

# DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE E QUANTIDADE DE VAZIOS EM COMPÓSITOS NCF/RTM6 PROCESSADOS VIA RTM

Sérgio Roberto Montoro<sup>1</sup>; Maria Odila Hilário Cioffi<sup>2</sup>

## Resumo

Uma das maiores dificuldades para se alcançar a máxima economia de peso na fabricação de componentes estruturais de aeronaves, usando compósitos avançados, é a tendência que esses materiais têm à formação de vazios e trincas no interior e na superfície dos componentes. Em aplicações aeronáuticas, os componentes estruturais requerem um rígido controle das frações volumétricas dos constituintes do compósito e o volume de vazio no compósito para estas aplicações deve ser rigorosamente controlado. Neste trabalho compósitos de matriz epóxi reforçados com NCF (tecido não tramado) processados via RTM foram caracterizados quanto a porosidade aparente e a densidade aparente através de metodologia baseada no princípio de Arquimedes e pela técnica de picnometria de hélio. As frações volumétricas dos compósitos foram determinadas pela metodologia de digestão da matriz. A técnica baseada no Princípio de Arquimedes (ASTM C830) só foi capaz de determinar os vazios presentes na superfície do compósito e devido a isso o valor encontrado foi relativamente baixo. Entretanto, a metodologia de Arquimedes pode ser perfeitamente utilizada para a determinação da densidade de compósitos poliméricos, uma vez que os valores de densidade determinados por essa técnica foram muito parecidos com os valores determinados pela técnica de picnometria de hélio. Em relação à técnica de digestão da matriz (ASTM D3171), as porcentagens de vazios encontradas nas amostras apresentaram valores aceitos para estruturas aeronáuticas (até 2%).

**Palavras-chave:** 1.RTM, 2.compósitos, 3.caracterização.

## Abstract

One of the greatest difficulties to achieve maximum weight savings in the manufacture of structural aircraft components using advanced composites, is the tendency that these materials have the formation of voids and cracks in the interior and on the surface of the components. In aeronautical applications, structural components require tight control of the volume fractions of the constituents of the composite and the void volume in the composite for these applications must be rigorously controlled. In this paper composites reinforced epoxy NCF (non woven plotted) processed via RTM were characterized for porosity and density using a methodology based on the principle of air and Arquimedes by helium pycnometry technique. The volume fractions of the composites were determined by the method of digestion matrix. A technique based on Archimedes Principle (ASTM C830) was only able to determine the voids present in the composite surface and due to this the value was relatively low. However, the method of Archimedes can be perfectly used for the determination of the density of polymer

---

<sup>1</sup> Doutor em Engenharia Mecânica pela Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - campus de Guaratinguetá, professor e coordenador do Curso de Tecnologia em Processos Metalúrgicos na FATEC de Pindamonhangaba e professor orientador de mestrado no programa de Mestrado Profissional em Materiais (MEMAT) do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA). E-mail: montoro.sergio@gmail.com.

<sup>2</sup> Doutora em Engenharia Mecânica pela Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho e Universidade de Nápoles &quot;Federico II&quot; (2001), professora adjunta na Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - Campus de Guaratinguetá. E-mail: cioffi@feg.unesp.br.

composites, since the density values determined by this technique were very similar to those determined by the technique of helium pycnometry. Regarding digestion technique of the matrix (ASTM D3171), the percentages of voids found in the samples showed values accepted for aircraft structures.

**Keywords:** 1.RTM, 2.Composites, 3. Characterization.

## **Introdução**

A indústria tem buscado materiais capazes de se adequar aos requisitos de projeto que cada vez mais demandam desempenho estrutural e térmico. Atualmente, dentre os materiais de engenharia, a classe de materiais que tem sido destaque tecnológico e alvo de inúmeras pesquisas científicas é a classe dos materiais compósitos. Atualmente é crescente o interesse tecnológico no uso dos compósitos, devido à exigência de materiais mais leves e com alta qualidade, fatores essenciais para atender as especificações de projetos e reduzir o custo operacional. A tecnologia de compósitos fibrosos é muito importante para a realização de projetos nos quais o parâmetro peso deve ser considerado, especialmente no campo da indústria aeronáutica. Com a produção de compósitos estruturais de alto desempenho, seguindo critérios como segurança, reprodutibilidade e baixo custo, a indústria nacional tem mostrado um crescente interesse pelo processo de moldagem por transferência de resina (RTM).

O RTM é um processo de fabricação por transferência de resina de baixa viscosidade a pressões baixas, para um molde fechado contendo o reforço. É promissor para estruturas de compósitos poliméricos com geometrias complexas, que exigem alta qualidade de acabamento e sem limitação de tamanho, além de apresentar uma espessura consistente, com alta qualidade de acabamento. Considerados os distúrbios inerentes ao ferramental e ao processo, é possível assegurar a obtenção da peça final com sucesso, principalmente no que se diz respeito à minimização da formação de vazios na peça produzida. A formação e o crescimento de vazios causam a perda de resistência, rigidez e vida em fadiga do laminado, muitas vezes resultando em falha catastrófica. Sabe-se que a resistência dos compósitos a alguns tipos de esforços (cisalhamento interlaminar e compressão, entre outros) diminui com o aumento do volume de vazios (COSTA et al., 2001; JEONG, 1997; SAVAGE, 1993). Um fato significativo é que os vazios favorecem a absorção de água pela matriz polimérica, implicando em um aumento potencial dos vazios pré-existentes (JEONG, 1997; ALMEIDA e NOGUEIRA NETO, 1994; STONE, 1975). A formação de vazios no interior de compósitos de matriz orgânica está associada preponderantemente a duas

causas: impregnação incompleta da fibra pela matriz, resultando em retenção de ar no interior dos filamentos e liberação de substâncias voláteis presentes nos componentes da formulação da matriz, que ocorre na etapa de polimerização (GIOVEDI et al., 2004). Os vazios, que podem ser elementos nucleadores de trincas na microestrutura do compósito, atenção deve ser dada tanto em relação à sua quantidade (indicada pelo volume de vazio) quanto à sua forma. Vazios de forma esférica quase sempre estão presentes no interior das camadas, enquanto vazios de forma alongada estão localizados na interface entre as camadas do compósito, podendo causar, respectivamente, defeitos intralaminares (MARINUCCI e ANDRADE, 2003). Por isso, é muito importante o controle da presença de vazios em estruturas aeroespaciais (COSTA e ALMEIDA e REZENDE, 2001).

## 1 MATERIAIS E MÉTODOS

### 1.1 Compósitos

No presente trabalho foram utilizados compósitos NC2/RTM6 produzidos e fornecidos pela empresa *Hexcel Composites*. Foi utilizado um tecido de fibras de carbono NCF (tecido não tramado)  $[90^\circ/-45^\circ/0^\circ/45^\circ]_{2S}$ , contendo 12.000 filamentos de fibras de carbono por cabo. Como matriz polimérica foi utilizada a resina epóxi monocomponente RTM6 fornecida pela empresa *Hexcel*.

### 1.2 Porosidade e densidade aparente

No cálculo da massa específica aparente, baseado no princípio de Arquimedes (ASTM C830), foram determinadas as massas das amostras nas seguintes condições: Massa seca ( $m_s$ ), obtida após secagem do material em estufa a 110°C por um período de 2 h; Massa imersa ( $m_i$ ), obtida após imersão das amostras em água destilada, fervida durante 2 h e mantida em repouso por um período mínimo de 12 h; Massa úmida ( $m_u$ ), obtida após ser retirado o excesso de água contido na amostra.

Todas as medições foram efetuadas à temperatura ambiente com auxílio de uma balança analítica. Por esse método foi possível, também, a obtenção da porosidade aparente, por meio das Eq. (1) e (2):

$$P_{ap} = \frac{m_u - m_s}{m_u - m_i} \times 100 \quad (1)$$

$$\rho_{ap} = \frac{m_s}{m_u - m_i} \quad (2)$$

### 1.3 Picnometria de hélio

Foram realizadas análises de picnometria de hélio para a determinação da densidade real do compósito. As análises foram realizadas em um equipamento marca *Micromeritics*, modelo *Multivolume 1305*, locado no Laboratório Associado de Combustão e Propulsão do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LCP-INPE) de Cachoeira Paulista/SP.

### 1.4 Determinação das frações volumétricas via digestão da matriz com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

As frações volumétricas dos compósitos foram determinadas seguindo a metodologia apresentada na norma ASTM D 3171 (procedimento B), utilizando-se um digestor marca Marconi. Foram usados 60 ml de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) e 30 ml de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). A temperatura foi mantida em 150°C por 3 h. Decorrido o tempo de digestão da matriz, as fibras foram separadas por filtração a vácuo e posteriormente lavadas com água destilada e acetona. As fibras residuais foram secas em estufa a uma temperatura de 100°C até apresentarem peso constante. A partir da massa inicial da amostra de compósito (fibra + matriz) e da massa de fibras obtidas após o procedimento de digestão da matriz, as frações volumétricas dos compósitos analisados foram determinadas a partir das Eq. (3), (4) e (5), disponíveis na norma ASTM D 3171 [10].

$$V_r = \left( \frac{m_f}{m_i} \right) \times \left( \frac{\rho_c}{\rho_r} \right) \times 100 \quad (3)$$

$$V_m = \left( \frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \times \left( \frac{\rho_c}{\rho_m} \right) \times 100 \quad (4)$$

$$V_v = 100 - (V_r + V_m) \quad (5)$$

onde:  $V_r$  = volume de fibra;  $V_v$  = volume de vazios;  $V_m$  = volume da matriz;  $m_f$  = massa final;  $m_i$  = massa inicial;  $\rho_c$  = densidade do compósito;  $\rho_m$  = densidade da matriz;  $\rho_r$  = densidade da fibra.

## 2 Resultados e Discussões

### 2.1 Porosidade e densidade aparente (Princípio de Arquimedes)

Os resultados de porosidade e densidade aparente das amostras dos compósitos analisados utilizando-se o Princípio de Arquimedes (ASTM C830) estão apresentados na Tabela 1. Foram caracterizadas as amostras RTM 1, RTM 2, RTM 3, RTM 4, RTM 5, RTM 6 e RTM 7. A porosidade aparente média encontrada foi de 0,50%. Vale ressaltar que esta técnica só foi capaz de detectar a porosidade superficial, o que justifica a baixa quantidade de poros nas amostras de compósitos analisados e assim limitando a sua aplicabilidade na determinação da quantidade de poros no compósito. Entretanto, essa metodologia pode ser perfeitamente utilizada para a determinação da densidade de compósitos poliméricos.

**Tabela 1:** Resultados de porosidade aparente ( $P_{ap}$ ) e densidade aparente ( $\rho_{ap}$ ) a partir da técnica baseada no Princípio de Arquimedes (ASTM C830).

Amostras	RTM 1	RTM 2	RTM 3	RTM 4	RTM 5	RTM 6	RTM 7
$P_{ap}$ (%)	0,46	0,50	0,51	0,53	0,52	0,51	0,48
$\rho_{ap}$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,548	1,491	1,538	1,532	1,529	1,536	1,499

Fonte: Elaborada pelo autor.

### 2.2 Picnometria de hélio

Os resultados de densidade real das amostras dos compósitos analisados pela técnica de Picnometria de Hélio estão apresentados na Tabela 2. O equipamento realizou um total de dez corridas de leitura, onde foi possível, a partir da média das dez leituras, determinar a densidade real (densidade máxima e densidade mínima) das amostras de compósitos. Como pode ser observado, os valores das densidades reais das amostras foram bem próximos dos valores das densidades aparentes determinados pela metodologia baseada no Princípio de Arquimedes. O Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos da UNESP/FEG pretende difundir a técnica de picnometria de hélio para a determinação da densidade real de compósitos estruturais constituídos, principalmente

os compósitos processados via RTM. O equipamento de picnometria de hélio provido do *software* específico (*UltraFoam*) é capaz de determinar, além da densidade real, a quantidade de poros abertos e fechados contidos na amostra de compósito analisado.

**Tabela 2** - Resultados de densidade real encontrados pela técnica Picnometria de Hélio.

Amostras	RTM 1	RTM 2	RTM 3	RTM 4	RTM 5	RTM 6	RTM 7
Densidade real (g/cm <sup>3</sup> )	1,586	1,570	1,618	1,611	1,584	1,619	1,567
Densidade máxima (g/cm <sup>3</sup> )	1,590	1,574	1,626	1,613	1,588	1,629	1,570
Densidade mínima (g/cm <sup>3</sup> )	1,581	1,566	1,611	1,609	1,580	1,609	1,564

Fonte: Elaborada pelo autor.

### 2.3 Digestão da matriz

Os resultados das porcentagens de volume de fibras e de volume de vazios presentes nas amostras de compósitos analisados, obtidos por meio da metodologia de digestão da matriz com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> são apresentados na Tabela 3. Estes dados foram determinados seguindo-se a norma ASTM D3171 - procedimento B, a partir das equações (3), (4) e (5) [10]. Para todos os cálculos foram considerados  $\rho_c = 1,524 \text{ g/cm}^3$  (valor teórico),  $\rho_m = 1,14 \text{ g/cm}^3$  e  $\rho_r = 1,78 \text{ g/cm}^3$ . Como pode ser observado, as porcentagens de vazios encontradas nas amostras apresentaram valores aceitos para estruturas aeronáuticas (até 2%) [4]. A metodologia de digestão da matriz (ASTM D3171) para a determinação das frações volumétricas de compósitos é uma das técnicas de caracterização mais citadas na literatura e, conseqüentemente, uma das mais aceitas e usadas no meio científico.

**Tabela 3** - Volumes de vazios e de fibras das amostras de compósitos NC2/RTM6.

Amostras	RTM 1	RTM 2	RTM 3	RTM 4	RTM 5	RTM 6	RTM 7
Volume de fibras (%)	63,62	63,73	63,38	63,43	72,17	73,37	62,64
Volume de vazios (%)	2,04	2,09	1,89	1,93	1,97	2,02	1,48

Fonte: Elaborada pelo autor.

### 3 Conclusões

A técnica baseada no Princípio de Arquimedes (ASTM C830) só foi capaz de determinar os vazios presentes na superfície do compósito e devido a isso o valor

encontrado foi relativamente baixo. Entretanto, a metodologia de Arquimedes pode ser perfeitamente utilizada para a determinação da densidade de compósitos poliméricos, uma vez que os valores de densidade determinados por essa técnica foram muito parecidos com os valores determinados pela técnica de picnometria de hélio. Em relação à técnica de digestão da matriz, as porcentagens de vazios encontradas nas amostras apresentaram valores aceitos para estruturas aeronáuticas (até 2%).

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem à FAPESP e ao CNPq pelos auxílios financeiros concedidos.

### **Referências**

- ALMEIDA, S.F.M.; NOGUEIRA NETO, Z.S. **Compos. Struct.** 1994, 28, 139.
- ASTM C830 - **Standard Test Methods for Apparent Porosity, Liquid Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Refractory Shapes by Vacuum Pressure.**
- ASTM D 3171 - **Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials.**
- COSTA, M.L.; ALMEIDA, S.F.M.; REZENDE, M.C. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 2001, 11, 182.
- COSTA, M.L.; REZENDE, M.C.; ALMEIDA, S.F.M., **Compos. Sci. Technol.** 2001, 61, 2101.
- GIOVEDI, C.; MARINUCCI, G.; ROUSE, P.R.; CLÁUDIO, A.L.L. in **Anais do 16º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Porto Alegre, 2004, Vol. 1.
- JEONG, H. **J Compos Mater.** 1997, 31, 276.
- MARINUCCI, G.; ANDRADE, A.H.P. in **Anais do 2º Materials Research Society Meeting**, Rio de Janeiro, 2003, Vol. 1.
- SAVAGE, G. **Carbon-carbon composites.** Chapman & Hall, London, 1993.
- STONE, D.E.; CLARK, B., **Non Destructive Testing.** 1975.