

# PROCESSO DE DENSIFICAÇÃO RÁPIDA DE COMPÓSITO CARBONO-CARBONO

**Ramiro de Oliveira Castro Prado<sup>1</sup>, Inácio Regiani<sup>2</sup>, Vera Lúcia Arantes<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>UNIVAP/Faculdade de Engenharia Arquitetura e Urbanismo, Av. Shishimi Hifumi 2911 – SJC – SP, [ramirocprado@gmail.com](mailto:ramirocprado@gmail.com)

<sup>2</sup>ITA/Divisão de Engenharia Mecânica, Praça Marechal Eduardo Gomes 50 – SJC – SP, [inacior@ita.br](mailto:inacior@ita.br)

<sup>3</sup>UNIVAP/IP&D, Avenida Shishimi Hifumi 2911 – SJC – SP, [varantes@univap.br](mailto:varantes@univap.br)

**Resumo-** O processo de Infiltração Química por Líquido Vaporizado (CLVI – Chemical Liquid Vapor Infiltration) é um processo de densificação de compósitos de carbono-carbono capaz de fornecer altas taxas de deposição de material. Enquanto os processos de infiltração e pirólise demandam vários ciclos de produção e os de CVI (Chemical Vapor Infiltration) são extremamente demorados, os processos de CLVI são capazes de fabricar uma peça em questão de horas em um único ciclo de produção. As altas taxas de densificação são possíveis porque a peça fibrosa, chamada de preforma, fica imersa no líquido precursor, havendo assim um transporte mais efetivo de material para o interior da preforma a fim de formar a matriz do compósito. Desta forma as peças produzidas por CLVI são mais baratas que as mesmas peças produzidas por outras técnicas. Este trabalho apresenta os resultados preliminares de um projeto de estudo para o desenvolvimento desta técnica de densificação.

**Palavras-chave:** CLVI, compósito, carbono, densificação

**Área do Conhecimento:** Engenharia de materiais

## Introdução

Técnicas convencionais de fabricação de cerâmicas como a prensagem a quente, na qual os corpos cerâmicos são simultaneamente sujeitas as altas temperaturas e pressão, causam danos às fibras. Este problema levou a novos métodos para preenchimento de preformas fibrosas pelos precursores da matriz. Os principais métodos para formação da matriz são a impregnação por via líquida e a infiltração química em fase gasosa<sup>[1]</sup>.

No processo via fase líquida, a matriz do compósito é em geral obtida com base no processo de impregnação, que inicialmente é feito vácuo e depois se injeta o polímero precursor que penetra em todos os interstícios da preforma de fibras de carbono, sendo então curado e pirolisado. Para a densificação da peça repetem-se os ciclos de impregnação e pirólise, até reduzir o volume de vazios a um nível aceitável. No caso de CRFC diversas resinas com alto teor de carbono podem ser adotadas para a impregnação, tais como as furânicas, fenólicas e o piche<sup>[2]</sup>.

O processo de deposição química em fase gasosa em substrato poroso de fibras envolve a pirólise térmica de vapores precursores, que se decompõem e depositam o carbono sobre a fibra<sup>[1]</sup>. Quando o gás reativo consegue penetrar no interior do substrato poroso de carbono, a deposição ocorre nas superfícies das fibras mais internas formando-se assim um corpo sólido, que é o compósito carbono-carbono. O processo assim descrito é chamado de infiltração química em fase gasosa (*Chemical Vapor Infiltration* - CVI)<sup>[3,4]</sup>. O processo CVI permite obter matriz com baixa

tensão termo-mecânica, de maneira que uma combinação apropriada do sistema fibra-interface-matriz produza compósitos com tensão residual mínima<sup>[2,5]</sup>.

O problema é que ambos são custosos, o CVI devido as seus enormes tempos de deposição, e a impregnação devido aos seus diversos ciclos necessários para a densificação completa. Entretanto um processo. O processo é conhecido como infiltração química por líquido vaporizado (CLVI - *Chemical Liquid Vapor Infiltrations*) é um processo pré-industrial que tem altas taxas de deposição e permite a densificação rápida de peças de compósito carbono-carbono.<sup>[6,7,8]</sup> O processo CLVI caracteriza-se pelo fato do substrato ser imerso no líquido precursor e então aquecido até a temperatura de pirólise do líquido<sup>[9]</sup>. A grande vantagem do processo de CLVI sobre o processo de CVI é o fato do aquecimento da preforma ser interno, desta forma surge uma frente de densificação que vai do interior para o exterior da peça. Como a densificação é feita de dentro para fora, não há o fechamento dos poros externos que impedem a densificação do interior durante o processo, o que é comum na técnica de CVI.

Este trabalho apresentados resultados preliminares de um estudo do processo de CLVI principalmente o seu comportamento quanto a variação de potência e qualitativamente quanto a densificação do material.

## Metodologia

O experimento preparado consiste em um reator de vidro ligado a um sistema de condensação de vapores. Os vapores gerados pelo processo são condensados e retornam para o interior do reator. Um sistema elétrico introduz corrente elétrica a resistência de carbono dentro do reator. Um desenho esquemático é mostrado na figura 1.

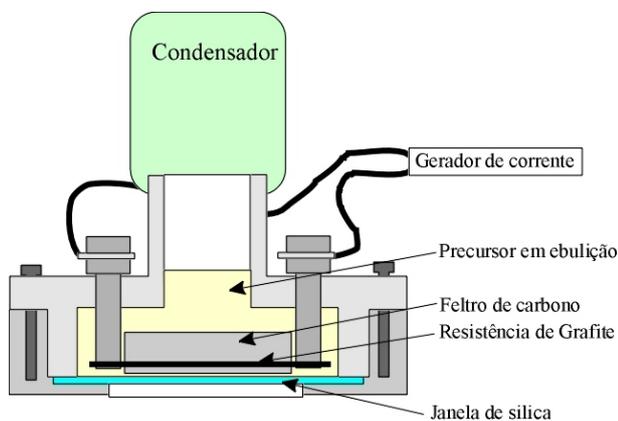


Figura 1 – Reator de CLVI.

A resistência de carbono é transpassada em um feltro de carbono e colocado na parte inferior do reator. Então hexano é colocado no interior do reator, até submergir a resistência juntamente com o feltro. Depois de injetado argônio no reator, para garantir uma atmosfera inerte, a corrente elétrica é acionada causando o aquecimento da resistência.

A temperatura do processo é mantida constante através do controle da voltagem por um variador de voltagem no conjunto de gerador de corrente. Variando-se a voltagem varia-se a potência dissipada pela resistência, e assim pode-se estabelecer uma correlação entre taxa de ganho de material contra potência, neste caso voltagem.

Nesta etapa de experimentação foram verificados alguns apenas alguns aspectos qualitativos do processo. Foram realizados apenas três experimentos com quatro diferentes voltagens, 7V, 8V e 9V. Uma das amostras foi levada para observação em microscópio eletrônico de varredura.

## Resultados

A taxa de ganho de massa em função da voltagem estabelecida é mostrada na tabela 1.

Tabela 1- taxa de ganho de massa em função da voltagem.

Voltagem	Ganho [g/mim]
7V	0,0015

8V	0,0030
9V	0,0148

Nas figuras a seguir é possível verificar como o processo de densificação por CLVI funciona. A Figura 2 mostra as fibras do feltro de carbono usado, a Figura 3 mostra a frente de densificação dentro da amostra e a Figura 4 a região central da amostra já densificada. Como é possível notar a frente de densificação parte do interior do centro para o exterior, o que garante uma melhor densificação, ao deixar menos poros abertos no interior da matriz cerâmica.



Figura 2 – Região da amostra ainda não densificada, com apenas fibras.

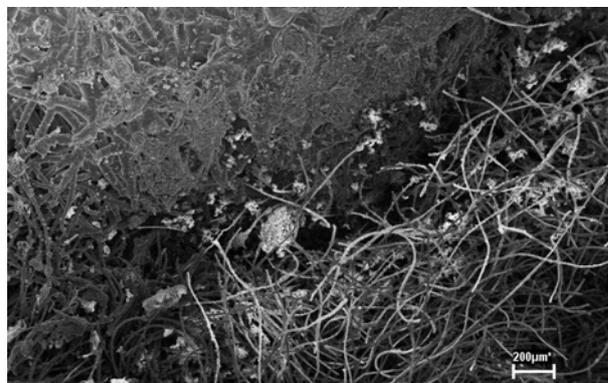


Figura 3 – Frente de densificação.

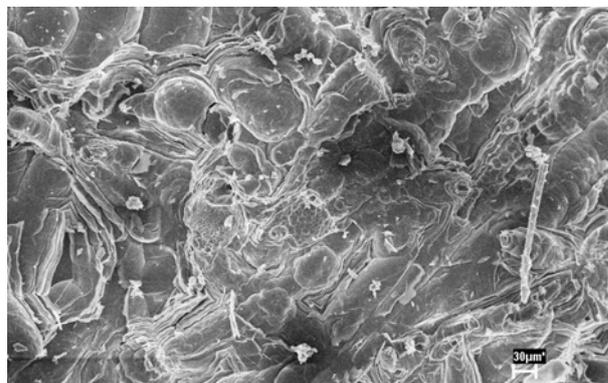


Figura 4 – Centro da peça densificado.

## Discussão

Como é possível observar pode-se verificar uma tendência de aumentar a taxa de ganho de massa com o voltagem, porém esta característica ainda carece de uma comprovação estatística melhor pois foram feitos apenas poucos experimentos em cada voltagem.

Pelas figuras 2, 3 e 4 é possível verificar que a densificação ocorrer de dentro para fora, o que elimina o processo de fechar poros cuja entrada são estreitas, como ocorrer no CVI. A Figura 3 mostra claramente a frente de densificação vinda do canto superior esquerdo para o inferior direito, onde ainda se encontram muitas fibras.

Aliando-se a Tabela 1 de taxa de ganho de massa com as Figuras 2, 3 e 4, pode-se afirmar que o processo CLVI garante uma densificação de qualidade com altas taxas de ganho de massa. Taxas estas muito superiores as observadas em experimentos de CVI.

## Conclusão

Este trabalho, ainda que preliminar e carecendo de um aprofundamento experimental, demonstrou que o processo de CLVI é viável para densificação de peças de compósitos carbono-carbono de qualidade e ainda com taxas de densificação muito superiores as conseguidas por processos de convencionais de CVI.

## Agradecimentos

Agradecimento a FAPESP pelo financiamento do projeto 2006/03512-9 para realização deste trabalho.

## Referências

- FISHER, R. Manufacturing considerations for carbon-carbon. In: **Essentials of Carbon-Carbon Composites**, C. R. Thomas ed. The Royal Society of Chemistry, 1993.
- KLEIN, A.L. Carbon/carbon composites. In: **Advanced materials & processes inc. metal progress**. n.11, p.64-68, 1986.
- BENZINGER, W.; HUTTINGER, K.J. Chemistry and kinetics of chemical vapor deposition of pyrocarbon. In: Mechanical and structural properties of infiltrated carbon fiber felt. *Carbon*. v.37, p.1311-1322, 1999.
- ISMAIL, M.K.I.; MAHOWALD, M. A. Deposition of Pyrolytic Carbon on a Microporous Carbon

Substrate. In: Twentieth Biennial Conference on Carbon, June 23-28, 1991.

5- STINTON, D.P.; BESMANN, T.M.; LOWDEN, R.A.. Advanced ceramics by chemical vapor deposition techniques. In: **American ceramic society bulletin**. v.67, n.2, p.350-355, 1988.

6- HOUDAYER, M.; SPITZ, J.; TRAN-VAN, D. In: Process for the densification of a porous structure. USPatent 4,472,454.

7- BRUNETON, E.; NARCY, B.; OBERLIN, A. Carbon-carbon composites prepared by rapid densification process. In: Synthesis and physico-chemical data. *Carbon*. v.35, n.10-11, p.1593-1598, 1997.

8- BRUNETON, E.; NARCY, B.; OBERLIN, A. Carbon-Carbon composites prepared by a rapid densification process. In: Structural textural characterizations. *Carbon*. v.35, n.10-11, p.1599-1611, 1997.

9- SEVERIN, P.J. Isotope separation by chemical vapour deposition and related processes. In: *Journal of crystal growth*. v.46, p.630-636, 1979.