

## ESTUDO DA VISCOELASTICIDADE EM COMPÓSITOS CARBONO/EPÓXI POR ENSAIOS DE FLUÊNCIA

G. Marinucci (1), L. C. Farina (2), O. de Carvalho (2)  
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242, 05508-900, São Paulo, Brazil, marinuci@ipen.br  
(1) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, (2) Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo.

### RESUMO

*A garantia da integridade de elementos estruturais fabricados em materiais compósitos poliméricos demanda um estudo do comportamento dependente do tempo durante a sua vida em serviço, por causa da sua resposta viscoelástica e das inúmeras possibilidades de configurações de fabricação. No presente estudo, foram realizados ensaios de fluência em tração em compósitos unidirecionais fabricados com resina epoxídica e fibra de carbono de alta resistência, com o ângulo das fibras posicionadas a 60° em relação à direção do carregamento, nas temperaturas de 25 e 70 °C. Para a fabricação dos corpos-de-prova em compósito foi utilizado o processo de enrolamento filamentar (filament winding). Pelos ensaios foi constatada uma modificação no comportamento do material com relação à resistência, rigidez e deformação, demonstrando que estas propriedades foram afetadas pelo tempo e nível de tensão, especialmente em temperatura de trabalho acima da ambiente.*

Palavras-chave: compósitos, viscoelasticidade, fluência, fibra de carbono, resina epoxídica.

### INTRODUÇÃO

Compósitos poliméricos de alto desempenho exibem uma degradação dependente do tempo em flexibilidade (fluência) e resistência (ruptura por fluência) <sup>(1)</sup>, sendo suas propriedades altamente dependentes das propriedades da matriz polimérica <sup>(2)</sup>, como consequência da viscoelasticidade da mesma, do tipo da fibra e das condições ambientais, tais como temperatura e umidade.

Considerando uma lâmina reforçada unidirecionalmente como o elemento básico de um material compósito, para a completa caracterização viscoelástica desta lâmina é necessário não só a obtenção dos resultados de ensaios dependentes do tempo em tração na direção transversal à fibra (90°), como também a realização destes ensaios em direções fora do alinhamento da fibra (*off-axis*). Tendo em vista que o comportamento na direção da fibra (0°) pode ser assumido como puramente elástico ou elastoplástico, tem-se que o comportamento de uma

lâmina unidirecional poderá variar do elástico para o viscoelástico, conforme a orientação da fibra <sup>(3)</sup>.

#### Modelo de comportamento em fluência

A equação constitutiva de integral simples desenvolvida por Schapery <sup>(4)</sup> a partir da teoria termodinâmica é um dos modelos mais largamente aplicados em estudos do comportamento a fluência em compósitos poliméricos e utilizada para a descrição do comportamento linear e não linear sob carregamento uniaxial constante e uma condição isotérmica, pode ser resumida para obter o comportamento da deformação por fluência, assumindo uma série de condições<sup>(5,6)</sup>, mostrada na EQ. A:

$$\varepsilon_c = \left[ g_0 D_0 + C \frac{g_1 g_2}{a_\sigma^n} t^n \right] \sigma_0, \quad \text{para } 0 < t < t_a \quad (\text{A})$$

Para baixos níveis de tensão os materiais compósitos podem exibir uma resposta linear, situação em que as funções  $g_0$ ,  $g_1$ ,  $g_2$  e  $a_\sigma$  são assumidas iguais a unidade, assim tem-se que a EQ. (A) pode ser reduzida para:

$$\varepsilon_c = \left[ D_0 + C t^n \right] \sigma_0 \quad (\text{B})$$

Grégory et. al.<sup>(7)</sup> utilizou a EQ. (A), reescrevendo-a para o regime não linear da seguinte forma:

$$\varepsilon_c = \left[ D'_0 + C' t^n \right] \sigma_0, \quad \text{sendo: } D'_0 = g_0 D_0 \quad \text{e} \quad C' = \frac{g_1 g_2}{a_\sigma^n} C \quad (\text{C})$$

Estes autores utilizaram as EQ. (B) e (C), na forma de uma equação de potência,  $y = a + bx^c$ , para descrever o comportamento de um material compósito no regime linear e não linear, respectivamente. Para a obtenção dos termos destas equações foram realizados ensaios de fluência a vários níveis de tensão, ajustando curvas teóricas baseadas nestas equações às curvas experimentais.

Efetuada a comparação destes resultados com os dados experimentais, os autores concluíram que para o regime linear os termos  $C$  e  $n$  apresentaram valores muito próximos, viabilizando sua utilização como constantes, assim como especifica o modelo de Schapery. Para o regime não linear, entretanto, encontraram os termos  $C'$  e  $n$  como dependentes da tensão, com o primeiro crescendo exponencialmente e o segundo decrescendo linearmente com o aumento da tensão aplicada. Deste modo, propuseram reescrever a EQ. (C) na forma:

$$\varepsilon_c = \left[ D'_0 + C(\sigma_0) t^{n(\sigma_0)} \right] \sigma_0 \quad (D)$$

As curvas provenientes destas equações foram ajustadas às curvas de flexibilidade à fluência obtendo-se os termos  $a$ ,  $b$  e  $c$  para cada nível de tensão aplicada, ou seja,  $D_0$ ,  $C$  e  $n$  para a EQ. (B) e  $D'_0$ ,  $C(\sigma_0)$  e  $n(\sigma_0)$  para a EQ. (D) e verificada a tendência de variação destes em função da tensão aplicada.

Para facilitar a interpretação e apresentação dos resultados, foi feita uma manipulação nas EQ. (B) e (D), transferindo-se o termo da tensão aplicada ( $\sigma_0$ ) para o lado esquerdo da fórmula nas duas equações e assumindo-se  $\varepsilon_c/\sigma_0 = D(t)$  durante o período sob fluência. Assim, a EQ. (B), para o regime linear, e a EQ. (D), para o regime não linear, tornaram-se respectivamente:

$$D(t) = D_0 + Ct^n \quad (E)$$

$$D(t) = D'_0 + C(\sigma_0) t^{n(\sigma_0)} \quad (F)$$

## MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo utilizou corpos-de-prova em material compósito de matriz polimérica de resina epoxídica líquida do tipo éter diglicidílico de bisfenol (GY260/HY917/DY062) <sup>(8)</sup>, reforçados com fibra de carbono HT do tipo T300 de alta resistência mecânica com 6000 filamentos.

Para a fabricação dos corpos-de-prova foi utilizado o processo de enrolamento filamentar (*filament winding*) com um mandril bi-plano de faces paralelas, obtendo-se placas retangulares. A cura foi feita em estufa à pressão atmosférica e temperatura de até 150 °C com resfriamento lento ao ar na própria estufa. Após o resfriamento, as placas foram desmoldadas e cortadas com disco de corte diamantado, com a direção de corte de 60° em relação ao eixo longitudinal da aplicação da força.

A geometria e dimensões dos corpos-de-prova foram baseadas nas recomendações da norma ASTM D3039/3039M – 95<sup>a</sup>. A caracterização das placas de compósito foi realizada por termogravimetria (TGA) para a obtenção das frações volumétricas da fibra (67,8%), matriz (30,2%) e vazios (2,1%), o método do deslocamento de água para a determinação da densidade (1,57 g.cm<sup>-3</sup>) e ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC) obtendo-se a temperatura de transição vítrea (123,5 °C). Realizados ensaios de tração de curta duração (estáticos) nas

temperaturas de 25 e 70 °C e os valores obtidos foram, respectivamente, para a tensão de ruptura de 80,5 MPa e 69 MPa, para a deformação na ruptura de 0,74% e 1,09% , e o módulo de 11,52 GPa e 10,49 GPa <sup>(9)</sup>.

O comportamento viscoelástico do compósito unidirecional a 60° foi caracterizado por ensaios de fluência em tração, seguindo orientações da norma ASTM D2990-95, que consistiu em realizar medições da deformação em função do tempo em corpos-de-prova sujeitos a carregamento e temperatura constantes. Para os ensaios foi utilizado um equipamento de peso morto, com a carga aplicada em tração determinada pela fração da tensão estática de ruptura do material ( $\sigma_{rupt}$ ), com corpos-de-prova diferentes para cada ensaio. As medições das deformações foram monitoradas por extensômetros elétricos. O corpo-de-prova foi aquecido ao ar até a temperatura de ensaio e mantido sem aplicação de carga por no mínimo 1 hora <sup>(9)</sup>.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

A determinação da tensão limite em que o comportamento linear ocorre foi obtido pela representação gráfica chamada de curvas isócronas. Estas curvas foram plotadas a partir dos valores da deformação em tempos iguais a vários níveis de tensão dos ensaios de fluência. Assim, pela interpretação do gráfico na Fig. 1, o comportamento pode ser assumido linear no trecho reto em que existe proporcionalidade entre tensão e deformação, enquanto que para a não linearidade este comportamento não ocorre.

Deste modo, pode ser verificado pela curva de aproximação linear, correspondente a 1 h, que na temperatura de 25 °C a transição ocorreu para valores de tensão acima de 32,2 MPa, 40% da  $\sigma_{rupt}$ . Na temperatura de 70 °C a transição ocorreu a aproximadamente a 24,15 MPa, 35% da  $\sigma_{rupt}$ .

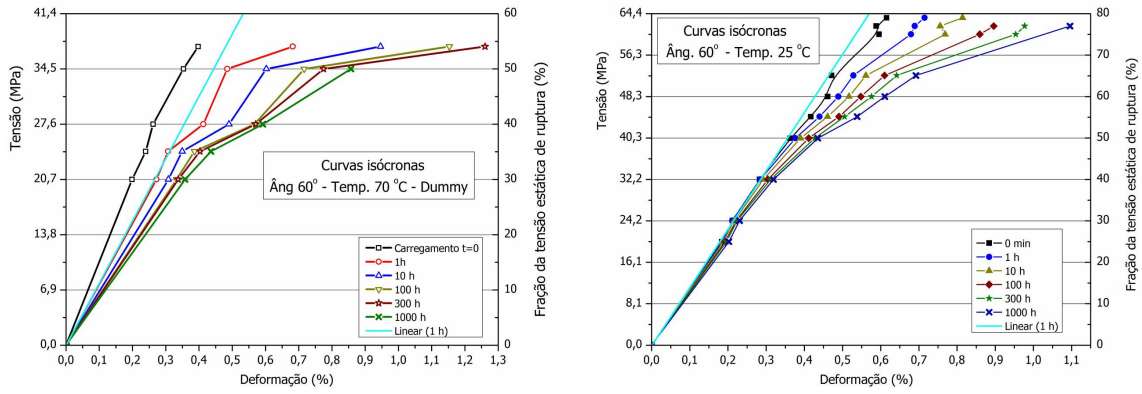


FIG. 1 – Curvas isócronas dos ensaios de fluência a temperaturas de 25 e 70 °C.

A determinação da flexibilidade à fluência transitória em tração foi calculada pela relação entre a deformação ao longo do tempo e a tensão aplicada. Os gráficos, mostrados na FIG. 2, apresentam as mesmas escalas nos eixos das ordenadas, para a melhor comparação dos valores entre as temperaturas. Verificou-se uma tendência de crescimento da flexibilidade a fluência no decorrer do tempo para todas as condições de ensaio, ocorrendo variações mais acentuadas para os ensaios a temperatura de 70 °C, demonstrando uma dependência desta propriedade com a temperatura.

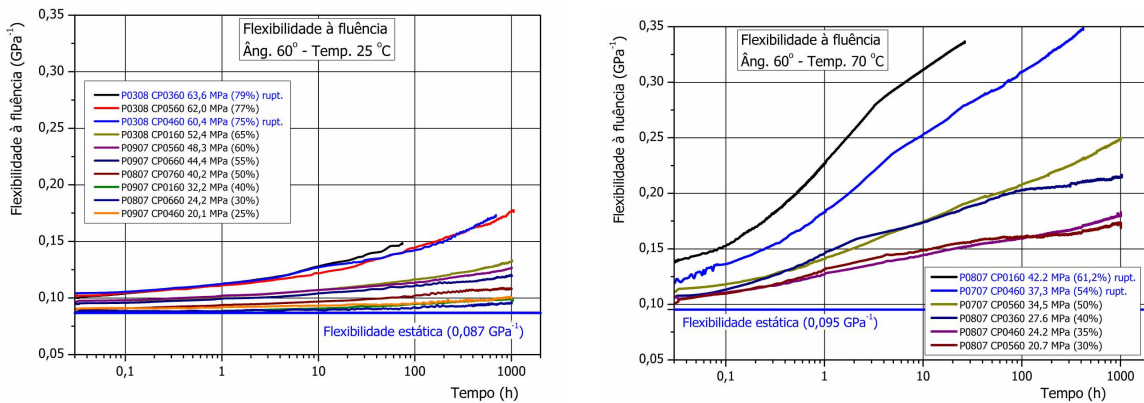


FIG. 2 – Flexibilidade à fluência para os CP a temperaturas de 25 e 70 °C.

Com relação à tensão aplicada obteve-se uma relação direta entre elas, com o aumento da flexibilidade à fluência ao longo do tempo com maiores valores de tensão. Isto foi verificado notadamente para a maioria das curvas, com as poucas exceções ocorrendo no regime linear em razão da proximidade e agrupamento entre as curvas, que poderiam ser coincidentes caso não houvesse a ocorrência de trincas

no material estudado. Este comportamento pôde ser verificado nas curvas para o compósito a 70 °C de 30 e 35% da  $\sigma_{rupt}$  e a 25 °C de 20 a 40% da  $\sigma_{rupt}$ .

Para a verificação do modelo de predição de comportamento à fluência proposto por Grégory et al. foram comparadas as curvas ajustadas por este método com as respectivas curvas práticas de flexibilidade. Pode-se verificar que houve uma boa concordância entre cada par de curvas, ajustadas e práticas, a cada tensão aplicada. Na FIG. 3 são mostradas as curvas obtidas dos valores dos termos lineares  $C$  e  $n$  e não lineares  $C(\sigma_0)$  e  $n(\sigma_0)$  provenientes das curvas ajustadas pelo méto proposto. Para permitir uma melhor comparação entre elas foram utilizadas as mesmas escalas para as ordenadas.

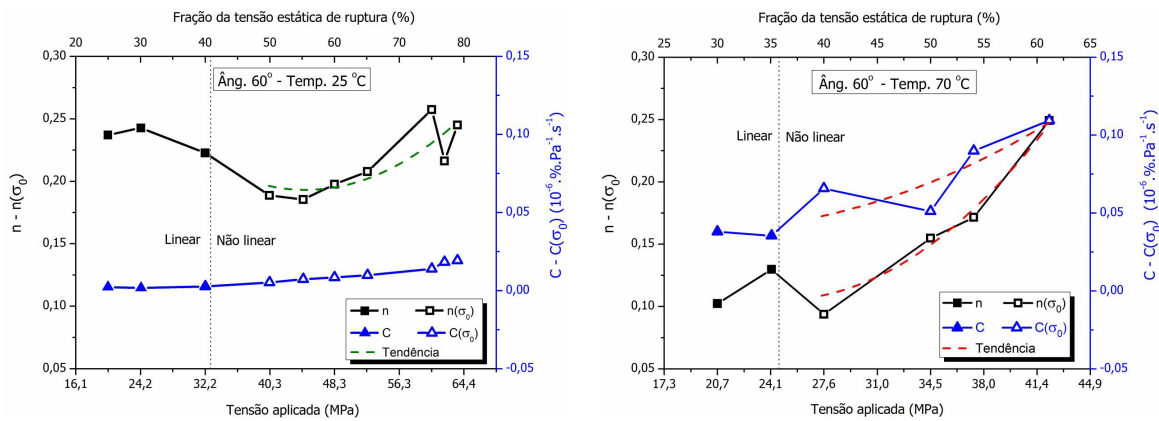


FIG. 3 – Comportamento das constantes lineares  $C$  e  $n$  e dos termos não lineares  $C(\sigma_0)$  e  $n(\sigma_0)$  para os CP a 25 e 70 °C.

Para o compósito a 25 °C, os valores de  $C$  e  $n$  demonstraram uma tendência aproximadamente constante. Esta tendência constante dos valores era esperada para o regime linear, no qual teoricamente as curvas de flexibilidade à fluência deveriam ser coincidentes. Deste modo, pode ser considerada como correta a denominação de  $C$  e  $n$  como constantes lineares.

Verificou-se nos ensaios a 25 °C que na transição do regime linear para o não linear ocorreu, como proposto por Grégory et al., uma diminuição do valor de  $n(\sigma_0)$  comparado com o valor de  $n$ . Porém com aumento da tensão aplicada, ocorre a inversão desta tendência de variação, com o crescimento de  $n(\sigma_0)$ . Na temperatura de 70 °C, com o aumento da tensão aplicada, ocorreu um crescimento contínuo dos valores de  $n(\sigma_0)$ . Os valores do termo não linear  $C(\sigma_0)$  nas duas temperaturas

apresentaram, como descrito por Grégory et al., um crescimento contínuo com o aumento da tensão aplicada, a qual representa um crescente deslocamento vertical entre as curvas de flexibilidade à fluência.

## **CONCLUSÕES**

Com as curvas isócronas, pôde-se constatar que o aumento da temperatura influenciou no comportamento dos compósitos estudados reduzindo os valores das tensões da transição do comportamento linear para não linear. A análise da flexibilidade à fluência mostrou mais uma vez o comportamento dependente do tempo do compósito estudado, sua dependência com o aumento da temperatura, na qual pode ser observada também a tendência do agrupamento entre as curvas no regime linear.

A verificação do comportamento dependente do tempo foi realizada pela adequação do método proposto por Grégory baseado na equação de integral simples de Schapery. As equações propostas demonstraram ser capazes de representar o comportamento da flexibilidade à fluência, entretanto deve ser levada em consideração a determinação dos termos destas equações, além da variação destes com a tensão aplicada e o tempo decorrido de ensaio.

## **AGRADECIMENTOS**

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

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. RAGHAVAN, J.; MESHII, M. Creep rupture of polymer composites, *Composites Science and Technology*, v. 57, p. 375-388, 1997;
2. SULLIVAN, J.L. Creep testing of composites, *Manual on experimental methods for mechanical testing of composites by Jenkins C.H.*, editor – 2<sup>nd</sup> ed., Society for Experimental Mechanics, p. 111-120, 1998;
3. CARDON, A.H.; QIN, Y; VAN VOSSOLE, CHR.; BOUQUET, P. Prediction of the residual structural integrity of a polymer matrix composite construction element, *Mechanics of Time-Dependent Materials*, v. 4, p. 155-167, 2000;
4. SCHAPERLY, R.A. Nonlinear viscoelastic solids, *International Journal of Solids and Structures*, v. 37, p. 359-366, 2000;

5. LOU, Y.C., SCHAPERY, R.A. Viscoelastic characterization of a nonlinear fiber-reinforced plastic, *J. Composite Materials*, v. 5, p. 208-234, 1971;
6. PAPANICOLAOU, G.C.; ZAOUTSOS, S.P.; KONTOU, E.A. Fiber orientation dependence of continuous carbon/epoxy composites nonlinear viscoelastic behavior, *Composites Science and Technology*, v. 64, p. 2535-2545, 2004;
7. GRÉGORY, A.; VOGEL, D.; BÉGUÉLIN, P.H., GENSLER, R.; KAUSCH, H.H.; JAEGER, M.; VAN BUREN, A. A viscoelastic analysis of the creep behaviour of chopped strand mat e-glass fibre reinforced vinylester resin, *Mechanics of Time-Dependent Materials*, v. 3, p. 71-84, 1999;
8. NISHITSUJI, D.A. Desenvolvimento de matrizes epoxídicas e estudo dos parâmetros de cura por feixe de elétrons para fabricação de compósitos poliméricos, *Dissertação de Mestrado– Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP, São Paulo, 2008;*.
9. FARINA, L.C., Caracterização viscoelástica por meio de ensaios de fluência e ruptura por fluência de compósitos poliméricos de matriz de resina epoxídica e fibra de carbono, *Dissertação de Mestrado– Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP, São Paulo, 2009.*

## **VISCOELASTIC STUDY OF CARBON FIBER-EPOXY COMPOSITES BY CREEP TESTS**

### **ABSTRACT**

*The structural integrity of polymeric composite structures requires a study of time-dependent behavior during their service life due to their viscoelastic response and countless possibilities of design configurations. In this present study, creep tests in stress were performed in specimens of unidirectional carbon fiber-reinforced epoxy composites with fibers orientations of 60° at temperatures of 25 and 70 ° C. Filament winding process was used to manufacture the specimens of composite. For the test, a modification was verified in the behavior of the material, regarding the resistance, stiffness and deformation, demonstrating that these properties were affected for the time and tension level, especially above the room temperature.*

Key-words: composites, viscoelastic, creep, carbon fiber, epoxy.