

# AValiação DOS PARâMETROS DE PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS

F. Silva<sup>1</sup>, J. S. Barbosa<sup>2</sup>, G. Garcia<sup>3</sup>, R. Faez<sup>4</sup>, A. P. F. Albers<sup>5</sup>

<sup>1-2</sup>UNIVAP/FEAU, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos – SP

<sup>3</sup>ITA/Engenharia Aeronáutica e Mecânica, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50, São José dos Campos – SP

<sup>4-5</sup>UNIVAP/IPD, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos – SP, faez@univap.br, albers@univap.br

**Resumo** – Materiais compósitos tem despertado grande interesse na indústria aeronáutica pois apresentam alta resistência mecânica, alta rigidez e baixa massa específica. No processo de fabricação de compósitos termoplásticos, que geralmente associam fibras à materiais poliméricos, as variáveis de processamento podem comprometer as propriedades da peça final. Neste trabalho foi avaliado a influência dos parâmetros de processamento nas propriedades das peças produzidas com laminados de compósitos termoplásticos de Poli(éter-imida) - PEI e Poli(sulfeto de fenileno) - PPS reforçados com fibras de carbono e de vidro. Os resultados evidenciam que com o controle, principalmente, da temperatura do molde no processo de prensagem (entre 170 e 210°C para o PPS e 210°C para o PEI), não se observa comprometimento significativo das propriedades do material, basta que seja considerado no projeto a possibilidade de uma pequena queda na propriedade mecânica pós-conformação.

**Palavras-chave:** compósitos termoplásticos, poli(éter-imida), poli(sulfeto de fenileno), fibras de carbono, fibras de vidro.

**Área do Conhecimento:** III- Engenharias

## Introdução

Os compósitos poliméricos são materiais de engenharia constituídos de fibras de reforço, com orientação definida ou não, dispersas em matrizes metálica, cerâmica ou polimérica. Devido à sua baixa massa específica (0,9 a 1,5 g/cm<sup>3</sup>), excelentes propriedades mecânicas e flexibilidade de produzir peças complexas com propriedades locais específicas, os compósitos vêm a cada ano conquistando mais espaço em aplicações como material de engenharia [1].

Embora a maioria dos compósitos poliméricos seja obtida pela impregnação do reforço com resinas termorrígidas, essas apresentam problemas de tensões residuais em virtude de seu processamento e da sua natureza quebradiça, falta de resistência à erosão e quando aquecidas, podem resultar em mudanças químicas e estruturais, limitando a sua aplicação em algumas regiões das aeronaves.

Os compósitos termoplásticos com fibras contínuas apresentam algumas vantagens quando comparados aos termorrígidos convencionais, como maiores valores de rigidez e resistência ao impacto, temperatura de serviço mais elevada, grande versatilidade na produção em série, entre outros. Em função disso, vários polímeros estão sendo utilizados na obtenção de compósitos poliméricos destacando-se o PEI (poli(éter-imida)) e PPS (poli(sulfeto de fenileno)) [2,3].

Atualmente o processo dominante de fabricação de compósitos poliméricos para aplicações aeroespaciais tem sido cura em estufas

ou autoclaves de peças laminadas manualmente. Apesar das características desejáveis dos compósitos (rigidez, baixo coeficiente de expansão térmica, etc) estes métodos apresentam um custo elevado quando comparado à obtenção de estruturas metálicas, limitando a sua aplicação. Dentre os processos em desenvolvimento, um dos que se mostra promissor é o de moldagem por compressão à quente (MCQ) que é derivado da conformação de chapas metálicas e pode ser aplicado para pré-consolidação e termoformagem. Algumas vantagens deste processo são: localização precisa do reforço, controle do conteúdo volumétrico da matriz e obtenção de peças com variados tipos de geometria [4-6].

Diante do exposto anteriormente, o objetivo deste estudo foi avaliar a influência dos parâmetros de processamento nas propriedades mecânicas dos compósitos PPS com fibra de carbono (PPS/Carbono) e fibra de vidro (PPS/V), e PEI com de fibra de carbono (PEI/C), utilizando-se a técnica de moldagem por compressão a quente em molde híbrido metal-borracha.

## Materiais e Métodos

Foram utilizados laminados consolidados de PPS/C, PPS/V e PEI/C fornecido pela Empresa Ten Cate. Para o PPS/C e PEI/C o tipo de tecido utilizado foi o 5 *Harness satin weave*. Os laminados tiveram a orientação 0/90 e espessura nominal de 1,86mm. Para o PPS/V, foi utilizada a mesma orientação de camadas e o tipo tecido

utilizado foi o 8 *Harness satin weave*, com espessura nominal do laminado de 1,92 mm[1,2].

Para a conformação dos corpos-de-prova foram utilizados basicamente uma unidade de pré-aquecimento (forno), uma prensa (marca Ciola, modelo 4C60E) e um molde composto de material metálico com uma parte elastomérica. Os corpos-de-prova foram pré-aquecidos a 320°C e, depois, prensados em três diferentes temperaturas:

- corpos-de-prova de PEI: 50, 190 e 210°C.
- corpos-de-prova de PPS: 100, 170 e 210°C.

O material laminado, antes de ser conformado, foi caracterizado por:

- Análise termogravimétrica (TGA - *Perkin Elmer série 7*): em todos os ensaios utilizou-se massa de ~15mg, as amostras foram ensaiadas com fluxo de ar (20mL/min) e com isoterma a 280, 320, 350 e 400°C.

A caracterização dos corpos-de-prova foi feita por:

- Calorimetria exploratória diferencial (DSC - *Perkin Elmer modelo Pyres*): o ensaio foi realizado de 30 e 400°C a 10°C/min sob o fluxo de nitrogênio.
- Ensaios mecânicos: foram realizados ensaios de resistência a flexão em três pontos em corpos-de-prova confeccionados a partir do laminado recebido (L) e da peça conformada (P) – após processo de moldagem por compressão a quente, conforme norma EN2562.

## Resultados

As Figuras 1 e 2 apresentam análises termogravimétricas com isotermas em diferentes temperaturas, realizadas em atmosfera de ar no laminado PEI/Carbono e PPS/Vidro. (não foi falado de isoterma na PE)

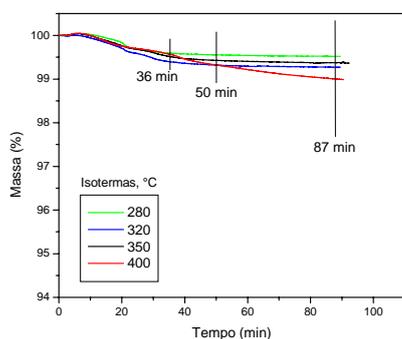


Figura 1: Curvas TGA para o laminado PEI/Carbono.

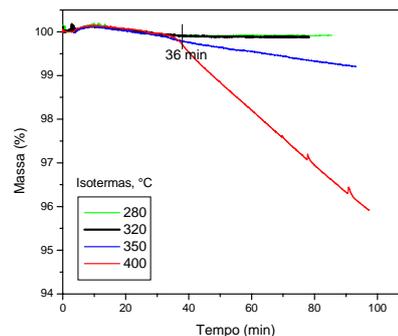


Figura 2: Curvas TGA para o laminado PPS/Vidro

A Figura 3 apresenta a curva DSC para o compósito PEI-C, conformado com o molde a 50 e 190°C. As Figuras 4 e 5 apresentam as curvas de DSC para os compostos PPS-V e PPS-C, respectivamente, conformados a 100 e 170°C.

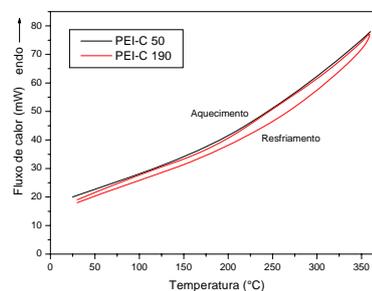


Figura 3: Curvas DSC para o compósito PEI/Carbono

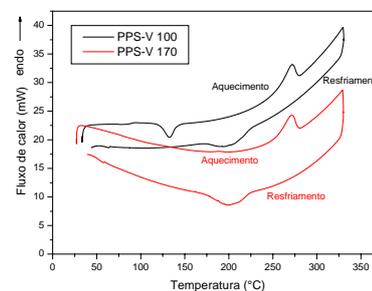


Figura 4: Curvas DSC para o compósito PPS/Vidro.

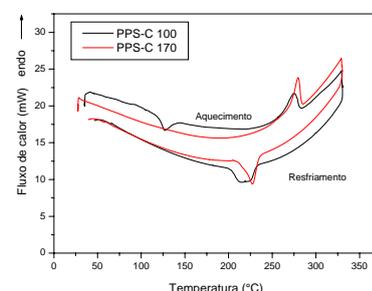


Figura 5: Curvas DSC para o compósito PPS/Carbono.

As Figuras 6 a 9 apresentam os resultados de resistência à flexão em três pontos realizados com

os corpos-de-prova retirados do laminado e da peça conformada.

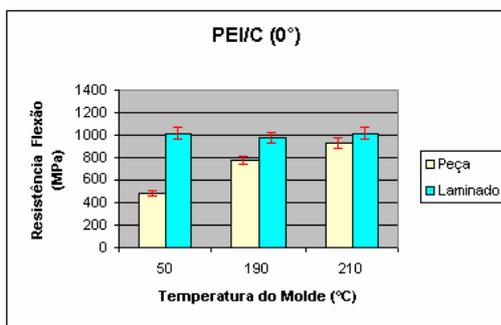


Figura 6: Módulo de resistência a flexão para o PEI/Carbono (orientação do tecido de 0°)

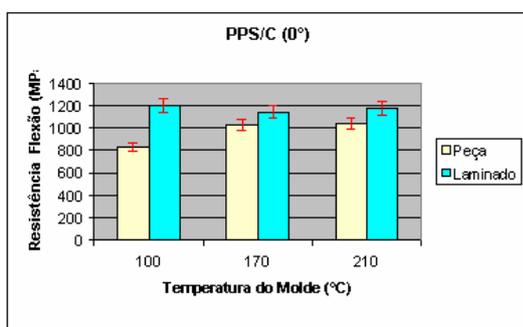


Figura 7: Módulo de resistência a flexão para o PPS/Carbono (orientação do tecido de 0°)

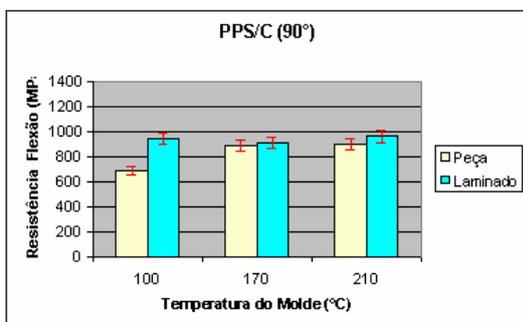


Figura 8: Módulo de resistência a flexão para o PPS/Carbono (orientação do tecido de 90°)

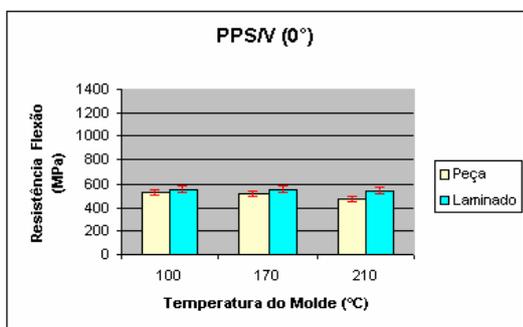


Figura 9: Módulo de resistência a flexão para o PPS/Vidro (orientação do tecido de 0°)

## Discussão

Ensaios preliminares de TGA para o laminado PEI/Carbono em uma atmosfera de ar indicaram grande perda de massa após 450°C, atribuída à degradação do material; o mesmo comportamento foi observado para o laminado PPS/C. Assim, determinou-se que para os materiais em questão, o processamento deve ocorrer abaixo de 400°C, para que não ocorra degradação térmica, o que comprometeria as propriedades finais do produto.

A Figura 1 apresenta as análises de TGA com isotermas em diferentes temperaturas para o material PEI/C, onde foi possível observar que até 50 min em todas as temperaturas analisadas, a perda de massa foi mínima e refere-se à umidade naturalmente adsorvida pelo material. Vale salientar que no máximo intervalo de tempo analisado (87 min), a perda de massa foi inferior a 1%, assegurando um longo tempo para a conformação do material, podendo o material ser conformado inclusive a 400°C. Na Figura 2, para o material PPS/V observa-se que até 36 min em todas as temperaturas analisadas, a perda de massa também foi mínima, porém, para a temperatura de 400°C, em intervalos de tempo maiores, a degradação torna-se significativa, sendo recomendado conformá-lo abaixo desta temperatura.

Análises de DSC confirmam a estrutura amorfa do PEI (Figura 3), que não apresentou picos de cristalização ou fusão.

A Figura 4 apresenta as curvas de DSC para peças de PPS/V conformadas à 100 e 170°C. No primeiro caso observou-se um pico de cristalização no aquecimento, quando esperava-se que o material já estaria cristalizado até seu grau máximo. Isto ocorreu pois o laminado que foi pré-aquecido a 320°C foi colocado em contato com a prensa que estava a 100°C, resultando em uma elevada razão de resfriamento, dificultando o processo de cristalização. Durante o resfriamento, observou-se os picos de fusão e recristalização do material, sendo a área deste último utilizado para calcular a porcentagem de cristalinidade do material, que foi de 4%. Verifica-se ainda, para a curva que representa a peça conformada a 170°C, o aparecimento apenas do pico de fusão. Neste caso, o laminado pré-aquecido a 320°C e colocado em contato com a prensa que estava a 170°C, foi submetido a uma menor razão de resfriamento que a anterior, possibilitando a cristalização do material até seu grau máximo. A cristalinidade calculada para essa amostra foi de 18%.

O comportamento observado para as amostras de PPS/C nas curvas de DSC (Figura 5) foi semelhante ao discutido anteriormente para o PPS/V. A porcentagem de cristalinidade para

corpos-de-prova conformados a 100°C foi de 4%, para aqueles conformados a 170°C foi de 16%.

Analisando os resultados para o PEI/C, Figura 6, observa-se que para temperatura de 210°C a variação entre peça e laminado foi pequena, porém, para temperaturas de 50 e 190°C a variação foi maior, isso pode ser explicado devido a delaminação encontrada no material após a conformação, que teve origem em uma secagem ineficiente. A opção de utilização do molde a 50°C para o PEI foi uma escolha extrema para se verificar a capacidade de conformação do laminado com uma alta razão de resfriamento, utilizando o molde próximo da temperatura ambiente, visando reduzir custos de processamento.

Comparando-se os resultados dos ensaios mecânicos apresentados nas Figuras 7 e 8, observa-se que para a orientação do tecido na direção 90°, a resistência à flexão foi inferior aos resultados obtidos para os corpos de prova retirados a 0°, caracterizando um comportamento anisotrópico do tecido do tipo Satin.

A barra de desvio das Figuras 7 e 8 indica uma pequena variação na resistência a flexão dos corpos de prova conformados a 170 e 210°C, porém, observa-se um desvio maior para 100°C. Essa menor diferença nos desvios dos módulos de resistência a flexão está relacionada à maior cristalinidade das amostras, ou seja, amostras com maior cristalinidade apresentam comportamento mecânico mais confiáveis. Além disso, observou-se que quanto menor a temperatura do molde no processo de conformação, maior a diferença entre peça (P) e laminado (L) quanto à resistência a flexão. Um dos fatores que pode ter contribuído para isso é novamente o menor grau de cristalinidade apresentado pela peça devido ao brusco gradiente de temperatura.

A Figura 9 apresenta os resultados da resistência à flexão para o material PPS/vidro moldado a 100, 170 e 210°C. Houve uma pequena variação entre peça e laminado e não se observou o mesmo decréscimo de propriedades com a condição de molde a 100°C que aquele observado com o PPS/C. Este comportamento diferenciado entre PPS/C e PPS/V está relacionado a variação da cristalinidade na espessura da peça em função do gradiente de temperatura, pois a literatura [1] relata que o grau de cristalinidade será diferente entre as regiões da peça que ficaram em contato com a parte metálica e parte elastomérica do molde, devido às diferentes temperaturas destes materiais e aos diferentes coeficientes de transferência de calor. Em nosso caso específico, a propriedade menos condutiva do reforço de vidro deve ter contribuído para diminuir as diferenças entre as razões de resfriamento na espessura da peça durante a moldagem e diminuir assim

tensões residuais na peça, minimizando também as perdas da propriedade mecânica medida.

## Conclusão

Parâmetros de processo tais como, orientação do material, temperatura do molde e secagem do material, influenciam as propriedades mecânicas do compósito.

Para o material semicristalino (PPS), quanto maior a temperatura do molde, maior foi o grau de cristalinidade; assim determinou-se que temperaturas de conformação de 170°C e 210°C são mais adequadas para estes compósitos.

A secagem inadequada do PEI foi, provavelmente, a causadora da delaminação ocorrida nas peças moldadas com o compósito PEI/Carbono, prejudicando a análise dos resultados da conformação com molde a 50°C e 190°C. Por outro lado, o processamento com o molde a 210°C mostrou resultados com perdas pequenas de propriedades mecânicas.

A variação das propriedades apresentadas nos compósitos de PPS processados a 170 e 210°C e nos compósitos de PEI a 210°C, não compromete sua aplicação quanto a resistência à flexão, basta que seja considerado no projeto a possibilidade de uma pequena queda na propriedade mecânica pós-conformação.

## Referências

- [1] TEN CATE, Press Forming of CETEX Continuous Fiber Reinforced Thermoplastics, Holanda, 30-01-02.
- [2] TEN CATE. Processing CETEX. Holanda, applications, agosto 2003
- [3] BOTELHO, E. C. Compósitos aeronáuticos processados a partir de fibras de carbono impregnadas com poliamida 6/6 via processo de polimerização interfacial, São José dos Campos, 2002, 272p. Tese de Doutorado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.12
- [4] HOU, M.; YE, L.; MAI, L. W. Manufacturing process and mechanical properties of thermoplastic composite components, Journal of Materials Processing Technology, n.63, p. 334-338, 1997. 13
- [5] CALLISTER, WILLIAN D., Jr - Materials Science And Engineering: An Introduction LTC, 201 – 214 p.
- [6] BERSEE, H. E. N. Diaphragm forming of continuous fibre reinforced thermoplastics, Delft, Holanda, 1996, 571p. Tese de Doutorado, Delft University of Technology. 7