

## **3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

### **3.1. Considerações gerais**

Ao longo do trabalho se faz referência de como a microestrutura influencia, de forma significativa, as propriedades físicas e mecânicas do material, assim como muitas outras.

Na presente pesquisa, o procedimento experimental esteve orientado para o desenvolvimento da análise a partir da microestrutura do material até a análise macromecânica, estabelecendo os vínculos que demonstram a estreita relação que existe entre estes aspectos.

Utilizando técnicas avançadas de microscopia e processamento digital de imagens, além de uma rigorosa preparação de amostras, foi possível desenvolver uma metodologia eficaz de caracterização microestrutural. Esses resultados foram o ponto de partida da análise macromecânica do material antes e após os processos de degradação.

### **3.2. Compósito pultrudado empregado**

O material foi obtido diretamente da linha de produção de uma empresa que produz esse tipo de pultrudado aplicado a elementos estruturais como escadas, grades, vigas e como suporte para instalações elétricas ou leitos para cabos.

Na Figura 11 é apresentado o ambiente de produção e elaboração das peças em algumas das diferentes etapas do processo de pultrusão.



Figura 11 – Processo de produção do compósito pultrudado

O material estudado foi fornecido em forma de placa com 5000 mm de comprimento, cortado posteriormente em placas de 1000 mm cada uma, com o objetivo de facilitar a manipulação das peças (Figura 12). A seção transversal da peça tem 140 mm de largura e 6.3mm de espessura (Figura 13).

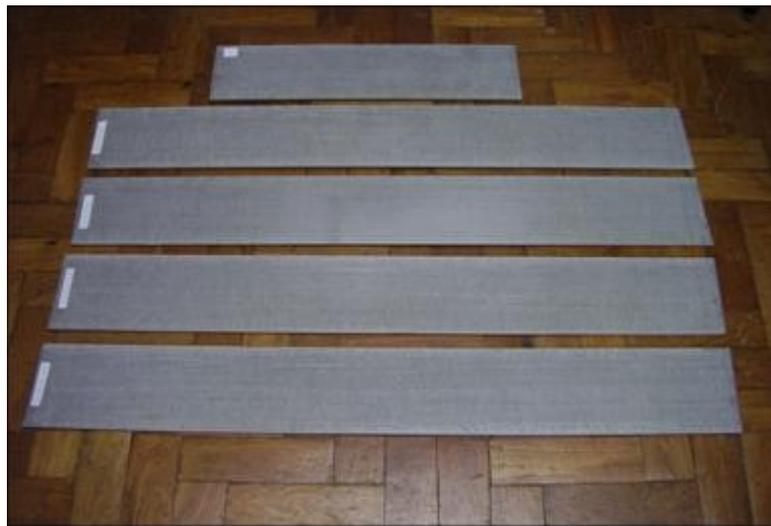


Figura 12 – Placas de compósito pultrudado

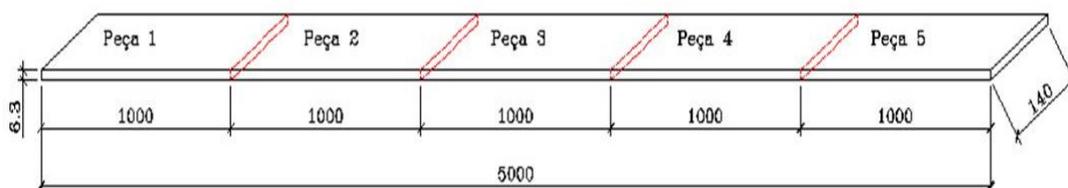


Figura 13 – Esquema da distribuição e corte das placas de compósito pultrudado

### **3.3.Caracterização Microestrutural. Análise Micromecânica**

A primeira proposta deste trabalho é desenvolver uma metodologia de caracterização da microestrutura do material através das técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Processamento Digital de Imagens (PDI). A partir dos resultados obtidos, fazer a análise micromecânica como estimativa do possível comportamento macromecânico do material sob condições de carregamento e ao longo da vida útil.

O procedimento usual de preparação das amostras – corte, lixamento e polimento – e a subsequente observação por Microscopia Óptica (MO) ou Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), são geralmente utilizados para registrar e estudar as propriedades microestruturais. Dados quantitativos podem ser obtidos, mas nos materiais não homogêneos como os compósitos, muitos campos da microestrutura terão que ser examinados para poder obter uma estatística relevante.

Neste caso o uso de procedimentos de captura automática, com o processamento e análise de numerosos campos, além de rotinas especificamente desenvolvidas para esse tipo de compósito permitiram obter uma grande quantidade de parâmetros com uma pequena interferência do operador humano [37,38].

#### **3.3.1.Preparação das amostras**

O reconhecimento das propriedades dos materiais que compõem a microestrutura analisada é vital na correta preparação das amostras que serão levadas ao MEV. A matriz polimérica e as fibras de vidro apresentam rigidez e dureza muito distintas, com consequente resposta muito diferente às etapas de preparação.

Verificou-se que a primeira etapa, de corte das amostras, é crítica para a qualidade de todas as etapas subsequentes. O corte adequado facilita as etapas de lixamento e polimento, reduz o número de fibras quebradas e partículas dispersas na matriz. Com consequência, as imagens capturadas são mais reproduzíveis e o processamento de imagens fornece resultados mais confiáveis.

Na etapa de lixamento e polimento das amostras, foi empregada uma politriz automática que permitiu trabalhar em mais de uma amostra ao mesmo

tempo, com uma distribuição uniforme da força aplicada sobre cada uma delas e em igualdade de condições de preparo. As condições específicas de operação as diversas etapas de preparação são apresentadas no Anexo 1 da presente tese.

Na análise microestrutural foram tomadas amostras do centro (3000 mm) e borda da placa (0 mm), com o objetivo de verificar a uniformidade das propriedades da peça fabricada ao longo do comprimento. A posição dos espécimes tomados é mostrada na Figura 14.

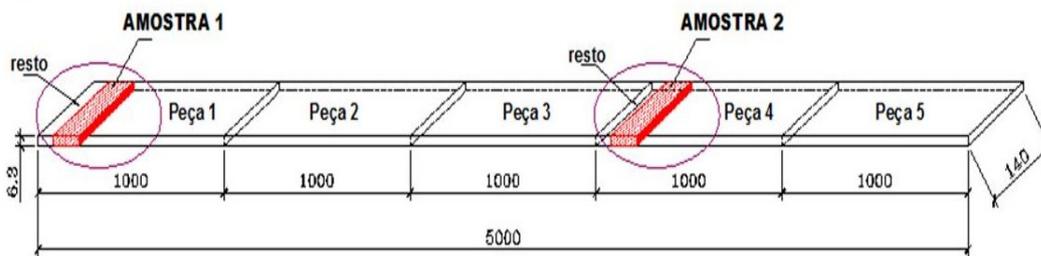


Figura 14 – Análise Microestrutural. Amostra 1-Borda. Amostra 2-Centro

### 3.3.2. Análise Microestrutural. Aplicação da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Processamento Digital de Imagens (PDI)

O método desenvolvido baseia-se numa varredura automática da seção transversal de cada uma das amostras (1 e 2) em diferentes posições ao longo da espessura das amostras, criando os assim denominados mosaicos transversais (MT). Formados por diversas imagens justapostas, automaticamente geradas pelo deslocamento da amostra sob o feixe de elétrons, estes mosaicos compatibilizam alta resolução e grande abrangência espacial, oferecendo uma visão completa ao longo da espessura da amostra. A técnica do mosaico é detalhada na bibliografia [42]

Foram capturados 6 mosaicos transversais (MT-1 a MT-6) distribuídos ao longo da largura da peça (Figura 15). Cada mosaico cobria toda a espessura da placa (6,3 mm) e era formado por 18 imagens, em 2 colunas de 9 imagens.

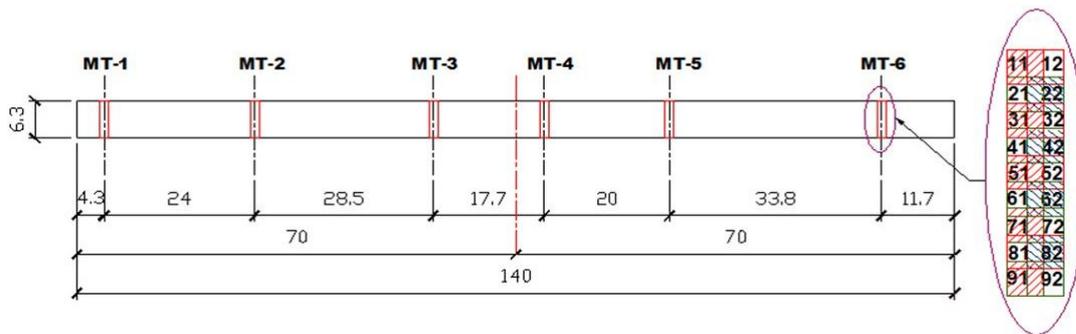


Figura 15 – Distribuição dos Mosaicos Transversais na largura da peça

As imagens foram capturadas usando o modo de operação de elétrons retroespalhados (BSE) do microscópio eletrônico de varredura MEV (Zeiss DSM 960). Esse modo contribui, no caso da microestrutura analisada, para obter uma boa discriminação entre as fases presentes como consequência da marcada diferença de peso atômico que elas possuem – Sílica das fibras de vidro *versus* Carbono, da matriz polimérica.

Em contrapartida, o modo BSE é caracteristicamente ruidoso. O processo típico de controle de ruído em MEV é reduzir a velocidade de varredura, aumento a relação sinal/ruído. No presente estudo, no entanto, dado o grande número de imagens a ser capturado para a montagem dos mosaicos, o tempo de captura passou a ser um limitante experimental.

Uma alternativa para reduzir o tempo de aquisição seria trabalhar em menores aumentos, cobrindo áreas maiores em cada campo. No entanto, um aumento baixo poderia comprometer a resolução espacial e reduzir a exatidão das medidas morfométricas desejadas.

Após alguns testes encontrou-se um compromisso adequado entre aumento, resolução, ruído e tempo. Utilizou-se um aumento relativamente baixo (100X), para um MEV, mas que revelou com boa qualidade o tamanho e a forma das fibras e carga presentes no compósito.

Na Figura 16 é apresentado um mosaico típico. No aumento mostrado é possível reconhecer facilmente os tons de cinza que diferenciam as três fases presentes, o tom preto da matriz, cinza da carga e brilhante das fibras.

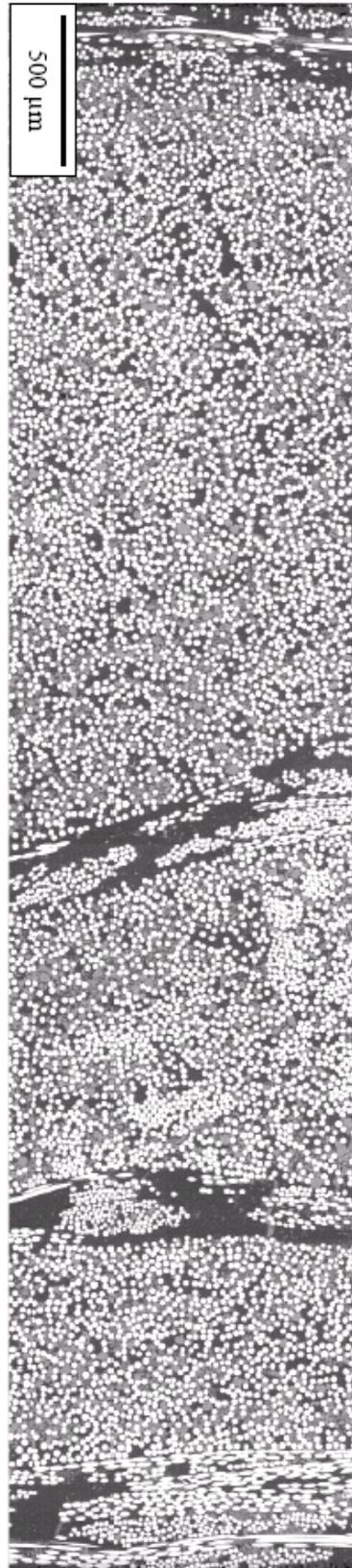


Figura 16 – Imagem Mosaico com 18 campos do MEV, mostrando a variação da microestrutura ao longo da espessura da peça. Fibras aparecem brilhantes, carga e matriz em tons cinza e preto, respectivamente.

No Anexo 2 são apresentadas as imagens dos mosaicos transversais obtidos no MEV, com a mesma localização na largura da seção transversal, nas duas amostras.

A expectativa do processo de pultrusão é obter, na microestrutura do material, fibras alinhadas. A maior parte da área analisada mostra esse comportamento, exceto nas bordas e em duas regiões internas, onde fibras com diferentes orientações podem ser observadas. Isto corresponde a duas camadas de manta de filamento contínuo, incorporadas no processo de fabricação, que criam regiões com baixa concentração de fibras e carga.

Na modelagem das propriedades de desempenho mecânico do material através da regra das misturas, é necessário obter a fração volumétrica das fases constituintes. Portanto, a aplicação acurada do método requer uma análise mais detalhada da distribuição das fibras, forma, orientação e distribuição espacial.

Ferramentas de Processamento e Análise Digital de Imagens (PADI) foram empregadas para medir esses parâmetros. Na Figura 17 é mostrada a seqüência de processamento das imagens, utilizando porções ampliadas do mosaico da Figura 16. O procedimento seguido foi elaborado segundo a típica seqüência de pré-processamento, segmentação, pós-processamento e medição de parâmetros [40].

O pré-processamento é muito importante na redução do ruído próprio do modo de varredura utilizado (BSE), já que esse ruído pode afetar a discriminação correta das fases relevantes da microestrutura.

Como pode ser observado na Figura 17(a) quando o ruído está presente, certos pixels nas fibras podem ter intensidade similar ao cinza da carga. Na redução do ruído tipicamente é aplicado um filtro passa-baixa [41], que uniformiza as intensidades dos pixels em pequenas vizinhanças de uma imagem. Porém esse filtro também borra a imagem, o que não é aceitável neste caso. Fronteiras entre as fibras e entre fibras e carga poderiam ser suavizadas e incorretamente detectadas. Por essas razões foi utilizada uma versão de filtro passa-baixa denominada Filtro Sigma [42].

O filtro Sigma, oferecido pelo software utilizado SIS [39], inclui na filtragem aqueles pixels vizinhos cujas intensidades sejam próximas do valor médio das intensidades analisadas, excluindo os mais afastados. Numa região com relativa uniformidade do ruído presente, todos os pixels terão ajustadas as intensidades à media das intensidades e uma desejada redução do ruído é obtida.

Em regiões de fronteira entre fases com tonalidades distintas, os pixels mais distintos não serão afetados. Isto preserva a posição das bordas e evita que sejam borradas. O resultado é mostrado na Figura 17(b), na qual a redução do ruído é evidente, mas preservando qualidade nas bordas dos objetos.

A segmentação das fibras e carga foi realizada pelo típico método baseado na limiarização do histograma da imagem [40]. Na Figura 17(c) é mostrada a detecção das fibras. Nota-se ainda dois tipos de defeitos: pequenos objetos no fundo e ruído dentro das fibras. Estes defeitos podem ser oriundos da preparação da amostra ou de resquícios de ruído de aquisição. O problema poderia ser reduzido com uma poderosa filtragem, mas produziria perda na resolução das bordas.

Assim, optou-se por utilizar uma etapa de pós-processamento sobre a imagem binária obtida da segmentação. Num primeiro passo da etapa de pós-processamento pequenos objetos do fundo foram eliminados pelo critério de tamanho, Figura 17(d). Já a eliminação de buracos não pode ser feita pela típica operação “preenchimento de buracos” porque erroneamente são preenchidas também pequenas regiões do fundo cercadas por fibras que se tocam. No procedimento aplicado, a imagem foi invertida primeiramente, Figura 17(e). Os pequenos buracos, agora brancos na imagem invertida, foram eliminados pelo critério de tamanho, Figura 17(f). A imagem resultante foi invertida novamente, Figura 17 (g).

Nos mosaicos é possível reconhecer fibras cujas fronteiras se tocam e, portanto, requerem ser separadas e delimitadas para um eficiente reconhecimento. A eliminação dos buracos é muito importante no processo de separação das fibras interconectadas, pois ao utilizar o conhecido método do divisor de águas [43], linhas divisórias podem sair dos buracos quebrando as fibras em pequenos fragmentos. Um bem sucedido reconhecimento das fronteiras é obtido e mostrado na Figura 17(h). Finalmente a detecção individual das fibras é mostrada com cores na Figura 17(i) e o acerto do procedimento pode ser verificado Figura 17(j) onde as bordas das fibras detectadas foram colocadas sobre a imagem original. Um procedimento similar foi utilizado para a detecção da fase carga.

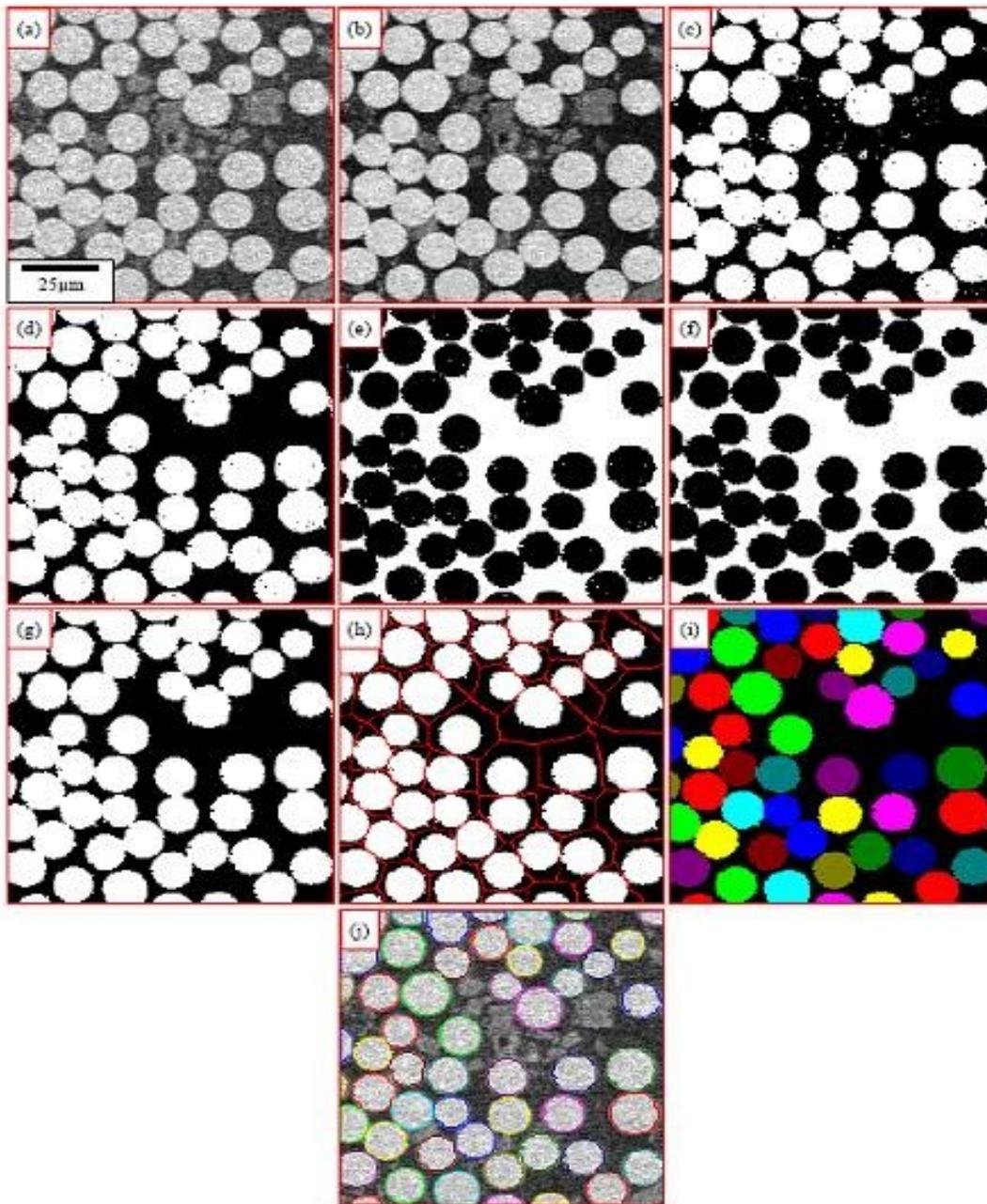


Figura 17 - Porção ampliada do mosaico da Figura 16 e seqüência do processamento da imagem na análise das fibras. (a) Imagem original. (b) Redução de ruído. (c) Imagem segmentada para fibras. (d) Eliminação de pequenos objetos. (e) Inversão. (f) Eliminação de buracos. (g) Imagem das fibras com objetos em contato. (h) Separação de objetos pelo método de separador de água. (i) Identificação das fibras. (j) Comparação com a imagem original.

Cada uma das fases presentes foi detectada de maneira precisa e os parâmetros relevantes obtidos. Para a carga o parâmetro mais importante é a fração da área. Para as fibras, além da fração da área, o tamanho e a forma de cada

fibra. Essa análise foi feita em cada campo, obtendo-se uma distribuição que envolve milhares de objetos.

### **3.4.Caracterização do comportamento macromecânico do material**

#### **3.4.1.Preparação das amostras**

A análise macromecânica foi realizada segundo a norma ASTM D790 [8]. Foram preparados corpos de prova para testar as propriedades mecânicas do material antes de ter sido submetido a processos de degradação. Uma vez obtidos os parâmetros do desempenho mecânico do material, o objetivo foi comparar sua resposta com a estimada através dos estudos micromecânicos e avaliar a alteração de seu desempenho mecânico uma vez submetido a processos de degradação.

Inicialmente, foram usinados 10 corpos de provas para analisar o comportamento macromecânico nas direções principais da peça, 5 deles no sentido longitudinal das fibras (L-1 ao L-5), Figura 18, e outros 5 no transversal (T-1 ao T-5).

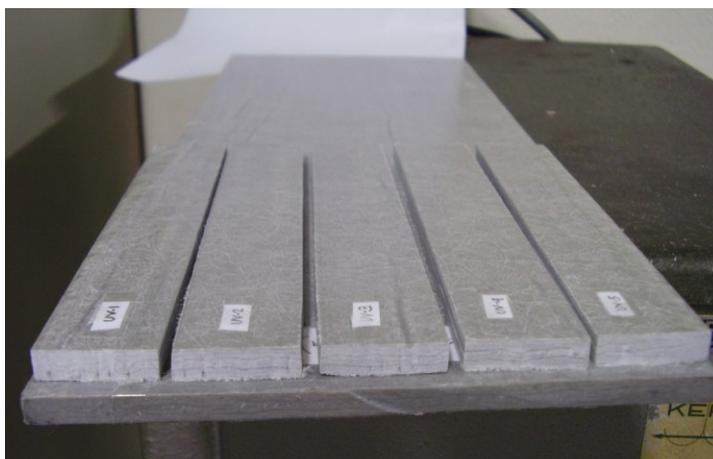


Figura 18 – Distribuição dos corpos de prova do ensaio à flexão sem degradação no sentido longitudinal da peça

#### **3.4.2.Ensaio de resistência à flexão em três pontos. Determinação das propriedades mecânicas do material**

O ensaio, que têm como objetivo a caracterização mecânica do material pela obtenção das propriedades macromecânicas, baseia-se na obtenção da curva Carga–Deslocamento por meio de flexão em três pontos do corpo de prova, até a ruptura ou queda brusca da carga resistente.

Inicialmente a velocidade de aplicação da carga, durante o desenvolvimento do teste, foi determinada segundo a equação (3.4.1) [8].

$$R = ZL^2 / 6d \quad (3.4.1)$$

Onde:

R = Velocidade do carregamento (mm/min)

Z = Taxa de deformação das fibras mais externas. (Z = 0,01 mm/mm/min)

L = Vão entre apoios (mm)

d = espessura do espécime (mm)

A velocidade resultante de aplicação do carregamento foi de 2,56 mm/min.

Um croqui da aplicação de carga nesse ensaio com as dimensões dos corpos de prova (mm) é apresentado na Figura 19.

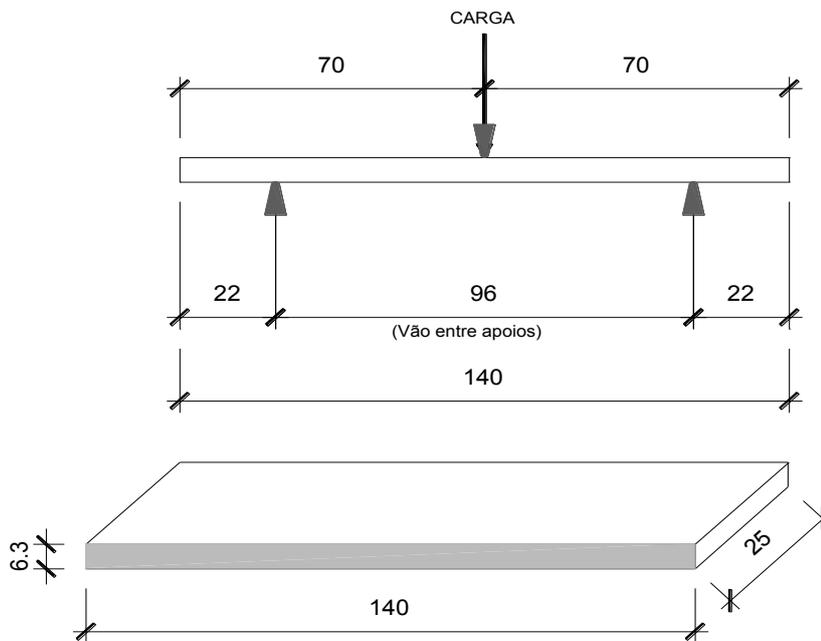


Figura 19 – Dimensões dos corpos de prova e croqui do ensaio mecânico de flexão em três pontos (mm)

Na Figura 20 é apresentado o ensaio de flexão em três pontos de uma das peças testada na Máquina Universal INSTRON. O vão considerado entre apoios garante que amostra rompa atingindo as condições desejadas para o teste aplicado, com valores de deformação máxima nas fibras mais externas na faixa do 5,0% [8].

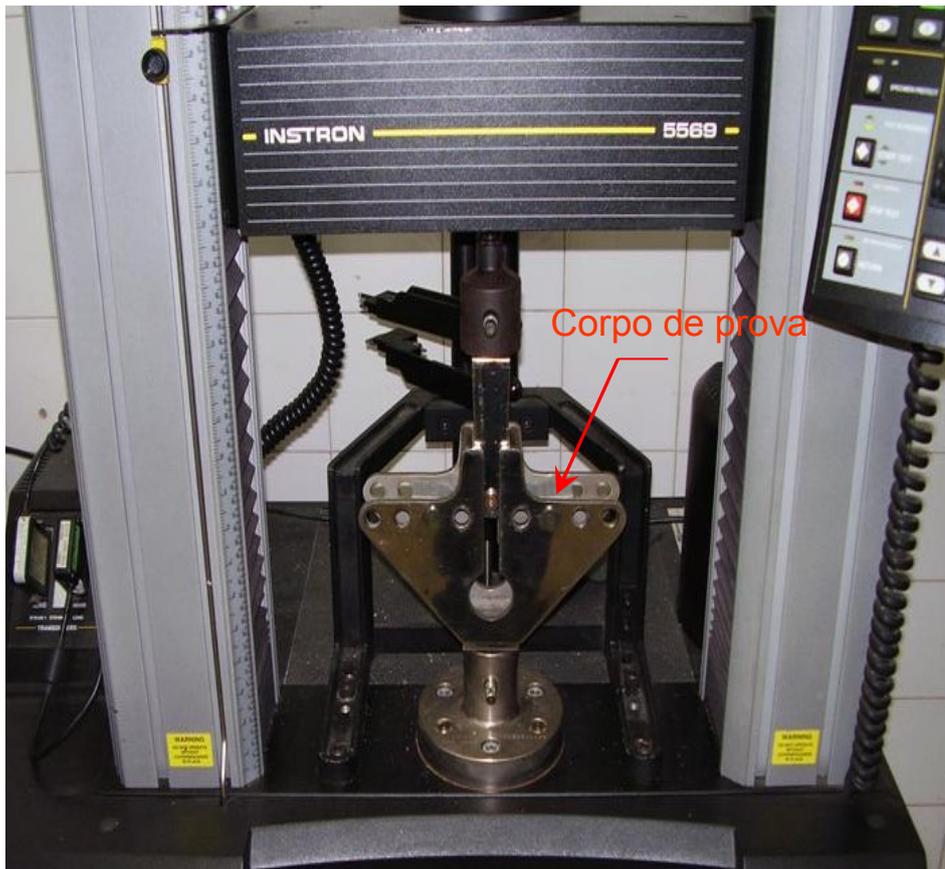


Figura 20 – Ensaio mecânico de flexão em três pontos do material não degradado na Máquina Universal INSTRON

Segundo a disposição dos corpos de prova neste ensaio, no sentido paralelo às fibras, os corpos L-1 e L-5 localizam-se próximos às bordas, sendo o L-3 o corpo associado com o centro da peça analisada, ver Figura 18

Obtidas as curvas Carga–Deslocamento nas duas direções principais analisadas, Figura 21 e Figura 22 respectivamente, foram, a partir delas, levantadas as curva Tensão *versus* Deformação. Parâmetros do comportamento e do desempenho mecânico do material foram, determinados, tais como a Resistência à flexão ( $\sigma_f$ ), o Módulo Tangente de Elasticidade (E), e os trabalhos, determinados pela área sob a curva, ou Energias de Iniciação e Propagação da trinca.

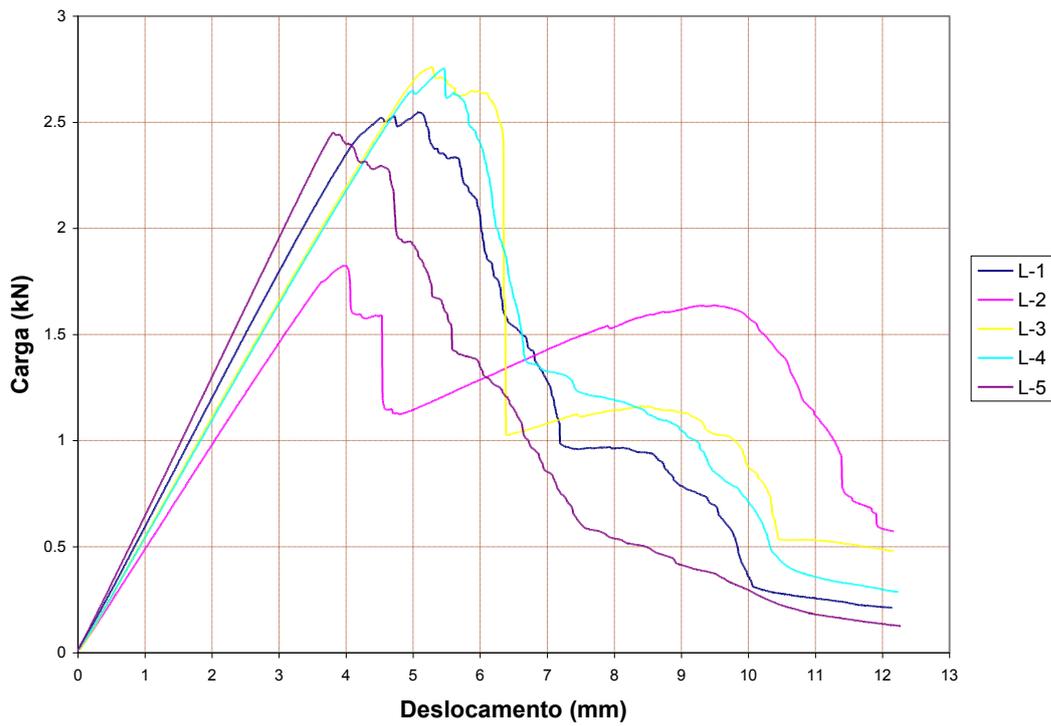


Figura 21 – Curva Carga versus Deslocamento no sentido paralelo às fibras

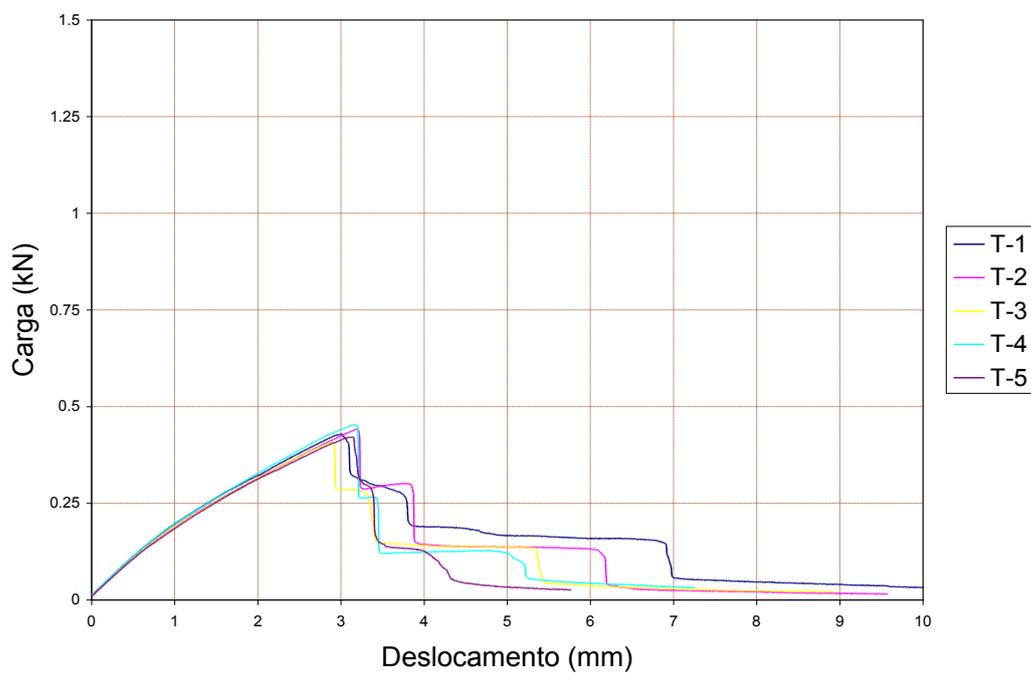


Figura 22 – Curva Carga versus Deslocamento no sentido perpendicular às fibras

A Figura 23 e a Figura 24 apresentam a trinca propagada durante a ruptura do espécime, com orientação paralela às fibras, e no sentido transversal a elas, respectivamente.

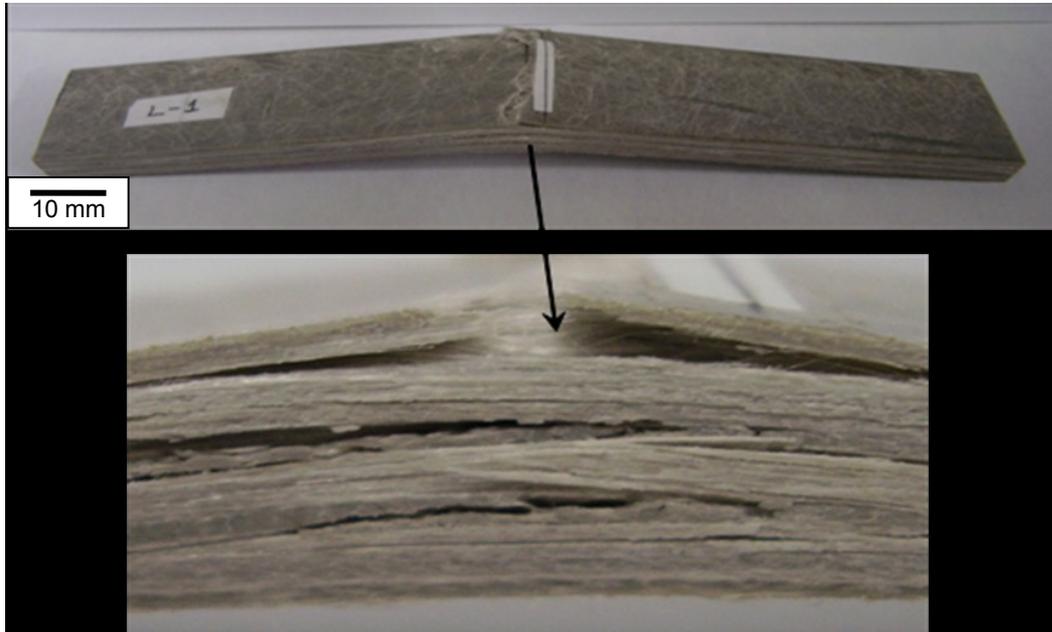


Figura 23 – Trinca propagada na ruptura do espécime, orientação paralela às fibras.

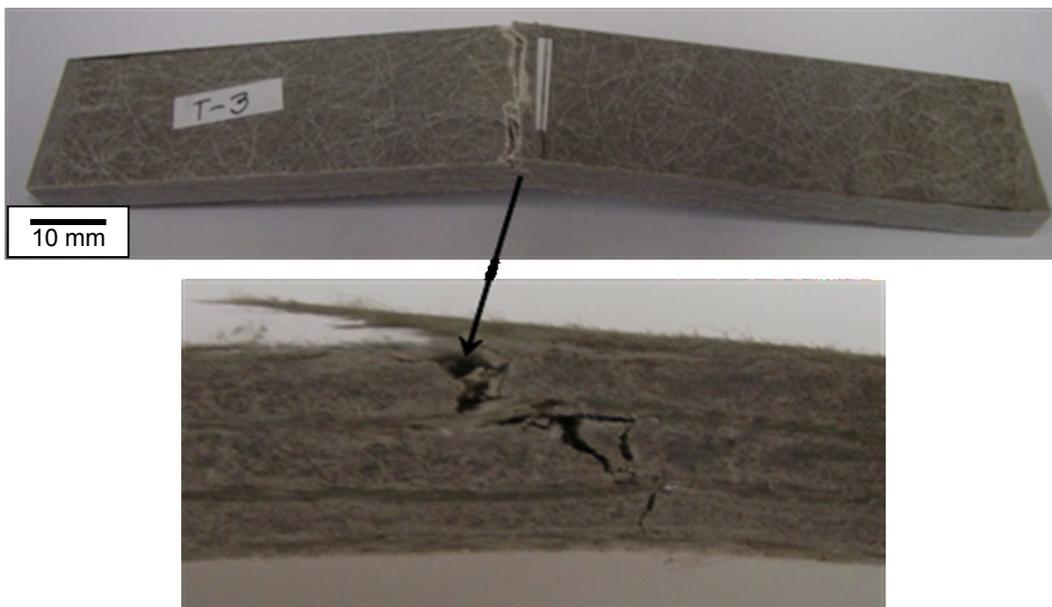


Figura 24 – Trinca propagada na ruptura do espécime, orientação perpendicular às fibras.

A média dos valores alcançados de carga máxima nos corpos de prova foi de 2,46 kN nos corpos com orientação paralela às fibras e de 0,43 kN nos espécimes orientados perpendicular às fibras.

A observação qualitativa da ruptura de dois dos espécimes, nas direções principais da peça, na Figura 23 e Figura 24 permite visualizar as particularidades na propagação da trinca em cada um dos eixos principais. A trinca na direção das fibras encontra a resistência que as fibras opõem à sua propagação de forma que o valor da carga máxima neste sentido atinge valores maiores. Já na outra direção, a trinca não encontra nenhuma resistência para se propagar através da matriz e, portanto, nessa direção a matriz é a fase que será responsável pela resistência da peça.

### **3.5. Ensaio de envelhecimento por absorção de água**

#### **3.5.1. Ensaio de degradação por imersão em água destilada.**

##### **Preparação das amostras**

Nesta etapa da pesquisa o trabalho foi desenvolvido em duas fases. Na primeira o objetivo foi colocar corpos em imersão em água destilada segundo a norma ASTM D570 [44] para a análise do comportamento do compósito ao envelhecimento por absorção de água.

O objetivo foi obter o gráfico de incrementos em peso *versus* a raiz quadrada do tempo de imersão. A partir deste gráfico foi possível obter a constante de difusão da água no material analisado e o ponto de saturação, onde o incremento no peso do espécime no tempo pode ser considerado desprezível.

A difusão ideal dos líquidos dentro dos materiais poliméricos é função da raiz quadrada do tempo de imersão ( $\sqrt{t}$ ). O tempo de saturação é fortemente dependente da espessura do corpo de prova.

Foram utilizados corpos de prova com dimensões de 77,5 x 26,5 x 6,3mm, os quais foram previamente colocados num dissecador durante dois meses. Os espécimes foram pesados, para obter o peso seco inicial do material, antes de serem totalmente imersos em água destilada, Figura 25.



Figura 25 – Corpos imersos em água destilada no processo de degradação por absorção

Ao longo da primeira semana foram feitas medições do peso do material a cada 2 horas, sendo os espécimes removidos e limpos, pesados e foram colocados novamente na água. O peso do corpo de prova foi medido três vezes para cada tempo.

Da mesma forma, foi determinada a temperatura da água em cada medição, assim como seu pH, de modo que pudesse ser verificada alguma mudança das condições do experimento durante o processo de imersão.

Na segunda e terceira semanas a periodicidade aumentou para uma medição por dia. Na quarta semana e quinta semana foi feita uma medição, aumentando a periodicidade, nas pesagens seguintes, para uma medida a cada duas e três semanas de forma consecutiva.

Foi analisada a diferença do incremento em peso em medições consecutivas, e assim que se obteve uma diferença menor do 1% do total de incremento em peso, com uma taxa de absorção uniforme, as medições foram espaçadas para intervalos de 1 mês.

A diferença entre o peso dos espécimes saturados e o peso dos secos será considerada a água absorvida pela peça saturada, equação (3.5.1) [44]:

$$\text{Incremento em peso(\%)} = [(P_{\text{molhado}} - P_{\text{seco}}) / (P_{\text{seco}})] \times 100\% \quad (3.5.1)$$

Onde:

$P_{\text{seco}}$  = Peso do corpo de prova seco (g)

$P_{\text{molhado}}$  = Peso do corpo de prova imerso (g)

Na Tabela 8 são apresentados os pesos secos obtidos para cada um dos corpos de prova testados.

Tabela 8 – Peso seco dos corpos de prova testados por absorção de água destilada

<b>CORPO</b>	<b>PESO SECO</b> (g)
AA-1	22,7223
AA-2	23,3332
AA-3	23,2077
AA-4	23,3332
AA-5	23,0972

### **3.5.2. Ensaio mecânico do material degradado. Preparação das amostras**

Na segunda fase dos ensaios da degradação por absorção de água destilada o objetivo foi obter as mudanças das propriedades mecânicas do material em diferentes tempos, ao longo da curva de absorção levantada.

Neste caso os tempos utilizados foram: um tempo inicial  $t = 1440\text{h}$  (60 dias) e um tempo final de  $t = 14208\text{h}$  (592 dias). No tempo inicial o objetivo foi avaliar o impacto inicial da absorção de água no material. No último tempo, com o material saturado após um longo tempo de imersão, foi possível avaliar a mudança definitiva que a degradação produz no desempenho mecânico do material.

O critério das dimensões dos corpos seguiu a norma ASTM D790 [8], croqui da Figura 20, para o ensaio de flexão em três pontos.

Cinco corpos de prova no sentido longitudinal das fibras e 5 no transversal, com dimensões,  $140 \times 25 \times 6,3\text{mm}$  foram usinados e colocados no dissecador por dois meses e, a seguir, foram imersos e suspensos, evitando tocar o fundo, dentro de um recipiente com água destilada, Figura 26. Após do tempo de imersão foram testados em flexão.



Figura 26 – Corpos imersos em água destilada no processo de degradação por absorção para o ensaio mecânico de flexão em três pontos

### **3.6. Ensaio de envelhecimento pela exposição à radiação UV**

#### **3.6.1. Preparação das amostras. Ciclos de exposição.**

O ensaio foi planejado com o objetivo de obter as mudanças que a exposição às radiações ultravioletas produz nas propriedades mecânicas do material. Foi usado o ensaio de degradação acelerada pela exposição a radiações UV, segundo a norma ASTM D4329 [14]

Foram usinados 30 corpos de prova de dimensões 140 x 25 x 6,3 mm, os quais foram submetidos a ciclos de exposição para degradação acelerada em um equipamento que utiliza fontes de radiação direta de UV-B, gerada por lâmpadas tubulares (fluorescentes). A umidade relativa no ensaio foi sempre de 100% e a temperatura utilizada foi de 60°C. A faixa de radiação do sistema está entre 290 nm e 320 nm, com o pico de irradiação em 313 nm. O sistema de teste funcionou com ciclos de dia (luz ligada) por 4h e noite (desligada) de 4h e as amostras foram envelhecidas em apenas uma face, conforme prescrito na norma e também porque no ensaio de flexão apenas uma das faces é submetida à máxima tensão normal de tração; essa face foi posteriormente posicionada de modo que durante a realização do ensaio o esforço de tração fosse aplicado sobre ela.

Foram usados três tempos de exposição e para cada um deles 10 corpos de prova foram testados, sendo 5 na direção paralela às fibras e 5 na direção transversal. O primeiro ciclo foi de 576h, o segundo de 1440h e o terceiro de 2160h.