

# CARACTERIZAÇÃO VISCOELÁSTICA POR MEIO DE ENSAIOS DE FLUÊNCIA DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS DE MATRIZ DE RESINA EPOXÍDICA E FIBRA DE CARBONO

L. C. Farina (1), G. Marinucci (2), O. de Carvalho (1)  
Estr. Iperó-Sorocaba, km 12,5, Iperó-SP, CEP 18560-000,  
luisfarina@usp.br

(1) Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo, (2) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

*Um dos requisitos para utilização de materiais compósitos em aplicações estruturais é a avaliação do comportamento durante a vida em serviço. Devido à sua natureza viscoelástica, característica atribuída à matriz polimérica, e das inúmeras possibilidades de configuração e também para garantir a integridade estrutural do componente, estes materiais necessitam da avaliação do comportamento dependente do tempo. No presente estudo foram realizados ensaios de fluência em corpos-de-prova de compósito de fibra de carbono e matriz de resina epoxídica, nas temperaturas de 25 e 70°C, com ângulo de posicionamento das fibras a 90° em relação à direção do carregamento, segundo orientação da norma ASTM D2990. A caracterização viscoelástica do material foi feita por meio das curvas de fluência empregando-se tensões constantes em períodos de 1000 h. Também foi determinado o comportamento do material por gráficos isócronos.*

*Palavras-chave: Viscoelasticidade, fluência, fibra de carbono, epoxídica.*

## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente muitos materiais de grande importância na engenharia exibem significativo comportamento viscoelástico não linear quando submetidos a carregamento mecânico e a diferentes ambientes físicos sob umidade e temperatura, como exemplo, concreto, materiais biológicos, borrachas e plásticos, com e sem reforço <sup>(1)</sup>.

Os materiais poliméricos e seus compósitos apresentam uma variedade de comportamentos devido à influência das condições de trabalho como carga, temperatura e tempo. Deste modo, várias pesquisas foram realizadas visando a prever o comportamento destes materiais durante sua vida em serviço. As informações de resistência e deformação durante o tempo em serviço ou em longo período são normalmente obtidas de dados de ensaios de curta duração, sob condições de teste aceleradas, tais como altos níveis de temperatura, de tensão ou de umidade, extrapolando estes dados de curta duração para as condições de serviço através do uso de modelos de predição <sup>(2)</sup>.

O comportamento viscoelástico manifesta-se de várias formas, incluindo fluência sob carregamento constante, relaxação de tensão sob deformação constante, recuperação da deformação dependente do tempo após a completa remoção da carga, ruptura por fluência dependente do tempo e dependência da frequência na resistência à fadiga.

Para materiais poliméricos, com a aplicação de um degrau de carregamento, permanecendo constante ao longo do tempo, ocorre uma ação elástica em virtude do carregamento seguido de fluência, onde ocorre um lento e contínuo aumento da deformação a uma taxa de variação da deformação decrescente com o tempo, ou seja, uma desaceleração do aumento da deformação. Quando a tensão é removida ocorre uma rápida recuperação elástica seguida por uma recuperação a uma taxa continuamente decrescente, mas se após um longo período de tempo uma porção mensurável desta deformação não desaparece, com esta porção residual sendo afetada pelo tempo de carregamento, então esta deformação é chamada viscoplástica. Sólidos viscoelásticos podem ou não exibir viscoplasticidade <sup>(1)</sup>.

O conceito de linearidade surge no regime viscoelástico se a tensão for proporcional à deformação a um dado tempo e o princípio da superposição linear, chamado de princípio da superposição de Boltzmann, ocorrer. Este princípio é um dos mais simples, contudo mais poderosos princípios da física de polímeros, onde é definida a flexibilidade a fluência em tração relacionando a tensão com a deformação no tempo em um ensaio de fluência, mas é válido somente para baixos níveis de tensão e deformação <sup>(3)</sup>. Se as deformações tornam-se maiores que um ou dois por cento (ou mesmo menos) na maioria dos materiais viscoelásticos o comportamento exibe não linearidade <sup>(4)</sup>.

Polímeros em geral são considerados como materiais que não se encontram em um estado de equilíbrio termodinâmico em temperaturas abaixo da temperatura de transição vítrea, a qual pode ocasionar alterações em suas propriedades, especialmente quando mantidos a temperaturas próximas da  $T_g$ . Este processo produz um envelhecimento térmico no material, o qual representa uma mudança nas propriedades do polímero causada por uma solitação térmica. Contudo este envelhecimento não representa necessariamente uma degradação nas propriedades mecânicas do material <sup>(5)</sup>.

Notadamente considerando-se a grande variedade de fatores que influenciam as propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos, como por exemplo, os tipos de materiais constituintes, os processos de fabricação, as variáveis dos processos de cura e os arranjos geométricos, obtêm-se materiais com características próprias, existe a necessidade do conhecimento de suas propriedades para a utilização na fabricação de componentes estruturais. Embora os avanços ocorridos nos últimos anos com o desenvolvimento de diversos modelos para a caracterização viscoelástica, os ensaios continuam sendo uma importante fonte de conhecimento.

Deste modo o presente trabalho apresenta uma caracterização viscoelástica de um compósito de matriz de resina epoxídica com reforço unidirecional de fibra de carbono a 90° em relação à direção longitudinal do carregamento em temperaturas constantes de 25 e 70°C, realizada por meio de ensaios de fluência sob carregamento constante em tração.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Materiais

Este estudo utilizou um compósito unidirecional de matriz polimérica reforçado com fibra e fabricado pelo processo de enrolamento filamental (*filament winding*) pelo método circunferencial <sup>(6)</sup>, realizado sobre um mandril em forma de placa plana retangular com duas faces úteis, obtendo-se corpos-de-prova unidirecionais. A cura do compósito foi realizada em estufa à pressão atmosférica e temperatura de até 150°C com resfriamento lento ao ar na própria estufa.

O material utilizado para a fabricação do compósito foi fibra de carbono HT (High Tensile) de alta resistência mecânica, com 6000 filamentos e matriz de resina epoxídica do tipo éter diglicidílico de bisfenol A – DGEBA

(GY260/HY2918/DY062).

Após o resfriamento as placas foram desmoldadas e cortadas utilizando disco de corte diamantado. As direções de corte, de acordo com a proposta do trabalho, foram de 0° e 90° em relação ao eixo longitudinal da aplicação da força.

Utilizados corpos-de-prova retangulares com a geometria e dimensões obtidas seguindo-se as recomendações da norma ASTM D3039/3039M – 95a “Standard Test Methods for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials”, item 8 <sup>(7)</sup>, para corpos-de-prova a 0° e 90°, os quais dispunham de *tabs* de papelão de espessura 1,3 mm e largura suficiente para cobrir o material base, evitando-se danos que poderiam ser causados pelas garras de fixação.

## 2.2. Ensaio de tração

Os ensaios de tração nos corpos-de-prova unidirecionais foram realizados com a finalidade de obter as propriedades mecânicas do material, utilizando-se de uma máquina universal de ensaios. Os parâmetros do ensaio foram baseados na norma ASTM D3039/3039M – 95<sup>a</sup>, e realizados com velocidade de deslocamento constante (*Constant Head-Speed Test*) de 2 mm/min.

Foram caracterizados corpos-de-prova com ângulos de 0° e 90°, nas temperaturas constantes de 25 e 70°C durante os ensaios. Para o ângulo de 0° o ensaio representou a formação de um banco de dados para comparação entre as placas fabricadas e para futuros trabalhos, assegurando a qualidade da fabricação das placas. Para o ângulo de 90°, além dos objetivos anteriores, os dados obtidos serviram como parâmetros para a realização dos ensaios de fluência, de modo que os valores da tensão estática de ruptura ( $\sigma_{rupt}$ ) obtidos dos ensaios de tração foram considerados como valores de referência.

Foram calculados também os valores dos módulos de elasticidade por meio das curvas de tensão-deformação, obtidas dos ensaios estáticos de tração, pelo método da corda.

## 2.3. Ensaio de fluência

O comportamento viscoelástico do compósito orientado a 90° nas temperaturas de 25 e 70°C foi caracterizado por ensaios de fluência seguindo as orientações da norma ASTM D2990 “Standard Test Methods for Tensile, Compressive, and Flexural Creep and Creep-Rupture of Plastics” <sup>(8)</sup>, que consiste

em realizar medições da deformação em função do tempo em corpos-de-prova sujeitos a carregamento e temperatura, ambos constantes.

Nos ensaios de fluência em tração a carga (tensão) a ser aplicada no corpo-de-prova a 90° foi determinada com base numa fração da carga máxima suportada pelo material obtida dos ensaios de tração de curta duração (estáticos) conforme a temperatura do ensaio.

Os ensaios foram realizados por 1000 horas, em um corpo-de-prova diferente para cada tensão e temperatura selecionada, de modo que não ocorresse a ruptura do corpo-de-prova antes deste tempo de ensaio. Foram selecionados os carregamentos nas frações de 25, 30, 35 e 40% da  $\sigma_{rupt}$  para a temperatura de 70°C e as frações de 30, 40 e 50% da  $\sigma_{rupt}$  para 25°C. Os resultados foram plotados em gráficos de deformação versus tempo.

O corpo-de-prova foi aquecido ao ar até a temperatura de ensaio e mantido sem aplicação de carga no mínimo 1 hora <sup>(9)</sup>. A carga foi aplicada por meio de um eixo roscado e depois de transcorrido o tempo estipulado do ensaio, 1000 h para cada corpo-de-prova, a carga foi retirada pelo mesmo método e o corpo-de-prova mantido dentro da estufa por certo tempo com a finalidade de verificar o comportamento na recuperação.

Foi realizada a monitoração da deformação de um corpo-de-prova, denominado *dummy*, nas mesmas condições do ensaio, contudo sem a aplicação de carregamento, com a finalidade de se averiguar a ocorrência de envelhecimento térmico no material durante o decurso dos ensaios de fluência na temperatura constante de 70°C.

#### 2.4. Equipamento de ensaio de fluência

O equipamento consiste de um braço oscilante com uma articulação próxima ao centro de massa, no qual em um lado é fixado o corpo-de-prova e no outro colocado a massa de peso morto, com valor especificado para a obtenção da carga desejada, tendo uma diferença entre as dimensões de cada lado da articulação com o intuito de multiplicar o valor do peso morto em 8:1.

Foram considerados no projeto, de acordo com a norma ASTM D2990, o alinhamento do corpo de prova para se evitar tensões de flexão, a manutenção da carga constante durante o ensaio e a aplicação rápida e suave da carga de teste dentro do tempo requerido por norma, de 1 a 5 segundos.

Acoplado ao equipamento, foi montada uma estufa com aquecimento por resistência elétrica, com o controle da temperatura realizado por um controlador digital microprocessado e a leitura por uma termoresistência tipo PT100 posicionada próxima ao extensômetro. Com esta instalação a variação da temperatura durante os ensaios permaneceu menor que 1°C.

## 2.5. Aquisição de dados

A aquisição dos dados de deformação dos corpos-de-prova nos ensaios de fluência e estáticos de tração foi realizada por extensômetros elétricos (*strain gages*) colados diretamente sobre a superfície do corpo-de-prova <sup>(10, 11)</sup>, com a captação do sinal analógico por um equipamento de aquisição de dados, o qual realiza a conversão para um sinal digital e gravação dos dados em um computador pessoal por software dedicado.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 3.1. Ensaio de tração

De acordo com os resultados dos ensaios de tração para corpos-de-prova nas direções de 0° e 90° nas temperaturas de 25 e 70°C, mostrados na TAB. 1, quando o comportamento do material é dominado pela fibra, como nos corpos-de-prova a 0°, onde a direção do carregamento é paralela à direção da fibra, não ocorreu uma alteração considerável de valores das tensões de ruptura, módulo de elasticidade e deformação na ruptura com a mudança na temperatura dos ensaios.

TABELA 1 – Valores médios obtidos dos ensaios de tração de corpos-de-prova nas direções de 0° e 90°, nas temperaturas de 25 e 70°C.

Ângulo de orientação da fibra e temperatura	Espessura do corpo-de-prova (mm)	Tensão na ruptura (MPa)	Deformação na ruptura (%)	Módulo de elasticidade (GPa)
Âng. 0° - 25°C	1	2339,0	1,447	153,12
Âng. 0° - 70°C	1	2309,0	1,490	150,68
Variação (Referência 25°C)		-1,28%	2,97%	-1,59%
Âng. 90° - 25°C	2	62,5	0,562	10,04
Âng. 90° - 70°C	2	54,0	0,553	9,58
Variação (Referência 25°C)		-13,6%	-1,60%	-4,58%

Contudo quando o comportamento do material é dominado pela matriz polimérica, como ocorre com os ensaios na direção de 90°, ocorreu uma diminuição nos valores das propriedades na temperatura de 70°C em relação ao ensaio a 25°C, sendo mais significativos para a tensão de ruptura e módulo de elasticidade.

Os valores das tensões de ruptura ( $\sigma_{rupt}$ ) na direção de 90° nas temperaturas de 25 e 70°C foram usados como referência para a execução dos ensaios de fluência em tração.

### 3.2. Fluência

Os ensaios de fluência para o compósito orientado à 90°, na temperatura de 70°C, foram realizados nas tensões de 13,52, 16,20, 18,92, 21,58 MPa, que correspondem respectivamente a 25, 30, 35, 40 e 50% da  $\sigma_{rupt}$ . Para a temperatura de 25°C foram utilizadas as tensões de 18,75, 25,00 e 31,23 MPa, que correspondem respectivamente a 30, 40 e 50% da  $\sigma_{rupt}$ . As FIG. 1 e FIG. 3 mostram os resultados dos ensaios respectivamente para as temperaturas de 25 e 70°C obtidos diretamente da leitura dos extensômetros, com o descarregamento após 1000 h de ensaio para cada corpo-de-prova.

Analisando-se as curvas a 70°C (FIG. 1), tem-se que estas não apresentaram um comportamento típico de fluência para materiais poliméricos, com o crescimento da deformação a taxas de variação continuamente decrescente. Observa-se que ocorreu uma diminuição da deformação na fase inicial sob carregamento para os quatro níveis de tensão aplicados. Este comportamento pode estar relacionado ao envelhecimento térmico que ocorre com a matriz, a qual foi verificado por ensaios com corpos-de-prova *dummy*, onde foi medida a deformação nas mesmas condições do ensaio de fluência, contudo sem a aplicação de carregamento.

Deste modo, foram realizados dois ensaios com corpos-de-prova diferentes e o valor médio dos resultados está representado na FIG. 1 pela curva abaixo da marcação zero no eixo da ordenada. Observa-se inicialmente uma contração do material até a estabilização em aproximadamente 300 horas. Esta deformação foi subtraída das deformações oriundas do ensaio de fluência (curvas acima da marcação zero na ordenada da FIG 1) com os resultados mostrados na

FIG. 2. Deste modo, as curvas a 70°C tiveram sua inclinação invertida, apresentando um comportamento típico da fluência em materiais poliméricos. Para o ensaio a 25°C não se verificou a ocorrência do envelhecimento térmico.

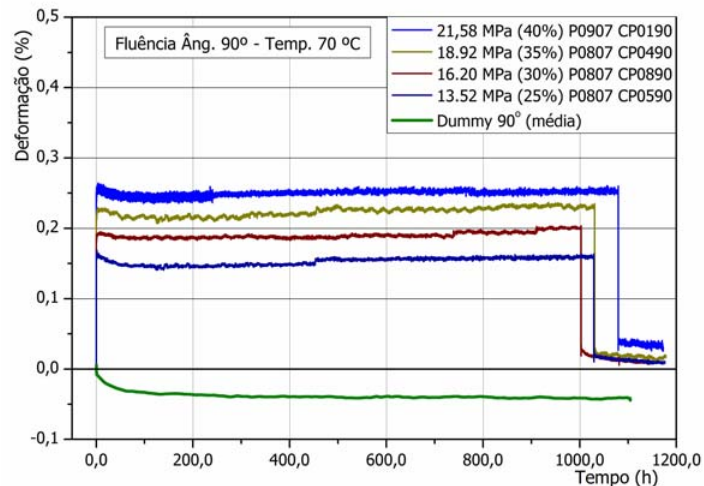


FIGURA 1 – Ensaio de fluência a 90° e deformações médias dos corpos-de-prova *dummy* na temperatura de 70°C.

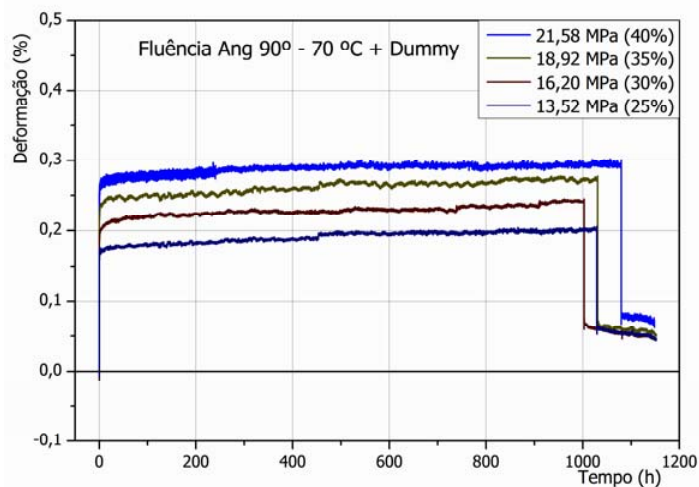


FIGURA 2 – Ensaio de fluência a 90° com curvas modificadas pelos valores do *dummy* na temperatura de 70°C.

Os valores da recuperação elástica instantânea ocorrida com a retirada do carregamento foram compatíveis com os valores obtidos no momento do carregamento, demonstrando uma completa recuperação elástica. Após a recuperação elástica instantânea, foi verificada uma deformação residual com uma recuperação viscoelástica retardada apenas para os ensaios a 70°C. No



entanto, o valor não pode ser conclusivo em virtude do pouco tempo de ensaio sob monitoramento, deste modo, sendo impossível determinar a ocorrência da deformação viscoplástica residual.

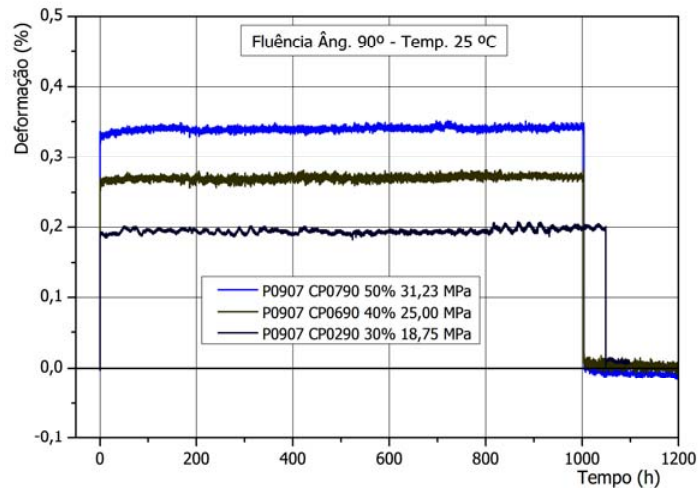


FIGURA 3 – Ensaio de fluência a 90° e temperatura de 25°C.

Na FIG. 4 foram mostradas as curvas isócronas para as temperaturas de 25°C e com os valores modificados pelos ensaios com *dummy* para 70°C, onde são representadas as curvas de tensão-deformação para tempos iguais.

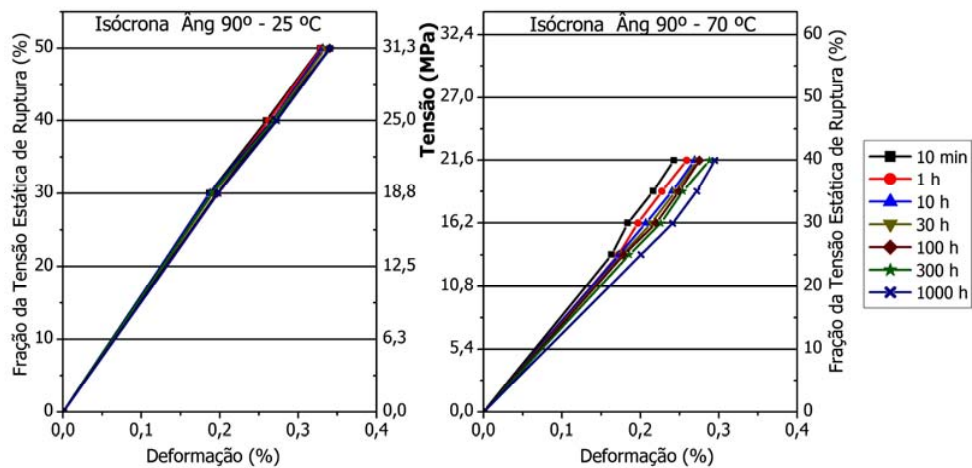


FIGURA 4 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência modificadas com valores do *dummy* para corpos-de-prova a 90° nas temperaturas de 25 e 70°C.

Há evidência que até as tensões ensaiadas o material apresenta comportamento linear <sup>(12)</sup>. Contudo a 70°C há uma maior deformação para os mesmos níveis de tensões aplicadas quando comparado a 25°C, assim como maiores valores de deformação dependente do tempo, verificado pelo afastamento entre as curvas.

#### 4. CONCLUSÕES

No presente estudo foi verificado o comportamento dependente do tempo de um material compósito de matriz polimérica por ensaios de fluência de longa duração nas temperaturas de 25 e 70°C.

Na comparação entre os resultados em relação ao aumento da temperatura verificou-se uma alteração das propriedades do material ao longo do tempo apresentando uma maior deformação viscoelástica durante o período sob carregamento e a presença de uma deformação não recuperada após a recuperação elástica instantânea pelo descarregamento.

Pela análise das curvas isócronas o material apresentou um comportamento linear, possibilitando o uso de modelos de predição lineares dentro das faixas de tensão e temperatura ensaiados. Além disto, o material apresentou maiores níveis de deformação na temperatura acima da ambiente.

Foi observado também o processo de envelhecimento térmico na temperatura de 70°C por meio de ensaios com corpos-de-prova *dummy*, provocando alteração no formato das curvas de fluência.

Embora este estudo não se apresente como uma proposta de completar todas as características do comportamento do material sob fluência, evidencia a necessidade de considerar as propriedades viscoelásticas no projeto e uso de compósitos poliméricos com relação ao comportamento mecânico dependente do tempo e da temperatura.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP pelo apoio concedido, de acordo com o processo 07/50969-7.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) SCHAPERLY, R.A. Nonlinear viscoelastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, v. 37, p. 359-366, 2000.
- (2) RAGHAVAN, J.; MESHII, M. Creep of polymer composites, *Composites Science and Technology*, v. 57, p. 1673-1688, 1997.
- (3) SHAW, M.T.; MACKNIGHT, W.J. *Introduction to polymer viscoelasticity*, 3rd Ed. John Wiley & Sons, Inc, 2005.
- (4) FINDLEY, W.N.; LAI, J.S.; ONARAN, K. *Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials, with an introduction to linear viscoelasticity*. 2.ed. North-Holland Publishing Company, 1976.
- (5) LÉVÊQUE, D.; SCHIEFFER, A.; MAVEL, A.; MAIRE, J-F. Analysis of how thermal aging affects the long-term mechanical behavior and strength of polymer-matrix composites, *Composites Science and Technology*, v. 65, p. 395-401, 2005.
- (6) LUBIN, G. Edited by, *Handbook of composites*, Sponsored by the Society of Plastics Engineers, 1982.
- (7) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard test methods for tensile properties of polymer matrix composite materials*, (ASTM D3039/3039M – 95a), 1995.
- (8) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard test methods for tensile, compressive, and flexural creep and creep-rupture of plastics*, (ASTM D2990 – 95), 1995.
- (9) MASUKO, Y.; KAWAI, M. Application of a phenomenological viscoplasticity model to the stress relaxation behavior of unidirectional and angle-ply CFRP laminates at high temperature, *Composites: Part A*, v 35, p 817–826, 2004.
- (10) PERRY, C.C. Strain-gage reinforcement effects on orthotropic materials, *Manual on experimental methods for mechanical testing of composites* by Jenkins C.H., editor – 2<sup>nd</sup> ed., Society for Experimental Mechanics, p. 49-54, 1998.
- (11) PERRY, C.C. Strain-gage reinforcement effects on low-modulus materials, *Manual on experimental methods for mechanical testing of composites* by Jenkins C.H., editor – 2<sup>nd</sup> ed., Society for Experimental Mechanics, p. 55-58, 1998.

- (12) LAKES, R. S. Viscoelastic measurement techniques, Review of scientific instruments, v. 75, nº 4, 2004;

Viscoelastic characterization of polymer matrix composite of epoxy resin and carbon fiber through creep test.

*Abstract: For using composite materials in structural applications one of the main requirements is the evaluation of their behavior during service life. Due to the viscoelastic nature of the material, characteristic attributed to the polymeric matrix, and the countless possibilities of configuration, these materials need the time dependent evaluation in order to guarantee the structural integrity of the component. In the present study, creep tests were performed in carbon fiber/epoxy composite specimens in temperatures of 25 and 70°C, with fiber orientation perpendicular to the load direction, i.e., 90°. The test procedure was in accordance ASTM D2990. The viscoelastic characterization was made through the creep curves, being used in the tests constant tension for periods of 1000 hours. It was also obtained the behavior of material through isochronous curves.*

*Keywords: viscoelasticity, creep, carbon fiber, epoxy*