

## **Desenvolvimento de um equipamento para ensaios de fragmentação de monofilamento e seu uso na avaliação da adesão entre fibra de carbono e matriz epóxi**

E. Sato Jr<sup>(1)</sup>., V. A. Mancini<sup>(2)</sup>, G. Marinucci<sup>(2)</sup>, C. Riul<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup>Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo - CTMSP, Brasil

<sup>(2)</sup>Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN, Brasil

### **Resumo**

*As propriedades mecânicas de materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras são altamente dependentes de uma adequada adesão entre seus constituintes, o que é fundamental na transmissão de esforços – devido ao carregamento da estrutura – da matriz (resina) ao reforço (fibras). A caracterização das propriedades de adesão fibra-matriz pode ser realizada por meio de ensaio de fragmentação. Para este método, é fabricado um corpo de prova em resina (tipo gravata), com um único filamento embutido na direção longitudinal. Este corpo de prova é tracionado, em intervalos regulares, até que o filamento pare de se fragmentar e, a partir daí, é possível determinar a tensão de cisalhamento entre fibra e matriz. Devido à alta complexidade para execução deste ensaio, outros métodos são usados para inferir a qualidade da adesão fibra-matriz, tais como: determinação da tensão de cisalhamento interlaminar (ILSS) e ensaio de tração na direção transversal à orientação das fibras, realizado em corpos de prova unidirecionais utilizando fibras contínuas. No entanto, estes ensaios não apresentam um valor direto como os obtidos no ensaio de fragmentação. O presente trabalho apresenta o desenvolvimento de um equipamento compacto de tração para ensaios de fragmentação de monofilamento e seu uso na avaliação da adesão entre fibras de carbono e resina epóxi. O equipamento conta com célula de carga para monitoramento da tensão aplicada e foi construído para uso em lupa com registro digital de imagens que, por meio de retroiluminação e filmes polarizados, revelam franjas de difração que facilitam a contagem de quebras e a determinação do tamanho de fragmentos.*

**Palavras-chave:** compósitos, fibra de carbono, *single fiber fragmentation test*.

### **INTRODUÇÃO**

A qualidade de componentes fabricados em compósitos poliméricos de fibra de carbono é altamente dependente de uma adequada adesão entre fibra e matriz (geralmente resina epóxi). Esta adesão está intimamente ligada ao tratamento superficial a que estão sujeitas as fibras. Os vários fabricantes de fibra de carbono utilizam diferentes tratamentos superficiais e adição de diferentes *sizings*, o que acarreta em variações na qualidade da adesão fibra-matriz, até mesmo para a mesma fibra em lotes diferentes.

Um método que pode ser adotado para caracterização das propriedades de adesão fibra-matriz está no uso de ensaio de fragmentação de monofilamento (*single fiber fragmentation test*)<sup>1-7</sup>. Para a realização deste método, é fabricado um corpo de prova (CP) em resina (tipo gravata), com um único filamento embutido na direção longitudinal. Este CP é tracionado, em intervalos regulares, até que o filamento pare de se romper e, a partir daí, se torna possível conhecer a tensão de cisalhamento entre fibra e matriz,  $\tau$ , dada pela equação<sup>2</sup>:

$$\tau = \frac{\sigma_{f(l_c)} d}{2l_c},$$

em que  $\sigma_f$  é a tensão máxima de ruptura – ou seja, a tensão anotada ao fim das rupturas do monofilamento –,  $d$  é o diâmetro da fibra e  $l_c$  é o comprimento crítico da fibra, dado por <sup>2</sup>:

$$l_c = \frac{4}{3} \bar{l},$$

em que  $\bar{l}$  é a média dos tamanhos de fragmentos ao final das quebras.

Devido à alta complexidade para execução deste ensaio, outros métodos são usados para inferir a qualidade da adesão fibra-matriz, como determinação da tensão de cisalhamento interlaminar (ILSS) e ensaio de tração na direção transversal à orientação das fibras, realizado em CPs unidirecionais utilizando fibras contínuas. No entanto, estes ensaios não apresentam um valor direto de  $\tau$  como os obtidos no ensaio de fragmentação.

O diâmetro reduzido de um filamento de fibra de carbono (aprox.  $7\mu\text{m}$ ) e sua elevada rigidez fazem com que haja alguma dificuldade na confecção dos CPs – principalmente no pré-tensionamento da fibra. Além disso, a visualização das quebras deve ser feita em microscópio que conte com um sistema de retroiluminação com polarização cruzada, em que a concentração de tensão na resina na região de quebra da fibra forma o fenômeno de birrefringência, evidenciando o local de ruptura e permitindo assim a contagem de quebras. Desta maneira, necessita-se de um equipamento de tração pequeno, que possa ser acoplado a um microscópio ou lupa.

O presente trabalho apresenta o desenvolvimento de um equipamento compacto de tração para ensaios de fragmentação de monofilamento e seu uso na avaliação da adesão entre fibras de carbono e resina epóxi. O equipamento conta com célula de carga para monitoramento da tensão aplicada e foi construído para

uso em lupa com registro digital de imagens. Foi elaborado também um sistema de retroiluminação e polarização cruzada de luz para a contagem de quebras e a determinação do tamanho de fragmentos.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Construção do equipamento compacto de tração

Para a construção do equipamento de tração foram adquiridos ou fabricados os seguintes materiais:

Adquiridos:

- Base CNC com fuso central com mancais laterais de aço inox e motor de passo nema23;
- Redutor de 100:1;
- Célula de carga de 2kN;
- 2 Arduinos para controle do motor e célula de carga.

Fabricados:

- Garras em aço inox e suporte para o redutor (Fig. 1).

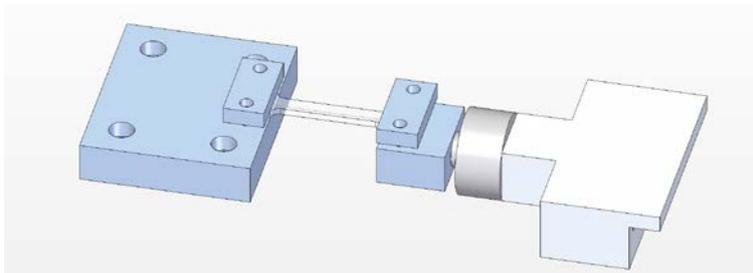


Figura 1 – Esquema de montagem das garras e célula de carga.

O sistema construído está mostrado na Fig. (2).

A célula de carga é ligada a um sensor de pressão HX711 acoplado a uma placa ARDUINO e monitorada em tempo real por programa implementado em Visual Basic. O motor que aciona o fuso na máquina de tração e é ligado a um controlador de micropasso A4988 ligado a uma placa ARDUINO. A movimentação é feita por programa de controle para ARDUINO.

Os ensaios foram realizados em Lupa ZEISS SteREO Discovery.V8, com retroiluminação com lâmpada LED de 50W com aproximadamente 5000 lumens e filmes polarizadores lineares (com disposição de polarização cruzada).

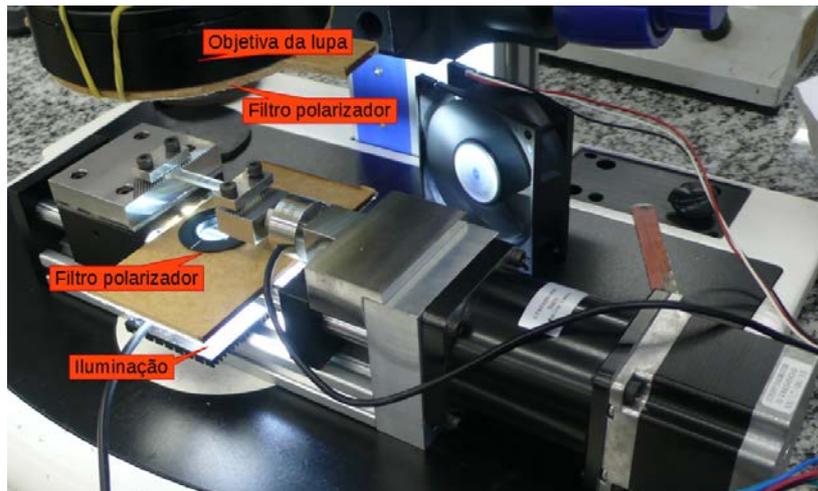


Figura 2 – Máquina de tração montada e disposta na base da lupa.

### Ensaio de Fragmentação de Monofilamento de Fibra de Carbono

Para o desenvolvimento do trabalho foram fabricados moldes de silicone com cortes nos extremos para posicionamento do filamento de fibra de carbono. Os CPs são do tipo gravata, como o mostrado na Fig. (3), e o monofilamento é posicionado no centro deste. Como tensionador do filamento, foi usado um fio de aço inox curvado<sup>6</sup>, no qual a fibra é colada (Fig. 3). Para a colagem da fibra, o fio de aço (com ajuda de um gabarito) permanece levemente flexionado no sentido de junção das duas extremidades, desta forma, ao retirar o fio de aço do gabarito com o filamento já colado, cria-se um efeito de mola que traciona a fibra. Uma forma de se calibrar a força exercida por esta mola é prender uma das extremidades, forçando a outra sobre uma balança de precisão, com a mesma distância entre pontas dada pelo gabarito. Por meio do valor anotado em gramas, calcula-se a força empregada pela mola. A dificuldade de se fabricar este CP está na separação do monofilamento e posicionamento deste, pré-tensionado, no molde, antes de receber a resina.

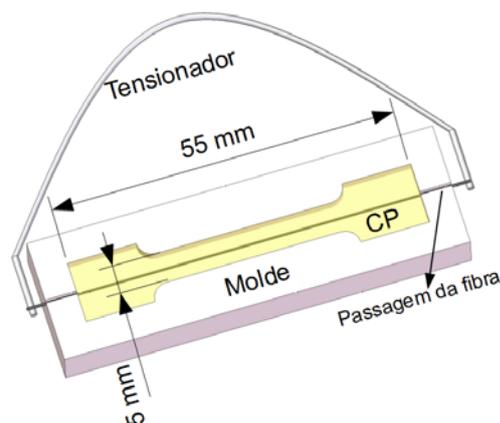


Figura 3 – Representação do molde e CP de resina com filamento de fibra de carbono disposto no centro.

Para a fabricação dos CPs foi utilizada resina epóxi bifásica de cura térmica, com patamar máximo de temperatura de 150° C.

Na realização do ensaio, o CP é preso nas garras e tracionado em deslocamentos pré determinados de 0,05 mm. A partir da primeira quebra, visualizada com ajuda da lupa, a carga é mantida por cinco minutos após cada deslocamento – tempo de saturação das quebras em CPs de fibra de carbono, segundo KIM & NAIRN (2002) –, passado este tempo de relaxamento é realizada a contagem do número de quebras. Este procedimento é feito até o número de rupturas não aumentar mais, o que estabelece a tensão máxima de ruptura,  $\sigma_f$ .

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi necessário a realização de alguns testes preliminares para o acerto dos parâmetros de ensaio e adequação da fabricação dos corpos-de-prova, principalmente no que se refere a realização do pré tensionamento do filamento. O sistema óptico também foi ajustado para permitir a visualização das quebras da fibra durante o ensaio (Fig. 4). A polarização cruzada, obtida a partir dos filtros polarizadores, bloqueia quase completamente a luz do sistema de iluminação e evidencia apenas as região com maior concentração de carga, onde se forma o fenômeno de birrefringência, que evidencia com mais intensidade as regiões de ruptura. A Fig. (5) mostra nitidamente as quebras e as franjas de difração criadas a partir destas.

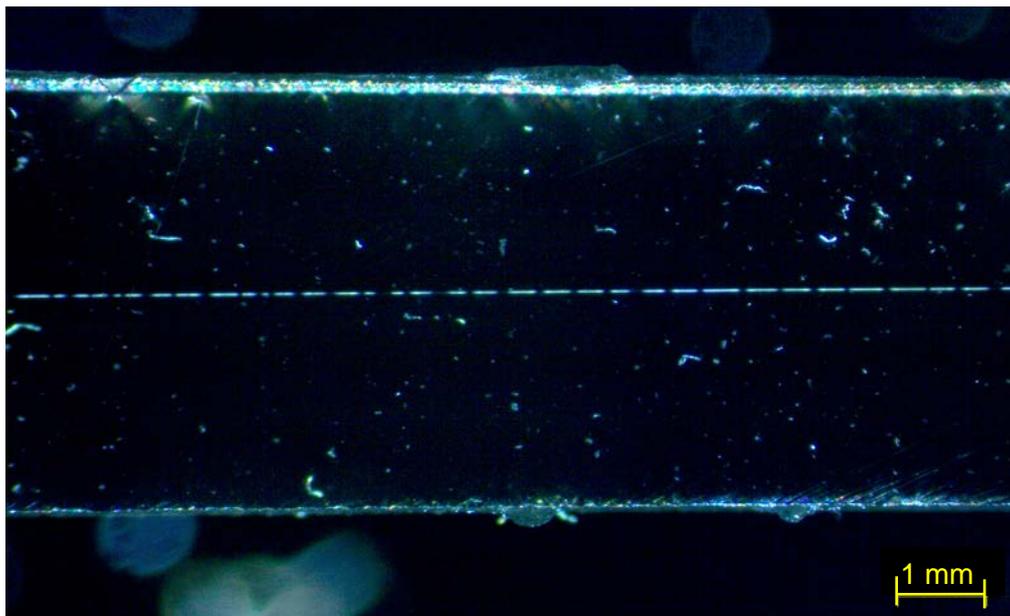


Figura 4 – Quebras do filamento de fibra de carbono embutido em resina.

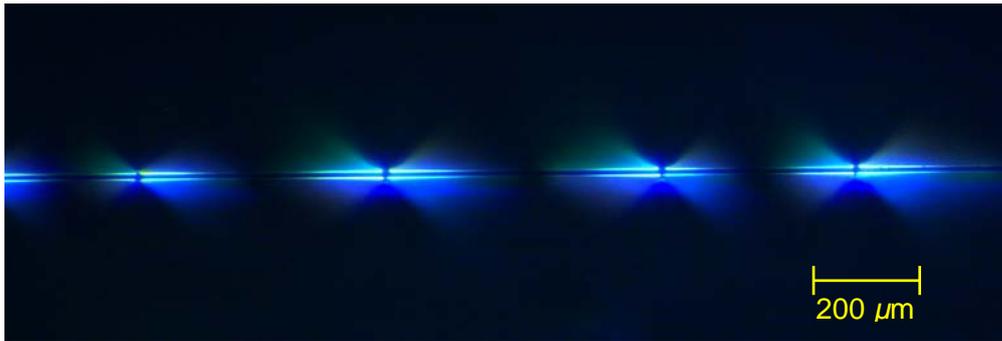


Figura 5 – Formação das franjas de difração a partir das quebras do filamento de fibra de carbono embutido em resina – visualização com aumento de 80x.

Foi possível realizar um ensaio para o levantamento da tensão de cisalhamento entre fibra e matriz. O corpo de prova fabricado para este ensaio contou com um pré-tensionamento da fibra de 1,6 GPa (2 g de carga de tensionamento na fibra). Os dados usados neste cálculo e os calculados,  $l_c$  e  $\tau$ , estão na Tab. (1).

Tabela 1 – Dados do ensaio de fragmentação.

Módulo de elasticidade da fibra, $E_f$ (MPa)	Módulo de elasticidade da resina, $E_m$ (MPa)	$d$ ( $\mu\text{m}$ )	$l_c$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma_f$ (GPa)	$\tau$ (MPa)
230	9	7	0,41	3,6	31

O resultado está próximo do encontrado na literatura<sup>7</sup>, no entanto mais ensaios deverão ser executados para que se possa chegar a resultados mais confiáveis.

O  $l_c$  foi alcançado quando a tensão no CP já estava muito próxima à tensão de ruptura do CP, o que pode indicar que a fibra pode ter perdido o pré-tensionamento antes da solidificação da resina, e/ou que seja considerável a influência da contração da resina no pré-tensionamento. Em testes com resina de cura ambiente, o  $l_c$  foi alcançado com metade da tensão de ruptura do CP.

## CONCLUSÕES

Foi desenvolvida uma metodologia para fabricação de CPs que vem sendo aprimorada para contar com um posicionamento e pré-tensionamento adequados do monofilamento. A construção da máquina de tração foi bem sucedida, proporcionou

um fácil posicionamento dos CPs nas garras e o tracionamento controlado por computador torna fácil a execução do ensaio. O sistema de iluminação e polarização cruzada proporcionaram uma visualização nítida das quebras e franjas. Pelo ensaio realizado, foi possível fazer a contagem das quebras e encontrar a tensão máxima de ruptura.

Diante do exposto, foi possível alcançar os objetivos de dominar a técnica de fabricação de CPs, construção do dispositivo e realização de ensaios, tornando possível planejar ensaios comparativos e estatisticamente tratáveis, visando o aprimoramento dos métodos e levantamento de propriedades de adesão fibra-matriz em compósitos.

## REFERÊNCIAS

1. RINCON, Hernan E. Single Fiber Fragmentation Testing. **Advanced Topics in Characterization of Composites**, p. 55, 2004.
2. FEIH, Stefanie et al. Testing procedure for the single fiber fragmentation test. **Riso National Laboratory, Riso**, 2004.
3. DENG, Shiqiang et al. Evaluation of fibre tensile strength and fibre/matrix adhesion using single fibre fragmentation tests. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 29, n. 4, p. 423-434, 1998.
4. HERRERA-FRANCO, P. J.; DRZAL, L. T. Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites. **Composites**, v. 23, n. 1, p. 2-27, 1992.
5. TRIPATHI, D.; JONES, F. R. Single fibre fragmentation test for assessing adhesion in fibre reinforced composites. **Journal of materials science**, v. 33, n. 1, p. 1-16, 1998.
6. KIM, Ben W.; NAIRN, John A. Observations of fiber fracture and interfacial debonding phenomena using the fragmentation test in single fiber composites. **Journal of Composite Materials**, v. 36, n. 15, p. 1825-1858, 2002.
7. FAVRE, J.-P.; JACQUES, D. Stress transfer by shear in carbon fibre model composites. **Journal of Materials Science**, v. 25, n. 2, p. 1373-1380, 1990.

## **Development of a stage tensile tester for single fiber fragmentation tests and their use in the evaluation of adhesion between carbon fibers and epoxy resin**

### **Abstract**

*The mechanical properties of polymer composites are dependent of a good adhesion between their parts. This is essential in the transmission of stresses from the matrix (resin) to the reinforcement (fibers). The characterization of fiber-matrix adhesion properties can be made by single fiber fragmentation test. For this method, a resin specimen (dogbone type) is manufactured with a single fiber filament embedded in the longitudinal direction. This specimen is stressed at regular time intervals until the filament stops breaking, and, from there, it is possible to know the shear stress between fiber and matrix. Due to the high complexity to perform this test, other methods are used to infer the fiber-matrix adhesion quality, such as determination of interlaminar shear strength (ILSS) and tensile test in the transversal fiber direction. However, these tests do not present a direct value as obtained in the fragmentation test. This work presents the development of a stage tensile tester for single fiber fragmentation tests and their use in the evaluation of adhesion between carbon fibers and epoxy resin. The equipment has a load cell for monitoring the applied load and it was constructed for use in a microscope with digital image registration, which, through backlighting and polarized films, reveal diffraction fringes that facilitate the counting of breaks and the determination of the fragments size.*

Keywords: composites, carbon fiber, *single fiber fragmentation test*.