMCs** Compósitos com Matrizes Cerâmicas.

**EMF** Efeito de Memória de Forma.

**IPB** Instituto Politécnico de Bragança.

**LMF** Ligas de Memória de Forma.

**MMCs** Compósitos com Matrizes Metálicas.

**MMF** Materiais com Memória de Forma.

**NiTi** Níquel-Titânio.

**OWSME** One-Way Shape Memory Effect.

**PMCs** Compósitos com Matrizes Poliméricas.

**TWSME** Two-Way Shape Memory Effect.

# Capítulo 1

## Introdução

Neste capítulo será feita uma breve introdução sobre materiais compósitos e materiais inteligentes, onde serão enfatizados os materiais com memória de forma. Na sequência, serão apresentados os objetivos e a estrutura desta dissertação.

### 1.1 Enquadramento

Nos últimos anos, um grande desenvolvimento a nível industrial tem ocorrido em todo o mundo. Esse avanço, contribuiu no uso dos materiais compósitos em diferentes áreas, substituindo os materiais comumente utilizados, em áreas como a automóvel, aeronáutica, construção civil, medicina, entre várias outras. Esses materiais constituem um grupo de materiais altamente utilizados na atualidade, os quais apresentam inúmeras vantagens em relação aos demais, incluindo sua elevada rigidez, resistência mecânica e à corrosão, estabilidade estrutural e sua condutividade térmica.

A grande procura por esses materiais de elevado desempenho nas indústrias, fez com que o uso dos materiais compósitos na substituição dos materiais convencionais se torne cada vez mais necessário devido às propriedades que eles apresentam. A troca dos materiais comuns pelos de alto desempenho é devida a sua propriedade mecânica ser muito similar aos materiais já utilizados, porém, apresentando vários outros benefícios como a redução do peso, a flexibilidade na busca pelas propriedades ideais para cada aplicação

e a sua moldabilidade. Como mencionado, as indústrias que mais aderiram à utilização desses materiais, são as que mais buscam por inovações e tecnologia em suas áreas.

Os materiais compósitos são conhecidos como compostos multifásicos, ou seja, possuem uma proporção significativa das propriedades de dois ou mais materiais. Na maior parte dos compósitos, estes apresentam apenas duas fases, a matriz e o reforço. Atualmente, utilizam-se matérias sintéticas como fibra de vidro e carbono para a fase reforço e para a matriz, em geral, utilizam-se resinas termoendurecíveis como epóxi e poliéster [1] [2].

Com o avanço da ciência e da tecnologia, e os grandes projetos que procuram aliar a alta tecnologia a melhores propriedades dos materiais, a pesquisa e o desenvolvimento de materiais que pudessem cumprir com exigências de alto desempenho foram impulsionadas, dando origem a novos materiais que, até então, eram desconhecidos. Surgem então, os materiais inteligentes: ligas com memória de forma, materiais piezoelétricos, entre outros, abriram novas possibilidades de grandes aplicações tecnológicas. Os materiais citados levam esse nome devido às suas propriedades inteligentes, que se caracterizam pela capacidade de modificar controladamente as propriedades físico-químicas e mecânicas, a partir de influências externas, como estímulos mecânicos, elétricos e térmicos. Os tipos de propriedades alteradas em cada material influenciará a sua finalidade [3] [4].

Entre essa classe de materiais inteligentes já desenvolvida, incluem-se as ligas de memória de forma (LMF), que possuem a capacidade de modificar suas propriedades em função da temperatura e/ou tensão mecânica [4].

Nas LMF, a que apresenta o maior potencial de aplicações na engenharia, é a liga NiTi, pela sua alta capacidade de recuperação de forma (com deformações na faixa de 8%), histerese pseudoelástica, sua biocompatibilidade e resistência à corrosão e à fadiga [5]. Pesquisadores da atualidade verificaram que, com a utilização dessas ligas, seria possível incorporá-las em materiais estruturais, como os materiais compósitos. Desse modo, surgiram os materiais com ligas de memória de forma impregnadas em compósitos de matriz polimérica [5].

De modo a aprofundar no assunto e verificar as propriedades desse material compósito com ligas de memória de forma, para este estudo, será utilizado um tipo de compósito

polimérico, o qual é um material estrutural resultante da combinação de polímeros (matriz) com fibras de reforço de carbono, utilizando em sua estrutura as LMF NiTi, com a finalidade de melhorar a propriedade mecânica do compósito e absorver energia de deformações e propagação de fendas, verificando a influência no fabrico com essas ligas nos compósitos, a partir da realização de ensaios e tratamentos de melhoria.

Estes materiais de alta performance possuem grande potencial, a partir do momento em que forem dominados seu processamento e a conjugação dos efeitos de memória de forma (EMF) com os diferentes estímulos a que será submetido, para que seja realizada uma ativação parametrizada de acordo com a aplicação de engenharia pretendida.

## 1.2 Objetivos

O objetivo desta dissertação é utilizar um material inteligente, a liga de memória de forma (nitinol), como material de reforço estrutural, juntamente com a fibra de carbono, e aplicá-los em matrizes poliméricas para o fabrico de um material compósito de alta performance, avaliando a relação entre essas ligas e as propriedades mecânicas dos materiais compósitos. O conjunto de atividades ou objetivos específicos, podem ser listados da seguinte maneira:

- Estabelecer o comportamento dos compósitos e a sua relação com as ligas de memória de forma, através da realização de ensaios mecânicos;
- Obter dados de propriedades mecânicas como resistência à tração, módulo de elasticidade, alongamento dos provetes e força média de adesão interfacial entre os filamentos e o compósito;
- Avaliar, criteriosamente, os tratamentos de superfície e os efeitos de cada um deles na rugosidade das ligas de memória de forma, de modo que, seja possível determinar qual método apresenta a melhor adesão em um compósito de LMF de alta performance.

## 1.3 Estrutura do documento

A estrutura deste trabalho têm por base as Normas e Regulamentos dos Mestrados do Instituto Politécnico de Bragança, a qual encontra-se dividida em: "*Estado da Arte*", "*Materiais e Métodos*", "*Resultados e Discussão*" e "*Conclusões*". A estrutura do documento é apresentada da seguinte maneira:

Elementos pré-textuais: dedicatória, agradecimentos, resumo do trabalho em português e inglês, sumário, lista de tabelas, lista de figuras, e acrônimos. Os elementos textuais apresentam-se divididos em capítulos:

No Capítulo 1, é apresentada uma introdução ao tema, a abordagem e o significado do estudo, seus objetivos e como será organizado e desenvolvido todo este projeto.

No Capítulo 2, são apresentadas informações e outros estudos já realizados sobre materiais compósitos e ligas de memória de forma, assim como suas propriedades e características físicas e mecânicas. Neste capítulo é abordada a revisão bibliográfica responsável por suportar o estudo realizado.

No Capítulo 3, são apresentados os equipamentos e os materiais utilizados para o fabrico dos provetes e os tratamentos realizados no estudo, bem como os procedimentos experimentais, apresentando uma base teórica para realização dos ensaios e os parâmetros utilizados, o preparo dos provetes e o tratamento dos dados obtidos.

No Capítulo 4, é onde se apresentam os valores obtidos a partir do trabalho experimental feito, sendo apresentada também a discussão de resultados dos referidos ensaios, verificando a influência de cada alteração feita sobre os provetes utilizados.

No Capítulo 5, e último capítulo, são apresentadas as conclusões obtidas pela interpretação dos resultados do trabalho realizado, tendo em conta os objetivos propostos inicialmente, e são propostos trabalhos futuros para o desenvolvimento sobre o tema.

Por fim, são enumeradas as referências bibliográficas que serviram de base para o desenvolvimento do trabalho efetuado neste documento.

# Capítulo 2

## Fundamentação Teórica

Neste capítulo será discutido sobre os materiais compósitos, os tipos de fibras e polímeros e as ligas de memória de forma, bem como suas variações e aplicações. Serão enfatizados os materiais que estão sendo utilizados neste trabalho, como a fibra de carbono, a LMF NiTi e os polímeros termoendurecíveis (a resina epóxi), justificando a escolha de cada um destes materiais.

### 2.1 Materiais compósitos

Os materiais compósitos, ao contrário do que se imagina, possuem sua origem na antiguidade. Um dos primeiros materiais compósitos de que se têm notícia data de 4000 a.C. A figura 2.1 ilustra o material fibroso composto que parece ser o papel de papiro feito pelos egípcios, no qual eram colocados tiras da planta fibrosa do papiro em duas camadas, perpendiculares entre si, ou em camadas cruzadas como chamada atualmente [6]. Também existem evidências de tijolos feitos a partir de palha e barro datados de tempos pré-históricos, bem como tijolos de feno seco e barro.

Estes materiais representam um passo gigante no esforço sempre constante de otimização de materiais.

A natureza é repleta deles, como exemplo temos a madeira (fibras de celulose com matriz de lignina), os ossos, entre outros [2].



Figura 2.1: Fragmento antigo de papiro [6]

Em 1960, as demandas feitas aos materiais para um melhor desempenho geral eram tão grandes e diversas que nenhum material poderia satisfazê-las, isso teve como consequência a utilização de combinações de materiais para atender às necessidades dos usuários. Assim, a utilização de materiais que apresentavam somente uma fase (não compósitos/monofásicos) em áreas que necessitavam alto desempenho, acabou sendo substituída por materiais mistos, que combinavam as propriedades necessárias em um só material, hoje chamados de compósitos. A maioria destes materiais foi criada para melhorar combinações de características mecânicas, como a rigidez, tenacidade e resistência nas condições ambientes e altas temperaturas [1].

A figura 2.2 indica as possibilidades de melhorias que se pode obter sobre os materiais convencionais ao substituí-los por materiais compósitos.

As propriedades destes materiais dependem tanto da característica do reforço (quantidade, tamanho, forma, distribuição), quanto da matriz.

Os materiais compósitos podem ainda ser classificados de acordo com suas fases, ou seja, podem ser identificados por material tipo matriz ou material de reforço.

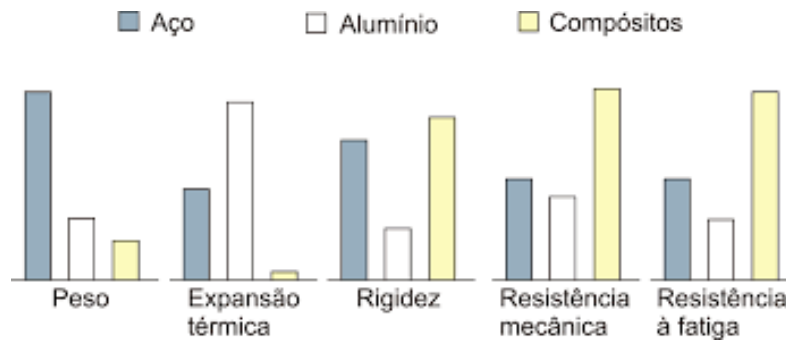


Figura 2.2: Comparação entre materiais compósitos e materiais monofásicos [7].

### 2.1.1 Definição e classificação

A palavra "compósito" significa: "formado por duas ou mais partes distintas". Desse modo, os compósitos são materiais estruturais com duas ou mais fases macroscópicas ou microscópicas (nanocompósitos), sendo estas as componentes de determinado composto, as quais propiciam propriedades mecânicas únicas resultantes, superiores as de cada fase considerada isoladamente [8].

Como essa definição é muito ampla, observando que tudo nesse mundo é classificado como um compósito, Chawla [2] especificou de maneira adequada, classificando um material como compósito somente quando:

- É fabricado pelo homem (materiais compósitos naturais, como a madeira, seriam excluídos).
- Consiste em duas ou mais fases, sendo física ou quimicamente distintas, adequadamente arranjadas ou distribuídas com uma interface separando-as.
- Fornecerem propriedades distintas quando comparados aos componentes isolados.

Muitos dos materiais compósitos, pela sua ampla aplicabilidade, são constituídos por apenas duas fases, a fase matriz, que envolve a segunda, chamada fase reforço, como mostra a figura 2.3.



Figura 2.3: Apresentação das fases componentes de um material compósito [1].

### 2.1.2 Interface reforço/matriz

A interface fibra/matriz é definida como uma superfície limite entre os dois componentes através da qual ocorre uma descontinuidade em algum parâmetro. Esta descontinuidade pode ser aguda ou gradual, estando presente em toda a superfície dos materiais constituintes [2]. A razão pela qual a interface de um compósito apresenta elevada importância é que a área de superfície interna ocupada pela interface é bastante extensa, ocupando praticamente a totalidade dos materiais, ou seja, a área ocupada pela fibra é essencialmente a mesma área da interface, como mostra a figura 2.4.

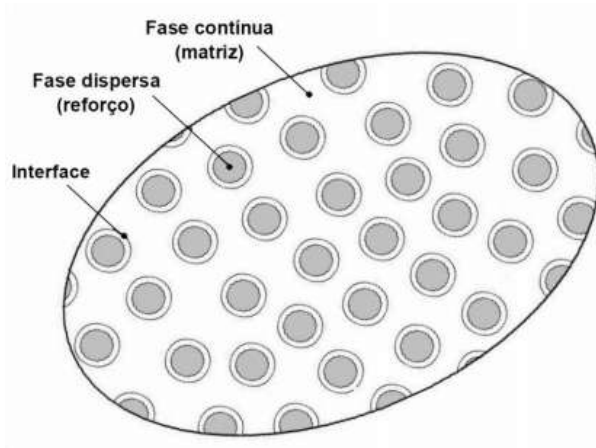


Figura 2.4: Interfaces de um material compósito, adaptado de [9].

Em um material compósito, sempre haverá uma interface entre as fases constituintes. Para que este compósito tenha eficiência total ao funcionar, as fases devem se ligar ao local onde se unem, ou seja, deve existir uma área de contato entre elas. Em alguns casos, existe a adesão direta entre as duas fases (matriz/reforço). É necessário que haja afinidade química entre matriz e reforço para que se mantenha a coesão e a distribuição das cargas entre as fases do compósito.

Essa interface apresentada na figura 2.4 pode apresentar variadas qualidades, que influenciam as propriedades mecânicas finais do material compósito que está sendo feito.

Alguns dos fatores como a molhabilidade da matriz (capacidade de um líquido se espalhar em uma superfície sólida), rugosidade da superfície, a humidade, tensões residuais, reação química [2] são determinantes na qualidade final do material.

### 2.1.3 Classificação dos materiais da fase matriz

O material matriz é o que fornece a estrutura ao material compósito, preenchendo os espaços vazios que ficam entre os materiais reforços e mantendo-os em suas posições determinadas durante a fabricação do material. A fase matriz dos compósitos pode ser classificada como cerâmica, metálica ou polimérica [10].

Quando a fabricação dos materiais é feita a partir de uma matriz polimérica term endurecível, são utilizadas as resinas epóxi ou poliéster, que estão entre as mais comuns. Já no caso de polímeros termoplásticos como matriz, são utilizados os pós como fase dispersa. A matriz nem sempre é a fase do compósito presente em maior quantidade. Em materiais compósitos reforçados com fibras, a fase matriz possui variadas funções, entre elas:

- Transferência de cargas e união entre as fases dispersas. Apenas uma pequena proporção da carga é aplicada à matriz.
- Fornecer proteção superficial às fibras, evitando desgastes mecânicos e outros causados por tratamentos químicos.
- Separar as fibras que estão ligadas e, através desse meio, prevenir a propagação de trincas no compósito, funcionando como uma barreira à esta propagação.
- Melhorar as propriedades como um todo do compósito, como elasticidade, resistência mecânica, entre outros.

A seleção da matriz é realizada com base em produtos químicos, térmicos, elétricos,

inflamabilidade, requisitos ambientais, de custo, desempenho e fabricação. A matriz determina a temperatura operacional de serviço de um composto, bem como parâmetros de processamento para fabricação de peças [11].

As possíveis combinações para que possam surgir os compósitos ocorrem entre metais, cerâmicos e poliméricos, as quais são condicionadas às condições de processamento e às prováveis incompatibilidades entre os componentes utilizados. Com relação ao peso, os materiais compósitos poliméricos apresentam propriedades mecânicas específicas que podem exceder consideravelmente às dos metais [12].

Os materiais que são constituintes da fase matriz apresentam-se em uma única fase, que pode ser constituída, como descrito anteriormente, em materiais poliméricos, metálicos ou cerâmicos, que, quando agrupados, formam as seguintes categorias de compósitos:



Figura 2.5: Compósitos de Matriz Polimérica. Adaptado [13].



Figura 2.6: Compósitos de Matriz Metálica. Adaptado [13].



Figura 2.7: Compósitos de Matriz Cerâmica. Adaptado [13].

Quando são comparados os três principais materiais constituintes da matriz, os materiais poliméricos, cerâmicos e metálicos, estes apresentam ponto de fusão, dureza e módulo de elasticidade inferiores, apesar de serem os mais utilizados como materiais de matriz. Isso ocorre devido à relação entre o custo de fabricação e as propriedades do compósito resultante desses materiais que, ao apresentarem baixa densidade e baixo ponto de fusão, o processo produtivo acaba sendo simplificado e os custos são reduzidos. Porém, como desvantagens, existem a sua baixa estabilidade dimensional, elevado coeficiente de expansão térmica e a elevada sensibilidade à radiação, sendo vulnerável quando exposto ao ambiente.

### Compósitos de Matriz Cerâmica

Os Compósitos com Matrizes Cerâmicas (CMCs) são materiais que possuem reforços estruturais que atuam com a função de aumentar a resistência mecânica do material, de modo que a energia necessária para que o material se rompa seja maior, porém, o uso destes materiais é limitado devido à estrutura frágil das cerâmicas. Essa resistência é melhorada por conta do aumento da tenacidade, a qual é influenciada pela interfase porosa entre a matriz e as fibras, afetando diretamente a propagação de trincas no material, e melhorando seu agrupamento microestrutural e, conseqüentemente, a absorção de energia pelo material [14].

Estes materiais possuem a elevada resistência a oxidação e a baixa densidade como

vantagens, perdendo somente para a matriz polimérica e, como mencionado anteriormente, a inviabilidade surge da fratura frágil e a dificuldade de produção, precisando ser exposta a elevadas temperaturas durante sua fabricação. Os principais materiais utilizados como matrizes cerâmicas são: nitreto de silício, grafite, alumina e cimento, sendo utilizados nas mais variadas áreas como a aeronáutica e na área militar, bem como na construção de próteses hospitalares.

### **Compósitos de Matriz Metálica**

Os Compósitos com Matrizes Metálicas (MMCs) são materiais, cujos reforços estruturais são produzidos com um metal de baixa densidade, entre os mais utilizados estão as ligas de alumínio, magnésio e titânio, fabricados a partir do processo de sinterização, um tratamento térmico utilizado para ligar as partículas umas às outras, via eventos de transporte de massa, que em sua maioria ocorre nos níveis atômicos, deixando a estrutura sólida e coerente [2]. Estes materiais apresentam como limitantes o seu elevado custo de produção e a dificuldade de processamento, porém ainda são utilizados em variados setores como aeroespacial e militar, com matrizes feitas de titânio.

### **Compósitos de Matriz Polimérica**

Os Compósitos com Matrizes Poliméricas (PMCs) são os compósitos mais utilizados na atualidade. Normalmente, as propriedades dos polímeros são inadequadas para várias aplicações estruturais. A resistência e dureza desses materiais são inferiores quando comparadas a metais e cerâmicas. Isto significa que há um ganho considerável nas propriedades quando se adiciona aos polímeros reforçadores que, a princípio, nem precisam ter propriedades excepcionais. Existem várias vantagens como baixo custo de produção, também envolvendo altas pressões e baixas temperaturas, e evitando problemas com a degradação do material de reforço durante a fabricação. Por isso, a utilização em massa desses compósitos poliméricos cresceu rapidamente com suas aplicações estruturais. [15]

Entre os materiais poliméricos, existe uma subclassificação, onde é possível estudar os polímeros termoendurecíveis e os polímeros termoplásticos. [16]

**Polímeros termoplásticos** são os mais encontrados no mercado, o qual, quando exposto ao calor, pode ser fundido diversas vezes e, quando ocorre seu arrefecimento, mantém a forma desejada e este modelo pode ser reversível. Por não sofrer mudanças na estrutura química ao aquecer este material pode ser fundido novamente quando ocorre seu arrefecimento. Possuem maior força coesiva. Exemplos destes materiais são os polietilenos, o vinil e acrílicos.

**Polímeros termoendurecíveis** são os materiais que não se fundem com o próprio reaquecimento, portanto, estes não podem ser reprocessados, de modo que, ao serem aquecidos, estes degradam-se e decompõem-se. São de alta dureza e comportamento frágil, possuindo elevada resistência mecânica e física quando exposto a elevadas temperaturas. Estes também formam uma rede tridimensional (ligações cruzadas) e possuem baixa massa molecular. É o caso das resinas epóxicas, poliésteres e fenólicas. Quanto a resina epóxi, esta apresenta excelentes propriedade mecânicas quando curadas à temperatura ambiente e, se curada sob condições específicas, pode proporcionar extrema resistência mecânica e módulo de elasticidade [17]. Entre as matrizes termoendurecíveis, as mais utilizadas são as epóxis e poliésteres.

A seguir, na tabela 2.1, são apresentadas algumas vantagens e desvantagens de cada tipo de matriz polimérica:

Tabela 2.1: Principais vantagens e desvantagens entre os materiais poliméricos termoendurecíveis e termoplásticos. Adaptado [18].

	Vantagens	Desvantagens
Termoendurecíveis	- Baixa viscosidade; - Bom umedecimento em fibras; - Excelente estabilidade térmica pós polimerizados;	- Frágil - Não reciclável (técnicas convencionais); - Não modelável após cura.
Termoplásticos	- Fácil de reparar por soldagem ou por solventes; - Pode ser remodelado; - Resistente.	- Baixo ponto de fusão; - Precisa ser aquecido acima do ponto de fusão para ser remodelado.

Como um breve resumo, a diferença entre polímeros e plásticos baseia-se no fato de os últimos apresentarem na sua constituição impurezas que poderão ser de origem

ocasional ou de aditivos. São incorporadas impurezas propositalmente aos polímeros de modo a alterar as suas propriedades para que estes possam ser utilizados em artigos úteis ao consumo, já que existe uma grande dificuldade na utilização desses materiais isoladamente. [16]

### 2.1.4 Classificação dos materiais da fase reforço

Os materiais reforços, que também são chamados de fase dispersa, podem se apresentar na forma de fibras contínuas, fibras picadas e na forma de partículas [13], como mostra a classificação da figura 2.8. Nos reforços por partículas, este se apresenta com eixos iguais em todas as direções. As fibras e filamentos são o elemento de reforço dos compósitos estruturais que suportam o carregamento mecânico, sendo esta a sua principal função atuando em um compósito, tendo comprimento maior que o diâmetro e, entre os estruturais, estes são combinações de compósitos e materiais homogêneos. [1].

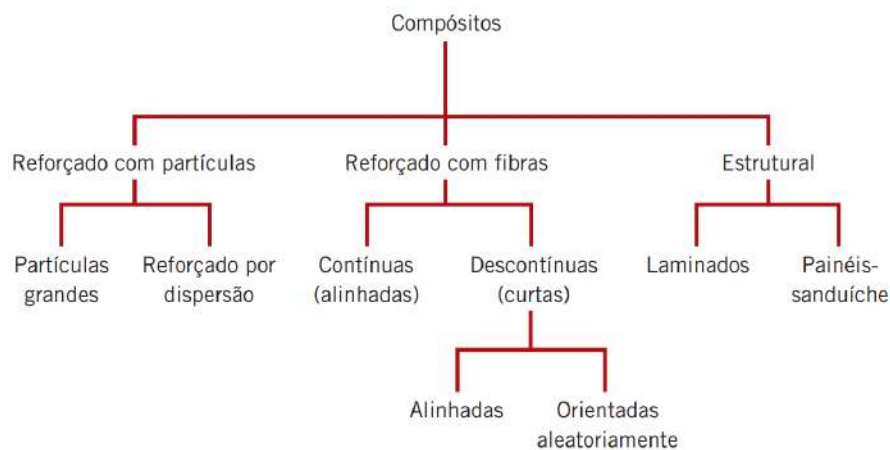


Figura 2.8: Classificação dos compósitos [1]

Porém, ao ser utilizadas individualmente, as fibras presentes nos compósitos não apresentam uma utilidade estrutural efetiva, de modo que elas se tornem dependentes da aglutinação de uma matriz. A configuração geométrica das fibras, ou seja, pequeno diâmetro e grande comprimento,  $(l/d \gg 1)$  é impactante ao atuar em conjunto com a matriz,

permitindo um valor elevado na relação área superficial/volume [13]. A figura 2.9 mostra ainda que a área interfacial fibra/matriz disponível para transferência de tensões por unidade de volume da fibra aumenta proporcionalmente ao aumento da relação comprimento/diâmetro, passando por um mínimo, equivalente a uma partícula de formato esférico. Para as plaquetas ( $l/d < 1$ ) a razão área superficial/volume aumenta à medida que a relação  $l/d$  decresce [19].

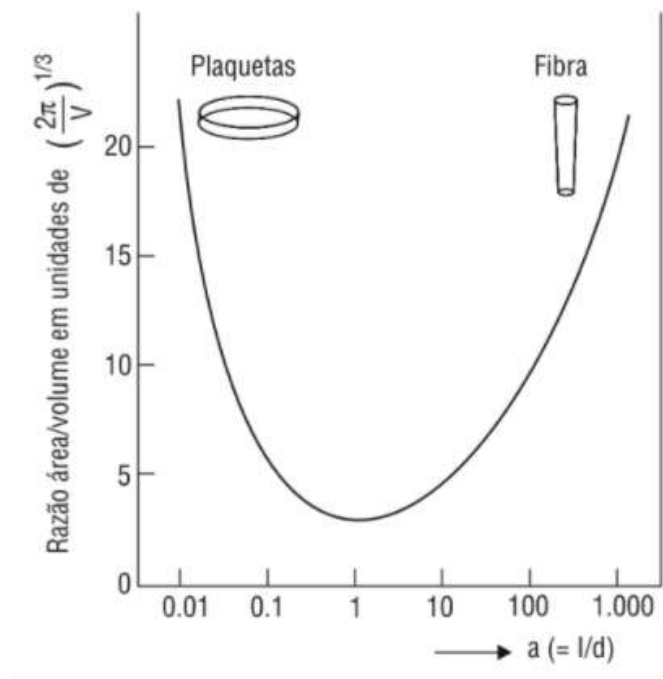


Figura 2.9: Razão entre a área superficial/volume de uma partícula cilíndrica de um dado volume em função da razão de aspecto ( $a=l/d$ ) [19].

Os materiais compósitos reforçados com partículas são caracterizados por apresentarem uma fase dispersa equiaxial, ou seja, as dimensões das partículas são aproximadamente as mesmas em todas as direções, enquanto que os compósitos reforçados com fibras têm uma fase dispersa com geometria da fibra com uma relação entre comprimento e diâmetro, ilustrado na figura 2.9.

Como exemplificado na figura 2.8, os materiais compósitos são classificados em três classes: compósitos reforçados com partículas, reforçados com fibras e estruturais.

Entre os compósitos estruturais, há ainda duas classes, que são os laminados e os

painéis em sanduíche. Os laminados são materiais normalmente constituídos de fibras de alto módulo de elasticidade e resistência mecânica envolvidas em uma matriz [2], compostas pelo empilhamento de várias camadas impregnadas em matriz polimérica, assim denominadas como lâminas, de tal modo que a orientação da direção de alta resistência varia de acordo com cada camada sucessiva. Já os painéis sanduíche consistem de duas folhas externas mais resistentes, denominadas faces, que são separadas por uma camada de material menos denso, denominado recheio, que tem duas funções principais: separar as faces e resistir a deformações perpendiculares ao plano na face, enquanto as folhas externas são responsáveis por resistir a tensões de flexão transversais. Os principais tipos de compósitos sanduíche são os em formato "honeycomb" ou "colmeia", formados por camadas finas moldadas no formato de células hexagonais, podendo ser agrupadas em outras formas, que se encaixam com os eixos orientados perpendicularmente aos planos da face [17].

### **2.1.5 Materiais compósitos reforçados com fibras**

Nos últimos anos, estão sendo estudados os compósitos "inteligentes", que utilizam-se dessa combinação entre materiais a fim de unir as funções de carga com funcionalidades de memória de forma dos elementos. Esses compósitos "inteligentes" possuem a capacidade de se adaptar a cada situação que exija determinado esforço ou ação, permitindo maior abrangência em cada setor de serviço e eficiência na atuação do material.

Os compósitos mais importantes são aqueles em que a fase dispersa encontra-se na forma de uma fibra. Os objetivos de projeto dos compósitos reforçados com fibras incluem com frequência resistência e/ou rigidez alta em relação ao seu peso [1], bem como uma elevada tenacidade. Essas fibras são constituídas por pequenos filamentos de diferentes seções. Devido ao seu minúsculo diâmetro, geralmente entre 5 e 100  $\mu\text{m}$ , sendo altamente flexíveis e moldáveis para diferentes formas.

As fibras mais comumente utilizadas como reforços na fabricação dos materiais compósitos são as fibras de vidro, com diâmetros de 5 a 25  $\mu\text{m}$ , de carbono (5 a 8  $\mu\text{m}$ ), aramida (aprox. 12,5  $\mu\text{m}$ ) e, recentemente, a de boro, chegando aos 100  $\mu\text{m}$  [20].

Na tabela 2.2, são apresentadas algumas das vantagens e desvantagens das principais fibras de reforço utilizadas na atualidade, bem como uma breve explicação de cada uma delas [20]:

Tabela 2.2: Principais vantagens e desvantagens das fibras mais utilizadas. Adaptado [20].

	Fibras de Vidro	Fibras de Carbono
Vantagens	- Boa resistência ao calor, à umidade e corrosão; - Boa elasticidade; - Estabilidade dimensional; - Baixo custo.	- Resistente à fadiga e fluência; - Resistente à temperatura; - Baixa expansão térmica; - Elevado módulo de elasticidade.
Desvantagens	- Baixo módulo de elasticidade; - Baixa resistência à fadiga.	- Elevado custo; - Fraca resistência ao impacto.

As características mecânicas desses materiais geralmente são influenciadas pela [21]:

- Geometria das fibras, seção transversal e comprimento.
- Disposição das fibras no material.
- Proporção entre matriz e reforço.
- Características da interface dos materiais.

Normalmente, a distribuição uniforme das fibras resulta em melhores propriedades do compósito, sendo que o comportamento mecânico depende de variáveis como o comportamento de tensão-deformação entre as fases fibra e matriz, frações volumétricas e direção na qual se aplica a carga [14]. Pelo fato de a orientação das fibras afetarem o desempenho das propriedades dos compósitos com fibras, estes são classificados em três tipos, em função do arranjo das fibras: fibras contínuas e alinhadas (longas), fibras descontínuas e alinhadas (curtas) e fibras descontínuas e aleatórias (curtas), como está representado na figura 2.10.

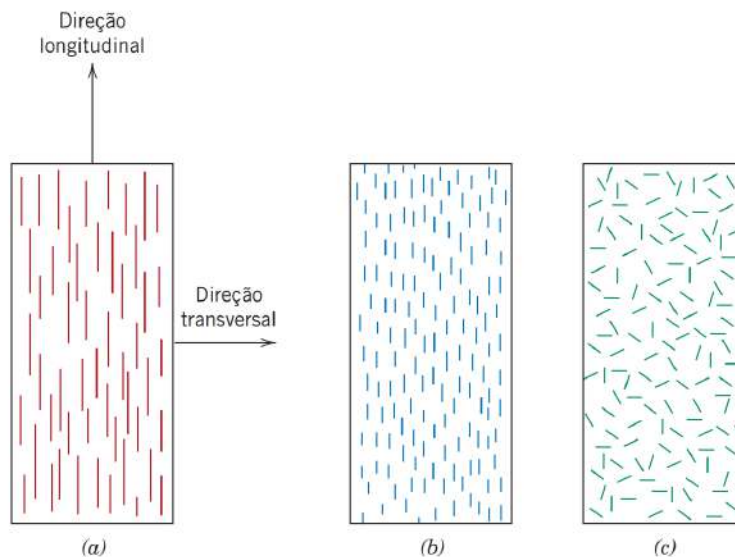


Figura 2.10: Representação de compósitos reforçados com fibras: (a) contínuas e alinhadas, (b) descontínuas e alinhadas, (c) descontínuas e aleatórias. Adaptado [1].

As fibras são classificadas como unidirecionais quando são dispostas em uma única orientação e multidirecionais quando estão orientadas em duas ou mais direções ortogonais. As fibras unidirecionais proporcionam uma maior rigidez e resistência à tração (quando aplicada na direção das fibras), as fibras bidirecionais e multidirecionais, por apresentarem propriedades acima da média das unidirecionais, possuem fibras dispostas perpendicularmente sobre o material compósito e sua matriz, garantindo um comportamento mecânico mais uniforme sobre o material e, por fim, as fibras com orientação aleatória proporcionam um comportamento isotrópico do material, com bom acabamento superficial, mas um comportamento mecânico bem inferior quando comparado as outras orientações, por não possuir um padrão definido [22].

### Fibras Contínuas e Alinhadas

As fibras contínuas e alinhadas dependem totalmente da direção em que estão expostas para aplicação do esforço. Suas propriedades mecânicas são totalmente anisotrópicas. Assim, quando um carregamento é aplicado na direção longitudinal das fibras, tendo em vista uma matriz dúctil e fibras frágeis, são evidenciadas as curvas tensão-deformação da

figura 2.11.

A figura 2.11(a) mostra o comportamento dos materiais que compõe o compósito de maneira isolada,  $\sigma_f^*$  e  $\sigma_m^*$  representam a tensão de ruptura da fibra e da matriz, enquanto que  $\epsilon_f^*$  e  $\epsilon_m^*$  são suas respectivas deformações até a ruptura. Já a figura 2.11(b) ilustra o comportamento característico de um compósito. Quando ocorre a aplicação da carga sobre o material, representado pelo estágio I, ocorre a deformação elástica das fibras e da matriz e, ao aumentar esse esforço mecânico aplicado, o material começa a se comportar de maneira diferente, onde é aproximadamente linear, mas com uma inclinação inferior ao estágio I, e está representado pelo estágio II. É neste ponto que o material inicia o seu processo de ruptura, ocorrendo um gradativo rompimento das fibras e a deformação plástica da matriz, sendo possível observar o descolamento da interface matriz/reforço do material.

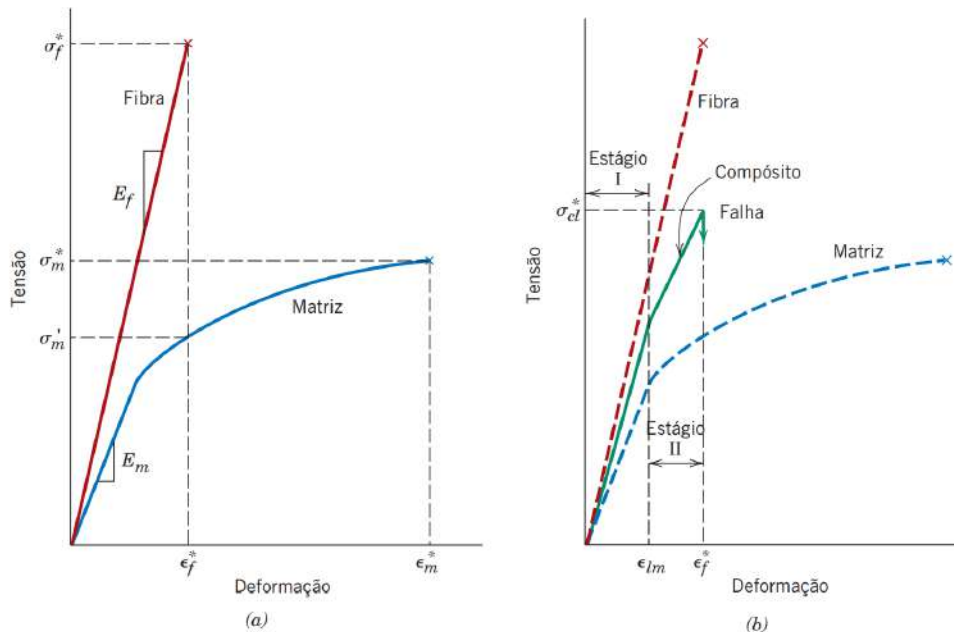


Figura 2.11: Curvas tensão-deformação (a) fibra frágil e matriz dúctil; (b) comparação do comportamento do compósito com fibras alinhadas submetido a um carregamento na direção do alinhamento com (a). Adaptado [1].

## Fibras Descontínuas

Os compósitos com fibras descontínuas e alinhadas possuem uma eficiência de reforço menor que os compósitos com fibras contínuas. Estes também estão sendo cada vez mais utilizados em diversas aplicações, por exemplo, fibras de vidro picadas são os reforços desse tipo usados com maior frequência, mas as fibras de carbono e aramida também têm sido utilizadas, dependendo da aplicação final do material. Já os compósitos com fibras descontínuas e aleatórias são aplicados onde as tensões são totalmente multidirecionais, sendo sua eficiência muito baixa quando comparada com a dos compósitos reforçados com fibras contínuas e alinhadas na direção longitudinal.

## Comprimento das Fibras

As características mecânicas de um material compósito reforçado com fibras não dependem somente das propriedades da fibra e, sim, da maneira em que é aplicado e transmitido o esforço sobre este material. Essa tensão, quando está sendo aplicada, produz uma deformação na interface fibra/ matriz, cessando em suas extremidades, como é ilustrado na figura 2.12. É necessário que um comprimento crítico de fibra para que exista um efetivo aumento da resistência e enrijecimento desse material. Esse comprimento crítico,  $l_c$ , depende do diâmetro da fibra,  $d$ , e do seu limite de resistência à tração,  $\sigma_f^*$ , bem como da força de ligação entre a fibra e a matriz,  $\tau_c$ , de acordo com a relação descrita na equação 2.1:

$$l_c = \frac{\sigma_f^* d}{2\tau_c} \quad (2.1)$$

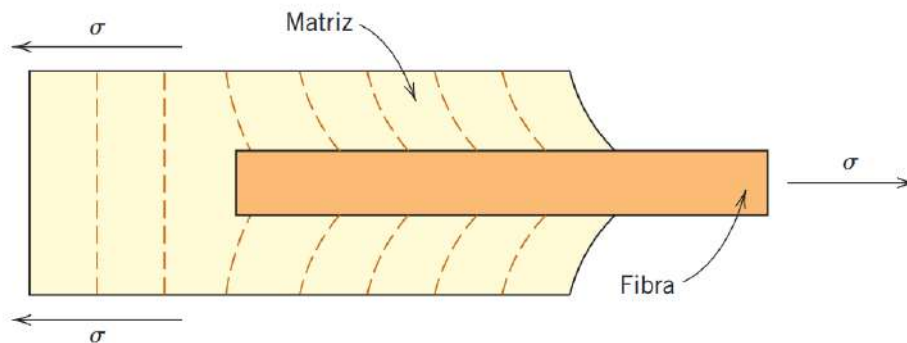


Figura 2.12: Padrão de deformação de uma fibra sob efeito de aplicação de carga ao longo do material [1].

### 2.1.6 Fibras sintéticas

Uma característica relevante de grande parte dos materiais, especialmente os classificados como frágeis, é que a fibra que apresenta um menor diâmetro será muito mais forte e resistente do que o próprio material em estado bruto [1]. Isso se explica devido ao fato de que, ao apresentar uma grande área de superfície, este material bruto está mais propenso a apresentar defeitos críticos, que podem ser capazes de levar a uma fratura e essas probabilidades diminuem de acordo com o volume da amostra, ou seja, quanto menor o volume da amostra, mais resistente será. Essa é uma vantagem para os materiais compósitos reforçados com fibras, que também apresentam elevados limites de resistência à tração.

A fibra de vidro, em suas diversas formas, tem sido o reforço mais comum para matrizes poliméricas. A fibra de aramida, lançada na década de 1970, é muito mais rígida e mais leve que a fibra de vidro. Outras fibras de alto desempenho como as de boro, carboneto de silício, carbono e alumina foram desenvolvidas na segunda parte do século XX [1].

As fibras sintéticas são classificadas de duas maneiras, como mostra a figura 2.13:

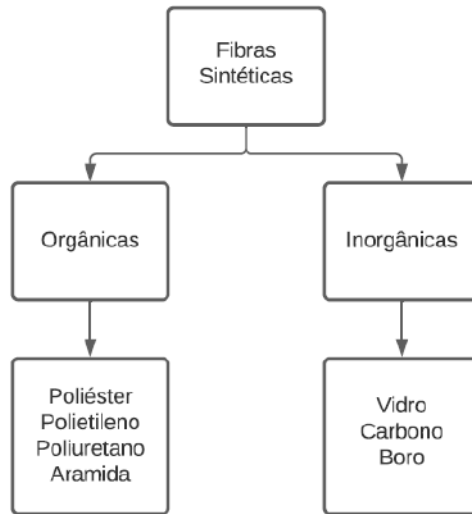


Figura 2.13: Classificação das fibras sintéticas.

### Fibras de Carbono

As fibras de carbono (fibras de grafite), são fibras com cerca de 4 a 10  $\mu\text{m}$  de diâmetro, como mostra a figura 2.14, compostas principalmente, por átomos de carbono (80 a 92%), enquanto as fibras que contêm cerca de 99% do peso de carbono, são chamadas fibras de grafite [23]. Os átomos de carbono estão ligados entre si em cristais microscópicos que estão mais ou menos alinhados paralelamente ao longo eixo da fibra [24].

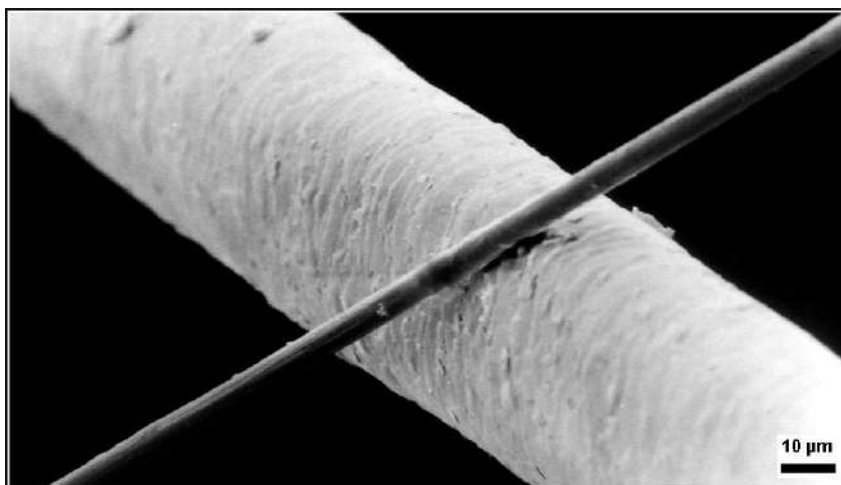


Figura 2.14: Um filamento de carbono de 6  $\mu\text{m}$  de diâmetro (indo do canto inferior esquerdo ao superior direito) em comparação com um cabelo humano.

A produção dessas fibras tem como matéria-prima principal (cerca de 90% das fibras produzidas) a poliacrilonitrila (PAN), que apresenta boas propriedades mecânicas e, também, vantagens econômicas, enquanto os 10% restantes são feitos de rayon (celulose) ou piche de petróleo, as quais entraram em desuso, pelo fato de caracterizar o material compósito com baixas propriedades mecânicas.

Para se produzir uma fibra de carbono de boa qualidade a partir de uma fibra precursora, é necessário um processo de tratamento térmico e condições controladas de tensão, pressão atmosférica, tempo e principalmente temperatura. Essa produção (a partir do PAN) consiste em quatro etapas indispensáveis: - polimerização por pirólise (extração do carbono a partir do superaquecimento da poliacrilonitrila); - ciclização durante o processo de baixa temperatura (estabilização da temperatura enquanto ocorre o método de esticamento dos polímeros para o eixo da fibra); - tratamento oxidativo de carbonização a alta temperatura, entre 1000 e 1700 °C (extração do hidrogênio e adição do oxigênio), após este processo de grafitização, o nitrogênio começa a ser removido e as cadeias são unidas em planos de grafite; - e adição de reagente (quando o epóxi será adicionado para a moldagem das placas de carbono), onde será formado o compósito polimérico [25]. O carbono aquecido na faixa de 1500 a 2000 °C (carbonização) exhibe a maior resistência à tração, enquanto a fibra de carbono aquecida de 2500 a 3000 °C (grafitização) exhibe um módulo de elasticidade mais alto.

O carbono é um material de fibra de alto desempenho e o reforço mais comumente utilizado em compósitos avançados com matriz polimérica, sendo as principais motivações para tal uso [1]:

- Possuem os maiores módulos específicos e as maiores resistências específicas entre todos os materiais fibrosos de reforço;
- Elas mantêm suas propriedades mecânicas como módulo de tração e resistência, mesmo expostas a elevadas temperaturas (o que também pode ser um problema);
- Não são afetadas pela umidade em temperatura ambiente ou por solventes, ácidos e bases;

- Foram desenvolvidas diversas tecnologias que fazem com que o material compósito de fibra de carbono tenha uma boa relação custo-benefício;
- Os materiais reforçados com fibra de carbono são leves (baixa densidade), elevadas propriedades mecânicas, resistência à tração, ao impacto e módulos específicos [26].

Trabalhos recentes também classificam as fibras de carbono segundo o grau de orientação preferencial das camadas de grafeno na direção axial das fibras [27].

Baseado neste aspecto, as fibras são denominadas de alto módulo, médio módulo e baixo módulo, sendo classificadas como tipo I, tipo II e tipo III, respectivamente. Na tabela 2.3 estão reunidas algumas das principais características e propriedades destes três tipos de fibras de carbono [27].

Tabela 2.3: Classificação das fibras de carbono. Adaptado [27]:

Fibra	Força de Tensão ( $GN/m^2$ )	Módulo ( $GN/m^2$ )	Propriedades
Tipo I	2.6	340 (alto)	- Alta densidade, baixa porosidade, microfibras lineares e bem ordenadas.
Tipo II	2.9	240 (médio)	- Alta quantidade de microporos de 0.1 a 0.5 $\mu m$ .
Tipo III	2.6	160 (baixo)	- Alta quantidade de microporos, extensa área superficial, microfibras distorcidas e pouco ordenadas.

As fibras de alto módulo têm um elevado grau de alinhamento carbono-carbono, ligados paralelamente na direção axial da fibra, resultando em uma estrutura denominada de "árvore de anéis". Esse tipo de fibra é preparada por meio de materiais precursores como o piche de mesofase e PAN. Já as fibras de baixo módulo são obtidas a partir de materiais como o rayon e o piche isotrópico. O primeiro tipo de fibra apresenta um custo mais elevado, pois o processo de fabricação é mais complexo, necessitando de uma etapa de estiramento do material precursor e de altas temperaturas [28].

Esses recursos são amplamente utilizados para aplicações que exigem alto desempenho e características leves, como as indústrias aeroespacial, automotiva e de defesa, bem como

materiais esportivos, como mostra a figura 2.15.

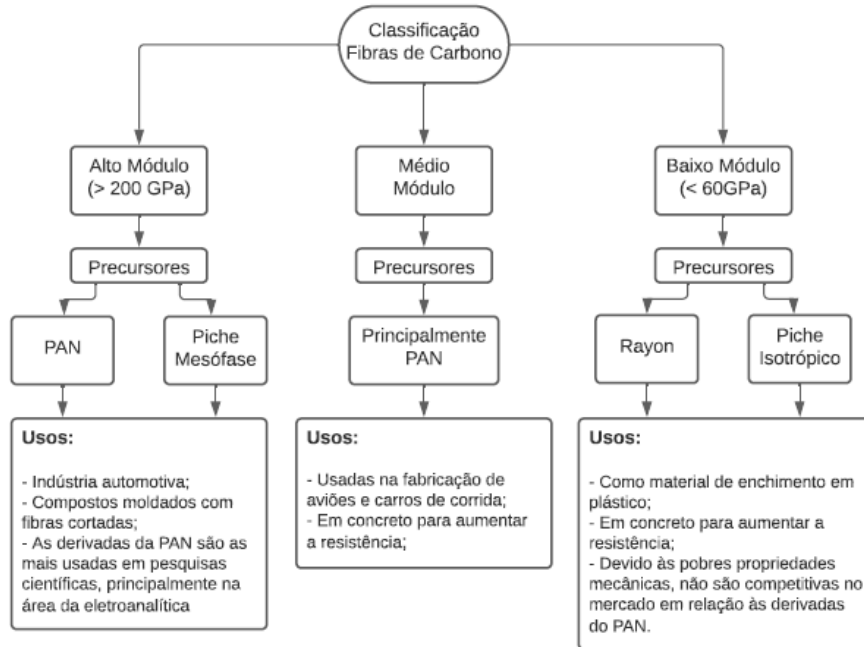


Figura 2.15: Classificação das fibras de carbono [29].

### 2.1.7 Processamento de materiais termoendurecíveis

Os polímeros termoendurecíveis são amplamente conhecidos por serem os mais utilizados para a fabricação de compósitos. Isso se deve ao fato de que estes materiais possuem um menor custo, facilidade no processamento, alta resistência térmica e dimensional em comparação aos demais, sendo os mais utilizados nas matrizes, as resinas poliéster, epóxi e fenólicas [30]. Porém, estes materiais possuem desvantagens como:

- Faixa limitada de temperatura de uso que, quando baixas, fazem com que o material seja difícil de manusear;
- Baixa estabilidade térmica e dimensional;
- A sua degradação em ambientes úmidos;
- Impossibilidade de utilização em temperaturas próximas ou acima à transição vítrea, cuja temperatura fazem com que os polímeros percam suas propriedades físicas.

Há ainda os elastômeros, que compõe uma faixa de propriedades entre os termoplásticos e os termoendurecíveis, sendo formado por moléculas lineares que estão reticuladas entre si por ligações covalentes, que proporcionam melhoria de rigidez e resistência à temperatura, fornecendo um leque maior na produção de materiais distintos.

Entre as resinas termoendurecíveis, as mais utilizadas para fabricação de materiais compósitos são as de poliéster, éster vinílico e as epóxicas. As duas primeiras são utilizadas são empregadas em materiais em que se deseja obter um bom desempenho mecânico, porém, com razoável durabilidade, e não devem ser aplicadas em produtos que suportam aplicações exigente, devido às contrações de cura se apresentam significativamente [30]. Enquanto as resinas epóxi são classificadas de elevado desempenho, assim como as fenólicas e as poliamidas, onde todas apresentam boas propriedades mecânicas, resistência a elevadas temperaturas e elevada fragilidade e sensibilidade a umidade. O tipo de polimerização ou reação de cura das resinas termoendurecíveis originam os diferentes tipos de resinas, onde as epóxi e fenólicas são obtidas a partir de uma reação de adição sem produção de voláteis, enquanto as fenólicas são obtidas por reações de condensação [30].

As resinas termoendurecíveis epóxicas, são resinas classificadas como sintéticas, que abrangem variadas propriedades, que vão desde líquidas com baixa viscosidade sem solventes (em temperatura ambiente) até sólidas com elevado ponto de fusão (após curadas). Os endurecedores possuem a função de atuar como agentes de cura e reagem com a resina epóxi, formando moléculas com diferentes composições, transformando esse compósito em um material de elevada resistência, termorrígido e com excelentes propriedades mecânicas químicas e que podem atuar no isolamento de componentes elétricos. O tipo de material utilizado como endurecedor, pode modificar as propriedades do material sintetizado.

A propriedade de material termorrígido, bem como suas elevadas propriedades mecânicas, só ocorre nas resinas epóxicas após um processo de cura, o qual depende essencialmente de um agente endurecedor para que ocorra uma reação entre as moléculas e inicie esse processo de cura do material, já que essas moléculas de resina em estado puro não reagem entre si. Isso facilita o armazenamento dessas resinas por elevados períodos de tempo em local seco, sem que exista nenhuma reação entre elas [31]. Para

que ocorra uma reação entre essas moléculas, é necessário a adição desses catalisadores, que promovem um desenvolvimento de estruturas tridimensionais, estáveis e insolúveis. A reação de polimerização que ocorre para a formação da resina epóxi é o resultado da reação entre um bisfenol A e a Epicloridrina, onde o catalisador é o hidróxido de sódio, como representado na figura 2.16. A quantidade de bisfenol A atua diretamente no aumento da cadeia poliepóxido, alterando as propriedades mecânicas da resina, tais como a viscosidade, reatividade e flexibilidade do material [31].

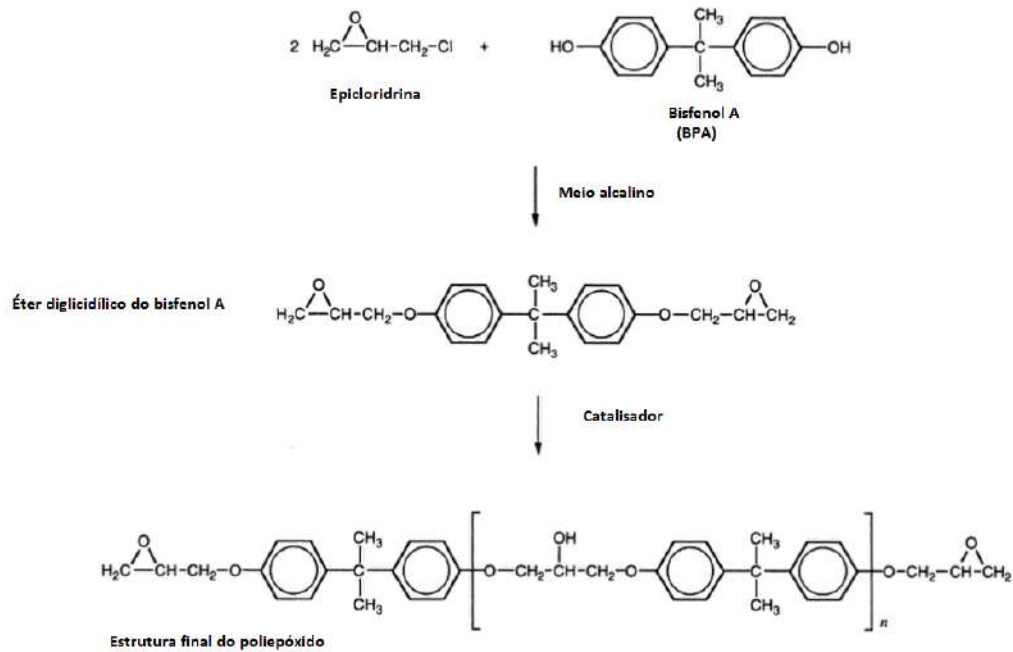


Figura 2.16: Esquema de síntese e cadeia molecular do poliepóxido.

A resistência química da resina é influenciada diretamente pela densidade de ligações cruzadas da cadeia molecular do material, ou seja, quanto maior for a densidade dessa cadeia, maior será a resistência química da resina sintetizada, pois a densidade implicará em uma dificuldade maior de um produto agressivo em penetrar a superfície do material.

A temperatura de transição vítrea e a resistência mecânica também são influenciadas pela densidade da cadeia molecular, devido ao mesmo fato que ocorre para a resistência química [31].

Ao realizar uma comparação breve entre as duas resinas mais utilizadas atualmente, a epóxi e a poliéster, podemos notar que a primeira é um pouco mais cara [32], porém, apresenta melhores propriedades quando verificada sua resistência mecânica e à umidade, também possui menor contração durante a cura, baixa absorção de água e uma faixa de temperatura de utilização maior em comparação à resina poliéster. A tabela 2.4 apresenta algumas propriedades mecânicas das resinas epóxi e poliéster.

Tabela 2.4: Propriedades de resinas utilizadas em materiais compósitos. Adaptado [2]

Resina	Módulo de Young [GPa]	Resistência à Tração [MPa]	Extensão na Ruptura [%]	Densidade [ $kg/m^3$ ]
Poliéster	2,1 - 4,1	20 - 100	1,0 - 6,5	1000 - 1450
Epóxi	2,5 - 4,1	55 - 130	1,5 - 9,0	1100 - 1300

Ao utilizar as resinas epóxi como matriz em compósitos expostos a cargas, estas apresentam variadas vantagens, como a baixa contração na cura, já citada anteriormente, que favorece a precisão dimensional em sua fabricação e evita as tensões residuais dos processos; a natureza polar desse material permite a boa adesão em variados tipos de cargas; a ausência de produtos voláteis em sua composição evita a formação de bolhas no material sintetizado e também apresenta uma estrutura reticulada (similar a uma rede), a qual oferece a excelente resistência em ambientes quimicamente agressivos, impedindo a entrada desses produtos em sua estrutura. Apresentam ainda, um alto módulo de elasticidade, boa compressão e baixa viscosidade, o que facilita a moldação, tendo como principais desvantagens a baixa aderência nas paredes de molde em que são processadas e a impossibilidade de reciclagem desses materiais sendo, no entanto, passível de ser usado como carga.

## 2.2 Propriedades mecânicas dos compósitos de matriz polimérica com reforço de fibras

As propriedades mecânicas compreendem diversas propriedades que representam a resposta de um material quando submetido à esforços mecânicos externos, as quais podem ser do tipo tensão-deformação e podem causar danos reversíveis ou irreversíveis [33]. Entre os polímeros, essa resposta depende necessariamente dos elementos de fabricação como a estrutura química, e de influências externas, como a temperatura, tempo, velocidade de deformação (ou velocidade de aplicação da tensão), nível de solicitação do mecânica, tipo de solicitação, histórico do processamento do material, abrangendo umidade e outros agentes quimicamente agressivo [34].

O material compósito, como dito anteriormente, é formado por pelo menos duas fases: a primeira atuando como matriz e, a segunda, reforçando a primeira, sob a forma de fibras com elevada resistência ou em forma de partículas de enchimento (reforçadas com partículas). Essa matriz do compósito pode ser composta com polímeros, metais ou cerâmicas, e suas fibras podem ser de simples filamentos, espessura variável (mais ou menos finos) ou de monocristais no estado filamentosos (whiskers).

A avaliação das propriedades mecânicas dos materiais compósitos e seus detalhes estruturais devem satisfazer as seguintes determinações: desenvolvimento de projeto permissível; qualificação de materiais para determinadas aplicações; controle de qualidade; avaliação da resistência e durabilidade sob cargas cíclicas ou estáticas; avaliação da influência do dano ou da degradação na resistência residual [34]. Os compósitos poliméricos também possuem uma grande variedade de propriedades, que se caracterizam principalmente, pela dependência da fibra, resinas, seu empilhamento (laminados) e da fração volumétrica. Os compósitos são suscetíveis a danos mecânicos quando sujeitos a esforços de compressão, tensão, flexão e cisalhamento que podem levar a delaminação interlaminar, ou seja, as fibras da fase reforço iniciam um processo de descolamento da fase matriz [34], levando a falha catastrófica do componente.

As condições do processamento das amostras poliméricas, tratamentos térmicos eventuais e os seus formatos, apesar de serem consideradas variáveis externas, poderão provocar alterações significativas estruturais e, conseqüentemente, interferir no comportamento mecânico dos polímeros e, por conseqüência, dos compósitos obtidos a partir dessas matrizes [35].

Das diversas baterias de ensaios a que um material é sujeito, normalmente, de acordo com as especificações de projeto, podem-se determinar valores dos tipos: resistência à tração, compressão, flexão, impacto, fadiga, abrasão, dureza, tenacidade à fratura e de adesão de determinado material à interface matriz/reforço de um compósito [36].

As propriedades de compósitos com matriz epóxi reforçados com fibras contínuas e alinhadas, de vidro e carbono, estão incluídas na tabela 2.5. Dessa forma, pode ser feita uma comparação entre as características mecânicas de ambos os materiais, tanto para direção longitudinal como para a direção transversal [1].

Tabela 2.5: Propriedades mecânicas de compósitos com matriz epóxi reforçados com fibras contínuas alinhadas de vidro e carbono nas direções longitudinal e transversal. Adaptado [1].

<b>Propriedade</b>	<b>Vidro (E-Glass)</b>	<b>Carbono (Resistente)</b>
Densidade Relativa	2,1	1,6
Módulo de Tração		
Longitudinal [GPa ( $10^6$ Psi)]	4,5 (6,5)	145 (21)
Transversal [GPa ( $10^6$ Psi)]	12 (1,8)	10 (1,5)
Limite de resistência à tração		
Longitudinal [MPa (ksi)]	1020 (150)	1240 (180)
Transversal [MPa (ksi)]	40 (5,8)	41 (6)
Deformação no limite de resist. à tração		
Longitudinal	2,3	0,9
Transversal	0,4	0,4

### 2.2.1 Ensaios mecânicos

Para realização de qualquer ensaio mecânico, primeiramente deve ser determinado quais serão as finalidades de cada um deles, devido aos elevados custos e ao tempo necessário na fabricação das amostras. As finalidades destes ensaios são variadas, entre elas: o controle de qualidade, a comparação entre materiais em uma seleção para posterior composição e até para obtenção de propriedades para um projeto determinado. Para atender aos requisitos necessários destes ensaios, é preciso garantir que os processos de fabricação dessas amostras e dos componentes sejam o mais semelhantes possível, pois qualquer alteração entre elas, pode ocasionar em falha nos testes posteriores. Também é preciso verificar e assegurar qual a representatividade e o nível do teor de fibra das amostras, pois estas são as maiores responsáveis por fornecer as propriedades características dos compósitos. Os processos de corte e demais acabamentos, também necessitam de atenção redobrada, para que sejam evitados possíveis danos antes dos ensaios. Os compósitos de matriz polimérica apresentam outras características susceptíveis de gerar problemas nos ensaios. A natureza polimérica da matriz também introduz carácter viscoelástico em algumas componentes do comportamento mecânico dos compósitos, ou seja, tornam o material menos resistente ao decorrer do tempo, podendo influenciar diretamente na performance das amostras [21].

Ainda com os cuidados sobre os ensaios mecânicos e suas amostras, existem variados parâmetros que podem influenciar diretamente as propriedades finais em testes nos compósitos fabricados, como [37]:

- Velocidade do teste;
- A área de seção transversal da amostra;
- O comprimento do medidor utilizado;
- O número de amostras testadas;
- O tipo de componente (fibra ou feixe de fibras) que será testada.

Além disso, a fim de evitar quaisquer divergências com a literatura e possíveis erros que poderiam ser ocasionados devido à falhas nos testes, no presente trabalho, foram utilizados valores baseados nas normas ASTM D3039/D3039M e ASTM D2229-02, respectivamente os testes de tração e de adesão, para os parâmetros citados anteriormente.

## **Ensaio de Tração**

Entre as diversas possibilidades de avaliação das propriedades de materiais a partir de ensaios, o mais comumente utilizado entre eles é o ensaio de tração, por ser um tipo relativamente simples de ensaio em comparação aos demais e, partindo dos princípios deste ensaio, é possível obter informações importantes e primordiais sobre o material ensaiado de forma rápida, utilizando esses dados para projetos, fabricação de peças e componentes [2]. O teste basicamente utiliza-se da geometria dos provetes e dos dados da carga aplicada para extrair dados do material. Sendo assim é necessário garantir que a amostra falhe na seção válida, de modo que não prejudique a composição dos dados durante o ensaio.

O modo de falha e sua caracterização em um material compósito é complexa, devido ao número de variáveis e diversidade de mecanismos de fratura que podem acontecer nesses materiais. Como definição, é atribuído que os materiais compósitos e laminados são heterogêneos, onde cada lâmina é individualmente anisotrópica, a fim de facilitar a leitura dos ensaios realizados. Portanto, a fratura de um componente em compósito é muito diferente da fratura de um componente metálico [2].

Em materiais compósitos, a propagação da trinca pela matriz, o rompimento das fibras e delaminação se apresentam de maneira muito diferente em relação aos materiais metálicos, dando a estes características exclusivas. Estas características de modos de falha dos compósitos normalmente se combinam e produzem a falha total do componente [38].

Os ensaios de tração são aplicados, principalmente, em materiais laminados compósitos unidirecionais, com orientação da fibra de  $0^\circ$  e  $90^\circ$ , bem como em compósitos bidirecionais e multidirecionais. Entre as normas mais utilizadas na fabricação dos provetes de compósitos para ensaios de tração, as mais utilizadas são ASTM D3039, BS2782, ISO 527 e CRAG, sendo a ASTM D3039 a com maior uso e aceitação. A geometria e a composição

dos provetes ensaiados é mostrada na figura 2.17 [39], seguindo as normas internacionais ASTM D3039, que apresentam forma retangular simples, e a norma ISO 527, representada na tabela 2.6 [40].

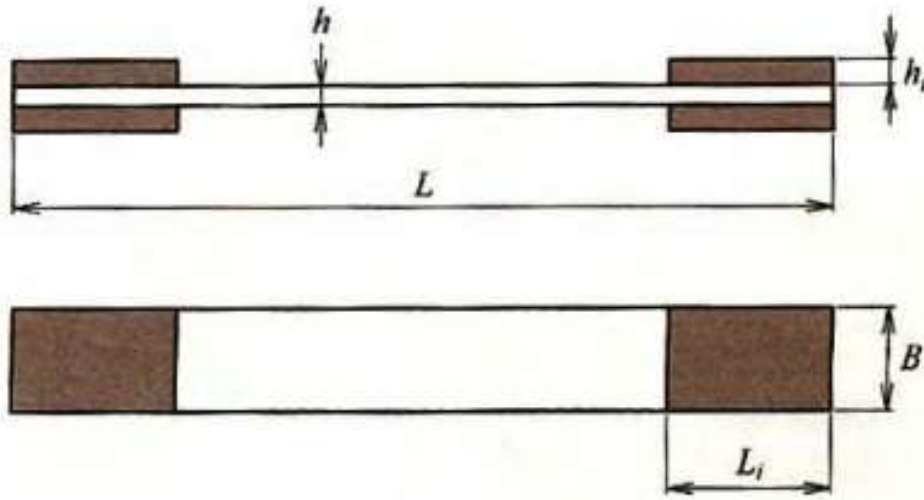


Figura 2.17: Representação esquemática de um provete para ensaios de tração - ASTM D3039 [41] [39].

A partir dos resultados dos ensaios de tração, registrados em curva tensão-deformação, podem ser obtidas variáveis tais como: módulo de elasticidade em tração, tensão e deformação no ponto de escoamento, tensão máxima, tensão e deformação na ruptura, etc. Essas são propriedades mecânicas primárias necessárias para o planejamento de diversos materiais [42]. Entretanto, pelos materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas apresentarem características únicas, o valor da tração longitudinal depende, principalmente, das características e propriedades da matriz e do reforço, podendo esse ensaio ser utilizado, também, para a avaliação da interface fibra/matriz [34].

Tabela 2.6: Dimensões dos provetes recomendadas pela norma ISO 527 [40].

Laminado	$L(mm)$	$B(mm)$	$h(mm)$	$L_i(mm)$	$h_i(mm)$
0°	250	15	1,0	50	0,5 - 2,0
90°	250	25	2,0	50	0,5 - 2,0
Multidirecional	$\geq 200$	12,5 - 25,0	1,0 - 10,0	45	$\geq 2,0$

## Ensaio de Adesão

Os ensaios de adesão, ou ensaio *Pull-Out*, como é comumente chamado, são métodos de teste mais comumente utilizados com a finalidade de determinar a força necessária para puxar um fio ou fibra de um bloco de um material, como o compósito, ou seja, seu objetivo é observar a adesão na interface entre dois materiais, estando um em forma de fio ou fibra alongado, e o outro o fixado como matriz. Ele consiste na tentativa de extrair o fio de dentro de uma cápsula de material (matriz/reforço) no qual este é embutido até certo comprimento. Também é comumente realizado com modificações variadas no fio, que podem influenciar diretamente na adesão deste com a matriz do material [43]. Dessa maneira, é possível analisar o comportamento de adesão entre a interface do fio com a matriz do material para diferentes comprimentos do fio embutido. A figura 2.18 mostra como se caracteriza um provete de ensaio *Pull-Out*.



Figura 2.18: Provete para o ensaio de Pull-Out. Adaptado de [43].

Um teste padrão de adesão que é usado na indústria de pneus automotivos é o teste padrão ASTM D-2229 para determinar a adesão entre o fio de aço e a borracha. O teste envolve a incorporação de fios de aço a serem testadas em blocos de borracha. Os fios de aço são embutidos ao longo de toda a altura do bloco de teste. Para puxar os fios para fora da borracha, a norma fornece um acessório recomendado no qual o bloco é completamente apoiado em três lados e parcialmente apoiado na superfície superior de onde o fio sai do bloco, como mostra a figura 2.19 [43].

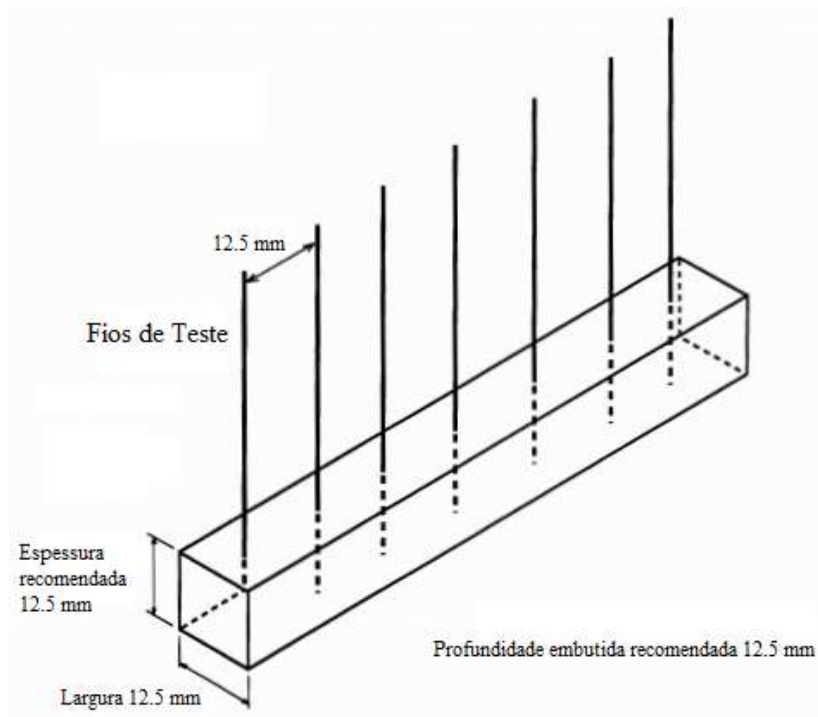


Figura 2.19: Exemplo de bloco de teste para o ensaio Pull-Out, para a norma ASTM D-2229. Adaptado [43].

As principais propriedades que podem ser observadas através dos testes de adesão, e da resultante do gráfico de tensão-deformação obtido, são as forças de cisalhamento da interface, as energias de descolamento e adesão, e o coeficiente de fricção entre a fibra e a matriz. Os diferentes parâmetros são determinados pela variação de aspectos do teste de adesão, tais como: comprimento da amostra, taxa de extração da fibra e comprimento da extremidade livre da fibra. Existem poucos padrões específicos devido às muitas variações possíveis nos tipos de fibra e matriz. Há três modos de falha quando uma fibra, ou um fio, é puxada de uma matriz: falha adesiva na interface, falha coesiva da matriz perto da interface e falha coesiva da fibra/fio perto da interface [44].

O limite de escoamento da interface também indica que a interface cede antes que a matriz ceda. O mecanismo de falha de interface para os diferentes comprimentos integrados são descritos de acordo com a figura 2.20: para fibras curtas, a matriz falha primeiro perto da superfície do polímero, então o material de interface cede e o *Pull-Out* prossegue, quando a fibra se quebra. Para comprimentos embutidos mais longos, a matriz também

falha primeiro, mas ocorre a fratura da interface em vez de ceder a matriz. A força necessária para causar o escoamento (cedência) da matriz é maior do que a necessária para a fratura contínua da interface, o que, portanto, de fato acontece [45].

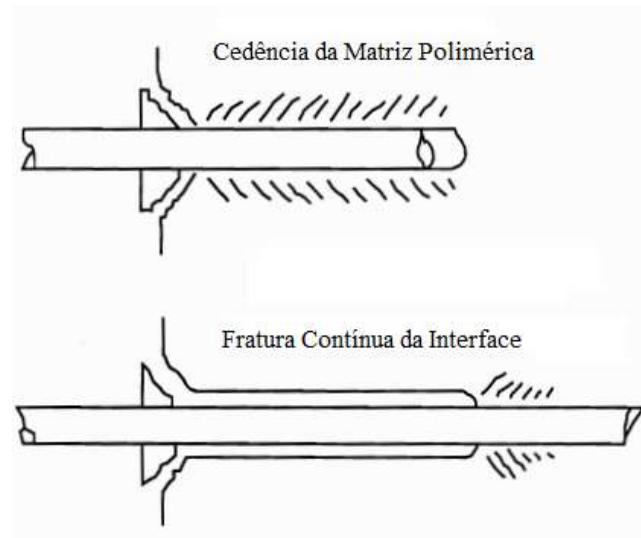


Figura 2.20: Processos de adesão em fibras curtas (superior) e fibras longas (inferior). Adaptado [45].

O sucesso de um material compósito depende da adesão entre o reforço e a matriz pelo fato de haver deslocamento relativo entre os dois quando submetidos a cargas termomecânicas [46]. Como mencionado anteriormente, uma das falhas mais comuns em compósitos reforçados por LMF é o descolamento interfacial entre a fibra e a matriz. A interface é um local crítico devido à propensão do aparecimento de trincas nesta região, à compatibilidade entre a matriz e o reforço e ao preparo ineficiente da superfície do reforço [47].

Quando os atuadores com Ligas de Memória de Forma (LMF) são incorporados diretamente no compósito, a utilidade do atuador é limitada pela capacidade da deformação induzida de ser transferida para o compósito principal. A adesão do atuador ao compósito é, portanto, crítica. Para melhorar essa adesão nos ensaios *Pullout*, foram determinados métodos de preparação de superfície e parâmetros físicos para o atuador LMF que podem melhorar a adesão dos atuadores de liga de memória usados como sensores, atuadores e reforço embutido em compósitos híbridos adaptativos [48]. A adesão entre a LMF e o

compósito aparece como um resultado do processamento do compósito principal, envolvendo a cura ou consolidação da matriz de polímero e o reforço de fibras, ao redor da LMF.

## 2.3 Ligas de memória de forma

Materiais inteligentes são materiais capazes de receber estímulos do ambiente externo e responder de uma forma pré-determinada. Entre esses materiais, os que mais se destacam são as ligas metálicas com EMF que, quando deformadas ou submetidas a esforços externos, sofrem mudanças em sua estrutura cristalina com a transformação de fase de martensite para austenite [49]. Com a retirada desse estímulo externo, voltam à sua forma original em função da temperatura de trabalho. As LMF, ou ligas inteligentes, pertencem a uma classe de materiais chamada de Materiais com Memória de Forma (MMF), que possuem a habilidade de 'memorizar' ou reter sua forma anterior quando submetidos a algum estímulo como variações termomecânicas ou magnéticas. Esses materiais têm sido amplamente estudados nas últimas décadas por apresentarem excelentes propriedades mecânicas, memória de forma, pseudoelasticidade e efeito amortecedor, podendo, inclusive, apresentar biocompatibilidade e resistência à corrosão.

Os primeiros sinais de descoberta do efeito de memória de forma são da década de 1930, quando Arne Ölander, em um estudo, verificou o comportamento pseudoelástico da liga ouro-cádmio (Au-Cd) em 1932 [50]. Mais tarde, em 1938, Greninger e Mooradian observaram a formação e desaparecimento da fase martensite pela diminuição e aumento da temperatura de uma liga cobre-zinco (Cu-Zn) [3]. Já em 1941, foi descrito pela primeira vez o termo Shape Memory por Vernon para descrever o seu material dentário polimérico. Uma década mais tarde, em 1951, Chang e Read, enquanto trabalhavam com ligas de Au-Cd, observaram a reversibilidade térmica na transformação martensite, associando esta ao termo Shape recovery (recuperação de forma) [5].

Somente em 1962, ocorreu um importante marco no desenvolvimento dos materiais com a descoberta do EMF em uma liga NiTi, pelo laboratório de artilharia naval dos

Estados Unidos. Essa liga foi denominada NiTiNOL, uma abreviação da composição química NiTi (níquel-titânio) e NOL (Naval Ordnance Laboratory), local onde foi feita a descoberta [51].

Devido às características de EMF, pseudoelasticidade e excelentes propriedades, a liga NiTi possui diversas aplicações comerciais, principalmente relacionadas à área da saúde. Entre as possíveis aplicações, estão: estruturas e compósitos, indústria automobilística e aeroespacial, robótica, produtos de consumo e, na área da saúde, implantes ortodônticos, dispositivos de desobstrução de artérias, designados por “stents” e material para cateterismo. Na engenharia é usado em acoplamentos, dispositivos elétricos, magnéticos, antenas de satélites e abas de ar condicionado [49] [3].

### 2.3.1 Transformação de fases nas ligas de memória de forma

As propriedades superelásticas e de memória de forma presentes nas LMF devem-se a uma transformação de fase que ocorre no estado sólido, na qual ocorre o rearranjo dos átomos para formação de uma nova estrutura cristalina.

Basicamente, as LMF podem existir em duas fases diferentes com três estruturas cristalinas diferentes (martensite *maclada*, martensite *demaclada* e austenite) e seis transformações possíveis [52] [53], como mostra a figura 2.21. Austenite ou fase inicial caracteriza-se por ser estável a elevadas temperaturas e/ou a baixos níveis de tensão, possui um módulo de elasticidade elevado e uma estrutura cristalina cúbica muito ordenada e simétrica. Martensite, por sua vez, é caracterizada pela sua estabilidade a elevados níveis de tensão e/ou a baixas temperaturas, pelo seu baixo módulo de elasticidade e pela estrutura cristalina monoclinica, pouco simétrica e menos ordenada [49]

Na transformação de fase martensite termoelástica dá-se a alteração do material da fase austenite para a fase martensite através da aplicação de tensões ou da variação de temperatura. Quando uma LMF é aquecida, ela começa a se transformar da fase de martensite para a fase de austenite. A temperatura inicial de austenite ( $A_s$ ) é a temperatura onde essa transformação começa e a temperatura final de austenite ( $A_f$ ) é

a temperatura onde essa transformação é concluída. Uma vez que uma LMF é aquecida além de  $A_s$ , ela começa a se contrair e se transformar na estrutura de austenite, ou seja, se recuperar em sua forma original. Essa transformação é possível mesmo sob altas cargas aplicadas e, portanto, resulta em altas densidades de energia [5]. Durante o processo de resfriamento, a transformação começa a reverter para martensite na temperatura de início de martensite ( $M_s$ ) e é concluída quando atinge a temperatura de término de martensite ( $M_f$ ). Esta não é a única ordem possível para as temperaturas de transformação. As temperaturas de transformação podem ser manipuladas variando o teor de níquel ou titânio na liga e por vários tratamentos termo-mecânicos.

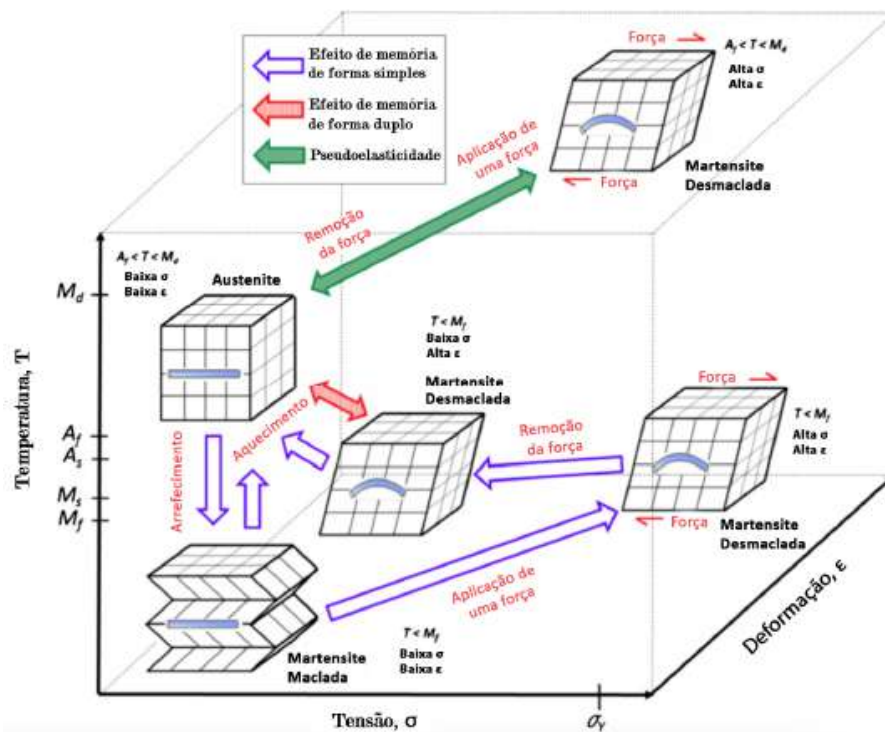


Figura 2.21: Fases de transformação de uma LMF. Adaptado de [52] [53].

A temperatura mais alta na qual a martensite não pode mais ser induzida por estresse é chamada de  $M_d$  e, acima dessa temperatura, a LMF é permanentemente deformada como qualquer material metálico comum. O EMF é observado quando uma força é aplicada durante a fase de martensite maclada (do inglês twinned), o que leva à fase de martensite desmaclada (do inglês detwinned) num processo chamado desmaclagem, onde se dá a

reorientação da estrutura cristalina do material. Este estado também pode ser revertido com o aquecimento do material, o que caracteriza o comportamento único das LMF.

### Curva de Histerese nas LMF

A diferença entre as temperaturas de transformação de fases de martensite para austenite quando aquecido e, de austenite para martensite quando resfriado nas LMF, é descrita como curva de histerese. É, geralmente, a definição da variação nas temperaturas quando o material se encontra como fase 50% austenite (após o aquecimento) e 50% martensite (após o resfriamento) [54].

A figura 2.22 representa a curva de histerese das LMF. A curva de histerese ocorre quando, na fase martensite, a LMF é aquecida, e acontece sua transformação de fase para austenite e, também, quando ocorre a transformação da fase austenite para a martensite enquanto a liga é resfriada. O processo todo também pode ser descrito pelas temperaturas de transformação de fase, quando descrito o processo de aquecimento e resfriamento das LMF, como explicado no tópico anterior, e representado pela figura 2.21.

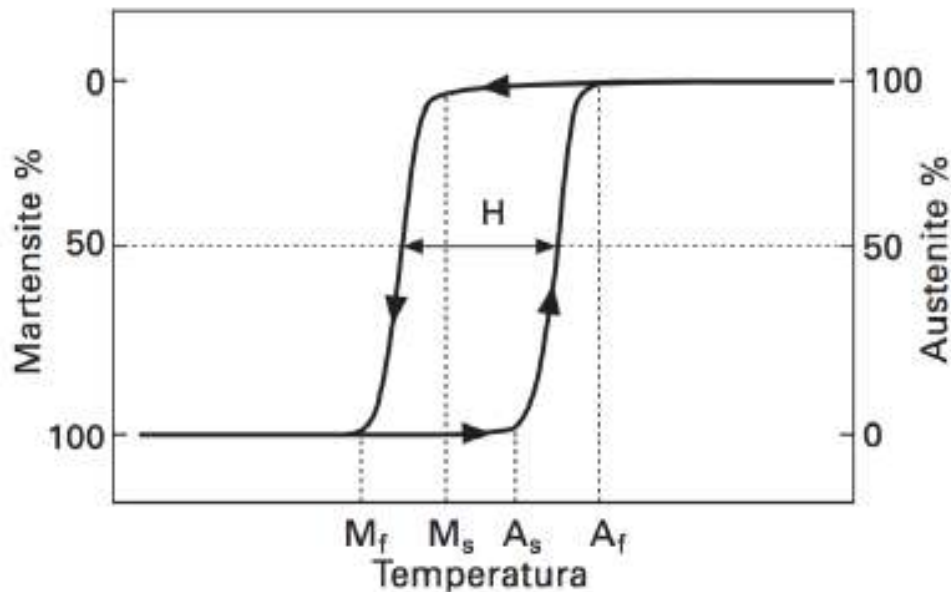


Figura 2.22: Curvas de histerese nas LMF [48].

Esta propriedade é importante e requer atenção especial durante a seleção da LMF para aplicações técnicas específicas, por exemplo: uma pequena histerese é necessária para aplicações de atuação rápida (como na robótica); uma histerese maior é necessária para reter a forma predefinida dentro de uma ampla faixa de temperatura (como em junção de tubos) [55]. Além disso, as temperaturas de transição identificam a faixa operacional de uma aplicação. Essas temperaturas de transição e o comportamento do 'loop' de histerese são influenciados pela composição da LMF, pelo processamento termomecânico adaptado ao material e pelo ambiente de trabalho onde será aplicado.

### 2.3.2 Efeitos de memória de forma (EMF)

O efeito de memória de forma EMF ocorre devido uma transformação de fase induzida pela temperatura que reverte a deformação, ilustrado pela curva de histerese, na figura 2.22. Em outras palavras, a LMF consegue, devido ao arranjo atômico das suas fases, retornar a sua forma original depois de um carregamento termomecânico através do aumento de temperatura e do alívio de carga sobre o material [5].

Uma LMF exhibe o seu efeito de memória de forma quando é deformada por uma carga em sua fase martensite 'maclada' e, em seguida, essa carga é retirada quando o material estiver a uma temperatura abaixo de  $(A_s)$ . Quando é aquecido em seguida, acima de  $(A_f)$ , a LMF irá recuperar sua forma original, transformando-se de volta na fase austenite. A natureza da LMF pode ser melhor compreendida seguindo o caminho de carregamento termomecânico em um espaço combinado de tensão-deformação-temperatura, conforme mostrado na figura 2.23.

Algumas considerações sobre o gráfico apresentado, para melhor entendimento do EMF nas LMF:

- A transformação para martensite inicia-se com o resfriamento livre de tensões da austenite até  $M_s$  e com a continuidade do resfriamento após  $M_f$ , garantindo que em toda a liga está a fase martensite de variante maclada.

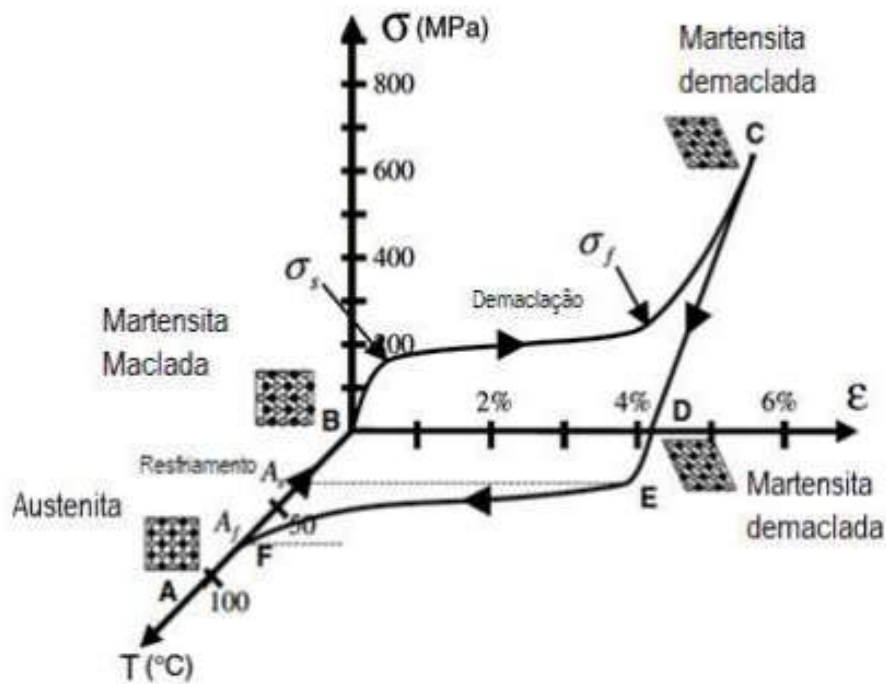


Figura 2.23: Gráfico tensão-deformação-temperatura exibindo o efeito de memória de forma em uma liga NiTi [48].

- A fase martensite é influenciada pelo carregamento na liga, de modo que, as temperaturas de início e fim das transformações dessa fase ( $M_s$  e  $M_f$ ) sejam dependentes desse carregamento externo, afetando diretamente o comportamento da liga, ilustrado por  $\sigma_s$  e  $\sigma_f$ .
- Quando ocorre o aquecimento até  $A_s$ , a LMF começa a ter frações de austenite, fase que se torna uniforme a partir de  $A_f$  e é garantido que há homogeneidade dessa fase na liga.
- Quando não há aplicação de força externa, a partir de qualquer temperatura maior que  $A_f$ , ao diminuir a temperatura, a martensite formada é maclada. A aplicação da tensão vai posteriormente demaçando a martensite.

O efeito de memória de forma a um nível microscópico, ou seja, a sua alteração na estrutura cristalina das ligas com memória de forma durante a transformação de fase, é apresentado na figura 2.24 [56].

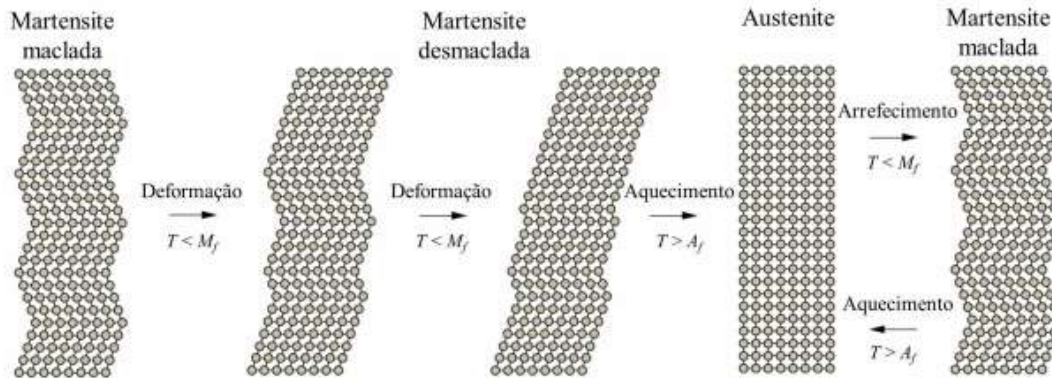


Figura 2.24: Mecanismo do EMF em escala microscópica. Adaptado de [56].

Esse efeito descrito acima é chamado de efeito de memória de forma unilateral, One-Way Shape Memory Effect (OWSME), ou simplesmente EMF, porque a recuperação da forma é alcançada apenas durante o aquecimento, após o material ter sido deformado por uma carga mecânica aplicada.

O efeito de memória de forma duplo, Two-Way Shape Memory Effect (TWSME), por sua vez, manifesta-se durante o aquecimento e arrefecimento da SMA. Neste material, ocorre uma transformação espontânea da forma durante o seu aquecimento e arrefecimento, sem que haja a intervenção de uma força externa.

### 2.3.3 Pseudoelasticidade e superelasticidade

As LMF exibem um fenômeno às vezes chamado de superelasticidade, mas é mais precisamente descrito como pseudoelasticidade. “Superelasticidade” implica que as ligações atômicas entre os átomos se estendem a um comprimento extremo sem incorrer em deformação plástica. A pseudoelasticidade é um termo utilizado para descrever as deformações elásticas aparentes das LMF durante a fase austenite (acima de  $A_f$ ). Este efeito é caracterizado pela força elástica total do material, que chega a atingir uma capacidade cerca de vinte vezes superior ao aço [5].

Esse fenômeno está associada à transformação induzida pela aplicação de uma força ao material acima da tensão de martensite ( $A$ ), que leva à geração de deformações macroscópicas durante o carregamento externo, até que nenhum austenite permaneça ( $C$ ) e,

em seguida, a recuperação da deformação, após retirar a força aplicada em temperaturas acima de  $A_f$  (e abaixo de  $M_d$ ) (D), ponto em que a deformação do material será recuperada, por fim, voltando o material totalmente a fase austenite, com pouca ou nenhuma deformação [49] [3]. A figura 2.25 ilustra o comportamento superelástico do material durante esse ciclo de aplicação de carregamentos externos.

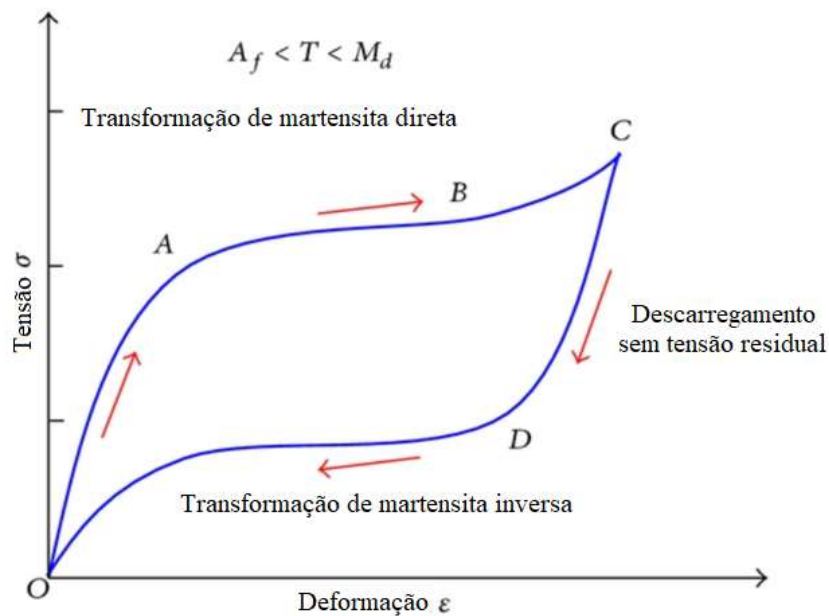


Figura 2.25: Diagrama tensão-deformação de uma liga NiTi demonstrando a pseudoelasticidade  $A_f < T < M_d$  [5].

Como mencionado anteriormente, a depender da usabilidade do material, a curva de histerese (situada entre as transformações de fase direta e reversa durante o ciclo pseudoelástico, no espaço  $\sigma$ - $\epsilon$ , onde representa a energia dissipada no ciclo de transformação), é de extrema importância para a pseudoelasticidade, já que as fases martensite e austenite possuem diferentes módulos de elasticidade e comportamentos diferentes quando submetidos a determinadas aplicações de forças [54] [55].

O efeito superelástico a um nível microscópico, ou seja, a sua alteração na estrutura cristalina das ligas com memória de forma durante a transformação de fase, é apresentado na figura 2.26.

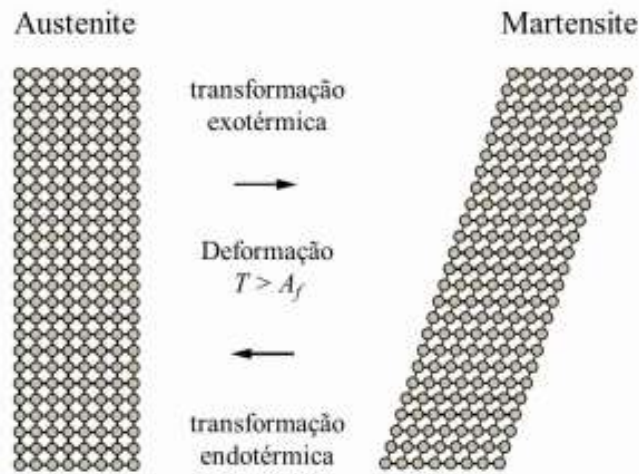


Figura 2.26: Mecanismo do efeito superelástico. Adaptado de [56].

### 2.3.4 Efeito amortecedor

As LMF, por apresentarem suas propriedades de memória de forma, possuem capacidades de amortecimento muito superiores quando comparadas a outros materiais, o que faz com que estas apresentem um grande potencial de aplicação em amortecimento para estruturas que sofrem com vibrações mecânicas [57]. Essa característica de propriedade de amortecimento, como o EMF, se devem ao fato desses materiais possuírem duas fases de estruturas cristalinas, como mencionado anteriormente, a austenite e a martensite que, ao serem submetidas a temperaturas de transformação, ocorrem essas mudanças de fase em ciclos térmicos adequados, o que provoca a mudança dessas estruturas cristalinas, rigidez do material e do sistema onde estão inseridas, já que os módulos de elasticidade de cada uma das fases é diferente.

A austenite apresenta baixos níveis de amortecimento devido à elevada rigidez da sua estrutura cristalina. Por sua vez, a martensite apresenta uma capacidade de amortecimento elevada, que resulta do seu baixo módulo de elasticidade. Mas, é no intervalo de transformação entre essas fases, que as LMF apresentam o melhor desempenho da propriedade de amortecimento, permitindo uma melhor absorção de energia, como mostra a figura 2.27, já que o material apresentará a rigidez da fase austenite e a elasticidade da

fase martensite. Desse modo, nos sistemas onde rigidez varia de acordo com a temperatura, o controle das vibrações no material onde é aplicada a LMF é realizado através da variação de temperatura da liga.

A capacidade superior de amortecimento durante a transformação de fase nas LMF se deve ao fato da reorientação para martensite, que ocasiona em um rearranjo molecular na estrutura cristalina e resulta em um atrito interno, que é responsável pela dissipação da energia de vibração pela liga [3].

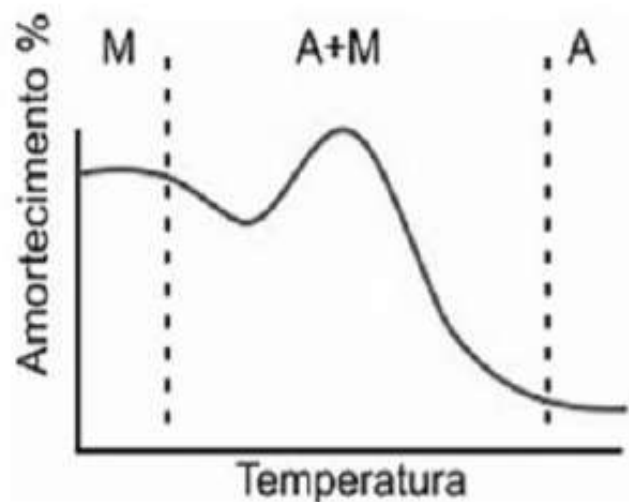


Figura 2.27: Efeito amortecedor nas LMF [3], onde M - martensite; A - austenite; A+M - zona de transição.

### 2.3.5 Ligas à base de cobre

Embora as LMF NiTi proporcionem excelentes propriedades pseudoelásticas, EMF, e sejam biocompatíveis, eles são relativamente caros em comparação com LMFs baseados em Cobre (Cu). A boa condutividade elétrica e térmica, bem como sua formabilidade (propriedade de uma liga resistir a deformação plástica sem sofrer ruptura) torna as LMFs baseados em Cu uma alternativa atraente em relação ao NiTi. Ligas à base de cobre geralmente exibem menos histerese do que as NiTi, com as temperaturas de transformação em ligas à base de cobre sendo altamente dependentes da composição. Uma mudança

precisa de 0,001 a 0,0001 em % é necessária para atingir temperaturas de transformação reproduzíveis dentro de uma faixa de 5°C. Uma breve comparação de propriedades entre as duas ligas mais utilizadas de cada classe (Cu e NiTi) é apresentada na tabela 2.7 [58]. As principais ligas à base de cobre são encontradas nos sistemas cobre-zinco (Cu-Zn) e cobre-alumínio (Cu-Al).

Tabela 2.7: Comparação entre as principais LMF comercializadas. Adaptado [58].

Propriedades	Liga NiTi	Liga Cu-Zn-Al
Deformação recuperável	máx. 8%	máx. 4%
Tensão gerada na recuperação	máx. 400 MPa	máx. 200 MPa
Fadiga	$10^5$ ( $\epsilon = 0,02$ ) $10^7$ ( $\epsilon = 0,005$ )	$10^2$ ( $\epsilon = 0,02$ ) $10^5$ ( $\epsilon = 0,005$ )
Resistência à corrosão	Boa	Problemática, especialmente sob tensão
Trabalhabilidade	Pobre	Razoável
Conformação	Relativamente fácil	Razoavelmente difícil

### 2.3.6 Ligas à base de níquel-titânio (NiTi)

Entre as composições de LMF conhecidas, as feitas a partir de ligas de NiTi foram estudadas com maior profundidade, por suas propriedades mecânicas e térmicas, e são utilizadas em maior número entre as aplicações comerciais. Estas ligas apresentam um comportamento EMF resiliente, TWSME e comportamento pseudoelástico sob as condições certas, o que torna este material ideal em muitas aplicações. Ele também apresenta resistência à corrosão e é biocompatível, sendo utilizado em diferentes áreas biomédicas. Em comparação com outras ligas menos utilizadas, a cristalografia e a resposta termomecânica do NiTi são muito conhecidas e previsíveis, assim como os efeitos do tratamento

térmico e a variação das temperaturas de transformação com mudanças na composição. A LMF baseada em NiTi mais comumente utilizada está listada a seguir.

## Ni-Ti

No início dos anos 1960, foi descoberto o efeito da memória de forma em uma liga de NiTi equiatômica [54]. A composição equiatômica (ou seja, 50% de Ni e Ti) exhibe a temperatura  $A_f$  máxima (120°C) de todas as composições de NiTi estudadas. Diminuir a porcentagem atômica de Ni (%) da composição não afetaria as temperaturas de transformação. Já se a composição do níquel fosse aumentada acima de 50%, a temperatura de transformação começa a diminuir, com  $A_f$  tornando-se tão baixo quanto -40°C ao adicionar uma proporção de 51% de níquel. Esta variação na composição pode alterar as características da temperatura ambiente (23°C), alterando um comportamento predominante de EMF para pseudoelástico.

Em ligas ricas em níquel, o envelhecimento do material à temperatura de 400°C resulta na formação de precipitados lenticulares de  $Ti_3 Ni_4$ . Os campos de tensões, devido aos precipitados formados, podem resultar na formação de uma fase intermediária conhecida como fase  $R$  entre as fases de austenite e martensite. O nome “fase  $R$ ” está associado à estrutura romboédrica do cristal. Esta fase geralmente desaparece com tratamentos térmicos em altas temperaturas e, portanto, sua existência está associada a certas condições específicas [3]. Essas condições incluem a substituição de pequenas quantidades de Ni por Fe ou Al, apresentação de campos de tensão devido a precipitados de níquel (ricos em Ni) e campos de tensão devido a deslocamentos ocasionados por trabalho a frio ou tratamentos térmicos feitos nas ligas. As ligas de NiTi exibem deformações decorrentes da transformação de fase totalmente recuperáveis de até 8% e podem ser obtidas comercialmente em várias formas (por exemplo, fios, tiras, hastes, tubos e placas).

Estudos recentes também investigaram a composição de 55% NiTi [5]. Esta composição exhibe temperaturas de transformação na faixa de -10°C a 60°C. A liga é quimicamente multifásica, uma das principais razões pelas quais exhibe baixas deformações de transformação. No entanto, foi comprovado que a liga com proporção de 55% NiTi apresenta

resistência à corrosão superior em comparação com os aços inoxidáveis em ambientes agressivos [59]. A liga também apresenta excelente estabilidade termomecânica, controle mais fácil das temperaturas de transformação por meio de tratamento térmico e pode ser moldada a quente em diferentes formas complexas, já que essas ligas não requerem trabalho a frio [60] [61].

### 2.3.7 Aplicações da liga NiTi

Como consequência às excelentes propriedades das LMF NiTi, essas ligas possuem uma grande possibilidade de aplicações, bem como possibilidades de inovações a partir desses materiais.

Com relação aos modos de aplicação dessas ligas, estas se dividem em quatro categorias, que identificam diferentes maneiras de utilização desses materiais. As primeiras três se relacionam com o EMF que essas ligas proporcionam. As quatro categorias se dividem em: recuperação livre (recovery free), que se relaciona a movimentos livres do elemento; recuperação restringida (constrained recovery), relacionada à produção de forças; atuador, relacionado à realização de trabalho (movimento e força); e superelasticidade, relacionada ao armazenamento de energia [5].

- Aplicações de recuperação livre: O elemento de liga com memória de forma tem a capacidade de recuperar a sua configuração inicial (original) livremente durante o aquecimento [62] [63].
- Aplicações de recuperação restringida: A recuperação da forma das ligas com memória de forma é impedida por outro elemento secundário, o que ocasiona em grandes tensões sobre o elemento que impede esse movimento de recuperação da fase martensite [5] [62] [63].
- Atuadores (realização de trabalho): Nesse caso, utiliza-se da capacidade das ligas de memória de forma em gerar movimento (deslocamento) e força, durante a recuperação de deformação e tensão, acarretando em trabalho durante o aquecimento do

material, o que também pode ser feito através uma corrente elétrica induzida [63].

- Aplicações da pseudoelasticidade: Ocorrem recuperações de deformações elásticas muito amplas por todo o material, com a capacidade de armazenamento e dissipação dessa energia, porém, estão limitadas somente entre as temperaturas  $A_s$  e  $M_d$  por ser a única que pressupõe uma aplicação em condições isotérmicas [62] [63].

Com todos os benefícios que as LMF apresentam em suas propriedades e variedades de aplicações, elas têm assumido papel importante para resolução de problemas de diversas áreas, através de aplicações inovadoras, do desenvolvimento de novos produtos, bem como grandes avanços em cadeias industriais.

### 2.3.8 Resumo dos fatores que afetam o nitinol

Em resumo, o processo completo do ciclo termo-mecânico do nitinol (Martensite  $>$  Austenite  $>$  Martensite) para temperaturas na faixa de transição  $A_f$ , inicia os seguintes efeitos:

- Um aumento de deslocamentos e defeitos de rede nos limites dos cristais;
- 'Transformação de endurecimento por deformação' que possivelmente estabiliza a microestrutura;
- Uma recuperação de forma mais consistente, como resultado da estabilização;
- Relaxamento de tensões e queda nas temperaturas de transição dos defeitos da rede dificultando a reorientação da fase de martensite.

O processo de aquecimento do nitinol à temperaturas na faixa de transição  $A_f$ , e o processo de resfriamento, sem exercer tensões sobre o nitinol, demonstra o seguinte:

- O nitinol demonstrou excelente capacidade de se recuperar totalmente, repetidamente, durante a recuperação livre de tensões;

- Contanto que a tensão inicial máxima no nitinol fosse mantida dentro de 8 a 10%, a deformação no material poderia ser 100% recuperada.

Temperaturas de recozimento e temperaturas muito maiores do que  $A_f$ , podem ter os seguintes efeitos na recuperação da forma e nas temperaturas de transição do nitinol:

- O recozimento pode eliminar os defeitos da rede e dar ao nitinol uma nova de memória de forma;
- As tensões internas induzidas pela fabricação podem ser reduzidas por recozimento;
- Um recozimento de 500°C pode produzir um desempenho de recuperação de forma muito bom;
- Temperaturas moderadas podem destruir uma parte da recuperação de forma para amostras aquecidas quando submetidas à tensão constante;
- Aumento nas temperaturas de transição ocorrem com tensões externas aplicadas, especialmente na primeira transformação para o estado de austenite;
- O relaxamento da tensão em amostras de nitinol tensionadas ocorre como resultado do recozimento;
- As reduções nas temperaturas de transformação ocorrem durante o aquecimento de amostras de nitinol deformadas, devido ao aumento das tensões residuais.

## **2.4 Tratamentos de superfície em ligas de memória de forma (LMF) e mecanismos de adesão**

Uma boa adesão entre a matriz polimérica e a superfície dos fios de nitinol, exige que o material polimérico cubra a superfície para formar a ligação adesiva entre os dois materiais. A ligação adesiva ocorre quando as superfícies do polímero e do nitinol estão próximas o suficiente para que a atração intermolecular baseada no hidrogênio ou ligações

de Van der Waals possa ser alcançada. Se o umedecimento adequado da superfície do fio não for alcançado durante o processamento da amostra, então a atração entre os dois materiais diferentes é menor do que a ideal exigida [64].

Os fios de nitinol são muito lisos e planos, e suas superfícies são essencialmente livres de entalhes ou rugosidades na superfície que podem fornecer oportunidades de interação. Se os tratamentos de superfície tornarem a superfície do atuador áspera, a interação com o compósito será aumentada e a resistência ao cisalhamento interfacial pode ser aumentada [65].

Outro meio pelo qual a resistência ao cisalhamento interfacial entre os fios e o compósito pode ser aumentada é por interação mecânica. Se a superfície do atuador ou fibra for rugosa, o polímero pode preencher as fendas e formar projeções mecânicas que dificultam a extração do fio de nitinol [65].

Sem qualquer interação entre o polímero e os fios, a força de ligação é completamente dependente da atração do material um pelo outro. A figura 2.28 mostra como a força média para a fratura da interface e o comportamento da curva tensão-deformação varia com a preparação da superfície [64].

As diferentes preparações de superfície demonstram a dependência da adesão da interface no acabamento da superfície dos fios. Os comprimentos embutidos foram variados para determinar se o comprimento do atuador no composto era importante para a resistência da interface [64].

As mudanças na inclinação da curva de força - deslocamento antes da fratura da interface também podem ser atribuídas a uma falha lenta e gradual de uma interface inconsistente perto da superfície livre.

Um dos objetivos dos tratamentos de superfície é remover uma camada de óxido potencialmente fraca ou quebradiça que geralmente está presente na superfície do nitinol quando recebido do fabricante. A outra finalidade do tratamento de superfície é fornecer maior adesão entre a matriz e o reforço.

A maioria das aplicações de compósitos LMF requerem transferência de tensão do fio

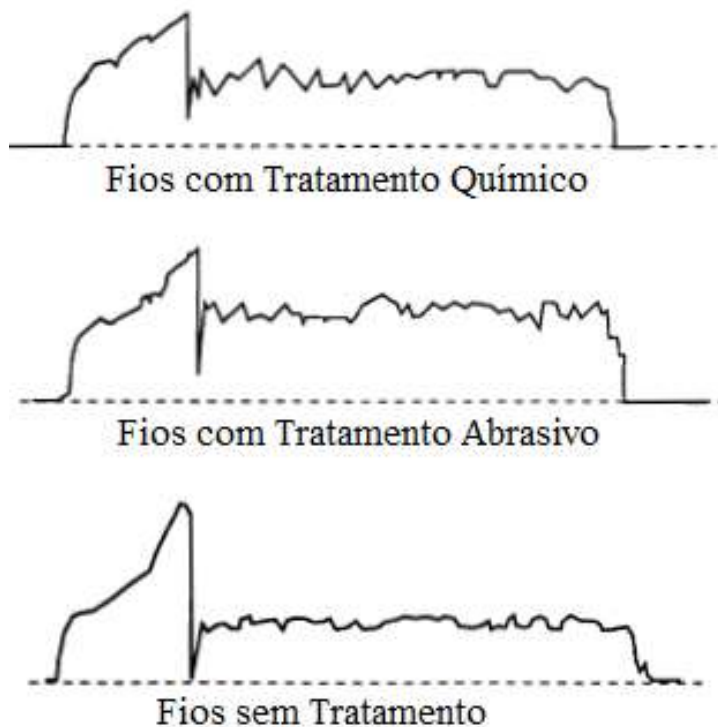


Figura 2.28: Curvas típicas de tensão-deformação para as amostras de 25 mm em cada preparação de superfície [48].

para a matriz. Nessas aplicações, a adesão interfacial máxima entre o fio LMF e a matriz polimérica é desejável. Uma forte ligação interfacial também aumenta a integridade estrutural do compósito final. Portanto, é essencial ter alguma medida da resistência de união interfacial entre o fio e a matriz para a avaliação da resposta mecânica e o desenvolvimento de interfaces bem projetadas. A resistência adesiva é comumente considerada como a resistência mecânica à separação do adesivo do substrato. A adesão interfacial pode ser atribuída a cinco mecanismos principais. Estes incluem adsorção e *'wetting'*, interdifusão, atração eletrostática, ligação química e intertravamento mecânico. Devido à natureza desses mecanismos, a falha adesiva normalmente ocorre em uma camada limite fraca ou região de interface próxima a uma interface polímero / sólido. O nível de adesão pode ser controlado aplicando um tratamento de superfície apropriado para alterar esta região de interface [5]. O condicionamento com ácido nítrico, lixamento manual e tratamentos de superfície com jato de areia podem ser aplicados aos fios com o objetivo de

aumentar a aderência.

Como tratamentos mais utilizados, temos os tratamentos químicos com uma substância oxidante, como o ácido nítrico, principalmente para os aços inoxidáveis e ligas de cobalto-cromo, mas também para ligas de titânio, e os tratamentos abrasivos, feitos em sua maioria através de lixas, com a finalidade de retirar a camada de oxidação da superfície do material e aumentar sua rugosidade, de modo que aumente sua adesão matriz/reforço durante o processo de fabricação do compósito.

Embora a literatura esteja repleta de estudos de adesão fibra / matriz em compósitos poliméricos, pouco trabalho foi realizado sobre a adesão de materiais inteligentes incorporados. Foram realizados experimentos de adesão para medir a resistência de união entre fios LMF e vários compósitos de matriz de polímero. No presente trabalho, o teste de adesão também é adotado para medir a adesão de fios LMF a uma matriz polimérica e para estudar a influência dos diferentes tratamentos de superfície [48].

# Capítulo 3

## Materiais e Métodos

Neste capítulo são apresentados os materiais e os métodos utilizados no âmbito desta dissertação. Em primeiro lugar são apresentados os materiais utilizados, como as fases matriz e reforço de um compósito, os filamentos NiTi e os reagentes utilizados para o preparo das superfícies. Em seguida, são apresentados os tratamentos realizados nos filamentos NiTi, o processo de fabrico dos provetes e realização de todos os ensaios, e os procedimentos realizados para obtenção e caracterização do compósito de matriz polimérica reforçado com LMF.

### 3.1 Materiais

O trabalho realizado nesta dissertação tem como objetivo desenvolver um compósito com matriz polimérica termoendurecível com reforços de fibra de carbono e ligas de memória de forma (LMF) NiTi. Para estudar e determinar a influência destes filamentos de LMF no compósito, foram fabricados provetes poliméricos e provetes poliméricos com a presença das LMF e, em seguida, feitas as comparações através de ensaios de caracterização mecânica de tração. Também foram realizados ensaios *Pull-Out* para posterior verificação da melhor adesão em cada tratamento de superfície aplicado aos filamentos NiTi. Assim, para o fabrico dessas matrizes poliméricas, foram utilizadas os filamentos nitinol e fibras de carbono como reforço, bem como a resina epóxi como matriz polimérica.

### 3.1.1 Fase matriz: resina termoendurecível epóxi

Na composição da fase matriz do compósito, foi utilizada a resina termoendurecível epóxi SR1500 fornecida pela marca Sicomin® com densidade de  $1.13 \text{ g/cm}^3$ , bem como seu catalisador (endurecedor), também fornecido pela marca Sicomin®, de código SD2505. A proporção utilizada de resina e endurecedor obedeceu a relação em proporção mássica fornecida pelo fabricante de 100 partes de resina para 33 de endurecedor com a proporção de 100/33%, sendo ambos os produtos distribuídos por MR Dinis Santos. Essa resina demanda tempo de cura de 24 horas à temperatura ambiente e, caso solicite melhora da resistência mecânica, é necessário um tempo de pós cura de 16 horas à  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  para que a resina adquira a totalidade da resistência mecânica informada pelo fabricante.



Figura 3.1: Resina epóxi e catalisador utilizados.

### 3.1.2 Fase reforço: tecidos de fibra de carbono

A matéria-prima empregada como fase reforço, foi a fibra de carbono bidirecional  $90^\circ$ , com densidade superficial de  $160 \text{ g/m}^2$ , cuja grandeza é designada habitualmente na indústria por 'gramagem' ou gramatura. Esta fibra é utilizada para aplicações de alta performance, onde é necessária alta resistência mecânica e baixo peso. A fibra foi adquirida pela empresa Inov Compósitos® e fornecida em forma de tecido simples (ASTM D6856/D6856M).

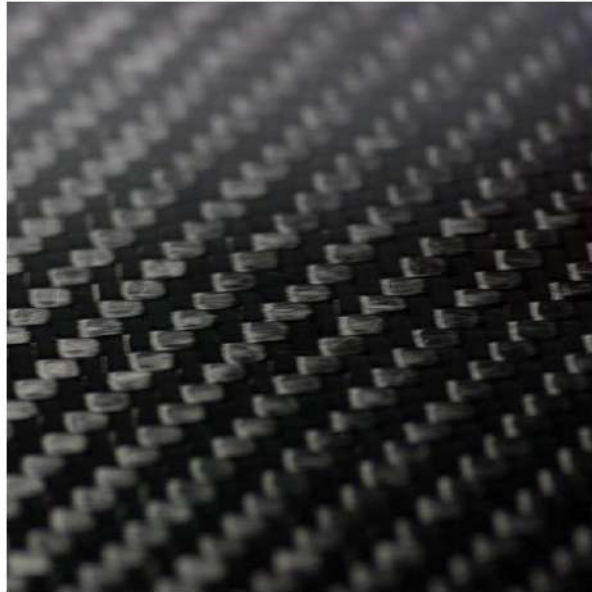


Figura 3.2: Tecido simples de fibra de carbono - bidirecional 90°.

### 3.1.3 Fase reforço: filamentos de LMF NiTiInol

Os filamentos utilizados de LMF para fabricação dos compósitos são feitos de NiTi, com temperatura de mudança de fase  $A_f$  de  $-10\text{ °C}$  ( $\pm 5\text{ °C}$ ), presentes no estado martensite, fornecido pelo revendedor alemão *nitinolxy*, situado em Leipzig, Alemanha. Estes filamentos apresentam diâmetros de 0.50 mm e, neste trabalho, sofrem tratamentos superficiais para caracterização e aplicação em diferentes ensaios, com a finalidade de obter resultados e comparar, entre os diferentes tratamentos aplicados, qual apresenta as melhores propriedades mecânicas e adesão quando submetido aos testes realizados. A composição química e propriedades mecânicas do fio utilizado, estão representadas nas tabelas 3.1 e 3.2.



Figura 3.3: Filamento de LMF NiTiNOL.

Tabela 3.1: Composição química dos filamentos NiTi obtidas pelo fornecedor.

Composição Química (% de massa)	Informações da Matéria-Prima (%)										
	Ti	Ni	C	O	N	H	Co	Cu	Cr	Nb	Fe
	~44.01	55.9	0.016	0.04	0.002	0.0005	<0.01	<0.01	<0.01	<0.02	<0.02

Tabela 3.2: Propriedades mecânicas dos filamentos NiTi obtidas pelo fornecedor.

Propriedades Mecânicas	Informações da Matéria-Prima				
	Diâmetro ( <i>mm</i> )	$A_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Resistência à tração ( <i>MPa</i> )	Alongamento (%)	Alongamento Residual (%)
	0.500-0.501	9	>1300.00	$\geq 10.0$	<0.05

### 3.1.4 Reagentes e abrasivos

Para os tratamentos na superfície dos fios NiTi, foram necessários alguns materiais: a acetona, a lixa d'água com granulometria 600 e uma composição química baseada em solução aquosa para reagir com a superfície dos fios NiTi de 3%  $HF$  (ácido fluorídrico) + 15%  $HNO_3$  (ácido nítrico) [48].

## 3.2 Procedimentos experimentais

Os procedimentos descritos a seguir foram reproduzidos, tanto para o fabrico dos provetes de tração quanto para os provetes de ensaios de adesão.

### 3.2.1 Tratamentos de superfície nas LMF

Para caracterização e tratamento da superfície dos filamentos NiTi, foram utilizados duas composições de materiais distintos e, previamente a ambos os tratamentos, uma limpeza feita à base de acetona por toda a superfície do fio foi realizada a fim de evitar quaisquer impurezas em sua composição, de modo que afete as propriedades finais dos tratamentos realizados.

Ambos os tratamentos possuem a finalidade de alterar a topografia da superfície, aumentar a região de contato com a matriz polimérica e criar determinada rugosidade, visando a melhor adesão do filamento ao compósito matriz + reforço. Os resultados de tais tratamentos, e as imagens da superfície dos fios após cada um deles, serão discutidos posteriormente.

#### **Abrasivo**

O primeiro tratamento superficial realizado utilizou-se de materiais abrasivos, onde os fios passaram por limpeza com acetona previamente, e em seguida, as amostras foram submetidas ao tratamento com lixa d'água de granulometria 600, em uma direção de lixamento longitudinal ao comprimento do fio, resultando em uma superfície reluzente, conforme figura 3.3.

O tratamento abrasivo tem como finalidade a retirada da camada de oxidação da superfície dos filamentos, que são acumulados por processo natural do próprio material, decorrentes do manuseio, armazenagem, entre outros processos, além de retirar parcialmente uma determinada camada do próprio material a fim de criar uma certa rugosidade em sua superfície [48].

## Químico

No tratamento superficial químico, foi utilizada uma solução cuja composição foi feita de 3%  $HF$  (ácido fluorídrico) + 15%  $HNO_3$  (ácido nítrico) + 82%  $H_2O$  em % volumétrica, onde os fios NiTi foram submersos durante 10 minutos com a finalidade de remover a camada de óxido e aumentar a rugosidade da superfície, como mostra a figura 3.4. O  $HF$  gera uma reação química e transforma o metal em gás e líquido, enquanto o  $HNO_3$  o dilui em solução aquosa e retira o óxido da superfície. A combinação entre  $HNO_3$  e o ácido complexante  $HF$ , em solução aquosa, resulta em um grande aumento no poder oxidante e na retirada de parte do material da liga, reagindo com toda a superfície e criando as rugosidades no filamento exposto ao tratamento [66].

Em seguida, os filamentos foram submetidos a um processo neutralizador, que consiste na lavagem com água corrente, para retirada de quaisquer resíduos de ácido. E, para finalizar o tratamento, ocorreu a secagem dos filamentos.



Figura 3.4: Filamento de LMF NiTi após tratamento químico.

### 3.2.2 Produção dos compósitos com LMF

A produção dos compósitos com LMF seguiu com um padrão para ambos os provetes utilizados, levando em conta algumas alterações nas fases finais de cada um deles, a fim de

caracterizar os provetes de acordo com as respectivas normas para os ensaios realizados. Assim, para a execução destes provetes, o mesmo padrão de fabricação foi estabelecido, de acordo com a figura 3.5, seguindo as seguintes etapas:

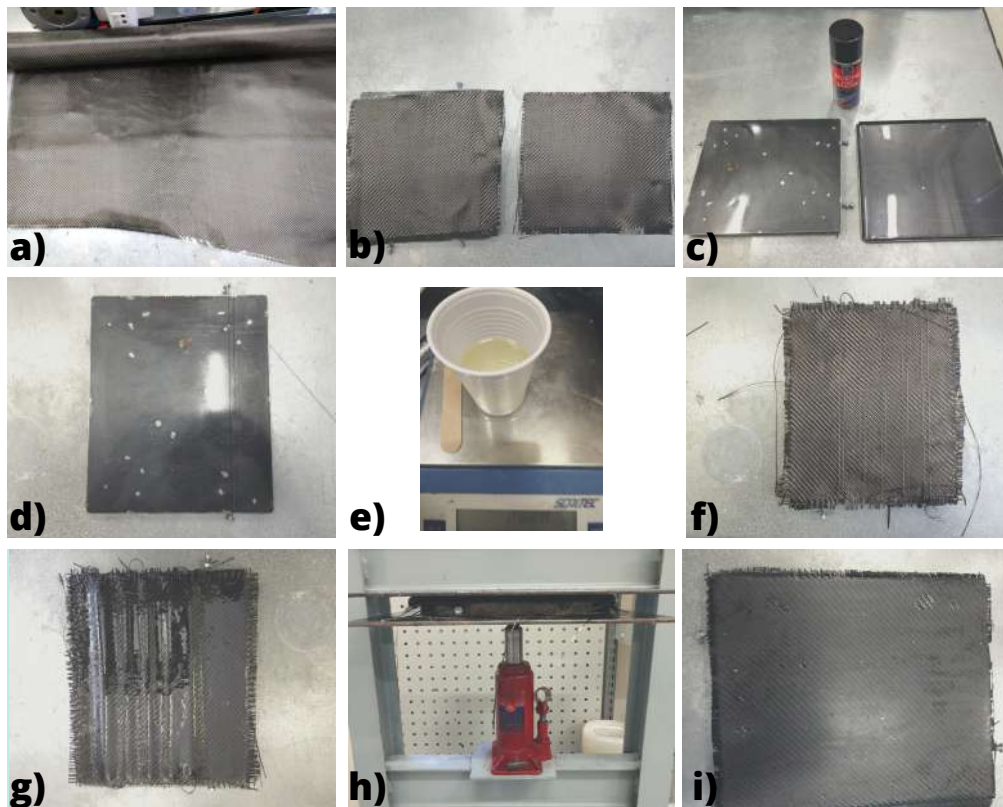


Figura 3.5: Representação dos vários passos no processo de fabricação do compósito com LMF.

- Obtenção do tecido em fibra de carbono bidirecional - 90° para efetuar as medidas necessárias utilizadas no molde (figura 3.5a);
- Corte das camadas de tecido de acordo com as dimensões e orientações planejadas, feito lentamente e com cuidados especiais a fim de não prejudicar o tecido cortado, devido à instabilidade do tecido na região do corte, onde ocorrem espessuras muito reduzidas (figura 3.5b);

- Desengorduramento dos moldes a serem utilizados, os quais foram duas placas de aço pré-moldadas, a fim de evitar quaisquer impurezas no compósito. Para isso, foi aplicada acetona por toda a superfície do molde;
- Aplicação do desmoldante em spray (agente separador de silicone) da marca Tec-tane® nas partes das placas do molde onde há contato direto com o compósito (base, tampa e regiões laterais internas) (figura 3.5c).
- Aplicação dos fios de NiTi com 0.5mm de diâmetro ao molde, verificando as distâncias entre cada extremidade do fio, a fim de obter uma distância definida de acordo com o ensaio a ser realizado. Esta etapa foi realizada com o movimento de rotação do molde, visando sempre um grande esticamento do fio, deixando-os bem estáveis, evitando instabilidades no processo de impregnação da resina e no posterior corte dos provetes (figura 3.5d).
- Preparação das resinas, onde ocorre a aplicação da matriz polimérica epóxi SR1500 juntamente com o catalisador SD2505, nas proporções de 100g de resina para 33g de endurecedor. Após a pesagem em uma balança de precisão (Acaltec), a mistura foi homogeneizada (figura 3.5e).
- Aplicação de uma camada superior e uma camada inferior dos tecidos de fibra de carbono cortados ao molde, sempre com cuidado ao manusear as extremidades do tecido, evitando que as fibras se soltem e, por consequência, ocorra a perda de resistência na finalização do provete ao aderir à resina (figura 3.5f).
- Seguido da aplicação das fibras ao molde, foi realizada a aplicação da resina por meio de um pincel, sendo espalhada a mistura de maneira a umedecer cada camada de fibra aplicada (superior e inferior), de ambos os lados (figura 3.5g). Em seguida, também foi aplicada uma fina camada de spray desmoldante às placas que serviram de suporte para a prensagem (figura 3.5h).
- Para finalizar o processo primário de fabrico do compósito, este foi levado à prensa, juntamente com duas chapas de aço para contenção de eventuais vazamentos de

resina e para manter uma pressão constante sobre o molde. Aplicou-se, então, uma pressão de, aproximadamente, 1 kPa (kilopascal) por um período de 24 horas, à temperatura ambiente (20 °C) para garantir a cura total da resina epóxi e suas propriedades mecânicas (figura 3.5h).

- A figura 3.5i mostra o compósito após ser retirado da placa usada como molde, ainda com as rebarbas, onde apresenta uma superfície lisa e brilhante, caracterizando a base que será utilizada para o fabrico dos provetes posteriormente.

Importante salientar que, apesar da utilização do processo de moldação manual, tratou-se efetivamente de um processo de 'molde fechado'. Isto permitiu o controle da espessura e, conseqüentemente, do teor de fibra do laminado graças às barreiras do próprio molde, bem como a obtenção de duas faces planas.

### 3.2.3 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi realizado seguindo as premissas e procedimentos de cálculo descritos pela norma ASTM D3039 [39], utilizando uma máquina de ensaios (Shimadzu®, AGS-X) do departamento de Engenharia Mecânica do Instituto Politécnico de Bragança (IPB), como ilustrado pela figura 3.6.

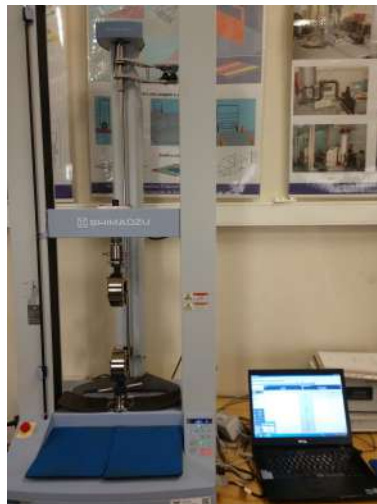


Figura 3.6: Máquina de ensaios Shimadzu® AGS-X.

## Produção dos provetes

Os provetes, após a realização do processo primário de produção descrito anteriormente, onde, para os testes de tração foi fabricada 1 placa de compósito (250x200mm) por condição experimental investigada, sendo extraídos 5 amostras por placa para realização dos ensaios, foram obtidos através de um acabamento para retirada das rebarbas da placa confeccionada e, em seguida, efetuado um processo de corte de cada um dos provetes, através de uma guilhotina mini 320 Guifil® existente no laboratório (figura 3.8), com as medidas de 250mm de comprimento x 15mm de largura. Os provetes fabricados foram divididos em quatro classes, de acordo com o filamento NiTi presente no compósito, sendo eles: Sem filamentos; filamentos sem tratamento; filamentos com tratamento abrasivo; e filamentos com tratamento químico, como ilustrado pela figura 3.9a. Este teste rendeu 5 amostras válidas em cada situação, que caracteriza o número necessário para estudo, segundo a norma ASTM D3039 [39].

Nos provetes para os ensaios de tração, colaram-se ainda, insertos ('Tabs') com dimensões de 50mm de comprimento x 15mm de largura x 2mm de espessura, feitos de material abrasivo (lixa) para reduzir a concentração de tensões na interface de colagem, distribuir homoganeamente as forças de agarramento na fixação do provete na máquina de ensaio e proteger a superfície do laminado contra danos. Cada provete confeccionado possui uma espessura de 2mm de acordo com o requerido pela norma ASTM D3039 [39].

A configuração e dimensões dos provetes fabricados estão ilustrados na figura 3.7.

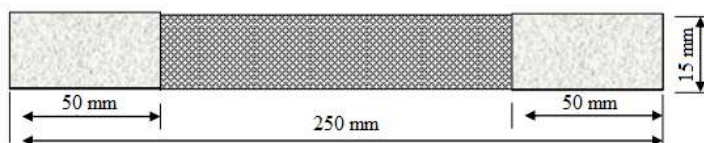


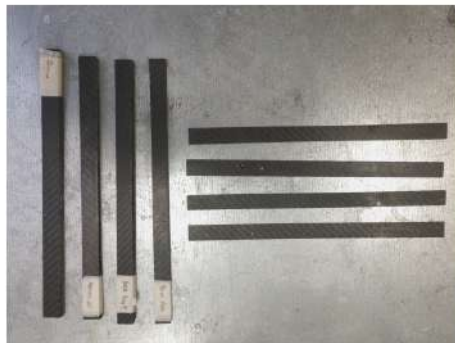
Figura 3.7: Geometria do provete para ensaios de resistência à tração [39].



Figura 3.8: Guilhotina Guifil@Mini 320.

### Especificações do ensaio

As configurações para os ensaios foram determinadas de acordo com o sugerido pela norma ASTM D3039 [39]:  $150\text{mm}$  de distância entre as garras e espessura do provete de  $1\text{mm}$ , utilizando "tabs" com comprimento de  $50\text{mm}$  em ambos os lados, conforme mencionado na figura 3.7. Tendo a certeza de que a pressão máxima na garra decorre da pressão aplicada durante o processo de tração sob o provete, e baseando-se em estudos realizados anteriormente [48], utilizou-se de um deslocamento da garra de  $2\text{mm}/\text{min}$ , assegurando que esse parâmetro não afeta o resultado final dos ensaios realizados e impossibilita danos ao provete. Desse modo, após as verificações dos procedimentos da norma, foram inseridos os provetes na máquina para realização dos ensaios, conforme a figura 3.9b.



a)



b)

Figura 3.9: a) Provetes utilizados para ensaio de tração; b) Ensaio sendo realizado.

### 3.2.4 Ensaio de adesão (*Pull-Out*)

Os testes de adesão (*Pull-Out*) foram aplicados para quantificar a força de adesão da interface entre o filamento e o compósito, para isso, foi utilizada como referência a norma ASTM D-2229 [43]. O teste consiste em retirar filamentos de nitinol de 0,500mm de diâmetro de provetes de teste feitos de compósito a base de matriz termoendurecível epóxi com reforço de carbono. Para estes testes foi utilizada a máquina de ensaios Shimadzu®, AGS-X do departamento de mecânica do IPB (figura 3.6).

Algumas variações nos métodos de teste usados anteriormente foram empregadas para acomodar os materiais compósitos e diferentes parâmetros físicos. Para determinar os fatores que afetam a resistência de adesão interfacial entre os filamentos de nitinol e o compósito, diferentes tratamentos de superfície para os fios foram testados e diferentes comprimentos de embutimento também foram testados, a fim de estudar as características de falha de interface. Os atuadores foram testados com tratamentos de superfície que incluíram: liso com um revestimento de óxido (direto do fabricante), lixado (granulometria 600) e lavado com ácido. Os vários comprimentos dos provetes de adesão foram fabricados para determinar a dependência da força de arrancamento no comprimento embutido.

As propriedades mecânicas dos filamentos NiTi dependem de seu estado de fase em uma determinada temperatura, podendo variar entre as fases austenite e martensite [54] [67] (figura 2.25). As propriedades mecânicas comuns do NiTi martensite e austenite são apresentadas na tabela 3.3.

Tabela 3.3: Algumas propriedades mecânicas dos fios NiTi [68].

	NiTi	
	Austenite	Martensite
Tensão de ruptura (MPa)	800 - 1500	103 - 1100
Limite de resistência à tração (MPa)	100 -800	50 - 300
Módulo de elasticidade (GPa)	70 - 110	21 - 69
Alongamento na ruptura (%)	1 - 20	até 60

## Produção dos provetes

Os provetes de teste *Pull-Out* foram fabricados seguindo os mesmos métodos para a produção de materiais compósitos já mencionados anteriormente, como os testes de tração, apresentando diferenças somente na finalização dos provetes, onde, para os testes de adesão, foram fabricadas 3 placas de compósito para cada tratamento de superfície realizado, sendo elas de medidas:  $(50 \times 250 \text{ mm})$ ;  $(111 \times 250 \text{ mm})$  e  $(155 \times 250 \text{ mm})$ , onde cada placa é usada como base para o embutimento do fio em diferentes comprimentos de compósitos: 2.5cm, 5.1cm e 7.6cm, determinado pela norma ASTM D2229 [43], de onde foi extraída, primeiro uma amostra e em seguida cortada ao meio para obtenção de duas amostras, com 10 provetes. Para isso, foi utilizada para os procedimentos de corte, a guilhotina mini 320 Guifil® existente no laboratório de mecânica (figura 3.8) [48] [45].

Os provetes finalizados foram divididos de acordo com seu comprimento de filamento embutido no compósito e o tratamento de superfície recebido: Filamentos sem tratamento; filamentos com tratamento abrasivo; e filamentos com tratamento químico e, para cada tratamento, os comprimentos dos provetes foram de:  $(25 \times 22 \text{ mm})$ ,  $(51 \times 22 \text{ mm})$  e  $(76 \times 22 \text{ mm})$  (comprimento x largura), com  $2 \text{ mm}$  de espessura.

Resumidamente, foram fabricados 10 provetes para cada tipo de tratamento de superfície realizado sobre os filamentos NiTi e seus tamanhos foram determinados pela norma ASTM D2229 [43], totalizando 90 provetes no geral, onde foi realizado o fabrico de uma placa matriz e, a partir dela, um corte central foi feito para que fosse possível obter os 10 provetes. A figura 3.10 mostra os materiais e os provetes de adesão finalizados.

## Especificações do ensaio

O teste *Pull-Out* foi realizado colocando o provete de adesão em um acessório na máquina de teste de materiais Shimadzu®, AGS-X. A fixação e a configuração do provete e do filamento são descritos na figura 3.11. A fixação foi projetada para funcionar de maneira semelhante à fixação recomendada pela norma ASTM D2229 [43]. O acessório mantém a amostra removível rígida e reta nas garras superiores da máquina, sem interferir no

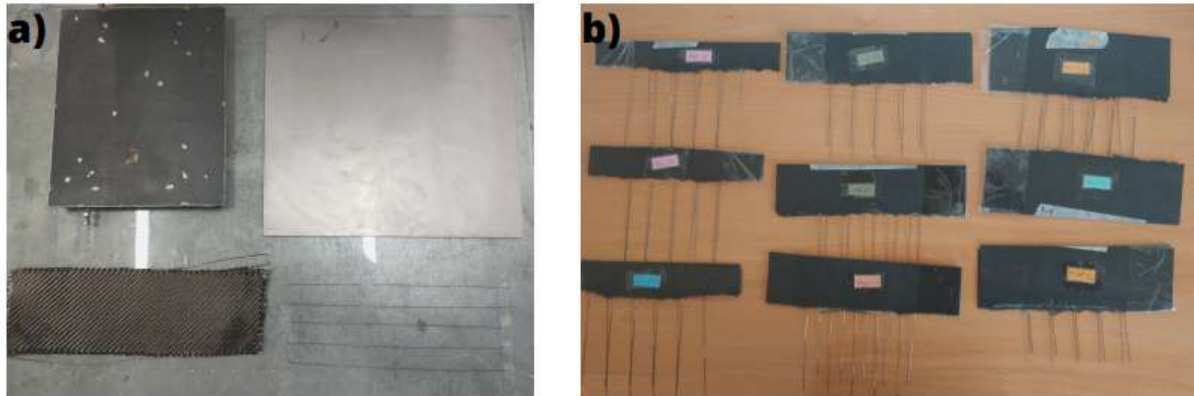


Figura 3.10: Ensaio de adesão: a) materiais utilizados; b) provetes finalizados, conforme norma ASTM D2229 [43].

movimento do fio. Nenhuma pressão é transmitida do acessório para a amostra removível na região dos filamentos. Isso permite o monitoramento preciso do atrito pós-fratura durante a retirada.

Para retirar o filamento da amostra, o provete foi colocado em um acessório com a extremidade livre do fio presa na garra inferior da máquina de testes. O comprimento livre do atuador variou entre 2,7 e 7,0 *cm*. Como o comprimento livre é importante apenas para determinar a inclinação inicial da curva *carga versus deslocamento* e não afetou a força necessária para fraturar a interface, o comprimento livre não foi controlado de perto [45]. O filamento foi retirado a uma taxa constante de aproximadamente 0,5-1,0 *mm/s*. A carga de adesão (*Pull-Out*) foi considerada a carga na falha inicial da interface. O comprimento embutido dos atuadores foi testado em 2.7, 5.4 e 7.0 *cm* para várias amostras.

### 3.2.5 Análise de superfície com microscopia

Para verificar as diferenças entre cada tratamento superficial realizado e a rugosidade que cada um apresentou ao ser aplicado ao compósito, bem como a sua aderência na matriz polimérica, foi realizada uma análise com microscopia com câmera, para obtenção de imagens dos efeitos causados por cada tratamento feito. Desse modo, podemos observar e caracterizar o comportamento dos filamentos nitinol mais precisamente, tendo em vista que, quanto maior for a rugosidade e as reentrâncias na superfície, maior será a área em

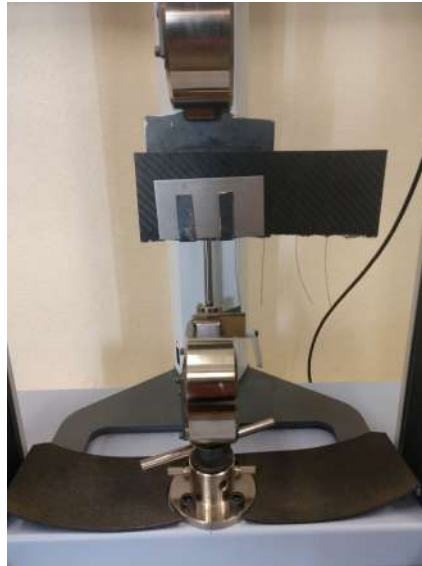


Figura 3.11: Ensaio de adesão sendo realizado, conforme norma ASTM D2229 [43].

que a matriz polimérica terá contato com os fios e, conseqüentemente, isso aumentará a adesão do filamento ao compósito matriz+reforço. Nesse estudo foi utilizado o microscópio Nikon® Optiphot 2 com lentes de aumento nas faixas entre 100x e 200x para melhor avaliação dos fios, disponível no laboratório LMCM do IPB, conforme a figura 3.12.



Figura 3.12: Microscópio utilizado para visualização da superfície dos fios - Nikon® Optiphot 2.

# Capítulo 4

## Resultados e Discussões

Neste capítulo são apresentados e analisados os resultados obtidos no desenvolvimento deste trabalho, levando em consideração a realização das seguintes etapas.

- Aplicação dos tratamentos de superfície sobre os filamentos NiTi;
- Fabrico e desenvolvimento dos provetes;
- Ensaio mecânico *Pull-Out* e tração realizados nos provetes com o embutimento de filamentos NiTi.

### 4.1 Provetes

Após a execução dos ensaios mecânicos, foi observado e avaliado o comportamento dos provetes utilizados e algumas características e comportamentos aparentes durante os ensaios, bem como quais foram as propriedades mecânicas afetadas, como deformação, tensão máxima de ruptura, módulo de elasticidade e força de adesão, determinadas a partir da análise dos dados obtidos com a realização dos ensaios. Também foi possível observar o padrão de rompimento, e quais fatores foram responsáveis por essas características.

### 4.1.1 Provetes de tração

Nos ensaios de tração, o rompimento dos provetes seguiu um padrão parecido, sempre aparecendo nas regiões centrais dos provetes. Alguns provetes ainda foram descartados devido às falhas ocorrerem nas extremidades próximas das garras e foi necessário fabricar novos provetes para realização dos ensaios, como pode ser observado na figura 4.1.

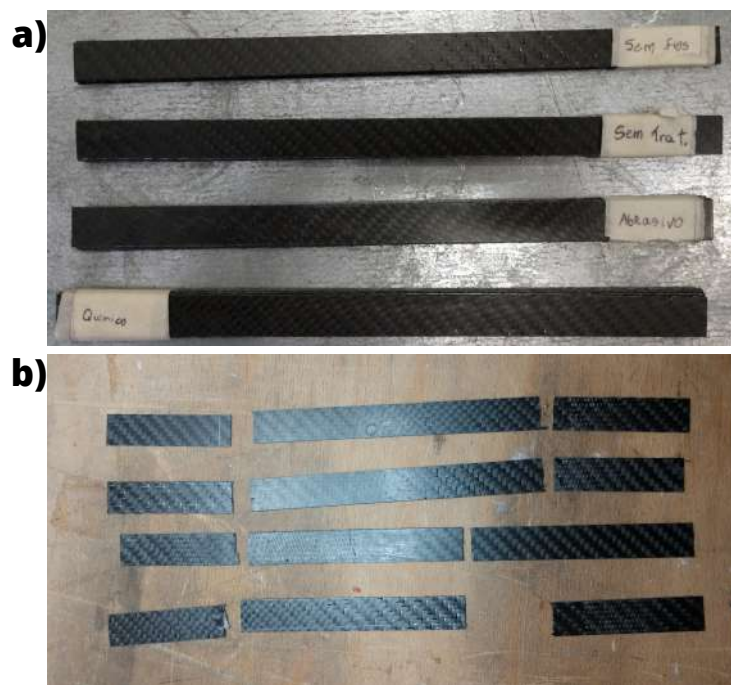


Figura 4.1: Provetes para os ensaios de tração (a) e provetes descartados dos ensaios (b).

Conforme exposto na metodologia do estudo, os provetes foram ensaiados com os filamentos NiTi em sua temperatura de fase martensite ( $T < M_f, T = T_{amb}$ ), de modo que estes filamentos mantenham o mesmo comportamento durante todo o ensaio, sem que ocorram mudanças de fase.

### 4.1.2 Provetes de adesão

Nos ensaios de adesão, é possível observar na superfície dos filamentos dos provetes que, após submergir os mesmos na solução química, estes apresentam menor brilho que os

demais (figura 4.2 - linha A), devido à corrosão sofrida após o tratamento com a solução ácida, que tem como objetivo aumentar o rugosidade superficial dos filamentos, o que proporciona uma melhor adesão dos filamentos à interface dos compósitos.

O mesmo ocorreu com o tratamento abrasivo, porém, para estes provetes, o brilho dos filamentos ainda é visível (figura 4.2 - linha B). Foram criadas saliências após submeter os filamentos ao tratamento com lixa de granulometria 600 na direção longitudinal ao fio, proporcionando uma maior rugosidade aos filamentos e, conseqüentemente, a maior adesão dos fios à matriz do compósito.

Já para os provetes com os filamentos sem tratamento (figura 4.2 - linha C), o brilho é evidente, já que não foi realizado nenhum tipo de tratamento, além da limpeza com a acetona, portanto a superfície dos fios encontra-se livre de saliências e de rugosidade, caracterizando, através dos ensaios, a sua adesão original quando embutida na interface dos compósitos.

O rompimento desses provetes ocorre quando o filamento NiTi perde sua adesão com a interface do compósito, ou seja, não há mais nenhuma interação mecânica ou química, derivada de Van der Waals, entre essas duas superfícies. Desse modo, foram obtidos os resultados de força-deslocamento e a tensão de ruptura dos provetes utilizados. Também foi caracterizada a relação com o embutimento do fio no compósito, determinado através da norma ASTM D2229, que utiliza um bloco de testes com dimensões próximas às do atuador de nitinol fabricado para estes ensaios de "*Pull-Out*"[43]. Os provetes com maior comprimento de fio embutido apresentaram uma resistência à adesão superior, por apresentarem uma superfície de contato com a interface da matriz maior que os provetes de menor comprimento embutido. Como em outros estudos, os parâmetros foram variados para auxiliar na compreensão da interface fio-compósito [43] [45].

Na metodologia, apresentada anteriormente para realização dos ensaios de adesão, foi caracterizada a fase dos filamentos NiTi que, assim como nos ensaios de tração, também foram realizados à temperatura ambiente, o que caracteriza a fase martensite do filamento, com a garantia de que não existam mudanças de fase durante os ensaios realizados, representados por ( $T < M_f, T = T_{amb}$ ).



Figura 4.2: Provetes utilizados nos ensaios de adesão com filamentos: com tratamento químico (Linha A); abrasivo (Linha B); e sem tratamento (Linha C)

## 4.2 Tratamentos de superfície

Os tratamentos de superfície executados a partir da utilização de materiais abrasivos e de um tratamento químico com composição de 3%  $HF$  (ácido fluorídrico) + 15%  $HNO_3$  (ácido nítrico) + 82%  $H_2O$  em % volumétrica, têm por finalidade melhorar a aderência dos filamentos NiTi com a interface matriz/reforço do compósito e, como consequência, melhorar as propriedades mecânicas do compósito formado.

A figura 4.3 apresenta a superfície de um filamento sem qualquer tratamento, na condição como recebida de fábrica. Algumas pequenas marcas podem ser observadas no filamento, decorrentes de contato com outros materiais, armazenamento e a própria corrosão do material. Podem ser observadas, ainda, a existência de imperfeições na superfície do filamento, como algumas reentrâncias aparentemente mais escuras apresentadas na imagem.

Ao receber esses filamentos NiTi, foi realizado um tratamento prévio de limpeza da superfície, com a finalidade de retirar quaisquer impurezas que pudessem interferir no

resultado dos tratamentos que seriam realizados a seguir, de modo que, sem a realização dessa limpeza, os resultados finais dos ensaios mecânicos seriam afetados. Esse tratamento com acetona foi feito antes da submersão dos filamentos na solução ácida desenvolvida e, também, antes da realização do tratamento abrasivo, onde uma lixa com granulometria 600 é passada no sentido longitudinal de todo o filamento.



Figura 4.3: Visão microscópica da superfície do filamento NiTi sem tratamento.

#### 4.2.1 Abrasivo

A superfície de um filamento NiTi, após a realização desse tratamento abrasivo com a lixa 600, pode ser observada na figura 4.4. Comparando as figuras 4.3 e 4.4, podem ser observadas nitidamente as mudanças ocorridas na superfície dos filamentos 'lixados', bem como o sentido em que a lixa foi aplicada por toda a direção do fio. As marcas de oxidação são perdidas e a criação de saliências contínuas ficam em evidência.

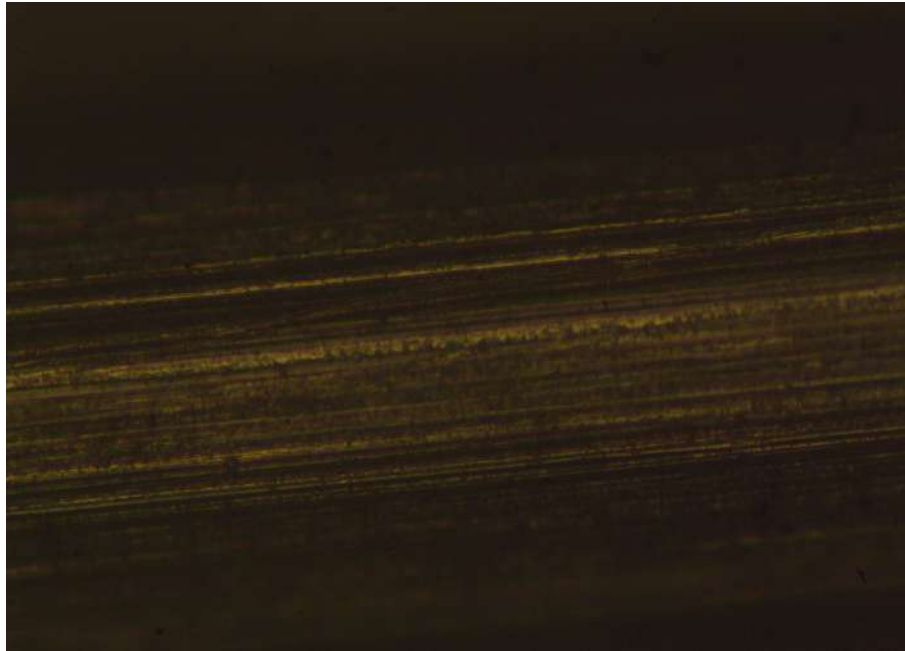


Figura 4.4: Visão microscópica da superfície do filamento NiTi após realização de tratamento abrasivo.

### 4.2.2 Químico

A suavidade presente na superfície pode aumentar a molhabilidade da matriz polimérica ao filamento, beneficiando a adesão. No entanto, não proporcionará interação mecânica entre a resina e a superfície do fio [48]. Isso ocorre pelo fato da superfície lisa não apresentar saliências onde a matriz polimérica possa entrar em uma maior profundidade, aderindo ao fio e aumentando a rigidez do material. Assim, para criar essa rugosidade, será utilizado o tratamento químico à base dos ácidos nítrico e fluorídrico [48].

O tratamento químico, realizado com a solução de composição 3%  $HF$  (ácido fluorídrico) + 15%  $HNO_3$  (ácido nítrico) + 82%  $H_2O$  em % volumétrica, é efetivo na melhoria da superfície para aderência na interface fibra/matriz, de modo que este foi o tratamento com a obtenção de maior rugosidade e saliências em toda a superfície dos fios quando comparado ao tratamento abrasivo [48]. Este tratamento é efetivo, também, na retirada de impurezas e de oxidação da superfície dos filamentos, como mencionado anteriormente, visando a melhor aderência do fio à matriz e, conseqüentemente, melhorando as suas

propriedades mecânicas na interação do fio à matriz.

Na figura 4.5 é possível observar, em evidência, essas rugosidades criadas após o tratamento de submersão na solução ácida por 10 minutos, caracterizando uma superfície com a melhor adesão à matriz polimérica do compósito. Quando comparadas, a figura 4.5 e as figuras 4.3 e 4.4, a diferença se torna ainda mais evidente, podendo observar as reentrâncias presentes nos filamentos NiTi com o tratamento químico. Neste caso, a caracterização do fio se deve ao fato do tratamento retirar toda a camada de óxido presente no filamento e agir de modo a atacar o material, assim, são criadas saliências na superfície que estiver em contato com a solução ácida, promovendo a entrada da matriz polimérica no filamento e aumentando as propriedades mecânicas do compósito, através da adesão dos fios à interface.

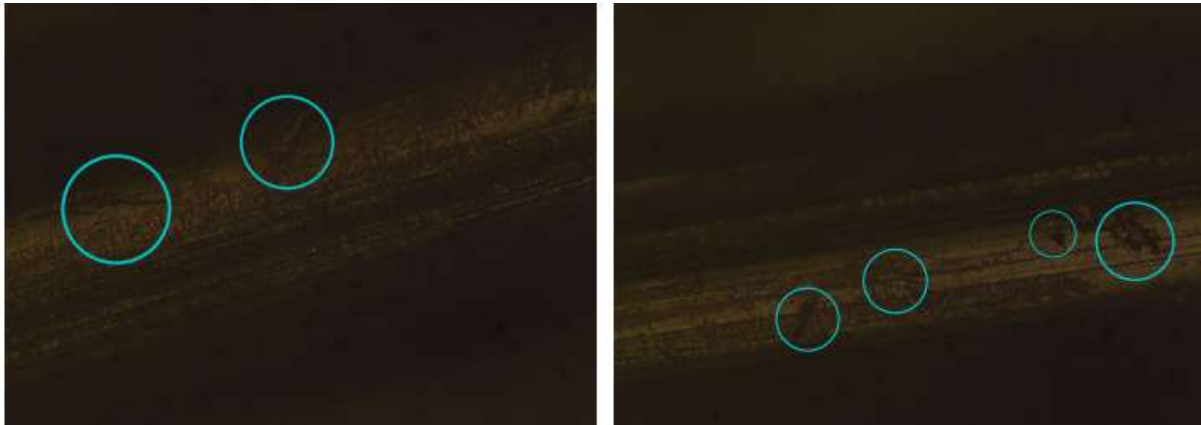


Figura 4.5: Visão microscópica da superfície do filamento NiTi após realização de tratamento químico.

## 4.3 Ensaios mecânicos

### 4.3.1 Propriedades mecânicas dos fios NiTi

Conforme exposto anteriormente, a fase reforço de filamentos de NiTi apresenta um diâmetro de 0.50 mm e, para obtenção das propriedades destes filamentos impregnados

à matriz polimérica epóxi e à fibra de carbono, foram realizados ensaios mecânicos *Pull-Out* e tração, que serão abordados a seguir. A composição química e as propriedades mecânicas dos filamentos NiTi estão expostas nas tabelas 3.1, 3.2 e 3.3, e foram fornecidas pelo fabricante do produto.

### 4.3.2 Ensaio de tração

Com os provetes fabricados a partir dos processos descritos anteriormente em materiais e métodos, foram realizados os ensaios com objetivo de controlar os parâmetros incidentes no teste de tração e obter as propriedades mecânicas através da máquina de ensaios Shimadzu®.

As curvas de força em função do deslocamento dos provetes fabricados para comparação entre provetes sem fios e provetes com fios submetidos a diferentes tratamentos de superfície, são apresentadas nas figuras 4.6 a 4.9. Essas curvas são representativas do comportamento geral observado nos ensaios. As propriedades mecânicas de resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento dos provetes, obtidos a partir dos ensaios de tração, podem ser observados nas tabelas 4.1 a 4.4, onde os provetes invalidados foram removidos dos resultados finais devido à rotura ter ocorrido próximo à região das garras, nas "tabs" dos provetes. As tabelas apresentam os valores obtidos para as quatro condições ensaiadas nos provetes fabricados, onde os provetes sem fios servem como referência para as análises.

### Testes de tração e propriedades mecânicas dos provetes

Com a finalidade de descobrir o módulo de elasticidade do material compósito estudado, e para utilizar estes resultados como meio de comparação, foram fabricados provetes sem fios de LMF submetidos a temperatura de fase martensite ( $T < M_f, T = T_{amb}$ ) para realização dos testes de tração.

A partir das curvas obtidas pelo teste de tração, observa-se na figura 4.6 que, em todos os provetes, há uma região de deformação elástica e plástica bem definida. Além disso, é

possível observar evidentemente que, para uma força aplicada acima de 750-850 (N), se apresenta o limite de escoamento para o ensaio de tração destes provetes sem fios. Os dados obtidos nos ensaios estão demonstrados na tabela 4.1.

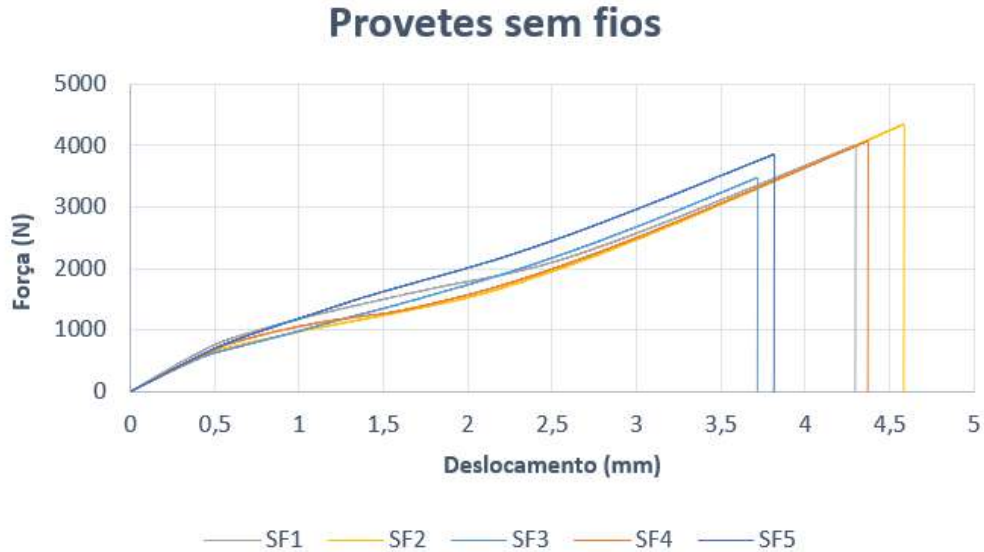


Figura 4.6: Curvas força-deslocamento para provetes sem fios.

Tabela 4.1: Propriedades mecânicas dos provetes sem fios NiTi. \*SF: Sem fios

Provete	Tensão Máxima (MPa)	Deformação Total (%)	Módulo de Elasticidade (GPa)
SF1	266,84	3,00	15,48
SF2	239,61	3,01	13,34
SF3	231,80	2,59	13,02
SF4	271,47	3,05	13,22
SF5	227,11	2,66	13,73
Média	$247,36 \pm 18,29$	$2,86 \pm 0,19$	$13,76 \pm 0,89$

Algumas observações realizadas a partir dos resultados obtidos com os ensaios mecânicos de tração nos provetes (modelo) sem os filamentos NiTi, demonstram o comportamento característico do compósito de carbono impregnado à resina epóxi que, quando comparado a estudos anteriores realizados por Crawford, onde são verificadas as propriedades mecânicas entre diversos compósitos, como a fibra de carbono, observa-se um

comportamento dessa fibra muito semelhante aos resultados obtidos no presente trabalho, com as propriedades mecânicas se mostrando superiores aos demais compósitos [69]. Este compósito apresenta uma tensão máxima de ruptura relativamente elevada, onde a fibra de carbono é responsável por oferecer uma grande resistência mecânica. A fase matriz se distribui uniformemente por toda a superfície do compósito, sem que existam imperfeições tão relevantes, como pode ocorrer em provetes com filamentos, ocasionada pelo processo de impregnação da resina no compósito, e estas, por consequência, influenciem nas propriedades finais do provetes. Porém, também é possível observar que a deformação total (%) é maior e, o módulo de elasticidade do provete utilizado como comparação aos demais, é razoavelmente baixo, correspondendo com a referência utilizada anteriormente, devido a inexistência do outro componente da fase reforço do compósito, o filamento NiTi, que oferece uma maior rigidez ao compósito e, por consequência, um menor alongamento dos provetes e um módulo de elasticidade elevado durante os testes realizados.

Ao analisar o comportamento dos provetes submetidos à temperatura ambiente durante os ensaios, em fase martensite ( $T < M_f, T = T_{amb}$ ), e fabricados a partir da matriz polimérica epóxi, fibra de carbono e filamentos NiTi sem tratamentos de superfície (somente com a limpeza realizada com a acetona), observa-se que a curva de força-deslocamento onde há a região característica de deformação elástica e plástica começa a se alterar devido à presença dos fios. A força aplicada necessária para atingir o limite de escoamento do material, que antes era de 750-850 (N), agora apresenta uma média entre 850-1000 (N) de acordo com os ensaios de tração, como mostra a figura 4.7, ilustrando o comportamento de cada um dos provetes com fios NiTi. Outra propriedade a ser destacada é a mudança, quase insignificante, da deformação do material ao comparar com o compósito sem fios. Ao adicionar os fios, estes provetes se tornam em média mais rígidos e com um maior módulo de elasticidade, o que deveria diminuir de maneira relevante a propriedade de deformação do compósito devido ao aumento da sua rigidez, mas não ocorre pela presença dos filamentos NiTi e suas propriedades mecânicas atuando no compósito, como é possível observar através da tabela 4.2 [2].

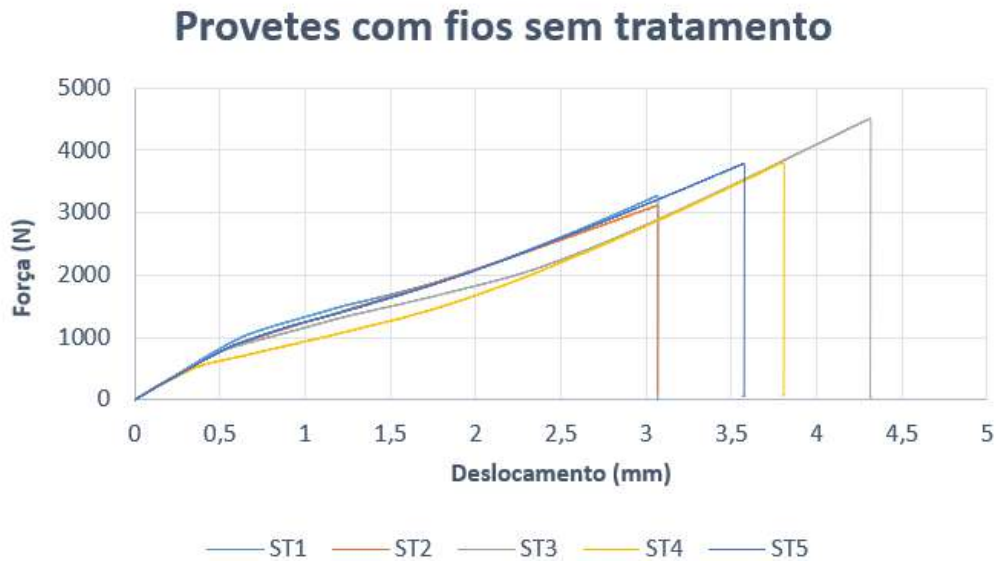


Figura 4.7: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento.

Tabela 4.2: Propriedades mecânicas dos provetes com fios NiTi sem tratamento de superfície.  
\*ST: Sem tratamento.

Provete	Tensão Máxima (MPa)	Deformação Total (%)	Módulo de Elasticidade (GPa)
ST1	218,32	2,14	16,12
ST2	207,63	2,14	15,85
ST3	300,67	3,01	15,45
ST4	253,40	2,66	14,42
ST5	252,38	2,50	15,02
Média	$246,48 \pm 32,62$	$2,49 \pm 0,33$	$15,37 \pm 0,60$

Ao adicionar o tratamento de superfície aos filamentos, realizado a partir de uma lixa de granulometria n<sup>o</sup> 600, espera-se que estes fios tenham uma maior aderência, tanto à matriz polimérica epóxi quanto à fase reforço de fibra de carbono, na qual será fabricada o compósito. Ao realizar o tratamento, observa-se que a superfície desse fio apresenta saliências no sentido longitudinal (figura 4.4), que têm como objetivo a entrada de uma maior quantidade de epóxi no fio, melhorando sua adesão ao impregnar a resina. Com isso, é possível observar na figura 4.8 que a curva força-deslocamento, quando comparada à dos outros provetes ensaiados, apresenta uma força necessária média para atingir o limite

de escoamento variando entre e 650-800 (N), cuja variação pode ter sido menor que a dos provetes sem fios, devido à diferença de rigidez dos materiais do provete e da presença da "tab", que pode ter contribuído na concentração de tensões [1]. Isso se deve ao fato de que, ao inserir os fios com saliências no compósito, diminui-se sua rigidez estrutural, devido às falhas presentes no interior do provete, como pode ter ocorrido nos provetes com menores tensões médias. Se a superfície do atuador ou fibra for rugosa, uma resina de baixa viscosidade pode preencher as fendas e formar interações (ancoragens) mecânicas que dificultam a extração do fio. Se ocorrer uma interação substancial da resina e do filamento, ou seja, pouca área de contato entre matriz e reforço, a matriz polimérica deve ceder ou quebrar para que a fratura da ligação interfacial progrida.

Os atuadores lixados possuem ranhuras longitudinais que são irregulares na direção transversal [48]. Porém, como a adesão do fio à matriz foi melhorada e uma maior área dos filamentos NiTi foi coberta pela resina epóxi, foi possível aumentar a média da deformação total (%) dos provetes ensaiados devido à baixa viscosidade da matriz polimérica na adesão ao compósito, que fornece uma significativa capacidade de deformação através das propriedades dos fios [48], mantendo a tensão máxima necessária para o rompimento do provete praticamente igual ao filamento sem tratamento, como demonstrado na tabela 4.3, já que o tratamento abrasivo propicia as saliências por onde o material matriz será depositado.

Também foi possível, com a análise de estudos anteriores sobre tratamentos de superfície, observar no provete *ABR5* (figura 4.8) que estas saliências, ocasionadas pelo tratamento abrasivo, proporcionam áreas de resistência maiores em algumas regiões, ou seja, onde houver uma saliência desproporcional à seguinte, haverá uma região de maior resistência devido ao acúmulo da matriz polimérica nesta área do filamento [10].

### Provetes com fios em tratamento abrasivo

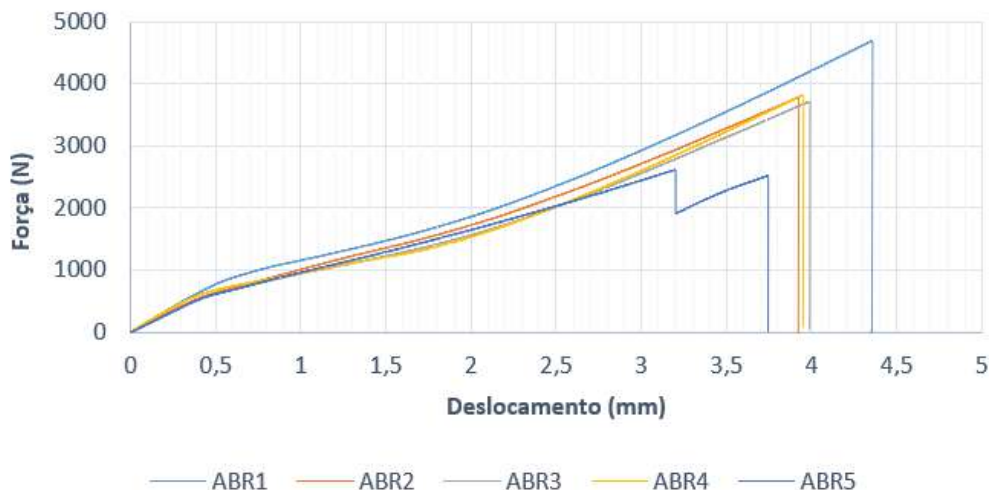


Figura 4.8: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo.

Tabela 4.3: Propriedades mecânicas dos provetes com fios NiTi e tratamento de superfície abrasivo. \*ABR: Tratamento abrasivo.

Provete	Tensão Máxima (MPa)	Deformação Total (%)	Módulo de Elasticidade (GPa)
ABR1	312,66	2,98	15,55
ABR2	251,95	2,55	13,57
ABR3	247,62	2,68	13,11
ABR4	254,57	2,17	15,35
ABR5	174,34	2,55	12,79
Média	248,23 ± 43,97	2,59 ± 0,26	14,07 ± 1,15

Os últimos provetes a serem ensaiados em temperatura ( $T < M_f, T = T_{amb}$ ), com a realização do tratamento de superfície químico em uma solução de composição 3% HF (ácido fluorídrico) + 15% HNO<sub>3</sub> (ácido nítrico) + 82% H<sub>2</sub>O em % volumétrica, têm como objetivo aprimorar a adesão da superfície em relação aos filamentos NiTi com tratamento abrasivo. Após a realização deste tratamento, observou-se que a reação entre os filamentos e a composição química ocasionou em saliências dispersas por toda a superfície do fio, proporcionando uma média de adesão ainda maior em relação ao tratamento abrasivo,

oferecendo uma área maior de impregnação da resina e melhores ligações mecânicas (figura 4.5), adaptando os filamentos ao compósito e à matriz polimérica e melhorando as propriedades mecânicas do compósito [10].

Ao analisar os resultados obtidos pelos testes de tração, a curva força-deslocamento observada na figura 4.9, mostra que a força média necessária para atingir o limite de escoamento apresenta-se entre 750-850 (N), sendo maior quando comparada com os provetes de tratamento abrasivo analisados. Essas irregularidades, ocasionadas pela reação do tratamento químico nos filamentos NiTi, proporcionam uma maior média na adesão entre as fases matriz e reforço no compósito e causam uma média maior na deformação total dos provetes devido à quantidade de resina dispersa pela superfície dos filamentos ser superior aos demais. A matriz polimérica, com uma maior área de contato, provoca nos provetes com tratamento químico, na média, o aumento na maleabilidade do compósito e, ainda assim, apresenta um módulo de elasticidade mais elevado que o tratamento abrasivo, mantendo constante a tensão máxima necessária para o rompimento destes provetes, assim como nos provetes com tratamento abrasivo e sem tratamento, com diferenças pouco relevantes, como pode ser observado na tabela 4.4.

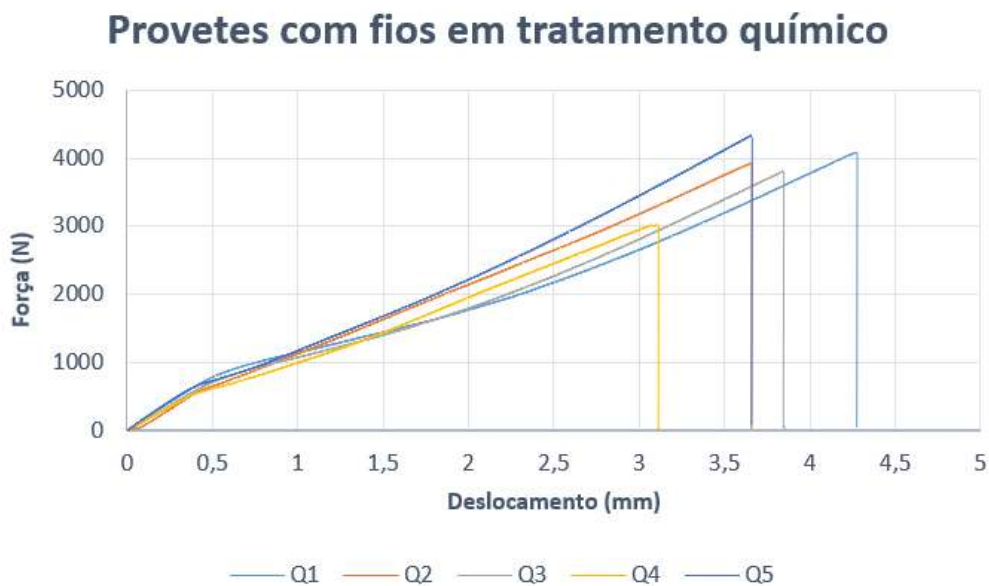


Figura 4.9: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico.

Tabela 4.4: Propriedades mecânicas dos provetes com fios NiTi e tratamento de superfície químico. \*Q: Químico.

Provete	Tensão Máxima (MPa)	Deformação Total (%)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Q1	272,18	3,04	15,62
Q2	261,53	2,74	13,37
Q3	253,65	2,79	14,26
Q4	201,01	2,76	13,54
Q5	288,76	2,24	16,38
Média	$255,43 \pm 29,64$	$2,71 \pm 0,26$	$14,64 \pm 1,18$

### Análise comparativa dos resultados

Com a análise dos dados obtidos a partir dos ensaios, foi possível validar que a utilização dos fios de Nitinol no compósito com fibra de carbono foram mais resistentes quando submetidos a esforços mecânicos de tração, de modo que os resultados observados foram superiores ao tratar os fios quimicamente com a solução 3%  $HF$  (ácido fluorídrico) + 15%  $HNO_3$  (ácido nítrico) + 82%  $H_2O$  em % volumétrica, se comparados aos fios com tratamento abrasivo e com os fios sem tratamento (somente com limpeza em acetona).

Como comportamento geral, ao criar uma região de desgaste na superfície dos filamentos, espera-se que a matriz polimérica epóxi tenha uma maior área de contato com o compósito, reforçando-o estruturalmente e fornecendo um módulo de elasticidade elevado, ao mesmo tempo em que aumenta sua capacidade de deslocamento longitudinal, fazendo com que esse compósito tenha um comportamento elástico determinado de acordo com sua aplicação [22].

Assim, a partir da análise dos gráficos das figuras 4.6 a 4.9, é possível observar que os fios com o tratamento químico apresentaram melhor desempenho durante todo o ciclo de esforço mecânico, validando a hipótese de que a superfície do fio, quando apresenta maior área de desgaste, resulta em melhor adesão da resina no compósito, de modo que esta penetre em uma área de contato maior entre os dois materiais. É possível também, a partir das análises, observar que a razão força( $N$ )/deslocamento( $mm$ ) dos fios, que atingiu um

pico de 1040  $N$  de força, apresentou uma relação cerca de 10% maior quando comparada a média dos demais provetes (os demais apresentaram resultados em torno de 900  $N$ ), obtendo uma maior deformação média do compósito e, o módulo de elasticidade, apresentou resultados superiores quando submetidos ao tratamento químico em comparação ao tratamento abrasivo, já que os filamentos sem tratamento apresentam uma rigidez mais elevada por não apresentarem imperfeições na estrutura dos filamentos. Isso reforça a tese de que a adesão entre a resina epóxi e a fibra de carbono são melhoradas com a rugosidade e desgaste da superfície dos fios. Na tabela 4.5 são mostradas as médias obtidas a partir dos ensaios de tração para cada um dos provetes fabricados.

Tabela 4.5: Propriedades mecânicas médias dos provetes com fios NiTi.

Provete	Tensão Máxima Média (MPa)	Deformação Total Média (%)	Módulo de Elasticidade Médio (GPa)
Sem Fios	247,36 ± 18,29	2,86 ± 0,19	13,76 ± 0,89
Sem Tratamento	246,48 ± 32,62	2,49 ± 0,33	15,37 ± 0,60
Abrasivo	248,23 ± 43,97	2,59 ± 0,26	14,07 ± 1,15
Químico	255,43 ± 29,64	2,71 ± 0,26	14,64 ± 1,18

### 4.3.3 Ensaios de adesão (*Pull-Out*)

Os resultados dos ensaios *Pull-Out* demonstram a força da adesão interfacial entre a superfície dos filamentos NiTi e o compósito de matriz polimérica e fibra de carbono. Os testes também demonstram algumas considerações importantes a serem feitas ao incorporar os filamentos de nitinol em compósitos termoendurecíveis. Para realização dos ensaios de adesão, foram utilizados os mesmos tratamentos nos filamentos apresentados nos ensaios de tração, porém, seguindo as normas ASTM D2229 [43] na fabricação dos provetes, com variados comprimentos de fio embutidos dentro do compósito analisado, como mostra a figura 3.10. As forças médias necessárias para extrair os fios dos compósitos ensaiados são mostradas na tabela 4.6 e o comportamento dos provetes, em todos os casos ensaiados, estão demonstrados nas figuras 4.10 a 4.18.

Tabela 4.6: Forças médias de adesão para diferentes tratamentos de superfície e comprimentos de fio embutidos no compósito.

Preparação de Superfície	Comprimento de fio embutido		
	Dados: Força   Desvio Padrão		
	2.7 cm	5.4 cm	7.0 cm
Sem tratamento	46,05 N ± 8,97 N	39,33 N ± 4,46 N	52,97 N ± 13,61 N
Tratamento abrasivo	46,42 N ± 6,24 N	52,15 N ± 11,22 N	74,40 N ± 24,16 N
Tratamento químico	96,75 N ± 18,41 N	95,11 N ± 13,21 N	122,31 N ± 7,81 N

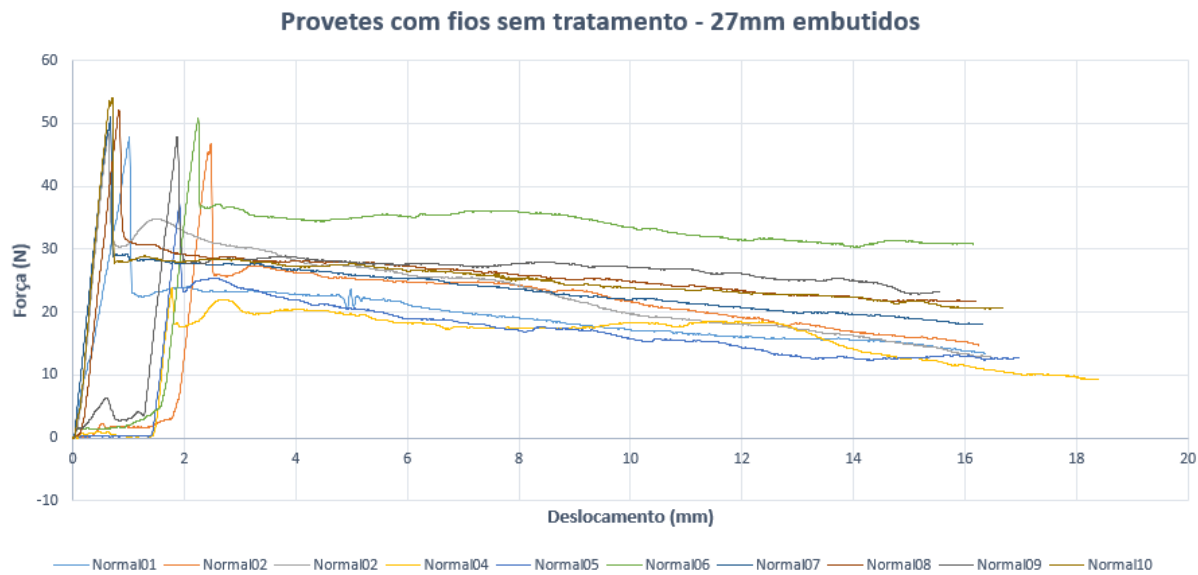


Figura 4.10: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento para os ensaios de adesão (27mm embutidos).

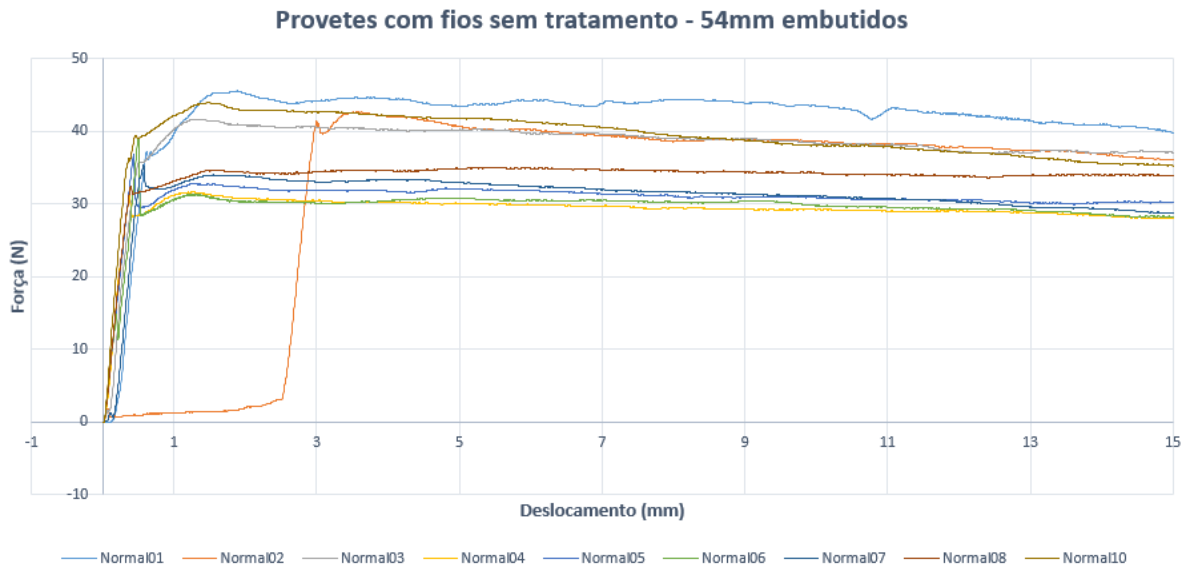


Figura 4.11: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento para os ensaios de adesão (54mm embutidos).

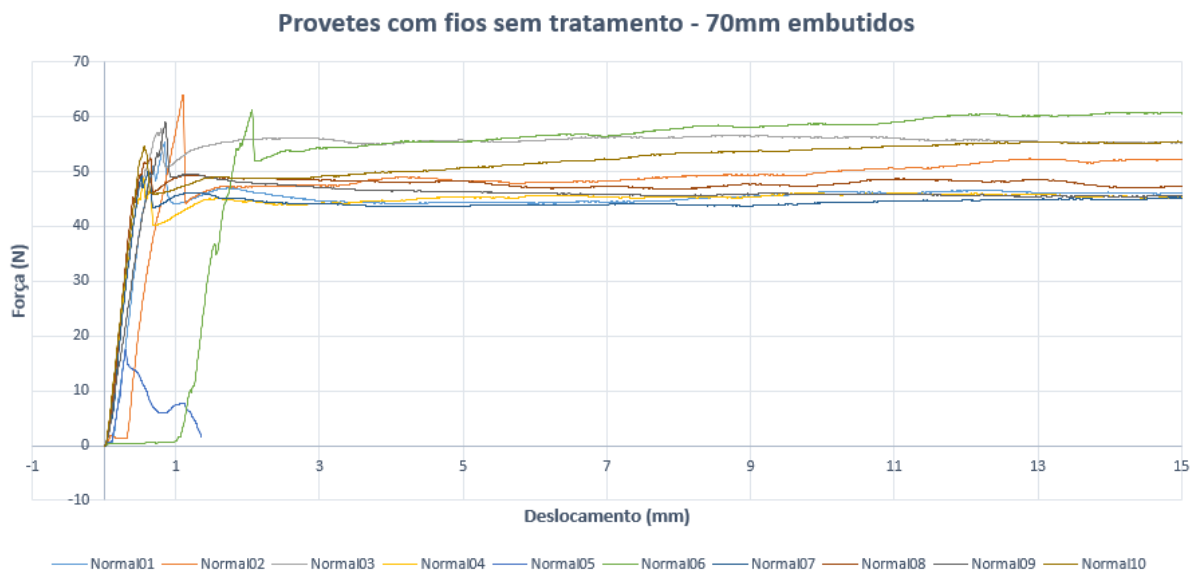


Figura 4.12: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi sem tratamento para os ensaios de adesão (70mm embutidos).

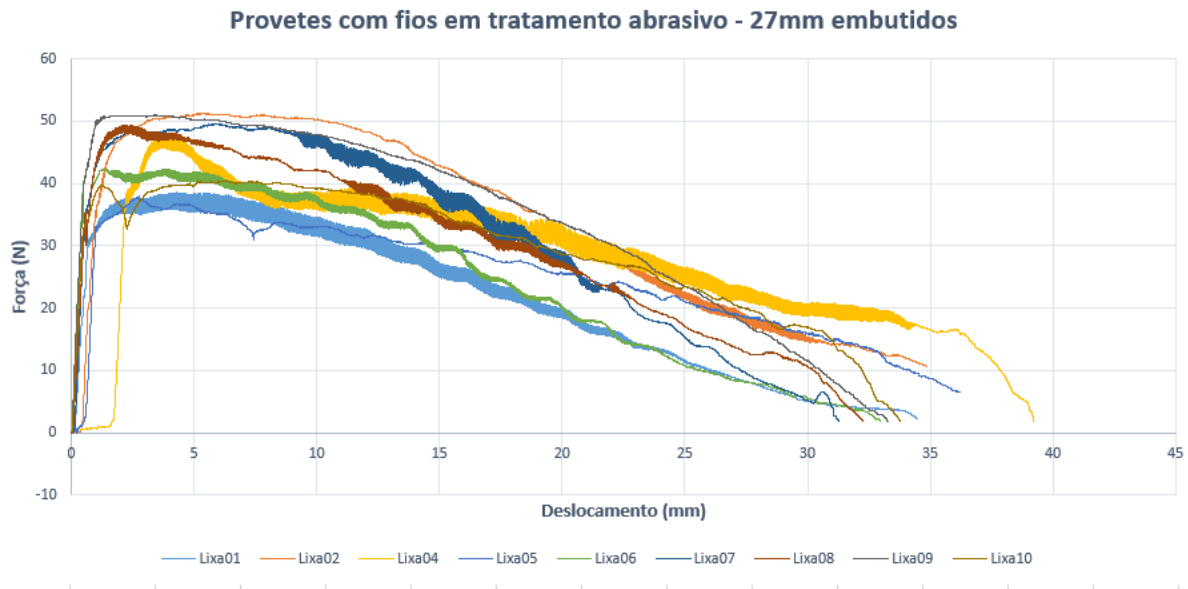


Figura 4.13: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo para os ensaios de adesão (27mm embutidos).

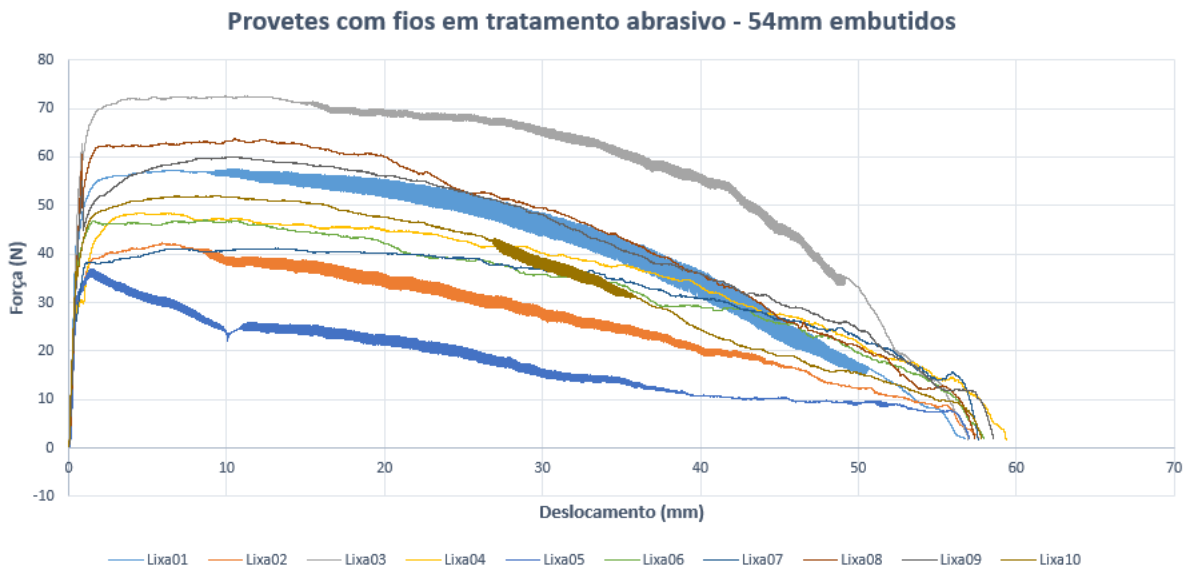


Figura 4.14: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo para os ensaios de adesão (54mm embutidos).

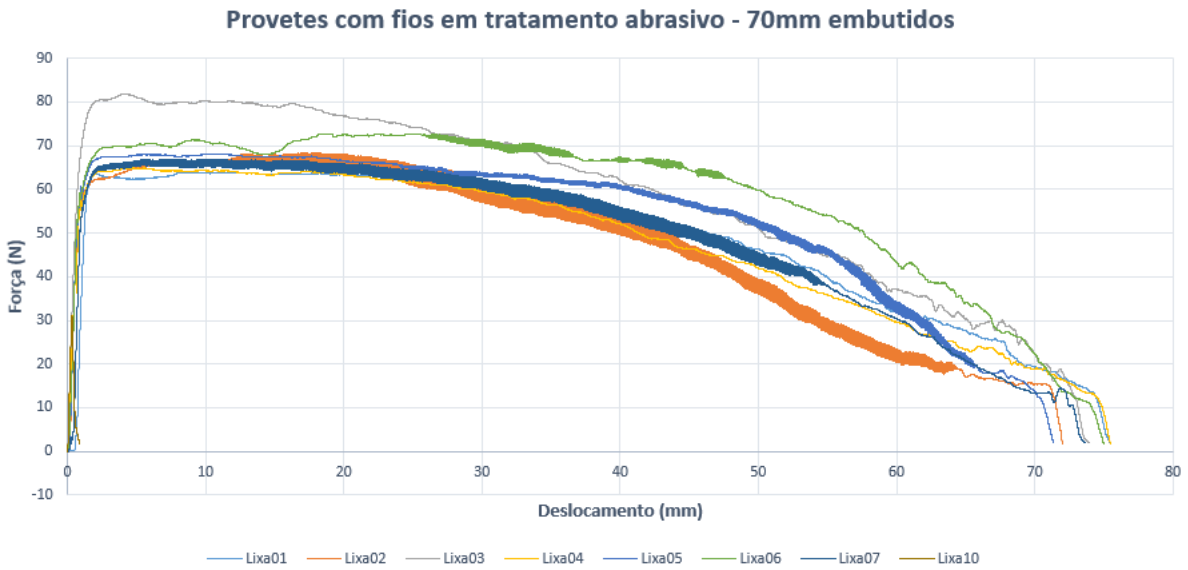


Figura 4.15: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento abrasivo para os ensaios de adesão (70mm embutidos).

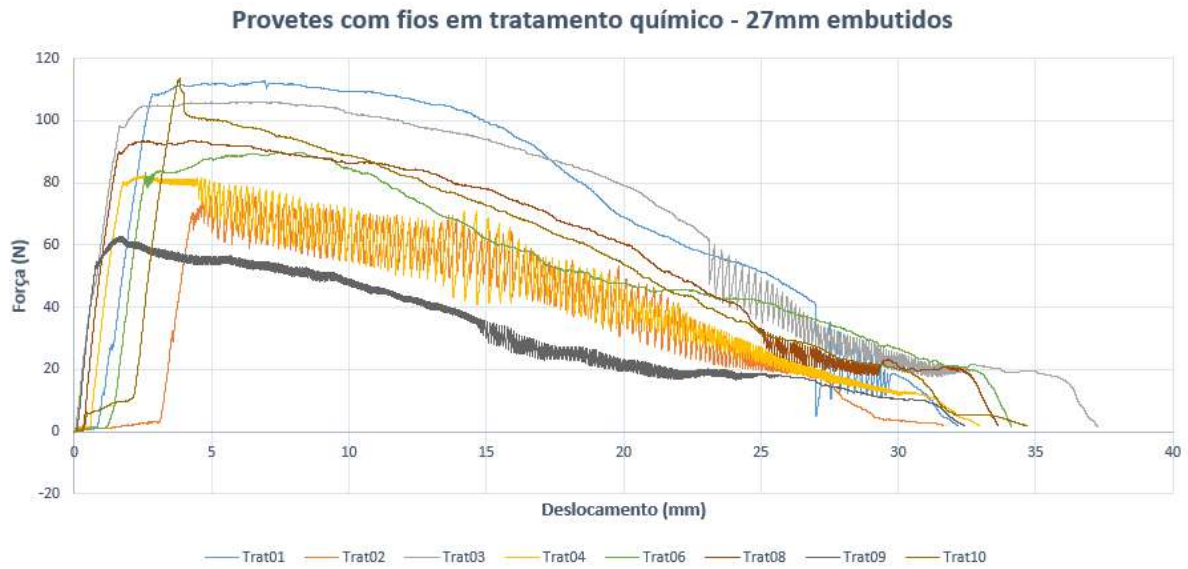


Figura 4.16: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico para os ensaios de adesão (27mm embutidos).

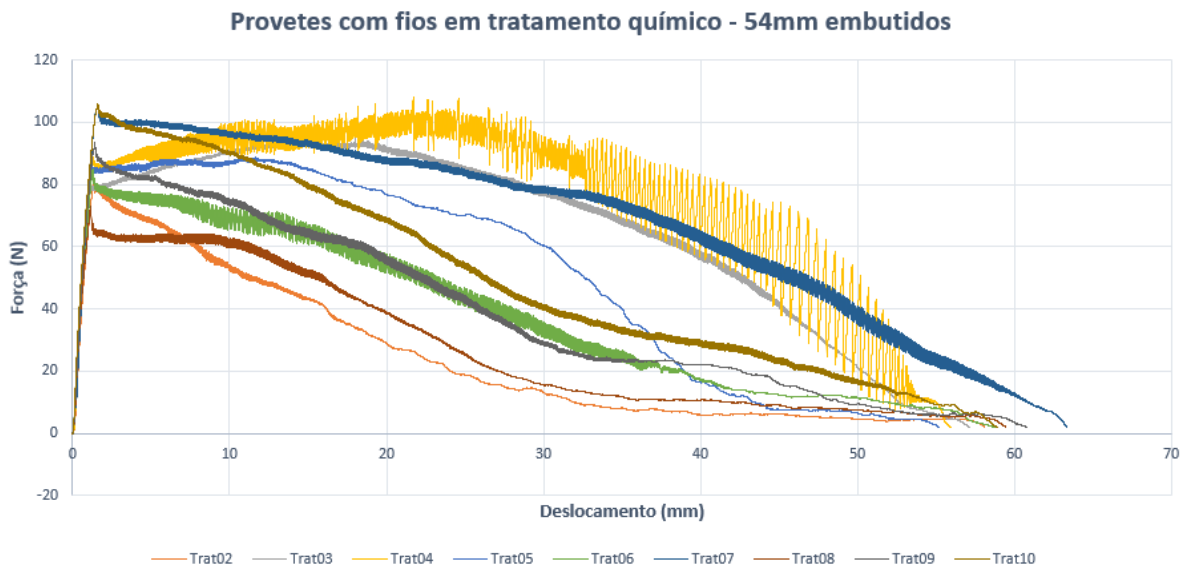


Figura 4.17: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico para os ensaios de adesão (54mm embutidos).

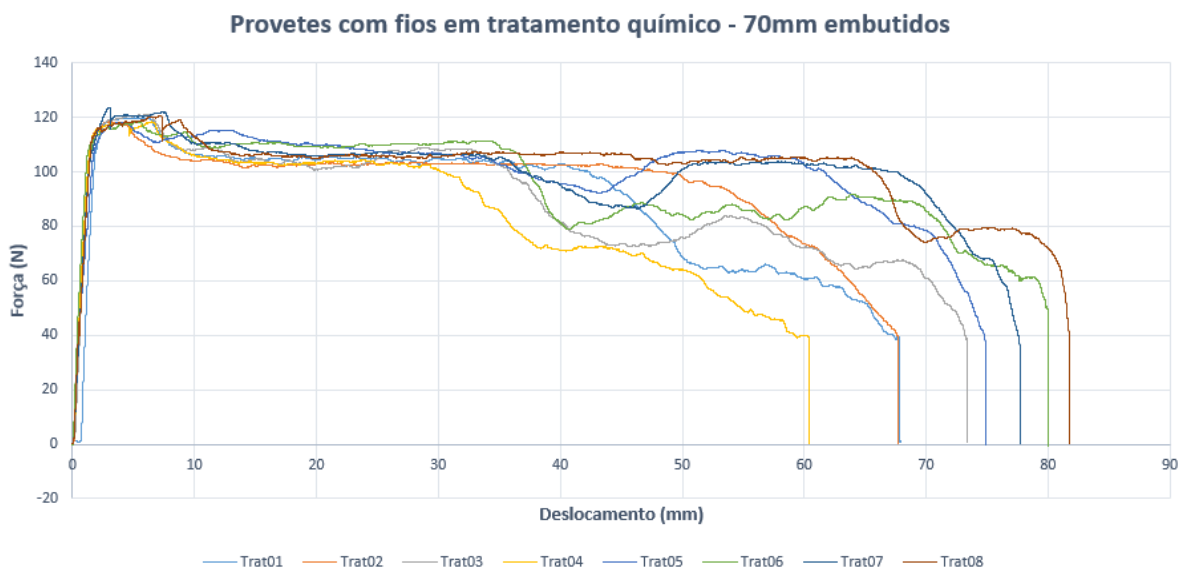


Figura 4.18: Curvas força-deslocamento para provetes com fios NiTi submetidos a tratamento químico para os ensaios de adesão (70mm embutidos).

Um gráfico típico de força/deslocamento do teste de adesão, obtido a partir de estudos anteriores realizados por Harris, Morley e Phillips, é mostrado na figura 4.19 [65]. O deslocamento representa o movimento da máquina de tração enquanto o filamento NiTi é extraído do compósito. A forma da curva de força/deslocamento é muito semelhante para cada uma das preparações de superfície e comprimentos embutidos realizadas nos ensaios do presente estudo. As curvas de *Pull-Out* para o fio nitinol no compósito termoendurecível é semelhante em forma e características às curvas já observadas no estudo citado [65]. Os níveis de carga reais não são comparáveis porque os comprimentos das pontas das fibras sendo puxadas eram diferentes. Mas as áreas relativas das porções inicial (alongamento elástico, descolamento e fratura) e secundárias (remoção do fio) podem ser comparadas [65].

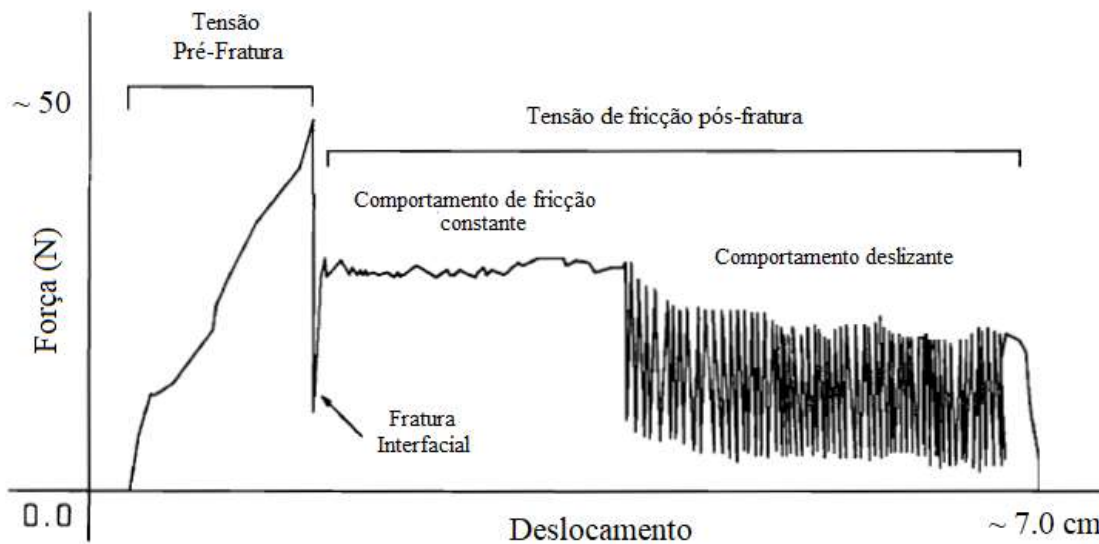


Figura 4.19: Curvas típicas de força/deslocamento para os ensaios de adesão [65].

### Curva força-deslocamento

A curva de força/deslocamento resultante dos testes de adesão dos filamentos NiTi pode ser separada em duas regiões, pré-fratura e pós-fratura da interface. Conforme indicado pela figura 4.19, a região de pré-fratura é caracterizada por um aumento inicial

da força conforme o comprimento livre do filamento é tensionado (esticado) pelo deslocamento da garra da máquina de ensaios. Em alguns ensaios, também pode ocorrer que o fio já esteja suficientemente tensionado pela máquina, e aumente somente até a força necessária para atingir o ponto de pré-fratura. A força de extração aumenta até atingir um nível suficientemente alto de força para que ocorra a fratura da interface. À medida que a adesão entre o filamento NiTi e o compósito falha, todo o comprimento embutido do fio desliza visivelmente pelo provete. O deslizamento é causado pela libertação, após a fratura, da energia de deformação armazenada no comprimento livre do filamento. O comportamento foi descrito, em estudos anteriores, como uma fratura da interface, ao invés do escoamento (fratura) da matriz [45]. A força de extração cai para zero ou quase zero quando o fio desliza. A queda repentina da força de tração na curva da figura 4.19, marca a fratura do compósito e a transição da curva de tração para a região pós-fratura.

A força pós-fratura no filamento continua até a remoção completa do mesmo de dentro do provete.

A força de extração é causada pelo atrito no fio. A força normal na superfície do filamento é aplicada pelo compósito e sua matriz polimérica. Esta força resulta de uma contração desigual do compósito e do filamento durante o resfriamento dos corpos de prova nos ensaios realizados, já que estes provetes aquecem com os esforços internos causados pelos fios. Além disso, a pressão de consolidação do processamento do compósito termoendurecível é aplicada até depois que a matriz polimérica endurece, já que o compósito é mantido durante aproximadamente 24 horas na prensa, resultando em pressão residual adicional no filamento, como mencionado anteriormente no capítulo 3. O nível médio de força é razoavelmente constante durante a retirada do filamento na região de pós-fratura. O nível mais baixo de força de extração após a fratura da interface demonstra que o atrito no filamento não é tão importante para a adesão quanto a ligação entre a superfície do fio e a matriz polimérica. As rápidas flutuações da força sobre a região pós-fratura são causadas por um comportamento denominado "stick-slip", ou seja, o filamento "gruda e escorrega" pelo compósito [45].

As forças de extração têm sido correspondentes ao esperado para os filamentos no

compósito termoendurecível. A incorporação de filamentos de nitinol em compósitos à base de epóxi tem sido bem sucedida para a maioria das aplicações que foram estudadas. Uma possível razão para as forças de extração médias dos filamentos embutidos nos compósitos com a matriz polimérica serem correspondentes ao esperado e atingirem patamares elevados, pode ser encontrada pela compreensão da natureza da adesão nos compósitos termoendurecíveis, já que, ao adicionar saliências na superfície dos fios, estas ampliam a área de impregnação da resina epóxi e reforçam a adesão na interface do material compósito.

### **Mecanismos de adesão**

O compósito termoendurecível com matriz polimérica epóxi tem uma baixa viscosidade durante a cura e se comporta de maneira próxima à da água quando submetido a temperaturas em torno de 20°C. A baixa viscosidade do epóxi permite que o material polimérico infiltre facilmente na superfície do filamento de nitinol durante o processo de prensagem e de cura. A molhabilidade adequada destas superfícies fornece os meios para uma ligação muito melhor entre o filamento e o compósito. Assim, se caracteriza um dos mecanismos de adesão presente nos provetes ensaiados, chamado molhabilidade, que consiste em uma impregnação eficiente e remoção do ar, recobrando toda a superfície do reforço pela matriz [45] [65]. Outro mecanismo de adesão pelo qual a resistência ao cisalhamento interfacial entre o filamento e o compósito está presente neste trabalho, é através da interação mecânica, ou adesão mecânica, onde não há ligações químicas entre as fases reforço/matriz e a junção dos materiais ocorre pela penetração por adesivo em poros, fissuras e rugosidades (adesão), ou seja, quando a superfície do fio apresenta irregularidades, a matriz polimérica pode preencher essas saliências e formar projeções mecânicas que impedem a retirada do filamento. Se ocorrer uma interação substancial da matriz e do filamento, a matriz polimérica deve ceder para que a fratura da ligação interfacial progrida. Sem qualquer interação entre o polímero e o filamento, a força de ligação é completamente dependente da atração do material um pelo outro. Neste trabalho, também estão atuando as forças de ligação químicas, ou ligações de Van der Waals,

mencionadas anteriormente [45] [65].

### **Força de fratura e tensão pré-fratura**

As figuras 4.10 a 4.18 mostram como a força média para a fratura da interface e o comportamento da curva força/deslocamento variam de acordo com a preparação da superfície do fio. A forma da deformação pré-fratura dos filamentos se assemelha entre os diferentes tratamentos de superfície e comprimentos embutidos dentro do compósito. Neste caso, são mostrados os principais resultados obtidos a partir dos ensaios para os comprimentos embutidos de 27, 54 e 70 *mm*. Inicialmente, a força aumenta acentuadamente à medida que o filamento NiTi se deforma elasticamente no interior do compósito, em alguns casos, por não estar totalmente tensionado, essa força inicial pode ocorrer após um pequeno deslocamento do fio causado pela garra da máquina de ensaios, é possível observar esse comportamento em alguns provetes na figura 4.10. Em seguida, a inclinação da curva diminui ligeiramente, indicando que o fio está começando a se tensionar plasticamente. Ocasionalmente, uma pequena parte do filamento embutido perto da borda livre (a superfície da qual o fio está sendo puxado) é esticada junto com o comprimento livre do filamento. À medida que a retirada do filamento de dentro do compósito progride, a matriz polimérica fratura primeiro perto da borda livre do provete, antes da interface fraturar (figura 2.20) [45]. A diminuição na inclinação da curva de força/deslocamento indica que essa fissura da matriz pode estar ocorrendo. Enquanto a matriz começa a fraturar, uma maior parte do filamento NiTi fica livre para se deformar e, com essa deformação, ocorre o alívio da energia tensionadora, a qual é fornecida pela máquina de ensaios. Essa queda na força aplicada é observada próxima ao rompimento da interface entre o fio e a matriz.

As mudanças na inclinação da curva força/deslocamento antes da fratura da interface também podem ser atribuídas a uma falha lenta e gradual de uma interface inconsistente perto da superfície livre. A qualidade da ligação entre o filamento e o compósito é visivelmente baixa nessa região de superfície livre, como pode ser observada na figura 4.16 - "trat04". A falha da ligação interfacial perto da superfície livre do provete causa grandes

variações na inclinação da curva de força versus deslocamento. À medida que a tensão no fio aumenta, a força de tração aumenta rapidamente e atinge o nível necessário para produzir uma fratura completa da interface. Os valores das forças médias de tração para produzir a fratura da interface e seus desvios padrão estão listados na tabela 4.6.

A interface da superfície com tratamento químico, nos provetes com  $27mm$  de comprimento embutidos, obtiveram como resultado 97 N de força média de extração (*Pull-Out*). Esses provetes também foram testados com comprimentos embutidos mais longos, obtendo valores de força média de extração de 96 N e 122 N para  $54mm$  e  $70mm$  de comprimento de fio embutidos, respectivamente. Os provetes com filamentos submetidos a tratamento abrasivo, têm forças de extração médias mais baixas de 46,4 N, 52,1 N e 74,4 N, para os comprimentos embutidos de  $27mm$ ,  $54mm$  e  $70mm$ , respectivamente. Forças de extração médias mais altas são obtidas para as amostras mais longas com os filamentos embutidos submetidos a tratamentos químicos. Os valores são, no entanto, quase iguais para as amostras de  $27mm$  e  $54mm$  de comprimento. Os filamentos sem tratamento têm forças médias de tração que flutuam em torno de 41 N a 65 N para os comprimentos embutidos mais longos. O comportamento dos provetes, em todos os casos, condiz com a teoria de que comprimentos embutidos mais longos produziram forças de tração mais altas [70]. Os resultados estão demonstrados na tabela 4.6 e nas figuras 4.10 a 4.18.

### **Tensão de fricção pós-fratura**

O comportamento pós-fratura dos provetes com filamentos embutidos exhibe dois tipos distintos de comportamento: As forças de atrito são razoavelmente estáveis e as forças de tração pós-fratura flutuam ligeiramente (figuras 4.10 a 4.12), ou a curva de força/deslocamento é aleatória com um comportamento "*stick-slip*" acentuado. O comportamento "*stick-slip*" é comum nos filamentos com tratamento abrasivo para os provetes embutidos de  $27mm$ ,  $54mm$  e  $70mm$  de comprimento (figuras 4.13 a 4.15). Alguns dos outros provetes, especialmente os filamentos com tratamento químico, também exibem o comportamento irregular (figura 4.17). Nestes provetes, o comportamento "*stick-slip*" é provavelmente indicativo de alguma interação mecânica decorrente do contato da matriz

polimérica nas saliências presentes nos fios NiTi. A superfície rugosa dos filamentos com tratamento químico fornece aumentos ocasionais no atrito com o compósito e a matriz durante sua retirada.

O *Pull-Out* pós-fratura dos filamentos sem tratamento (somente com limpeza em acetona), com tratamento abrasivo e com tratamento químico é relativamente suave e ocorre com um nível de força razoavelmente constante. Os fios sem tratamento são puxados com forças pós-fratura muito baixas, indicando um baixo nível de atrito entre o filamento e o compósito. Ambos os fios com tratamento, abrasivo e químico, têm forças de tração pós-fratura mais altas do que os provetes com filamentos sem tratamento, o que indica que níveis mais altos de fricção estão presentes. Apenas uma das amostras de filamento sem tratamento, com  $27mm$  de comprimento embutidos, demonstram um comportamento "*stick-slip*" mais acentuado. O comportamento "*stick-slip*" pode ser incentivado pela superfície áspera do óxido presente na superfície do nitinol, mesmo após a limpeza realizada com acetona [45].

Os provetes de  $27mm$  e  $54mm$  de comprimento, com os filamentos em tratamento químico embutidos, demonstram comportamento pós-fratura muito semelhante. As forças de fricção de tração nos provetes com este tratamento se deterioram à medida que o filamento NiTi é extraído do compósito. As forças começam em um nível logo abaixo do pico de fratura e diminuem constantemente para um nível bem abaixo da força máxima de tração. A força de tração por fricção necessária provavelmente diminui devido a rugosidade elevada da interface que, após perder o contato com a superfície dos filamentos, começa a deslizar com um atrito menor quando comparado ao seu valor inicial.

Os provetes mais longos com fios sem tratamento demonstram comportamento semelhante ao mostrado na figura 4.19. O comportamento "*stick-slip*", quando ocorre, é irregular, e as forças médias de extração (*Pull-Out*) pós-fratura são razoavelmente constantes.

## Performance de adesão dos diferentes tratamentos

Os filamentos NiTi com limpeza em acetona, tratamento abrasivo e tratamento químico são processados dessa maneira para remover qualquer óxido quebradiço de suas superfícies e, para os filamentos submetidos aos tratamentos em específico, estes têm como objetivo melhorar a adesão da interface por meio de rugosidades criadas com os estes processos. O óxido é considerado mais fraco do que o filamento de nitinol. Durante a retirada, a ligação da interface falha com forças razoavelmente baixas para os filamentos sem tratamento. As superfícies lisas dos fios limpos, produzidas pela remoção do óxido, não aumentam a força de adesão. As superfícies mais ásperas dos filamentos com tratamentos químico e abrasivo, incentivam a interação entre a matriz polimérica epóxi e o filamento, obtendo como resultado o aumento da força de ligação do compósito. Porém, os filamentos com tratamento químico têm forças de extração mais altas, devido a grande presença de rugosidades e saliências na sua superfície, causadas pela reação com o ácido utilizado no tratamento com a finalidade de obter uma maior área de contato na interface entre matriz e filamento.

As forças de tração ligeiramente mais altas para os provetes com filamentos sem tratamento de  $27mm$ , indicam que a camada de óxido áspera pode fornecer a oportunidade para interação mecânica com a matriz polimérica (figura 4.6), já que essa camada de óxido é criada assim que o fio é exposto ao ambiente. O aumento da força de ligação, resultante da interação do óxido com a matriz polimérica, têm por natureza a alta variação de óxido pela superfície do filamento. Devido a isso, a força necessária para extrair o fio é altamente variável. Isso é demonstrado pelo grande desvio padrão das forças médias de extração para as amostras de fios sem tratamento de  $27mm$  de comprimento, mas não pelos provetes com fios mais longos, de  $54mm$ . As forças de extração médias mais baixas dos provetes longos, como o de  $54mm$ , e alta variação de forças (desvio padrão) nos ensaios com os provetes de  $70mm$ , são difíceis de explicar, mas podem ser atribuídas a níveis mais altos de óxido nos fios do compósito ou outras variáveis invisíveis, podendo ocorrer a influência da própria limpeza dos filamentos com acetona que, em seguida, forma uma nova camada

de óxido sobre a superfície. A falta de grandes forças de fricção pós-fratura nos provetes com filamentos sem tratamento, pode ocorrer devido à falha frágil da camada de óxido e, em seguida, ocasionar uma extração (*Pull-Out*) razoavelmente suave em função da fratura na interface da matriz.

Para determinar se a matriz fratura e se rompe durante o ensaio de adesão, ou se a falha ocorre apenas na interface, uma amostra de um filamento para cada tratamento de superfície foi visualizada logo após o ensaio. Os filamentos foram ensaiados e extraídos do compósito antes de serem observados. Os filamentos sem tratamento não continham nenhum resquício de matriz polimérica em sua superfície, os filamentos com tratamento abrasivo contavam com uma quantidade ínfima dessa interface em sua superfície e a única superfície de filamento com pedaços consideráveis de matriz ainda impregnados a ele foi a superfície com tratamento abrasivo.

As forças médias de tração dos provetes com filamentos submetidos a tratamento químico se comportam de maneira semelhante ao sistema de vidro/poliéster já observado em estudos anteriores [45]. As forças de extração aplicadas no compósito aumentam de acordo com o comprimento de fio embutido no provete, ou seja, quanto maior o comprimento, maior a força necessária para extrair o filamento, devido à grande área de contato, ocasionando uma adesão elevada. Ao atingir um determinado comprimento, as forças de extração permanecem constantes. O nivelamento indica que o trabalho de fratura contínua da interface é inferior ao trabalho necessário para fraturar a matriz polimérica. O que leva ao emprego do mesmo, a depender das suas áreas de aplicação, verificando a viabilidade da incorporação do filamento NiTi para o componente em que será utilizado e os benefícios que serão fornecidos pela sua presença no produto final, buscando o aperfeiçoamento do componente através dos filamentos com o tratamento superficial.

Os dados de outros provetes e tratamentos de superfície suportam a suposição de que a interface fratura, e a matriz polimérica continua intacta [45]. A interface falha porque a matriz não penetra adequadamente na superfície do filamento.

# Capítulo 5

## Conclusões

Neste trabalho, foi desenvolvida uma análise experimental do comportamento mecânico de materiais compósitos com memória de forma, com a finalidade de produzir um material compósito de alta performance e avaliar a relação entre as ligas de memória de forma e as propriedades mecânicas dos compósitos. Para este estudo, foram observadas algumas propriedades mecânicas (tensão máxima de ruptura, deformação total e módulo de elasticidade) com base na fase martensite do filamento NiTi ( $T < M_f, T = T_{amb}$ ). Para obtenção desses dados, foram fabricados provetes para dois tipos de ensaios: tração e adesão (*Pull-Out*). Para cada ensaio, foram utilizados provetes de fibra de carbono e filamentos NiTi submetidos a tratamentos superficiais diferentes.

A partir dos estudos realizados, foi possível concluir que, as propriedades deste material compósito com filamentos NiTi atingiram os resultados esperados, com a finalidade de melhorar a propriedade mecânica do compósito e absorver energia de deformações e propagação de fendas.

No que diz respeito ao comportamento dos provetes dos ensaios de tração, a variação entre os resultados nos diferentes tipos de tratamentos de superfície é notável. Entre os filamentos utilizados como reforço, os que foram submetidos a tratamento químico mostraram o melhor desempenho. Comparado com a média dos demais provetes, foi evidente o melhor desempenho mecânico dos filamentos com tratamento químico, pela sua elevada resistência mecânica, ao apresentar uma tensão média máxima mais elevada

que os demais, porém, se manteve constante os valores do módulo de elasticidade dos provetes, e pela obtenção de uma deformação média com variação de aproximadamente 10% em comparação a todos os provetes ensaiados, fazendo destes, os melhores provetes com a finalidade de melhorar a propriedade mecânica e absorver energia de deformações dos ensaios realizados.

Ao analisar o comportamento dos provetes nos ensaios de adesão, observou-se que, para conseguir uma boa transferência de força e rigidez do filamento para o compósito e sua matriz polimérica, é necessária uma resistência adequada na ligação interfacial do provete.

A partir da compreensão das características da ligação interfacial do compósito pelo teste de adesão, foi possível obter o melhor desempenho da interface com os tratamentos superficiais dos filamentos. Os filamentos que possuem suas superfícies ásperas se beneficiam da interação mecânica e possuem maior resistência de ligação interfacial e melhor adesão à sua matriz. O filamento com tratamento químico resultou em maior força de adesão interfacial por apresentar uma maior área de contato (rugosidades) para infiltração da matriz polimérica, já que a resistência da ligação interfacial (fio-matriz) torna-se dependente da resistência ao cisalhamento do epóxi.

No instante em que a força de extração atinge um nível alto o suficiente, a interface fratura ao longo de todo o comprimento do fio embutido. A força média necessária para extrair os filamentos não aumenta significativamente para comprimentos embutidos entre 27 e 54 *mm* e, sim, para comprimentos maiores, como 70 *mm*, onde existe maior área de contato do filamento com a matriz polimérica. O comprimento embutido não afeta a resistência real do cisalhamento interfacial. Um filamento mais longo requer forças de extração mais altas porque a falha deve passar ao longo do comprimento do fio antes que a interface se torne curta o suficiente para que ocorra a fratura.

Após a avaliação criteriosa dos tratamentos de superfície e os efeitos de cada um deles na rugosidade dos fios NiTi, é possível concluir que o tratamento químico, quando aplicado, apresenta as melhores forças de adesão em um compósito de liga de memória de forma de alta performance.

## 5.1 Proposta de trabalhos futuros

O mecanismo de ligação entre as duas superfícies deve ser melhor compreendido. A necessidade de um método para criar forças de ligação mais elevadas entre a matriz polimérica e os filamentos também é aparente. Para trabalhos futuros, são sugeridos algumas possibilidades:

- Possíveis revestimentos e outros tratamentos da superfície do fio podem produzir maior resistência de ligação entre a matriz polimérica e o filamento de nitinol.
- Realizar ensaios em provetes com filamentos submetidos a tratamentos abrasivos e, em seguida, químicos, para verificar possíveis mudanças na ligação interfacial destes compósitos.
- Aperfeiçoamento do método de fabrico dos provetes, trabalhando em condições de vácuo para diminuir a quantidade de vazios existentes no interior destes provetes fabricados.
- Avaliação do desempenho dos provetes quando submetidos a ensaios de impacto.
- Realizar os procedimentos descritos no trabalho a partir de provetes expostos à diferentes temperaturas, com a finalidade de verificar as propriedades mecânicas destes compósitos quando submetidos a variações térmicas em suas diferentes fases, austenite e martensite.
- Fazer um estudo detalhado da evolução das propriedades mecânicas dos provetes, utilizando como parâmetro de variação a fração volumétrica de liga de memória de forma NiTi.

# Bibliografia

- [1] W. D. Callister Jr. e D. G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering, An Introduction*, 8th. John Wiley e Sons, 2009, cap. 16, ISBN: 978-0470419977.
- [2] K. K. Chawla, *Composite Materials: Science and Engineering*, 2ed. SI, 2006, cap. 1, ISBN: 978-8181284907.
- [3] K. Otsuka e C. Wayman, *Shape Memory Materials*, sér. Shape Memory Materials. Cambridge University Press, 1999, ISBN: 9780521663847. URL: <https://books.google.com.br/books?id=DvItE9XU1N8C>.
- [4] H. Janocha, *Adaptronics and Smart Structures: Basics, Materials, Design, and Applications*. Springer Berlin Heidelberg, 2007, ISBN: 9783540719670. URL: <https://books.google.com.br/books?id=2Fqw5izGMYEC>.
- [5] D. C. Lagoudas, *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*. Springer US, 2008, ISBN: 978-0387476858.
- [6] C. T. Herakovich, *Mechanics of fibrous composites*. New York: Wiley, 1998, ISBN: 978-0-471-10636-4.
- [7] D. S., “Automotive Applications for Advanced Composite Materials,” *23rd National SAMPE Symposium*, pp.34-60, 1978.
- [8] J. F. Shackelford, *Ciência dos Materiais*, 6ed. Pearson Universidades, 2008, cap. 14, ISBN: 978-8576051602.

- [9] M. P. Groover, *Fundamentals of modern manufacturing: materials, processes, and systems*, Seventh edition. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc, 2020, ISBN: 978-1-119-49438-6 978-1-119-47521-7.
- [10] H. Wiebeck e J. Harada, *Plásticos de engenharia*, Portuguese. São Paulo: Artliber, 2005, OCLC: 60854568, ISBN: 978-85-88098-27-5.
- [11] S. K. Mazumdar, *Composites manufacturing: materials, product, and process engineering / Sanjay K. Mazumdar*. Boca Raton, Fla: CRC Press, 2002, ISBN: 978-0-8493-0585-6.
- [12] R. Vilarim, “Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais,” out. de 2003.
- [13] F. Levy Neto e L. C. Pardini, *Compósitos estruturais: ciência e tecnologia*, Portuguese. 2018, OCLC: 1112493284, ISBN: 978-85-212-1656-8. (acedido em 25/09/2020).
- [14] A. M. F. Ventura, “Os Compósitos e a sua aplicação na reabilitação de estruturas metálicas,” pt, *Ciencia Tecnologia dos Materiais*, vol. 21, pp. 10–19, jul. de 2009, ISSN: 0870-8312. URL: [http://www.scielo.mec.pt/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0870-83122009000200003&nrm=iso](http://www.scielo.mec.pt/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0870-83122009000200003&nrm=iso).
- [15] J. R. Almeida e S. N. Monteiro, “The effect of the resin/hardener ratio on the compressive behavior of an epoxy system,” *Polymer Testing*, vol. 15, n.º 4, pp. 329–339, 1996, ISSN: 0142-9418. DOI: 10.1016/0142-9418(95)00037-2. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0142941895000372>.
- [16] A. Roman, *Transformação do Polietileno*. São Paulo, SP: Erica, 1995, ISBN: 978-8571942646.
- [17] W. B. Veríssimo, G. C. Ranzan e S. Prestes, “Characterization of Bamboo’s Honeycomb Panel with Castor Resin and Fiberglass Faces,” *25th International Congress of Mechanical Engineering*, out. de 2019.

- [18] M. Kabir, H. Wang, K. Lau e F. Cardona, “Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, n.º 7, pp. 2883–2892, 2012, Natural Materials in Composites Engineering, ISSN: 1359-8368. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.053>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836812002922>.
- [19] R. F. Gibson, *Principles of composite material mechanics*, Fourth edition, sér. Mechanical engineering : a series of textbooks and reference books. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016, OCLC: ocn944011357, ISBN: 978-1-4987-2069-4.
- [20] W. F. Smith, *Princípios de ciência e engenharia de materiais*. São Paulo: McGraw-Hill, 1998, ISBN: 978-9728298685.
- [21] P. K. Mallick, *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design*, Third edition. CRC Press, 2007, ISBN: 978-0849342059.
- [22] N. I. R. Thomas, “Influência de tratamentos superficiais em fibras de licuri na aderência interfacial do compósito com matriz poliéster.,” p. 234, jan. de 2011. DOI: 10.13140/RG.2.2.25001.44640.
- [23] E. Fitzer, R. Kleinholz, H. Tiesler et al., *Fibers, 5. Synthetic Inorganic*. American Cancer Society, 2000, ISBN: 9783527306732. DOI: [https://doi.org/10.1002/14356007.a11\\_001](https://doi.org/10.1002/14356007.a11_001). eprint: [https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/14356007.a11\\_001](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/14356007.a11_001). URL: [https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/14356007.a11\\_001](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/14356007.a11_001).
- [24] D. Varley, S. Yousaf, M. Youseffi, M. Mozafari, Z. Khurshid e F. Sefat, “13 - Fiber-reinforced composites,” em *Advanced Dental Biomaterials*, Z. Khurshid, S. Najeeb, M. S. Zafar e F. Sefat, eds., Woodhead Publishing, 2019, pp. 301–315, ISBN: 978-0-08-102476-8. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102476-8.00013-X>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978008102476800013X>.

- [25] H. X., “Fabrication and Properties of Carbon Fibers,” *Materials*, vol. 2, pp. 2369–2403, dez. de 2009. DOI: 10.3390/ma2042369.
- [26] C. Y. X. Chua, H.-C. Liu, N. Di Trani et al., “Carbon fiber reinforced polymers for implantable medical devices,” *Biomaterials*, vol. 271, p. 120719, 2021, ISSN: 0142-9612. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2021.120719>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961221000703>.
- [27] R. M. de Carvalho, L. T. Kubota e J. J. Rohweddero, “Fibras de carbono: aplicações em eletroanalítica como material eletródico,” *Química Nova*, vol. 22, n.º 4, 1998. DOI: 10.1590/S0100-40421999000400018. URL: <https://www.scielo.br/j/qn/a/q47Z6tzHY7bhfgfHPPjyCwy/?lang=pt#>.
- [28] E. Savage, *Carbon-Carbon Composites*, First edition. Springer Netherlands, 1993, ISBN: 978-94-010-4690-9.
- [29] R. M. de Carvalho, L. T. Kubota e J. J. Rohwedder, “Fibras de carbono: aplicações em eletroanalítica como material eletródico.,” *Química Nova*, vol. 22, n.º 4, pp. 591–599, 1999. DOI: 10.1590/S0100-40421999000400018.
- [30] P. Vasconcelos, J. Alves, A. Magalhães e R. Neto, “Impact fracture study of epoxy-based composites with aluminium particles and milled fibres,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 170, pp. 277–283, dez. de 2005. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2005.05.006.
- [31] F. L. Westrupp, “Análise da viabilidade da usinagem de compósitos de matriz epóxi com cargas de ferro visando a sua utilização em moldes de injeção,” 2008.
- [32] V. Neves, “Comportamento mecânico de compósitos com aplicações navais,” 2009.
- [33] R. A. Damiani, “Estudo do efeito de parâmetros de processamento por injeção nas propriedades mecânicas do nanocompósito de poliamida/fibra de vidro/montmorillonita.,” 2013.

- [34] E. C. Botelho, “Avaliação da Influência dos Ciclos Térmicos nas Propriedades dos Compósitos Termoplásticos de PPS e PEI com Fibras de Carbono e de Vidro Conformados por Prensagem a Quente.,” *Mestrado em Ciências*, 2006.
- [35] G. Costa, “Compósitos Aeronáuticos Processados a Partir de Fibra de Carbono Impregnada com Poliamida 6/6 Via Processo de Polimerização Interfacial,” *Tese de Doutorado*, 2002.
- [36] C. Júnior, “Avaliação das propriedades mecânicas de poliuretano tendo como agente de reforço uma nova fibra inorgânica natural.,” *Tese de Mestrado em Engenharia Mecânica*, 2003.
- [37] J. Müssig e K. Haag, “2 - The use of flax fibres as reinforcements in composites,” em *Biofiber Reinforcements in Composite Materials*, O. Faruk e M. Sain, eds., Woodhead Publishing, 2015, pp. 35–85, ISBN: 978-1-78242-122-1. DOI: <https://doi.org/10.1533/9781782421276.1.35>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781782421221500022>.
- [38] C. L. Nogueira, “Obtenção e Caracterização de Compósitos Termoplásticos Avançados à Base de Matrizes de Polipropileno Reforçados com Fibra de Carbono.,” *Tese de Doutorado*, 2004.
- [39] A. S. for Testing e M. I. (ASTM), *Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials*, ASTM D3039 / D3039M-17. West Conshohocken, PA: International Organization for Standardization, 2017. DOI: 10.1520/D3039\_D3039M-17. URL: [www.astm.org](http://www.astm.org).
- [40] I. O. for Standardization (ISO), *Plastics - Determination of tensile properties*, ISO 527:2019. Vernier, Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization, 2019. URL: <https://www.iso.org/standard/75824.html>.
- [41] M. F. S. F. de Moura, A. B. de Morais e A. G. Magalhães, *Materiais Compósitos Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico*, 2ed. Publindústria, 2009, ISBN: 978-9728953003.

- [42] M. K. Buragohain, *Composite Structures: Design, Mechanics, Analysis, Manufacturing, and Testing*, First edition. CRC Press, 2017, ISBN: 978-1138746671.
- [43] A. S. for Testing e M. I. (ASTM), *Standard Test Method for Adhesion Between Steel Tire Cords and Rubber*, ASTM D2229 - 10. West Conshohocken, PA: International Organization for Standardization, 2014. DOI: 10.1520/D2229-10R14. URL: [www.astm.org](http://www.astm.org).
- [44] T. Sydenstricker, S. Mochnaz e S. Amico, “Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites,” *Polymer Testing*, vol. 22, pp. 375–380, jun. de 2003. DOI: 10.1016/S0142-9418(02)00116-2.
- [45] P. Chua e M. Piggott, “The glass fibre-polymer interface: II—Work of fracture and shear stresses,” *Composites Science and Technology*, vol. 22, n.º 2, pp. 107–119, 1985, ISSN: 0266-3538. DOI: [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(85\)90079-X](https://doi.org/10.1016/0266-3538(85)90079-X). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/026635388590079X>.
- [46] J. Aboudi, “The response of shape memory alloy composites,” *Smart Materials and Structures*, vol. 6, n.º 1, pp. 1–9, fev. de 1997. DOI: 10.1088/0964-1726/6/1/001. URL: <https://doi.org/10.1088/0964-1726/6/1/001>.
- [47] A. Miramini, M. Kadkhodaei, A. Alipour e M. Mashayekhi, “Analysis of interfacial debonding in shape memory alloy wire-reinforced composites,” *Smart Materials and Structures*, vol. 25, n.º 1, p. 015 032, dez. de 2015. DOI: 10.1088/0964-1726/25/1/015032. URL: <https://doi.org/10.1088/0964-1726/25/1/015032>.
- [48] J. Paine, W. Jones e C. Rogers, “Nitinol actuator to host composite interfacial adhesion in adaptive hybrid composites,” DOI: 10.2514/6.1992-2405. eprint: <https://arc.aiaa.org/doi/pdf/10.2514/6.1992-2405>. URL: <https://arc.aiaa.org/doi/abs/10.2514/6.1992-2405>.
- [49] J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic e M. A. Gibson, “A review of shape memory alloy research, applications and opportunities,” *Materials Design (1980-2015)*, vol. 56, pp. 1078–1113, 2014, ISSN: 0261-3069. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes>.

- 2013.11.084. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306913011345>.
- [50] A. Ölander, “An eletrochemical investigation of solid cadmium-gold alloys.,” *Journal of the American Chemical Society*, vol. 54, n.º 10, pp. 3819–3833, 1932. DOI: 10.1021/ja01349a004.
- [51] G. Kaufmann e I. Mayo, “The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications.,” pp. 1–21, 1997. DOI: 10.1007/s00897970111a.
- [52] L. Sun e W. M. Huang, “Nature of the multistage transformation in shape memory alloys upon heating,” *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 51, n.º 11, pp. 573–578, nov. de 2009, ISSN: 1573-8973. DOI: 10.1007/s11041-010-9213-x. URL: <https://doi.org/10.1007/s11041-010-9213-x>.
- [53] I. Mihálcz, “Fundamental characteristics and design method for nickel-titanium shape memory alloy,” English, *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*, vol. 45, n.º 1, pp. 75–86, 2001, Cited By :46. URL: [www.scopus.com](http://www.scopus.com).
- [54] W. J. Buehler e F. E. Wang, “A summary of recent research on the nitinol alloys and their potential application in ocean engineering,” *Ocean Engineering*, vol. 1, n.º 1, pp. 105–120, 1968, ISSN: 0029-8018. DOI: [https://doi.org/10.1016/0029-8018\(68\)90019-X](https://doi.org/10.1016/0029-8018(68)90019-X). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/002980186890019X>.
- [55] Y. Liu, C. Chen e G. Li, “Study on the surface crack growth behavior in bridge steel,” *Acta Mechanica Solida Sinica*, vol. 23, n.º 4, pp. 361–369, 2010, ISSN: 0894-9166. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0894-9166\(10\)60037-7](https://doi.org/10.1016/S0894-9166(10)60037-7). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0894916610600377>.
- [56] F. Santos, “Vibration control with shape-memory alloys in civil engineering structures.,” Portuguese, *Faculdade de Ciências e Tecnologia / UNL*, mar. de 2011.

- [57] F. Boussu, G. Bailleul, J. L. Petitniot e H. Vinchon, “Development of shape memory alloy fabrics for composite structures,” English, *Autex Research*, vol. 2, n.º 1, pp. 1–7, 2002.
- [58] T. Owen, “Shape Memory Alloys edited by Hiroyasu Funakubo, translated from the Japanese by J.B. Kennedy Gordon and Breach Science Publishers, New York, 1986 (Price \$135.00, circa £75.00),” *Robotica*, vol. 6, p. 259, 1988.
- [59] K. Richardson, “Nitinol technologies innovator redefining the cutting edge,” English, *Outlook*, vol. 2, pp. 1–8, jan. de 2001.
- [60] D. J. Clingman, F. T. Calkins e J. P. Smith, “Thermomechanical properties of 60-Nitinol,” English, *Proceedings of the SPIE, Smart Structures and Materials: Active Materials: Behavior and Mechanics*, vol. 5053, pp. 219–229, 2003.
- [61] J. Mabe, R. Ruggeri e F. T. Calkins, “Characterization of nickel-rich nitinol alloys for actuator development,” English, *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelasticity Technology*, jan. de 2006.
- [62] C. Darjan, “Shape memory alloys,” Portuguese, *Relatório Técnico, Faculdade de Matemática e Física*, jan. de 2007.
- [63] T. Duerig e A. Pelton, “Materials Properties Handbook: Titanium Alloys,” English, *ASM International*, pp. 1035–1048, 1994.
- [64] P. S. Chua e M. R. Piggott, “The Glass Fibre-Polymer Interface: I-Theoretical Consideration for Single Fibre Pull-Out Tests.,” English, *Composites Science and Technology*, vol. 22, pp. 33–42, 1985.
- [65] B. Harris, J. Morley e D. C. Phillips, “Fracture Mechanisms in Glass- Reinforced Plastics.,” English, *Journal of Materials Science*, vol. 10, pp. 2050–2061, 1975.
- [66] J. B. Russell, *Química Geral*. Pearson Universidades, 1994, vol. 1, p. 822, ISBN: 978-8534601924.
- [67] V. H. J. e S. R., “Characteristics of shape memory alloys,” *Cambridge University Press*, pp. 149–183, 1998.

- [68] J. Ryhänen, *Biocompatibility evaluation of nickel-titanium shape memory metal alloy*. Oulu: University of Oulu. jan. de 1999, ISBN: 951-42-5206-3.
- [69] R. Crawford, *Plastics Engineering*. Pergamon Press, 1987, ISBN: 9780029460597. URL: <https://books.google.com.br/books?id=J-tQPgAACAAJ>.
- [70] S. R. V., J. J. J. e W. F. D., “Interfacial Aspects of Polymer Coating by Electropolymerization,” *Journal of Adhesion*, vol. 9, n.º 3, pp. 185–195, 1978. DOI: 10.1080/00218467808075113.

# Apêndice A

## Ficha técnica da fibra de carbono

### TECHNICAL DATA SHEET



Article: Style 447  
 Setting [threads/cm]: 4,0/4,0  
 Weave: Plain  
 Finish: loomstate

Construction:	Warp	Weft
Material:	Carbon	Carbon
Yield:	200 tex	200 tex

Technical Data		Unit	Target	+/-	Tolerance
Fibre density <sup>1)3)</sup>	Warp	g/cm <sup>3</sup>	n.G.	+/-	n.G.
	Weft	g/cm <sup>3</sup>	n.G.	+/-	n.G.
Linear density <sup>1)</sup>	Warp	tex	200	+/-	10
	Weft	tex	200	+/-	10
Twist <sup>1)</sup>	Warp	T/m		+/-	
	Weft	T/m		+/-	
Setting	Warp	thr./10cm	4,0	+/-	0,2
	Weft	thr./10cm	4,0	+/-	0,2
Weight		g/m <sup>2</sup>	160	+/-	-4/+6
Dry Weight		g/m <sup>2</sup>	160	+/-	-4/+6
Moisture content		%	0,5		
Thickness <sup>2)</sup>		mm	0,30	+/-	0,04
Width		cm	as ordered	+/-	1

1) or n.G.: depending on order and yarn specification

2) approximate value, not for release

3) no measure, certified by supplier

Style 447T = Style 447 with tracer yarn as ordered

Remark:

The values describe the properties of the fabric based on a limited production period.

# Apêndice B

## Ficha técnica da resina SR1500

17/06/2021



SR 1500  
Page 1 / 8  
Version 24/01/2014

### SR 1500 Epoxy laminating system

This modified epoxy resin has been formulated to be cristalization free and low toxicity.  
This epoxy system has very good wet-out, degazing properties and an excellent adhesion to all type of reinforcements ( glass, aramid, carbon, polyester...)  
Adjustable working time depending on the choice of the hardener  
Respecting the ratio resin / hardener, the hardeners are mixable by weight, to achieve the most adapted reactivity for the application.  
Glass transition : 75 - 81 °C  
The parts can be in service after 7 to 14 days at 23 °C for the hardeners **SD 2507, SD 2806, SD 2505** and **SD 2503**.  
Post-cure at a minimum of 40 °C for a Tg above 55 °C  
Developped for : ship building, aeronautic, automotive prototypes, tool making.

Other applications : putty for coating with microspheres, syntactic core material, casting volume depending on the hardeners.

#### Typical use

##### SR 1500 / SD 2507, SD 2806 :

Low thickness laminates, low temperature hardening (10 - 15 °C),  
Rapid repair and bonding, putty...

##### SR 1500 / SD 2505 , SD 2503:

Standard lamination system, all dimension parts, tooling, fillet joint...

##### SR 1500 / SD 7561

Big parts, or high thickness laminate parts. Injection, infusion, casting...  
Long open time with laminate.  
Post curing temperature : 55 °C minimum

#### SR 1500 based formulations

**SR 1500 i** : Fireproof autoextinguishing epoxy system

**SR 1500 / SD 597.20**: Very high thickness casting.

**SR 1500 JV** : Contains a mix control. Yellow unfilled resin becoming purple in contact with hardener.