

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO POLITÉCNICO
CURSO DE BACHARELADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

JOSÉ MATEUS RODRIGUES RANGEL

RELAÇÃO ENTRE O PROCESSO DE CONSOLIDAÇÃO POR PRENSAGEM A
QUENTE, CONTEÚDO DE VAZIOS E A MORFOLOGIA DA MICROESTRUTURA
DE LAMINADOS DE LINHO/POLIPROPILENO.

Macaé
2023

JOSÉ MATEUS RODRIGUES RANGEL

RELAÇÃO ENTRE O PROCESSO DE CONSOLIDAÇÃO POR Prensagem a
QUENTE, CONTEÚDO DE VAZIOS E A MORFOLOGIA DA MICROESTRUTURA
DE LAMINADOS DE LINHO/POLIPROPILENO.

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentado no Instituto Politécnico da Uni-
versidade Federal do Rio de Janeiro - Cam-
pus Macaé como parte dos requisitos para
obtenção do grau de Bacharel em Engenha-
ria Mecânica.

Orientador: Dr. Henri Perrin

Co-orientador: Dr. Jullian Capelle

Macaé

2023

CIP - Catalogação na Publicação

R83r Rodrigues Rangel, José Mateus
 RELAÇÃO ENTRE O PROCESSO DE CONSOLIDAÇÃO POR
PRENSAGEM A QUENTE, CONTEÚDO DE VAZIOS E A
MORFOLOGIA DA MICROESTRUTURA DE LAMINADOS DE
LINHO/POLIPROPILENO. / José Mateus Rodrigues
Rangel. -- Rio de Janeiro, 2023.
 49 f.

 Orientador: Henri Perrin.
 Coorientador: Jullian Capelle.
Trabalho de conclusão de curso (graduação) -
Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto
Politécnico, Bacharel em Engenharia Mecânica, 2023.

 1. Materiais compósitos. 2. Fibras naturais. I.
Perrin, Henri, orient. II. Capelle, Jullian ,
coorient. III. Título.

OSÉ MATEUS RODRIGUES RANGEL

RELAÇÃO ENTRE O PROCESSO DE CONSOLIDAÇÃO POR Prensagem A
QUENTE, CONTEÚDO DE VAZIOS E A MORFOLOGIA DA MICROESTRUTURA
DE LAMINADOS DE LINHO/POLIPROPILENO.

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentado no Instituto Politécnicó da Uni-
versidade Federal do Rio de Janeiro - Cam-
pus Macaé como parte dos requisitos para
obtenção do grau de Bacharel em Engenha-
ria Mecânica.

Aprovado em ___ de _____ de _____

BANCA EXAMINADORA:

Professor Necesio Gomes Costa, D.Sc
<http://lattes.cnpq.br/8446018727550474>

Professora Elisa Pinto da Rocha, D.Sc
<http://lattes.cnpq.br/9030097744432901>

Professor Rudineli Demarque, D.Sc
<http://lattes.cnpq.br/3808161204518595>

Professor Habib Salomon D. Montoya, D.Sc
<http://lattes.cnpq.br/2085521343492246>

Dedico este trabalho à minha avó: Isabel Cristina, por todo seu apoio e ensinamentos. À toda a minha família. E ao meu amor, Luana Martins Leitão, pelo seu apoio incondicional quando eu mais precisei. Serei eternamente grato. Amo vocês.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, gostaria de agradecer ao LIST pela oportunidade que me foi dada.

Além disso, gostaria de expressar minha gratidão à equipe, cujo suporte técnico e acesso a recursos foram cruciais para a realização da pesquisa e obtenção de informações relevantes para o meu trabalho.

Por fim, gostaria de agradecer à minha família, aos meus amigos e à minha namorada Luana Martins, cujo amor, incentivo e paciência foram fundamentais durante todo esse processo. Vocês estiveram ao meu lado nos momentos de dúvida, me apoiaram nos momentos difíceis e comemoraram comigo cada sucesso. Seu apoio inabalável e incentivo constante foram a força motriz por trás da minha dedicação e determinação para concluir este trabalho.

*"Few are those who see with their
own eyes and feel with their own hearts."*

Albert Einstein

RESUMO

Este trabalho de conclusão de curso foi realizado no Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST), uma organização de pesquisa e tecnologia com sede em Luxemburgo. Os projetos desenvolvidos lá serão apresentados aqui e envolvem a determinação das características de materiais compostos reforçados com fibras de linho em uma matriz de polipropileno (PP). Os pontos abordados aqui serão a influência do método de produção de prensagem a quente sobre a porcentagem de poros e a morfologia da microestrutura gerada. Além do estudo das curvas de deslocamento geradas.

Palavras-chave: Caracterização. Materiais compósitos. Fibras naturais.

ABSTRACT

This final project was carried out at the Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST), a research and technology organisation based in Luxembourg. The projects developed there will be presented here and involve determining the characteristics of composite materials reinforced with flax fibres in a polypropylene (PP) matrix. The points addressed here will be the influence of the hot pressing production method on the percentage of pores and the morphology of the microstructure generated. In addition to the study of the displacement curves generated.

Keywords: Characterisation. Composite materials. Natural fibres.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diagrama mostrando as principais divisões de um material compósito .	16
Figura 2 – Estrutura das fibras vegetais	18
Figura 3 – Efeito da maturidade da planta (cânhamo) sobre as suas propriedades mecânicas	19
Figura 4 – Mecanismo de envelhecimento hidrotérmico	21
Figura 5 – Evolução da microestrutura em diferentes estágios de compressão.	22
Figura 6 – Ecorein	24
Figura 7 – Scanner de TC: (a) A amostra está no centro, o receptor de raios X à esquerda e a fonte à direita; (b) Visão geral do scanner de TC.	25
Figura 8 – Áreas de interesse estudadas em tomografia.	26
Figura 9 – Esquema de cálculo do diâmetro equivalente	27
Figura 10 – Exemplo de <i>thresholding</i> , desenvolvido com Python: (a) Imagem de microscópio óptico de uma amostra; (b) Imagem após o processamento e <i>thresholding</i>	27
Figura 11 – Montagem da experiência	29
Figura 12 – (a) Diferentes níveis de compressão das molas ; (b) Punch	30
Figura 13 – Empilhamento quasi isotrópico	31
Figura 14 – Esquema da prensagem à quente	31
Figura 15 – Diagrama das curvas de deslocamento do Punch e do plateau.	32
Figura 16 – Placas UD.	33
Figura 17 – Placas UD.	33
Figura 18 – Resultado do ensaio de TGA	34
Figura 19 – Curvas de compressão: empilhamento UD	35
Figura 20 – Curvas de compressão: empilhamento QI	36
Figura 21 – Ilustração do alinhamento de fibras UD	37
Figura 22 – Distribuição da espessura. Fibras de alinhamento UD	38
Figura 23 – Distribuição da espessura. Fibras de alinhamento QI	38
Figura 24 – Distribuição da espessura. Fibras de alinhamento UD para diferentes tempos de consolidação.	39
Figura 25 – Número de poros em escala macro - 170 °C - Cada barra representa um diâmetro equivalente de 50 μm	40
Figura 26 – Fração em volume. Escala macro - 170 °C	41
Figura 27 – Fração em volume. Escala macro - 180 °C	42
Figura 28 – Fração em volume. Escala macro - 190 °C	43

Figura 29 – Imagens 3D u-CT mostrando o tamanho e a distribuição dos poros no volume estudado para a temperatura de 190°C: (A) 0,55 bar; (B) 1 bar; (C) 2 bar; (D) 3 bar.	44
Figura 30 – Fração em volume. Escala meso - 170 °C.	45
Figura 31 – Fração em volume. Escala micro - 170 °C.	46

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química de algumas fibras vegetais	17
Tabela 2 – Comparação entre as propriedades mecânicas de diversas fibras.	20
Tabela 3 – Propriedades do EcoRein	24
Tabela 4 – Escalas usadas na tomografia.	26
Tabela 5 – Configuração do ensaio.	28
Tabela 6 – Montagem da experiência	29

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LIST	Luxembourg Institute of Science and Technology
NFRC	Natural Fiber Reinforced Composites
PP	Polipropileno
TGA	Thermogravimetric analysis

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1	CONSIDERAÇÕES GERAIS	15
2.2	AS FASES DE UM MATERIAL COMPÓSITO	15
2.3	CLASSIFICAÇÃO	15
2.4	COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA	16
2.5	AS FIBRAS NATURAIS	17
2.5.1	Componentes	17
2.5.1.1	Propriedade das fibras naturais	18
2.5.2	Aplicações	20
2.6	PRINCIPAIS FATORES QUE INFLUENCIAM AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DESTES MATERIAIS	20
2.6.1	Umidade e temperatura	20
2.6.2	Outros fatores	22
2.7	TGA - ANÁLISE TERMO GRAVIMÉTRICA	22
2.8	PESQUISA ANTERIOR	22
3	MATERIAIS E MÉTODOS	24
3.1	MATERIAL	24
3.2	MICRO TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA ($\mu - CT$)	24
3.2.1	Tratamento dos dados	26
3.3	HOT PRESS MOLDING (PRENSAGEM À QUENTE)	28
3.3.1	Configuração do experimento	28
3.3.2	Tratamento dos dados	32
3.4	MEDIÇÃO DA ESPESSURA	33
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
4.1	TGA	34
4.2	CURVAS DE COMPRESSÃO	35
4.3	MEDIÇÃO DA ESPESSURA	38
4.3.1	Microestrutura em escala Macro - UD	40
4.3.2	Microestrutura em escala Meso - UD	45
4.3.3	Microestrutura em escala Micro - UD	46
5	CONCLUSÃO	47

5.1	PERSPECTIVAS DE TRABALHOS FUTUROS	47
	REFERÊNCIAS	48

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a busca por materiais sustentáveis e ecologicamente corretos tem se tornado uma prioridade na indústria e na pesquisa científica. Nesse cenário, as fibras naturais emergiram como uma alternativa promissora às fibras sintéticas tradicionalmente utilizadas em uma ampla gama de aplicações industriais, desde a construção até a indústria automobilística e têxtil. As fibras naturais, obtidas a partir de fontes renováveis como plantas, oferecem uma série de vantagens, como biodegradabilidade, menor impacto ambiental em sua produção e excelente relação resistência-peso. A produção de fibras naturais através do método de prensagem a quente emerge como uma promissora abordagem na busca por alternativas ecologicamente conscientes para diversas aplicações industriais.

A prensagem a quente, também conhecida como termo-prensagem, é um processo que envolve a aplicação de calor e pressão a matérias-primas naturais, resultando na produção de fibras compactas e resistentes. Este método oferece inúmeras vantagens, tais como a redução do consumo de energia em comparação com técnicas tradicionais, maior eficiência na utilização de recursos naturais e menor geração de resíduos. A produção de fibras naturais por meio da prensagem a quente não apenas se alinha com as crescentes preocupações ambientais, mas também abre possibilidades inovadoras em setores que vão desde a construção até a indústria automobilística, por esse motivo, o (LIST), em parceria com a B-PREG, uma start-up que patenteou a produção de produtos semiacabados de NFRC, criou o projeto NATALINA, cujo objetivo é combinar rentabilidade, durabilidade e desempenho para que as aplicações semi-estruturais possam ser aplicadas ao setor de transportes.

Com esse problema em mente, esse trabalho envolve a caracterização em várias escalas de materiais compostos reforçados com fibras de linho e, mais especificamente, a influência do método de produção de prensagem a quente na morfologia e no conteúdo dos poros com o objetivo de identificar como os parâmetros de entrada - pressão, temperatura e tempo de consolidação - vão influenciar na qualidade desses materiais.

Os experimentos foram realizados em três temperaturas de homogeneização: 170, 180 e 190°C. Para cada temperatura, foram testadas quatro pressões de consolidação diferentes: 0,55, 1, 2 e 3 bar. A microestrutura foi analisada por meio de tomografia de raios X em três escalas diferentes: macro, meso e micro.

Essa caracterização é crucial para a compreensão e a otimização dos processos de fabricação. Essas informações são fundamentais para garantir o desempenho e a durabilidade desses produtos.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Os materiais compósitos são definidos como materiais que são uma combinação de dois ou mais materiais com diferentes propriedades químicas e físicas, que, quando combinados, criam um material específico para um determinado tipo de trabalho. Ao melhorar as propriedades do material, obtém-se um material mais leve, mais resistente ou qualquer outra característica que melhor se adapte à situação em questão (BERTHELOT J. M., 2010).

Esses materiais têm vantagens como leveza, alta resistência à tração, resistência mecânica e rigidez. Por outro lado, eles têm desvantagens. Os materiais compostos são sensíveis aos raios UV, à umidade e à temperatura e têm resistência ao fogo muito baixa (BERTHELOT J. M., 2010).

2.2 AS FASES DE UM MATERIAL COMPÓSITO

Anteriormente, foi dito que os materiais compostos são uma combinação de dois ou mais materiais. De fato, cada componente diferente de um composto é chamado de fase. Essencialmente, há duas fases: os reforços e a matriz (BERTHELOT J. M., 2010).

A principal característica dos reforços é garantir a resistência mecânica às tensões e a função da matriz é garantir a coesão entre os reforços dividindo as tensões aplicadas (BERTHELOT J. M., 2010).

2.3 CLASSIFICAÇÃO

Eles são classificados como compósitos de fibra e compósitos de partículas. Como esta pesquisa bibliográfica trata de compostos reforçados com fibras naturais, não discutiremos os compósitos de partículas. Se o reforço estiver na forma de fibras, o composto será classificado como um composto de fibra. As fibras podem ser longas ou curtas (BERTHELOT J. M., 2010).

Os compostos de fibra longa têm um comportamento bastante anisotrópico porque as fibras estão alinhadas em uma direção, ou seja, são colocadas de forma orientada e ordenada em uma matriz isotrópica. Já os compósitos de fibras curtas são colocados aleatoriamente em uma matriz isotrópica, o que garante que seu comportamento mecânico macroscópico seja isotrópico (BERTHELOT J. M., 2010).

Essas fibras são montadas principalmente em dois tipos: laminado ou sanduíche.

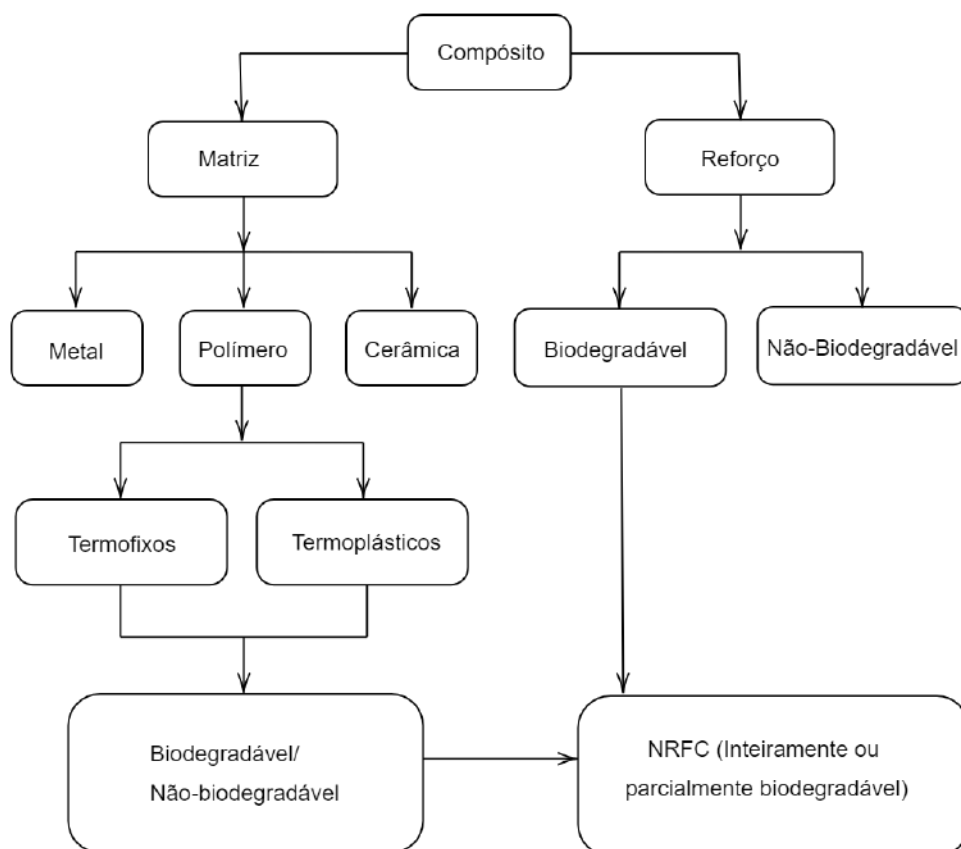
2.4 COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

A finalidade de um polímero, quando combinado com um material compósito fibroso, neste caso, fibras naturais, é unir as fibras naturais e protegê-las contra as diversas agressões ambientais e alterações químicas que afetam as fibras (KUMAR, S. ET AL, 2022). Há dois tipos de polímeros, um termoplástico e outro termofixo.

Os polímeros termoplásticos são caracterizados pelo fato de se deformarem facilmente quando aquecidos e fixarem a forma desejada quando resfriados. Os termofixos são caracterizados pelo endurecimento irreversível quando aquecidos.

Os termoplásticos têm baixa molhabilidade e alta viscosidade superficial em altas temperaturas, enquanto os polímeros termofixos têm baixa viscosidade, o que resulta em umedecimento das fibras. Pode-se visualizar melhor a relação entre polímeros e materiais compósitos reforçados de fibras naturais na Figura 1.

Figura 1 – Diagrama mostrando as principais divisões de um material compósito



Fonte: Modificado de BALEY CHRISTOPHE, (2005)

2.5 AS FIBRAS NATURAIS

De acordo com BALEY CHRISTOPHE (2005), as fibras naturais são divididas em três tipos, em relação às suas origens:

- $$\left\{ \begin{array}{l} 1. \text{ Fibras vegetais} \\ 2. \text{ Fibras animais} \\ 3. \text{ Fibras minerais} \end{array} \right.$$

1. Fibras vegetais: Fibras liberianas extraídas de caules de plantas (linho, cânhamo, juta, rami); fibras duras extraídas de folhas (sisal), troncos (cânhamo de Manila), cascas de frutas (coco) etc. ;
2. Fibras animais: Cabelos, como lã de animais, e secreções, como seda ;
3. Fibras minerais: Amianto.

2.5.1 Componentes

Basicamente, as fibras vegetais são compostas de pectina, hemicelulose e celulose, esta última sendo o único componente a apresentar uma forma cristalina, o que confere à fibra propriedades termomecânicas interessantes. A Tabela 1 mostra o teor de pectina, hemicelulose e celulose nas principais fibras naturais utilizadas. As fibrilas de celulose estão dispostas em uma hélice em um ângulo chamado ângulo microfibrilar (BALEY CHRISTOPHE, 2005).

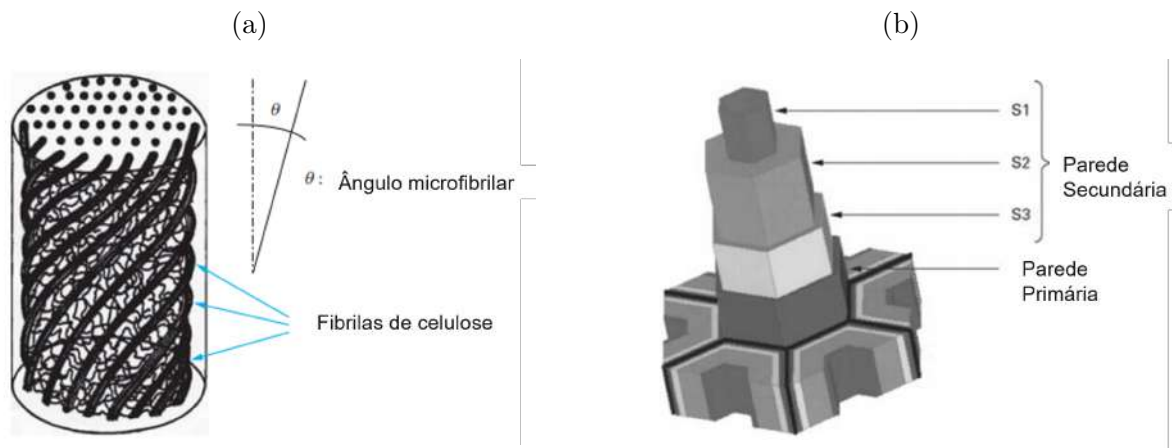
Tabela 1 – Composição química de algumas fibras vegetais

Fibra	Pectina	Hemicelulose	Celulose
Linho	6 ± 3	7 ± 3	82 ± 5
Cânhamo	2, 5	5,5	78,3
Juta	0,2	12	64,4
Sisal	0,8	12	65,8

Fonte: BALEY CHRISTOPHE, 2005

A estrutura da fibra vegetal é essencialmente composta por uma parede primária e uma parede secundária. A parede secundária é composta de camadas (Figura 2b): S1, S2, S3, sendo a camada S2 a mais espessa.

Figura 2 – Estrutura das fibras vegetais



Fonte: Modificado de BALEY CHRISTOPHE, 2005

O comportamento termomecânico de cada fibra varia de acordo com a composição química e também com a sua estrutura. Podemos citar, de acordo com A.K. BLEDZKI and J. GASSAN (1999), como as principais estruturas e composições influem as propriedades físicas e mecânicas.

- A rigidez da fibra aumenta com o teor de lignina;
- O módulo de Young aumenta com o teor de celulose;

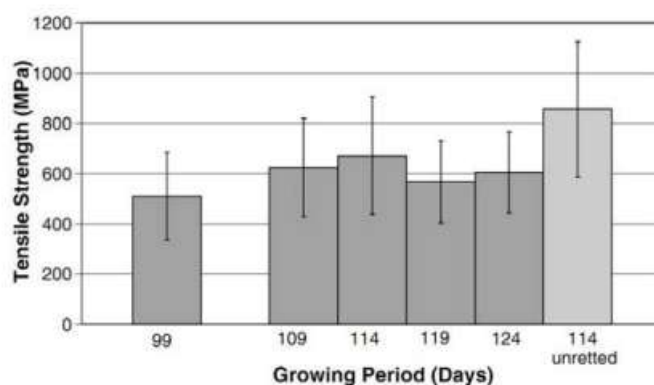
2.5.1.1 Propriedade das fibras naturais

Os pesquisadores e fabricantes estão muito interessados nas fibras naturais como alternativas às fibras sintéticas para reforçar os compostos. Elas têm o potencial de igualar ou até mesmo superar as propriedades específicas (ou seja, propriedades relacionadas à densidade) das fibras sintéticas, como as fibras de vidro (A. ASHORI.,2008). No entanto, o fato de ocorrerem naturalmente significa que há uma grande variabilidade entre as plantas da mesma plantação, o que explica em parte a grande quantidade de informações, às vezes inconsistentes, na literatura. Essa particularidade foi demonstrada em 1989, usando componentes derivados da madeira. O módulo de Young máximo de 250 GPa, calculado teoricamente para os cristalitos (ou seja, os constituintes da madeira que sofreram o maior nível de extração), excede em muito o módulo de 70 GPa das microfibrilas de madeira, que por sua vez é maior do que o módulo de 10 GPa da madeira.

As propriedades das fibras naturais são, portanto, um importante tópico de debate na literatura, especialmente porque essa variabilidade é acompanhada por diferentes métodos de extração de fibras usados em diferentes estudos (feixes de fibras, fibras únicas etc.), bem como por técnicas de medição que variam muito de uma equipe de pesquisa para outra, como a tração uniaxial em fibras únicas ou a nanoindentação acoplada a um modelo de elementos finitos.

O processo de extração, o método de cultivo e o estágio de maturidade da planta antes da extração da fibra desempenham um papel determinante na formação de sua estrutura, na sua composição química e, conseqüentemente, nas suas propriedades termomecânicas. De acordo com estudos realizados por K.L. PICKERING ET AL.(2007) mostram que há um estágio ideal de maturidade para a planta, o que permite obter o máximo de propriedades da fibra, como mostra a Figura 3.

Figura 3 – Efeito da maturidade da planta (cânhamo) sobre as suas propriedades mecânicas



Fonte: K.L. PICKERING ET AL.(2007)

A Tabela 2 elenca as propriedades das principais fibras utilizadas em compósitos com matrizes poliméricas. A grande diversidade nas características das fibras vegetais pode ser explicada pela multiplicidade de fatores identificados nesta seção, como o método de extração, o processo de envelhecimento e a estrutura e composição química.

Tabela 2 – Comparação entre as propriedades mecânicas de diversas fibras.

Tipo	Fibra	E(GPa)	ε_r (%)	σ_m (Mpa)	Densidade
Fibras sintéticas	Vidro	72 à 73	3 à 4,6	2000 à 3400	2,54
	Carbono	230 à 825	0,3 à 1,5	2350 à 3530	1,7 à 2
	Aramida	124	2,9	3620	1,44
Fibras vegetais	Linho	12 à 85	1 à 4	600 à 2000	1,54
	Cânhamo	35	1,6	389	1,07
	Juta	26,5	1,5 à 1,8	393 à 773	1,44
	Algodão	5,5 à 12,6	7 à 8	287 à 597	1,5 à 1,6
	coco	4 à 6	15 à 40	131 à 175	1,15
Fibras animais	bicho-da-seda	5 à 16	15 à 18	200 à 650	-
	Aranha	7	30	600	-

Fonte: BALEY, CHRISTOPHE., 2005

2.5.2 Aplicações

Os materiais compósitos reforçados com fibras naturais têm sido aplicados em uma variedade de campos, incluindo construção, transporte, componentes de aeronaves e até mesmo nos setores biomédicos. Isso se deve ao fato de eles oferecerem várias vantagens, como leveza, bom isolamento acústico, propriedades mecânicas interessantes e biodegradabilidade, um de seus benefícios mais notáveis. Um dos principais objetivos dos fabricantes ao usar NFRCs é obter baixo custo e peso reduzido. É por isso que ele é tão amplamente estudado para aplicação em veículos. (KUMAR, S. ET AL., 2022)

2.6 PRINCIPAIS FATORES QUE INFLUENCIAM AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DESTES MATERIAIS

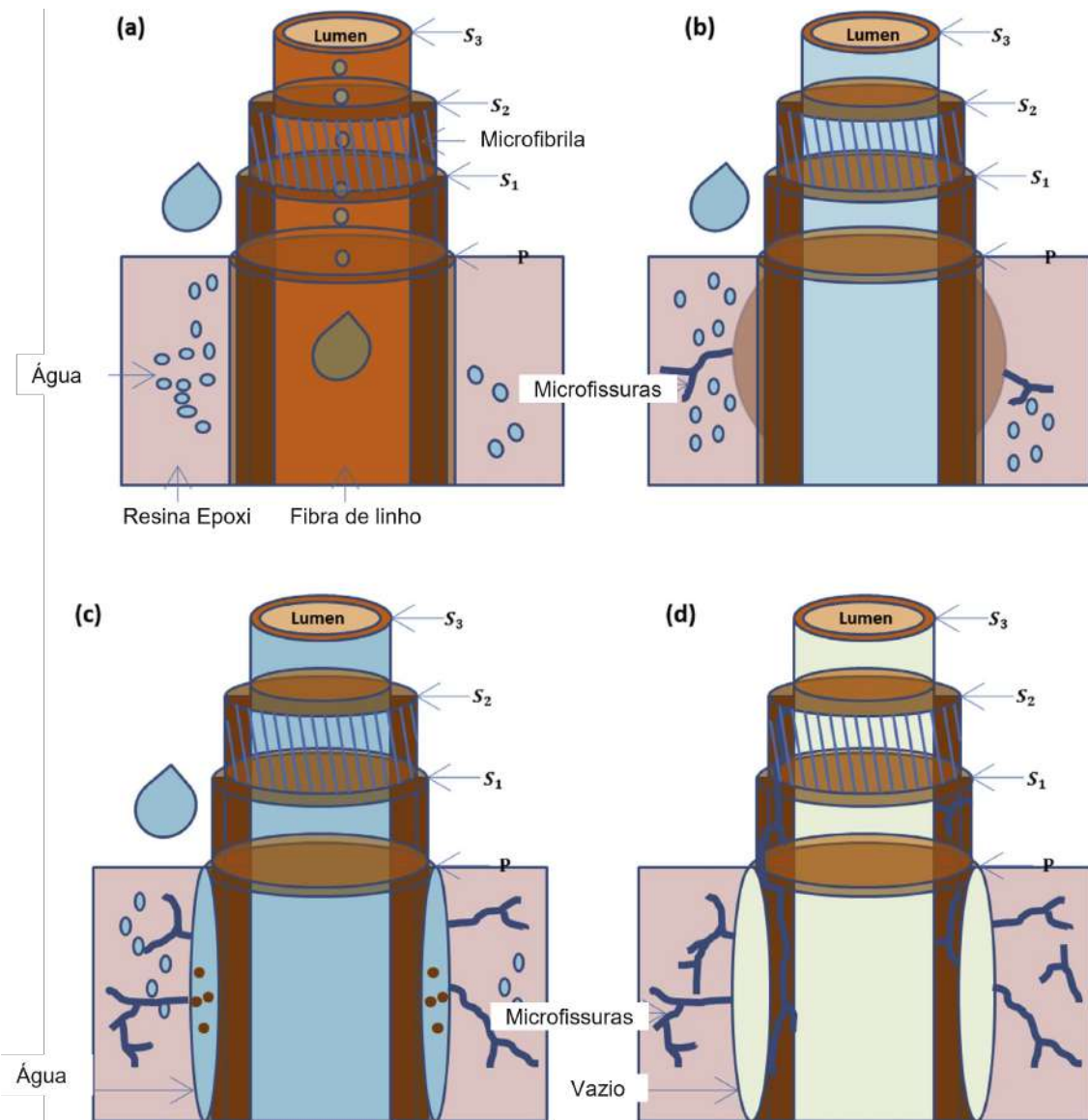
2.6.1 Umidade e temperatura

O envelhecimento hidrotérmico ocorre quando o material é submetido a um ambiente em que a temperatura e a umidade relativa são controladas durante um período de tempo. Esse processo pode levar a uma série de alterações físicas e químicas no material, o que pode resultar em uma redução significativa de suas propriedades mecânicas.

De acordo com Li, Y., & Xue, B. (2016) , o mecanismo de envelhecimento começa quando a água se infiltra no material compósito por difusão na matriz, por capilaridade na interface fibra-matriz e atinge o interior da fibra. A absorção de água faz com que a fibra se expanda (a fibra começa a inchar). Essa expansão faz com que a matriz rache ao redor da fibra. Com o tempo, as pectinas e hemiceluloses começam a se dissolver, levando à delaminação na interface fibra-matriz.

Por fim, o comportamento diferente de inchaço de cada camada de fibra leva à divisão e ao desprendimento da fibra. Esse mecanismo é mostrado na Figura 4.

Figura 4 – Mecanismo de envelhecimento hidrotérmico



Fonte: Modificado de Li, Y., & Xue, B. (2016)

2.6.2 Outros fatores

Ao impregnar o reforço de fibra com a matriz de polímero líquido, é essencial remover efetivamente o ar e outros gases presentes. As bolhas de ar podem ficar presas na matriz de polímero e se transformar em poros durante o processo de cura. A aplicação de pressão durante o processo de cura do pré-impregnado é importante para garantir que as camadas de fibra sejam comprimidas corretamente. Se a pressão aplicada for insuficiente, poderá haver fluxo insuficiente de resina e expulsão de gás, resultando na formação de poros. A presença de contaminantes, como a umidade, pode afetar a qualidade da interface entre a matriz de polímero e as fibras de reforço. Isso pode levar à formação de poros durante o processo de polimerização do pré-impregnado (MEHDIKHANI Mahoor ET AL, 2018).

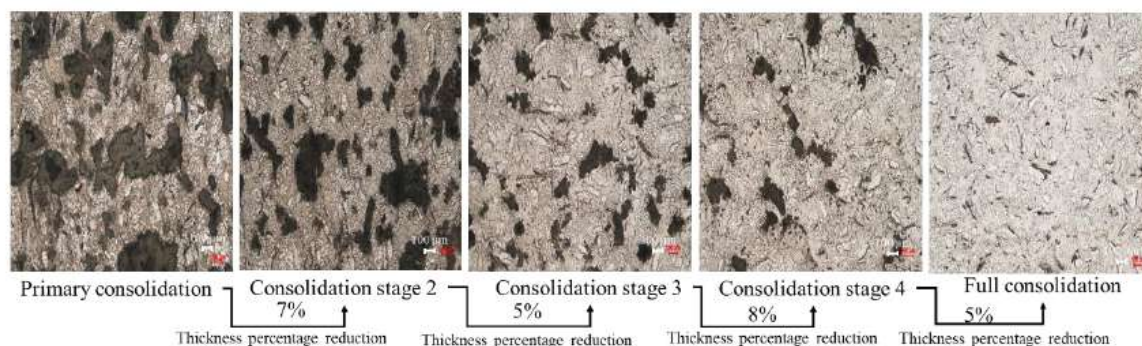
2.7 TGA - ANÁLISE TERMO GRAVIMÉTRICA

A análise termo gravimétrica se baseia no estudo da variação da massa de uma amostra resultante de uma transformação física (sublimação, evaporação, condensação) ou química (degradação, decomposição, oxidação) em função do tempo ou da temperatura. Esta análise deve ser realizada em uma atmosfera controlada, que pode ser inerte (nitrogênio ou argônio) ou oxidante, dependendo do que se deseja investigar. A escolha da atmosfera dependerá das condições reais de uso do material composto (BERTHELOT J. M., 2010).

2.8 PESQUISA ANTERIOR

(BODAGHI, MASOUD ET AL.,2023) trabalharam na evolução da morfologia na fabricação de materiais compostos reforçados com fibras de linho. Eles também estudaram a relação entre a morfologia e a condutividade térmica em diferentes níveis de compressão.

Figura 5 – Evolução da microestrutura em diferentes estágios de compressão.



Fonte: BODAGHI, MASOUD ET AL.(2023)

A sua pesquisa conseguiu reduzir o teor de poros somente através de 5 estágios de consolidação, no qual o máximo foi de 25%. O atual trabalho é uma continuação do trabalho feito por BODAGHI, MASOUD ET AL.(2023), na qual é buscado a otimização do processo de fabricação sem os diferentes estágios de consolidação.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

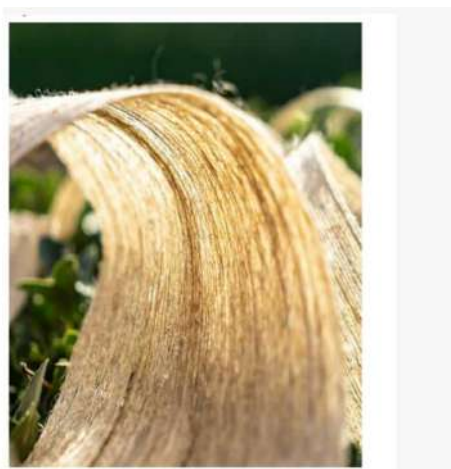
O material estudado é um tecido de linho/polipropileno (PP) unidirecional pré-consolidado, Ecorein, fornecido pela BPREG, cujas propriedades estão resumidas na Tabela 3. O material é mostrado na Figura 6.

Tabela 3 – Propriedades do EcoRein

Supplier	Fibra (wt%)	Polímero	Espessura consolidada (mm)	Largura (cm)	Densidade superficial (g/m^2)
BPREG	50	Polipropileno (PP)	0.3	60	300

Fonte: BODAGHI, MASOUD ET AL.(2023)

Figura 6 – Ecorein



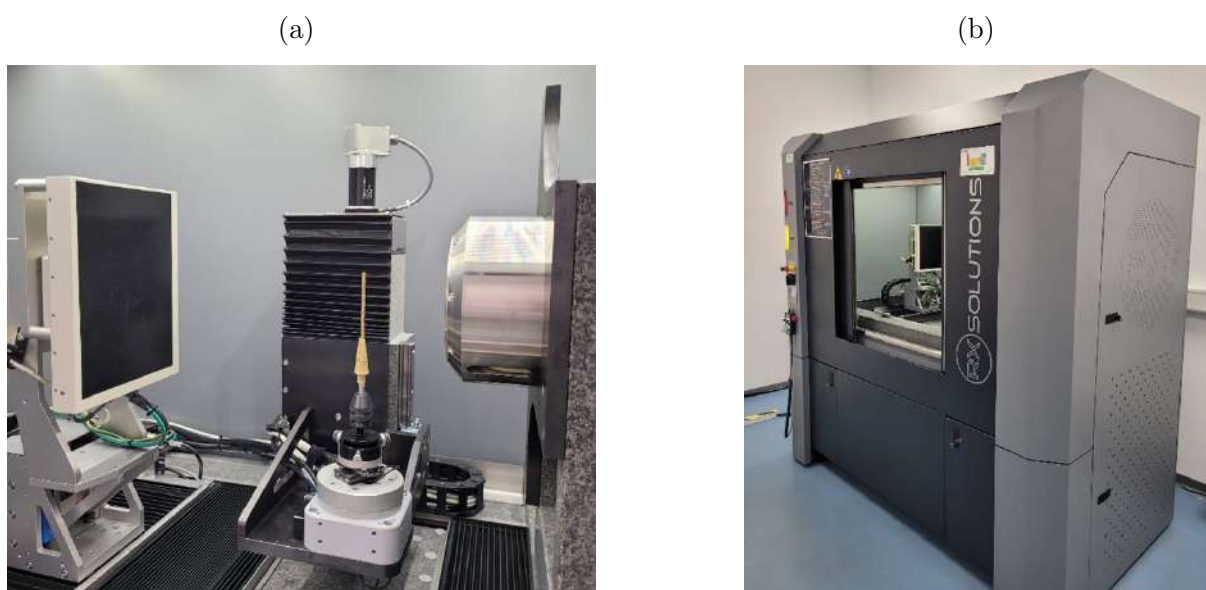
Fonte: BODAGHI, MASOUD ET AL.(2023)

3.2 MICRO TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA ($\mu - CT$)

Essa é uma técnica que fornece uma série de informações sobre um material composto. Ela pode ser usada para quantificar parâmetros importantes, como porosidade, densidade e o tamanho das fibras ou partículas presentes no material.

Ele funciona com base em um princípio muito simples: o material a ser estudado é colocado entre uma fonte de raios X e um detector sensível à radiação. Com base nas informações coletadas pelos detectores, um computador executa cálculos complexos para reconstruir uma série de imagens transversais (também conhecidas como "fatias") da área em exame. Essas imagens representam fatias finas do material em diferentes profundidades. As imagens de seção transversal são combinadas por um software especializado para criar uma imagem 3D da área examinada. Essa imagem pode ser visualizada em diferentes planos (X, Y, Z) para fornecer uma visão geral das estruturas do material que está sendo estudado.

Figura 7 – Scanner de TC: (a) A amostra está no centro, o receptor de raios X à esquerda e a fonte à direita; (b) Visão geral do scanner de TC.



Fonte: Autor

A análise da tomografia computadorizada foi realizada em três escalas: Macro, Meso e Micro, que descrevem diferentes níveis de observação e análise, como mostrado na Tabela 4. Essas escalas dependem do tamanho da resolução das imagens em 3D, dada pelos voxels. Voxel significa "elemento de volume". É um termo usado em imagens tridimensionais (3D) para representar um elemento de volume em uma grade regular. Semelhante a um pixel em imagens bidimensionais, um voxel é a menor unidade de representação volumétrica em uma imagem 3D.

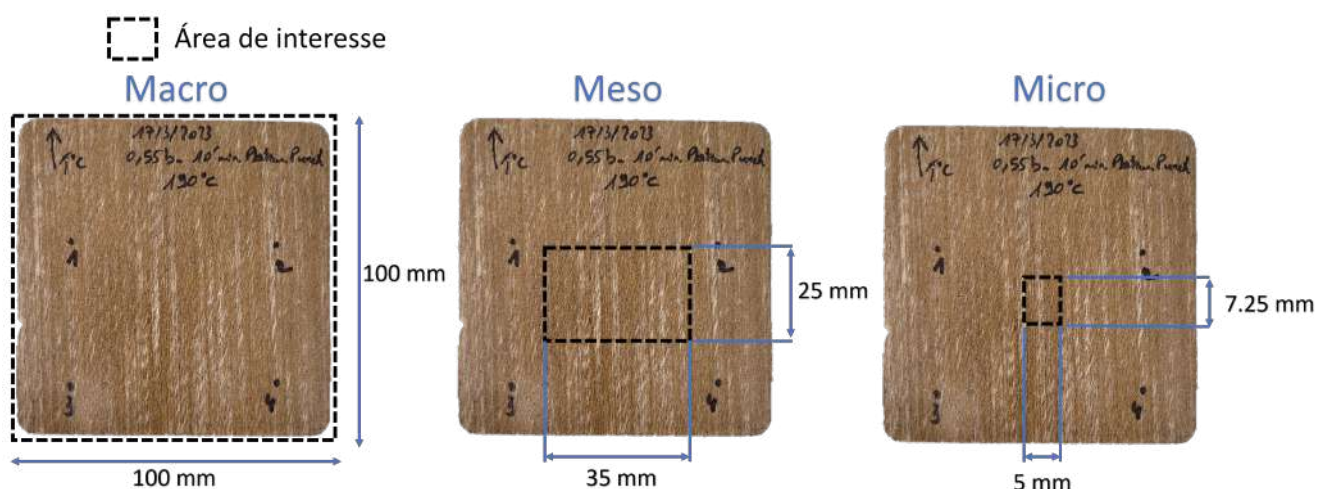
E, para reduzir a resolução, foi necessário reduzir a área de interesse no material para a escala desejada, conforme é mostrado na Figura 8.

Tabela 4 – Escalas usadas na tomografia.

Escala	Tamanho dos Voxels [μm]
Macro	86.12
Meso	20.04
Micro	4

Fonte: Autor

Figura 8 – Áreas de interesse estudadas em tomografia.



Fonte: Autor

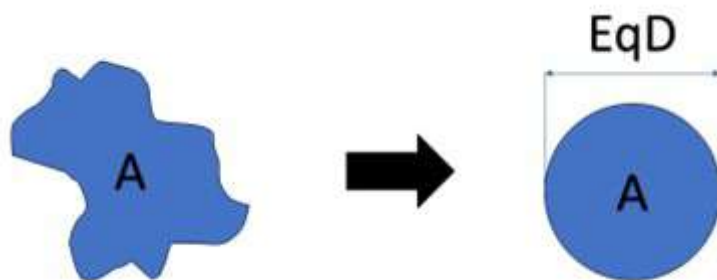
3.2.1 Tratamento dos dados

Conforme mencionado acima, as imagens 2D geradas são reunidas para gerar uma imagem 3D do material em estudo. O objetivo da tomografia computadorizada é justamente estudar a morfologia da microestrutura do material, ou seja, a distribuição dos poros, o tamanho dos poros (área de superfície e volume) e assim por diante. Para isso, é necessário entender como o software calcula essas informações. O diâmetro equivalente, referido aqui como EqD, é calculado tomando-se a área de superfície de qualquer poro e igualando-a à área de superfície de um círculo de diâmetro EqD (Figura 9).

$$A = \frac{\pi \cdot EqD^2}{4} \quad (3.1)$$

$$EqD = 2 \cdot \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (3.2)$$

Figura 9 – Esquema de cálculo do diâmetro equivalente



Fonte: Autor

A área de superfície de cada poro é calculada em cada imagem 2D. A imagem é segmentada para separar os poros do restante da imagem. Várias técnicas de segmentação podem ser usadas, como o *thresholding*. Após a segmentação, é obtida uma imagem binária na qual os poros são representados por pixels pretos (valor máximo) e o restante da imagem por pixels brancos (valor mínimo). O número de pixels pretos na imagem é então contado e multiplicado pela área de cada pixel na imagem original. A área de cada pixel depende da resolução da imagem e pode ser calculada dividindo-se a área total da imagem pelo número total de pixels. A Figura 10 ilustra o processo de *thresholding*.

Figura 10 – Exemplo de *thresholding*, desenvolvido com Python: (a) Imagem de microscópio óptico de uma amostra; (b) Imagem após o processamento e *thresholding*.



Fonte: Autor

Em relação ao volume, ele corresponde ao número de voxels em um objeto. Sabendo o número de voxels em um poro, basta multiplicar essa quantidade pelo volume de um único poro.

$$Volume3D = N \text{ de Voxels} \cdot (cx \cdot cy \cdot cz) \quad (3.3)$$

3.3 HOT PRESS MOLDING (PRENSAGEM À QUENTE)

A produção de compósitos usando o processo de Moldagem por Prensagem a Quente envolve o uso de calor e pressão para derreter e compactar o material. A prensa utilizada foi a prensa manual CARVER 4386.

3.3.1 Configuração do experimento

O experimento foi realizado testando quatro pressões diferentes em cada temperatura por 10 minutos (tempo de consolidação), conforme mostrado na Tabela 5.

Tabela 5 – Configuração do ensaio.

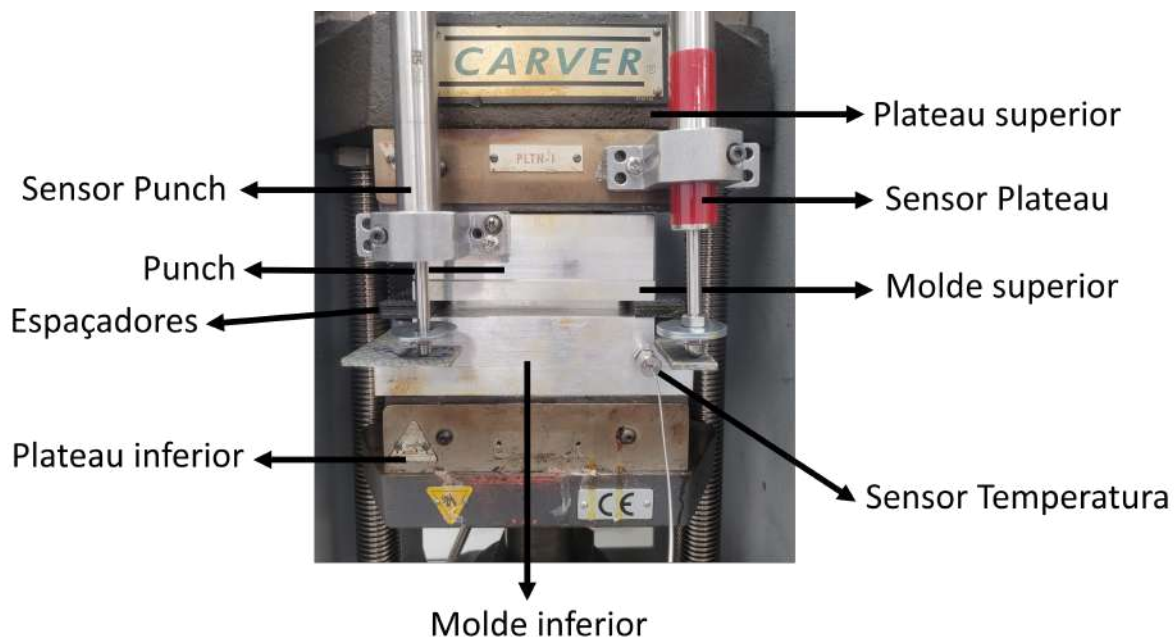
T [°C]	0.55 bar	1 bar	2 bar	3 bar
170	X	X	X	X
180	X	X	X	X
190	X	X	X	X

Fonte: Autor

O conjunto consiste basicamente no molde, no sensor de temperatura e nos sensores de deslocamento do Punch e do plateau. O sensor de deslocamento do Punch é usado para estudar a compressão do material durante o experimento, e o deslocamento do plateau é importante para identificar o início da compressão, que começa quando o plateau se move a uma velocidade constante. O sensor de temperatura nos permite controlar a temperatura desejada no molde durante o experimento.

Para aplicar as pressões desejadas, usamos uma combinação de molas específicas divididas em diferentes grupos de cores (amarelo, azul e verde). Cada cor representa uma rigidez diferente, conforme mostrado na Tabela 6.

Figura 11 – Montagem da experiência



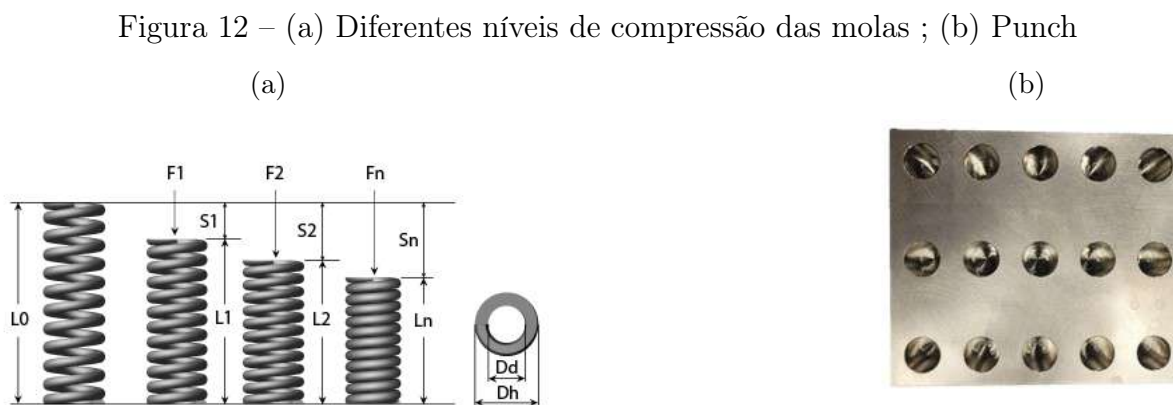
Fonte: Autor

Tabela 6 – Montagem da experiência

Mola	Rigidez [N/mm]	S1 [mm]	Força em S1 [N]
Amarelo	89.10	4.80	428.00
Azul	37.20	6.40	238.00
Verde	22.90	8.00	183.00

Fonte: Autor

As molas são montadas no Punch, que tem 15 furos para acomodá-las, em uma determinada configuração e quantidade para obter a pressão desejada. A força usada está relacionada ao deslocamento S1, ou seja, à força F1.



Fonte: Autor

Primeiro, o material foi cortado com uma matriz nas dimensões do molde (100 x 100 mm). Após o corte, é necessário secar as folhas pré-impregnadas para reduzir o teor de umidade. Em seguida, de acordo com (BODAGHI, MASOUD ET AL.,2023), o material deve ser aquecido a uma temperatura constante de 80°C por pelo menos 12 horas para reduzir o teor de umidade. Feito isso, a próxima etapa é fazer o empilhamento desejado. Foram realizados dois tipos de empilhamento: unidirecional (UD) e quase isotrópico (QI), ambos com 9 camadas.

O empilhamento quase isotrópico (QI), ilustrado na Figura 13, refere-se a uma disposição de camadas ou estruturas em que as propriedades físicas ou mecânicas são aproximadamente iguais em todas as direções. Isso significa que, quando você olha para a estrutura em qualquer direção, as propriedades são semelhantes ou isotrópicas nessa direção específica.

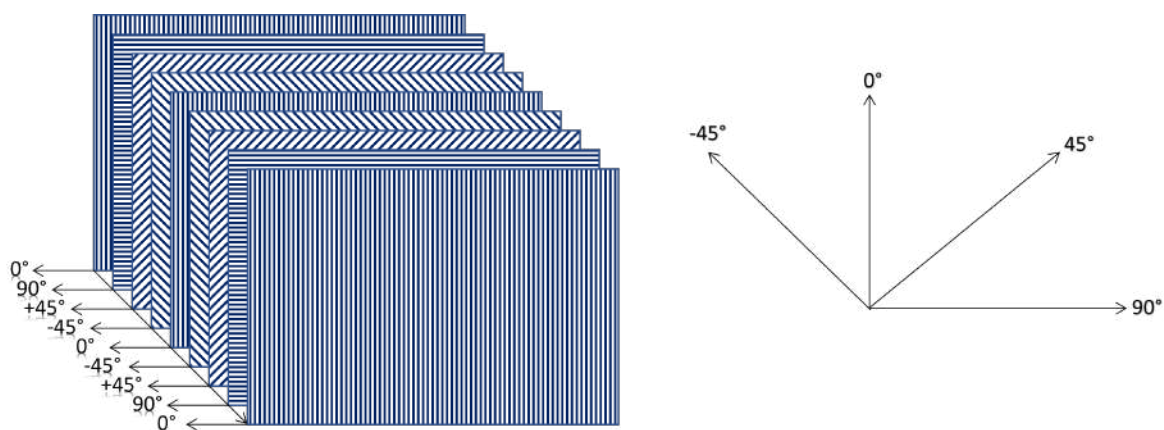
Este tipo de empilhamento é frequentemente utilizado em setores como a indústria aeroespacial e a fabricação de componentes estruturais, onde a resistência e a rigidez são críticas e as forças podem atuar em diferentes direções. Isso permite que os materiais compostos ou estruturas laminadas atendam às exigências de projeto com eficácia, mantendo um desempenho consistente em diversas situações.

O empilhamento unidirecional (UD) é comum quando se deseja otimizar a resistência e a rigidez em uma direção específica, mas não é necessário ou desejável ter propriedades iguais em todas as direções. O empilhamento unidirecional é eficaz para suportar cargas que atuam principalmente ao longo da direção das fibras, tornando-o útil em aplicações onde a resistência em uma única direção é crítica.

As placas unidirecionais foram feitas empilhadas na direção 0°, com o mesmo número de camadas.

Após o empilhamento, o molde é fechado e dois espaçadores são colocados em cada lado para que o material possa ser aquecido sem ser comprimido. Quando a temperatura adequada é atingida, o material é aquecido por 5 minutos (tempo de homogeneização).

Figura 13 – Empilhamento quasi isotrópico

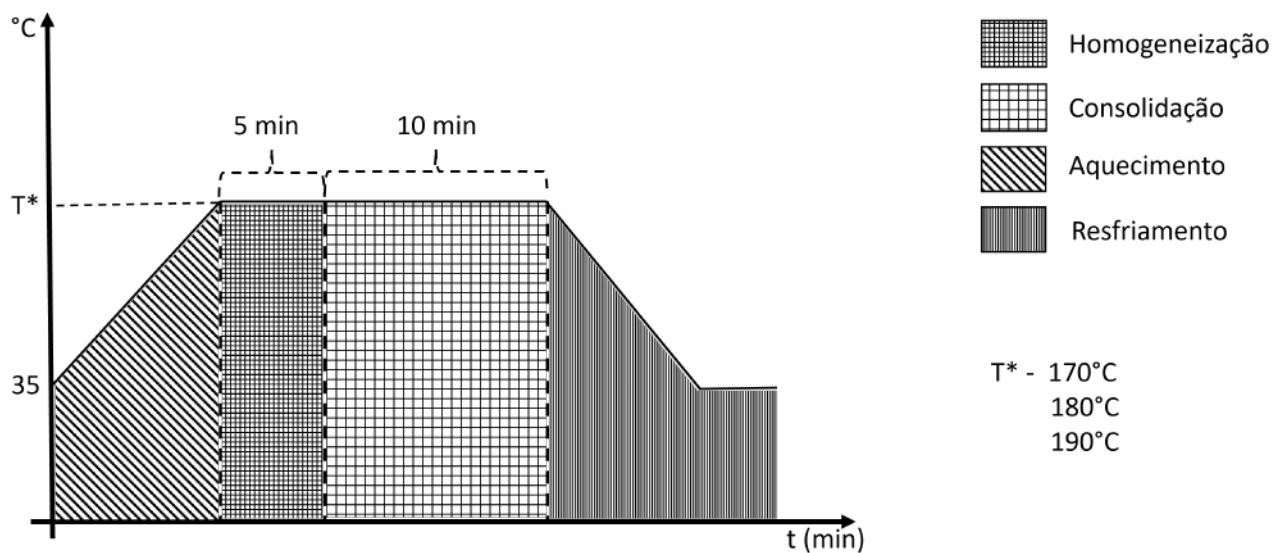


Fonte: Autor

Após esse tempo, os espaçadores são removidos e a plateau inferior é elevado até que as molas toquem o plateau superior (fixo) e a compressão começa.

O plateau inferior é mantido nessa posição por 10 minutos (tempo de consolidação). Depois que a pressão é aplicada, o conjunto é resfriado lentamente até a temperatura ambiente (Figura 14).

Figura 14 – Esquema da prensagem à quente

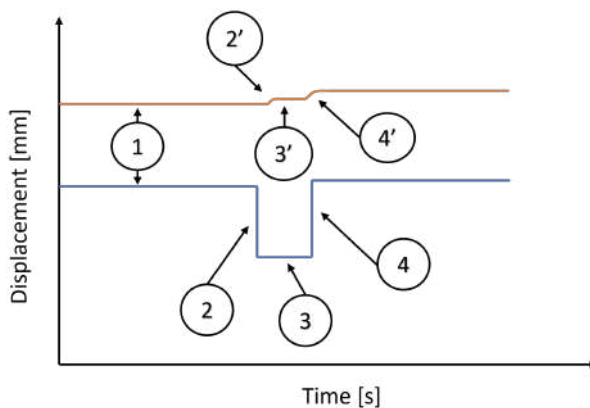


Fonte: Autor

3.3.2 Tratamento dos dados

As informações dos sensores de deslocamento do Punch e do plateau são coletadas por um registrador de dados. Os dados são então processados para traçar as curvas de compressão (deslocamento do Punch). Para traçar essas curvas, é necessário encontrar o início da compressão, sem levar em conta a compressão inicial devido ao peso do molde inferior e do Punch.

Figura 15 – Diagrama das curvas de deslocamento do Punch e do plateau.



Fonte: Autor

A Figura 15 mostra os diferentes estágios do experimento. A curva azul representa o deslocamento do plateau e a curva laranja, o deslocamento do Punch.

Na zona (1), o molde é aquecido, enquanto o deslocamento do plateau inferior e do Punch permanece constante ao longo do tempo. Após o tempo de homogeneização, o plateau inferior é abaixado (2) e os espaçadores são removidos. Quando os espaçadores são removidos, o peso do molde superior mais o Punch exerce pressão sobre o material (2'), o que é visível em (2'). Depois que os espaçadores são removidos, o plateau inferior para por alguns segundos (3). Isso significa que o deslocamento do Punch não muda com o tempo (3'). O plateau inferior é então levantado (4) e a compressão começa. Dito isso, a escolha do início da compressão é a zona (3').

A Figura 16 nos dá uma ideia visual do efeito da temperatura e da pressão na peça final. Podemos ver que as placas feitas com pressão e temperatura mais altas têm melhor impregnação.

Figura 16 – Placas UD.



Fonte: Autor

3.4 MEDIÇÃO DA ESPESSURA

Foi realizado a medição da espessura em 4 pontos distribuídos na superfície da placa com o auxílio de um micrômetro e depois calculado a média aritmética entre esses pontos. Conforme ilustrado na Figura 17.

Figura 17 – Placas UD.



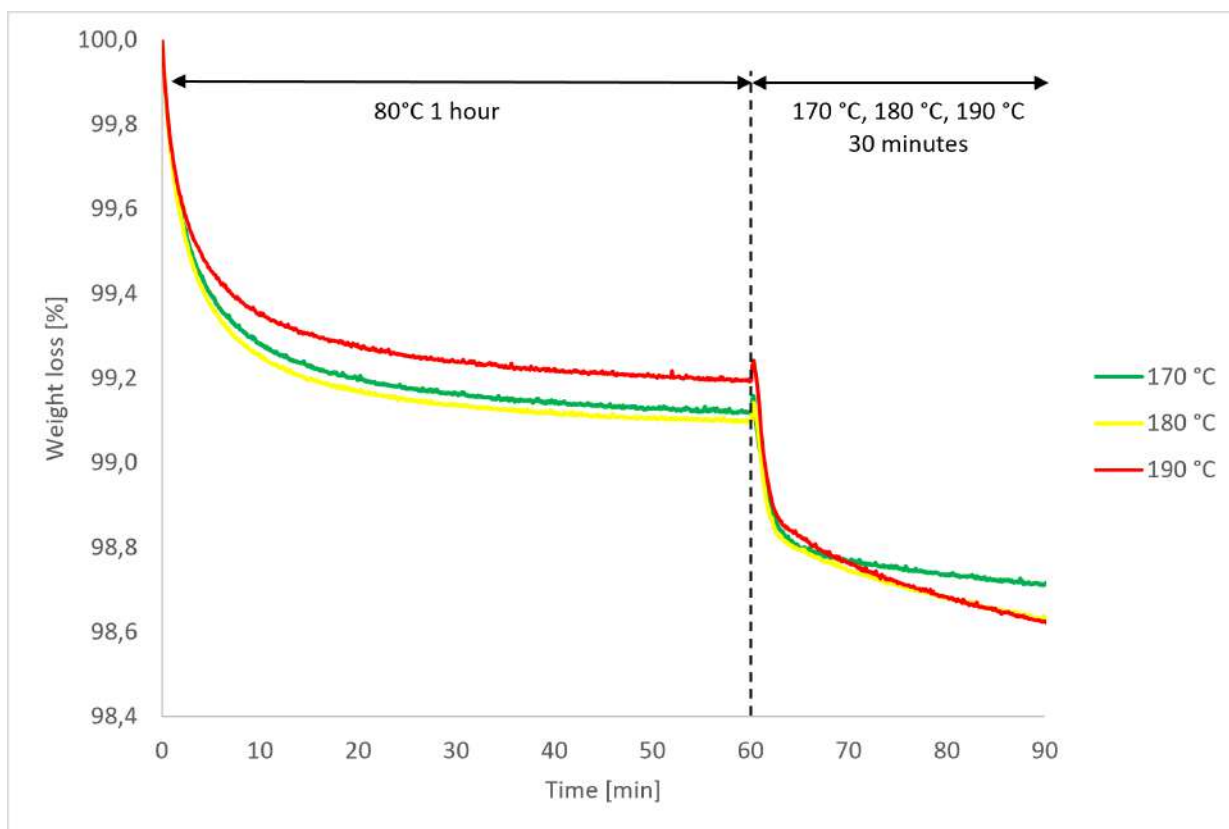
Fonte: Autor

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 TGA

Para realizar o ensaio a amostra passou pelo processo de secagem de 12 horas, como já foi descrito anteriormente, e após esse período o material foi testado para verificar a sua degradação térmica. O ensaio consistiu em 1 hora em uma temperatura de 80°C e 30 minutos nas temperaturas utilizadas para produzir as placas: 170, 180 e 190°C.

Figura 18 – Resultado do ensaio de TGA

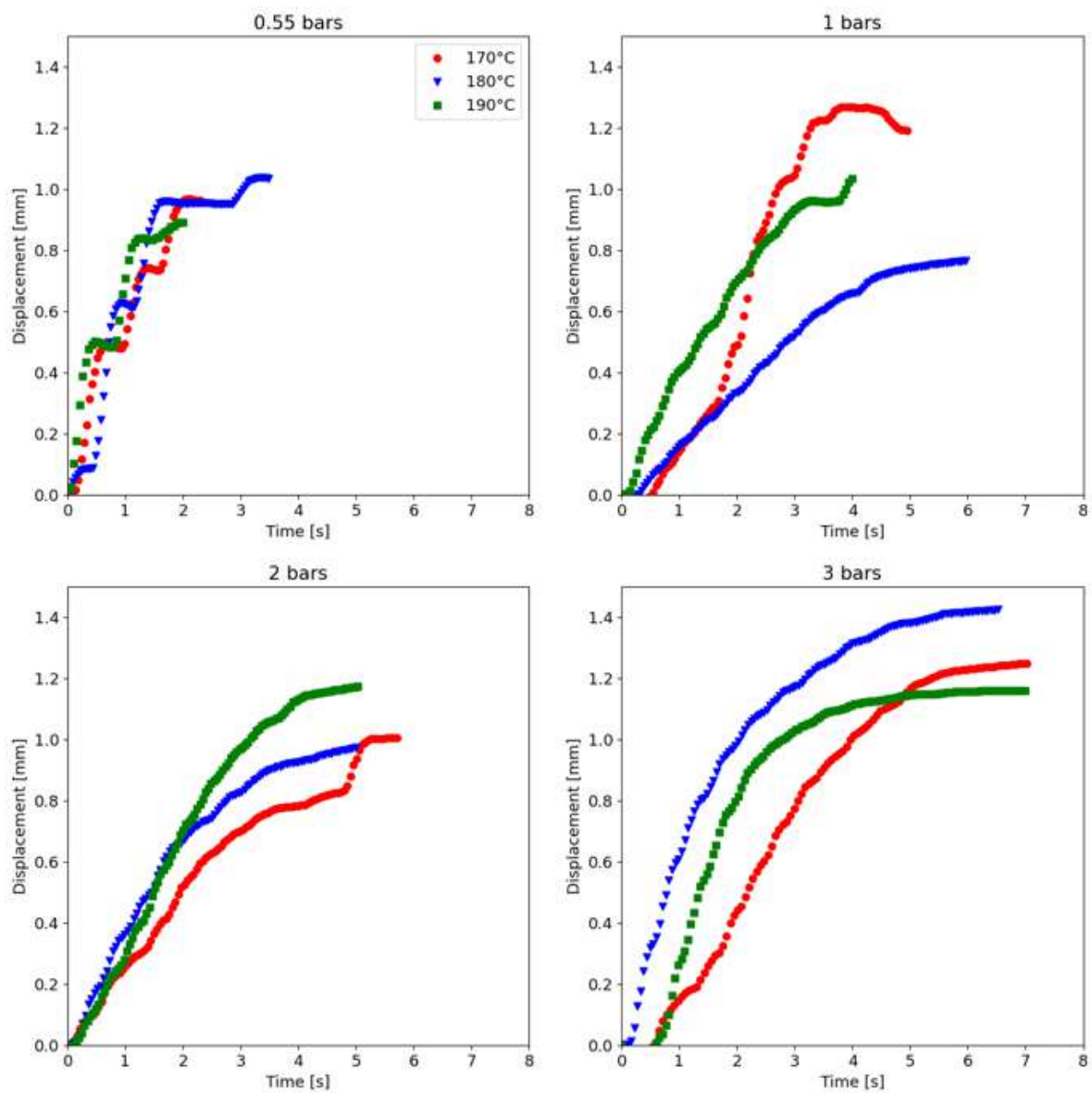


Fonte: Autor

O ensaio de TGA nos mostra uma degradação negligível (<1%). Portanto, o material não sofre degradação térmica considerável durante o processo.

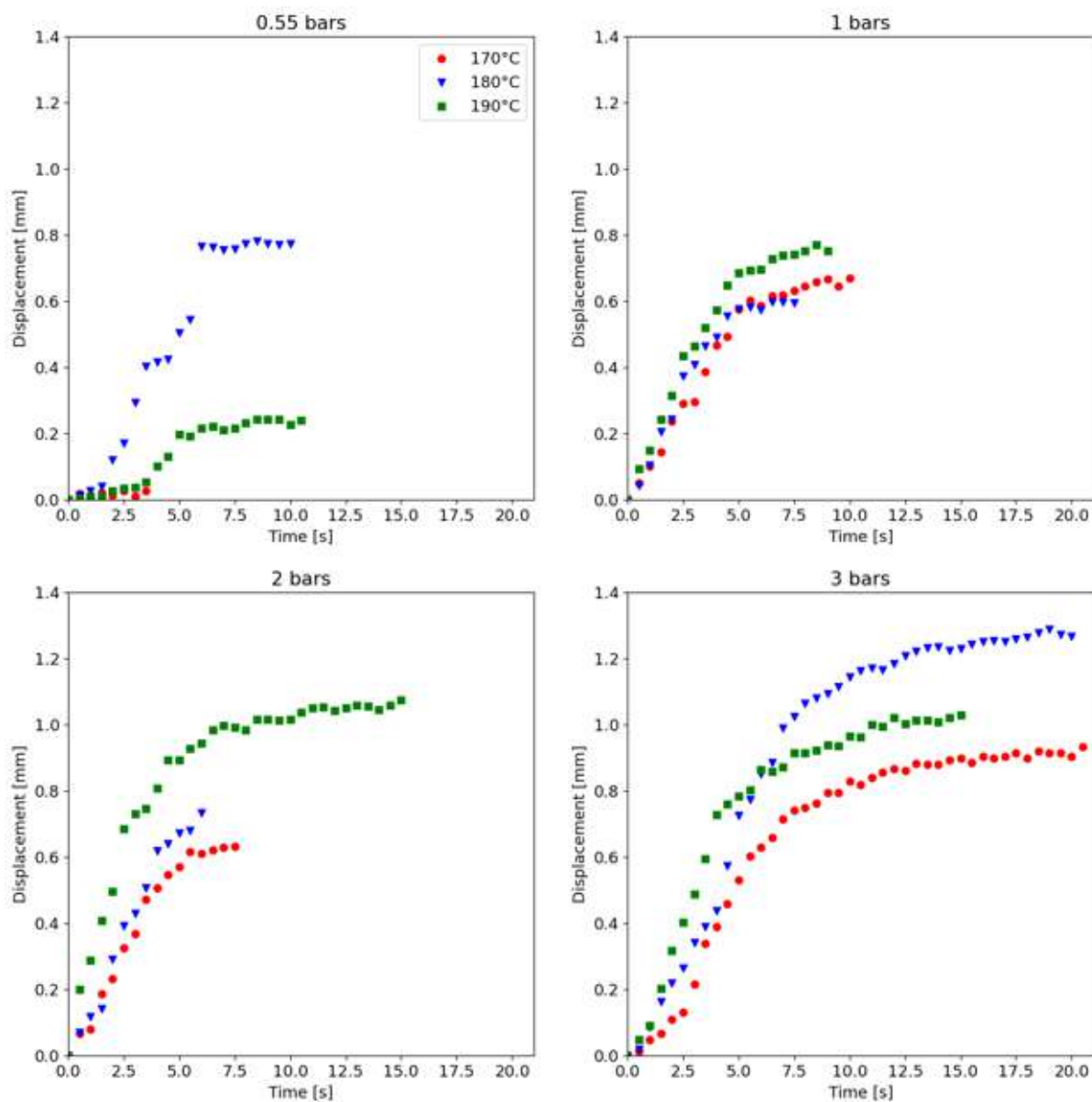
4.2 CURVAS DE COMPRESSÃO

Figura 19 – Curvas de compressão: empilhamento UD



Fonte: Autor

Figura 20 – Curvas de compressão: empilhamento QI

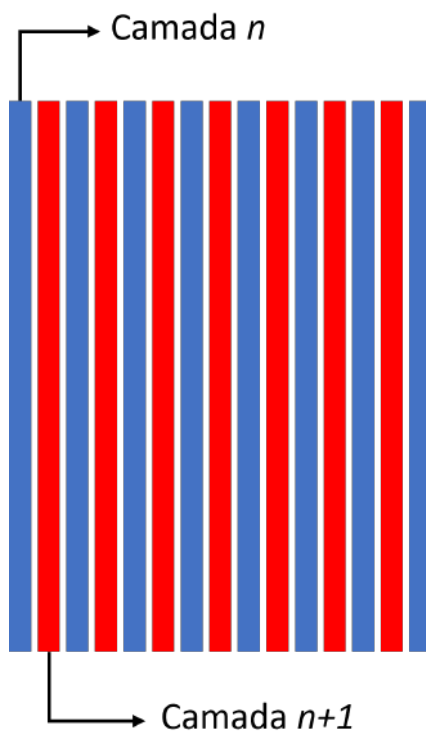


Fonte: Autor

O deslocamento da matéria aumenta com a pressão. Há também um efeito muito acentuado da temperatura. A pilha QI resiste a compressão muito melhor do que a pilha UD. Isso pode ser visto nos gráficos, pois o tempo de compressão da pilha QI é muito maior do que o da pilha UD.

Podemos explicar essa diferença na resistência a compressão entre os dois tipos de empilhamento através do alinhamento das fibras. No UD, quando aplicamos pressões mais elevadas as fibras que estão nas camadas de cima podem deslizar e se instalar entre duas fibras da camada logo abaixo, conforme ilustrado na Figura 21.

Figura 21 – Ilustração do alinhamento de fibras UD

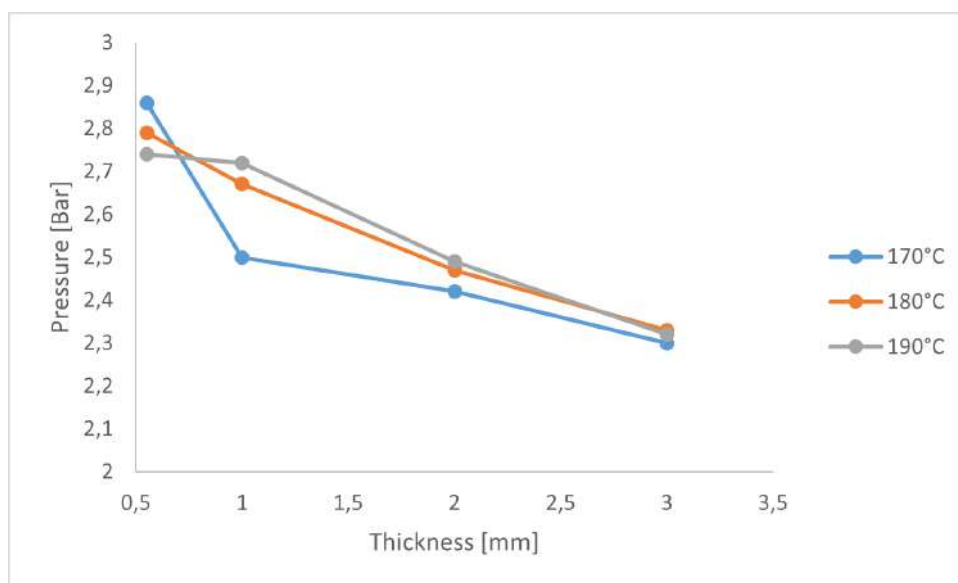


Fonte: Autor

No empilhamento QI, os ângulos entre as fibras impedem que tal fenômeno aconteça, ocasionando uma resistência a compressão superior. Outro resultado importante que podemos retirar dessas curvas é o tempo de consolidação. Durante os experimentos o tempo de consolidação foi de 10 minutos, mas a compressão só ocorre nos primeiros segundos, nada ocorre após isso. Este fato é extremamente importante para indústria, pois esse material é estudado no contexto de uma aplicação para a indústria automobilística e conseguir produzir esse material em segundos ao invés de minutos vai otimizar o processo de produção.

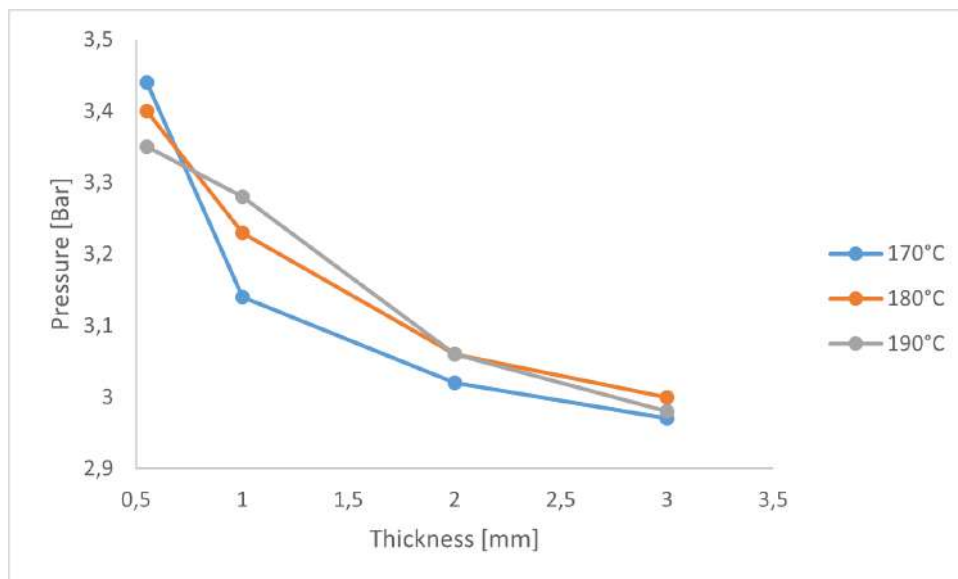
4.3 MEDIÇÃO DA ESPESSURA

Figura 22 – Distribuição da espessura. Fibras de alinhamento UD



Fonte: Autor

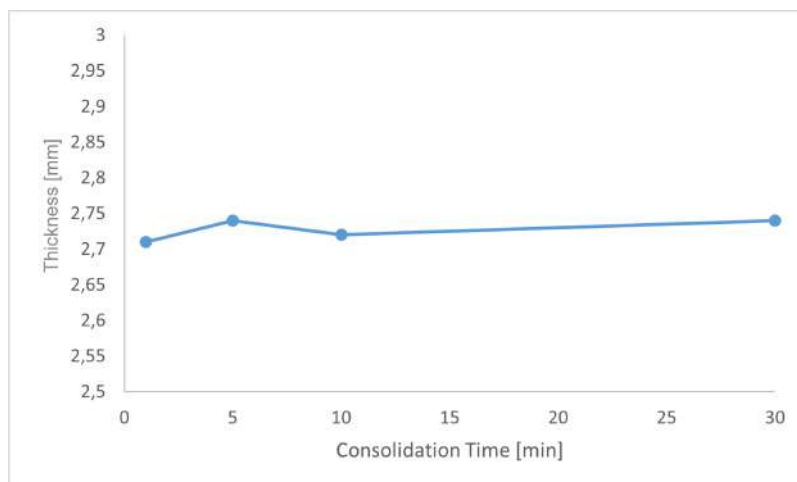
Figura 23 – Distribuição da espessura. Fibras de alinhamento QI



Fonte: Autor

O fenômeno descrito nas curvas de compressão é melhor visualizado na distribuição de espessura. Nota-se que as placas UD (Figura 22) são mais finas que as placas QI (Figura 23), devido a resistência a compressão, que é menor neste tipo de empilhamento. Além disso, como esperado, a pressão cumpriu um papel importante na redução da espessura das placas.

Figura 24 – Distribuição da espessura. Fibras de alinhamento UD para diferentes tempos de consolidação.



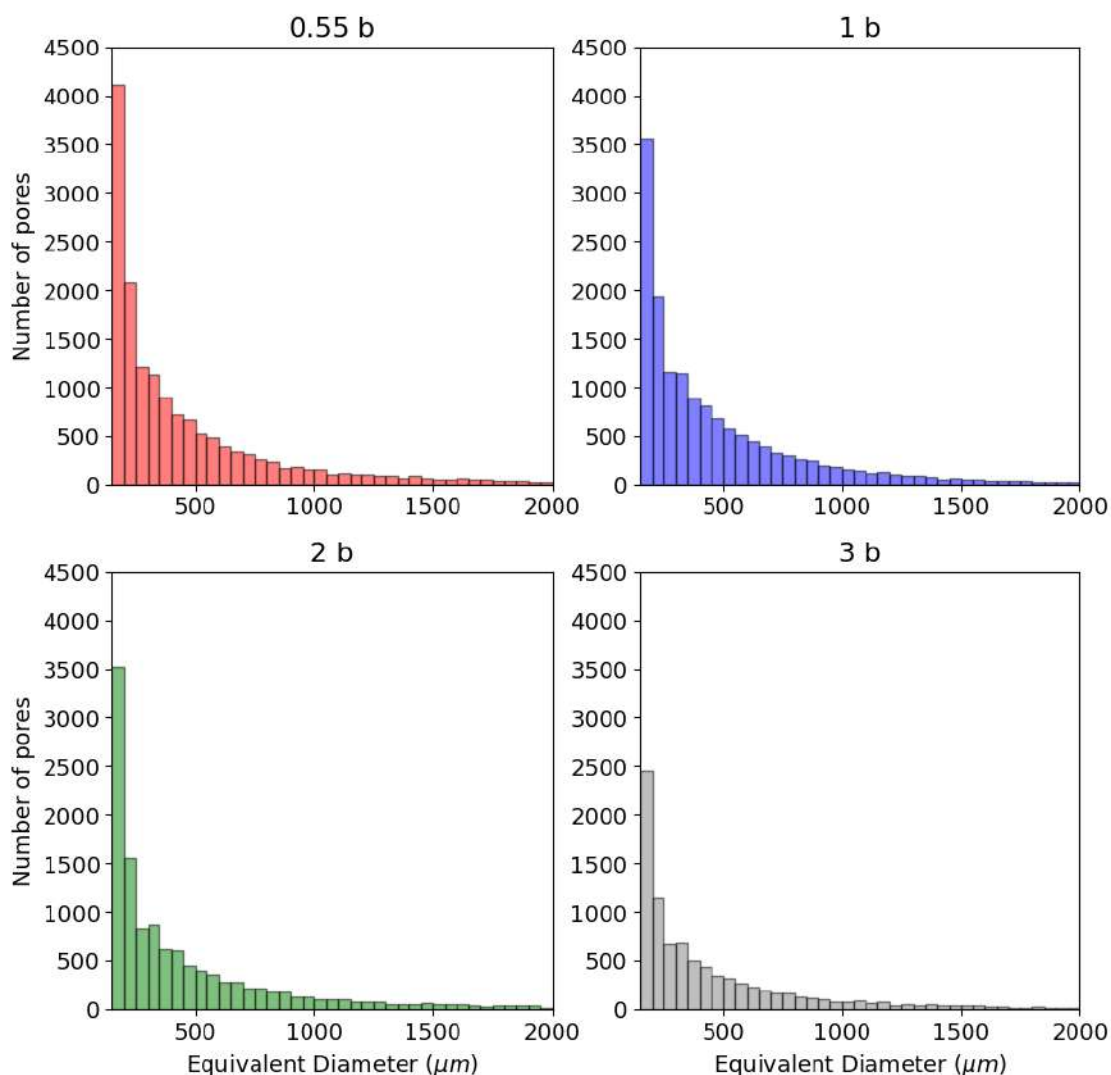
Fonte: Autor

Para visualizar o efeito do tempo de consolidação na espessura final das placas, foi realizado quatro ensaios em tempos diferentes para uma pressão de 1 bar. Para isso, foram testados os tempos de: 1, 5, 10 e 30 minutos.

Não há um efeito significativo do tempo de consolidação na espessura final. Este resultado corrobora os resultados mostrados nas curvas das Figuras 19 e 20. Como não há um efeito significativo do tempo, não há necessidade de aumentar o tempo de consolidação, pois a compressão só ocorre durante os primeiros segundos do experimento.

4.3.1 Microestrutura em escala Macro - UD

Figura 25 – Número de poros em escala macro - 170 °C - Cada barra representa um diâmetro equivalente de 50 μm

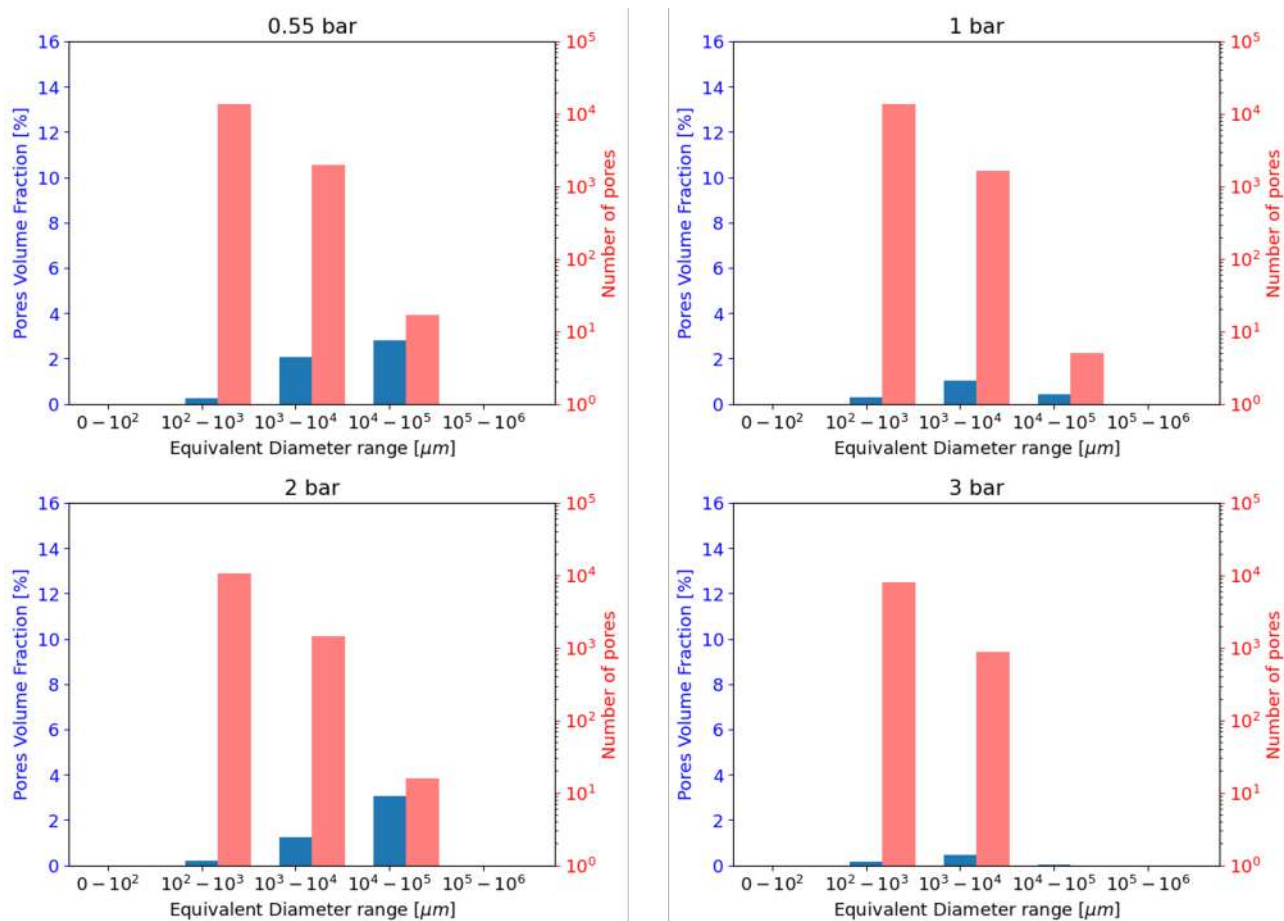


Fonte: Autor

Os gráficos na Figura 25 evidenciam que o número de poros diminui à medida que o diâmetro equivalente aumenta. Entretanto, não sabemos quanto dessa quantidade representa o volume da zona em estudo. Podemos ter um grande número de poros em qualquer intervalo, mas não sabemos quanto isso representa em volume em relação à placa. Por esse motivo, optou-se por traçar os gráficos por intervalos logarítmicos, conforme descrito na Figura 31, e para cada intervalo de diâmetro equivalente, associa-se a fração de volume de todos os poros presentes nesse intervalo. Assim como o número de poros.

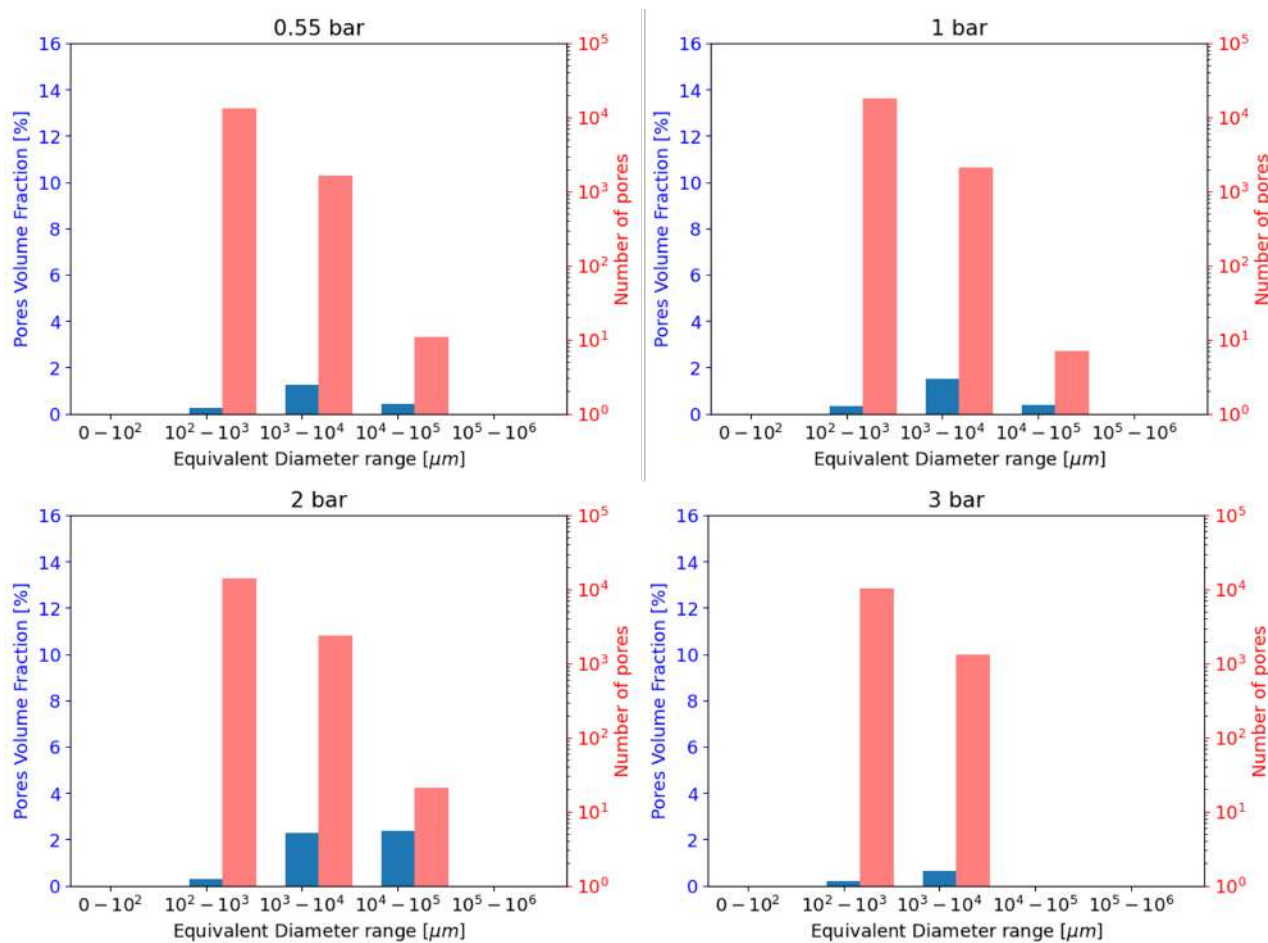
$$F_{rao \text{ em volume}} = \frac{\sum_n^{i=1}}{V_{Total}} \begin{cases} i \text{ representa a porosidade em um intervalo} \\ V_{Total} \text{ representa o volume total estudado} \end{cases} \quad (4.1)$$

Figura 26 – Fração em volume. Escala macro - 170 °C



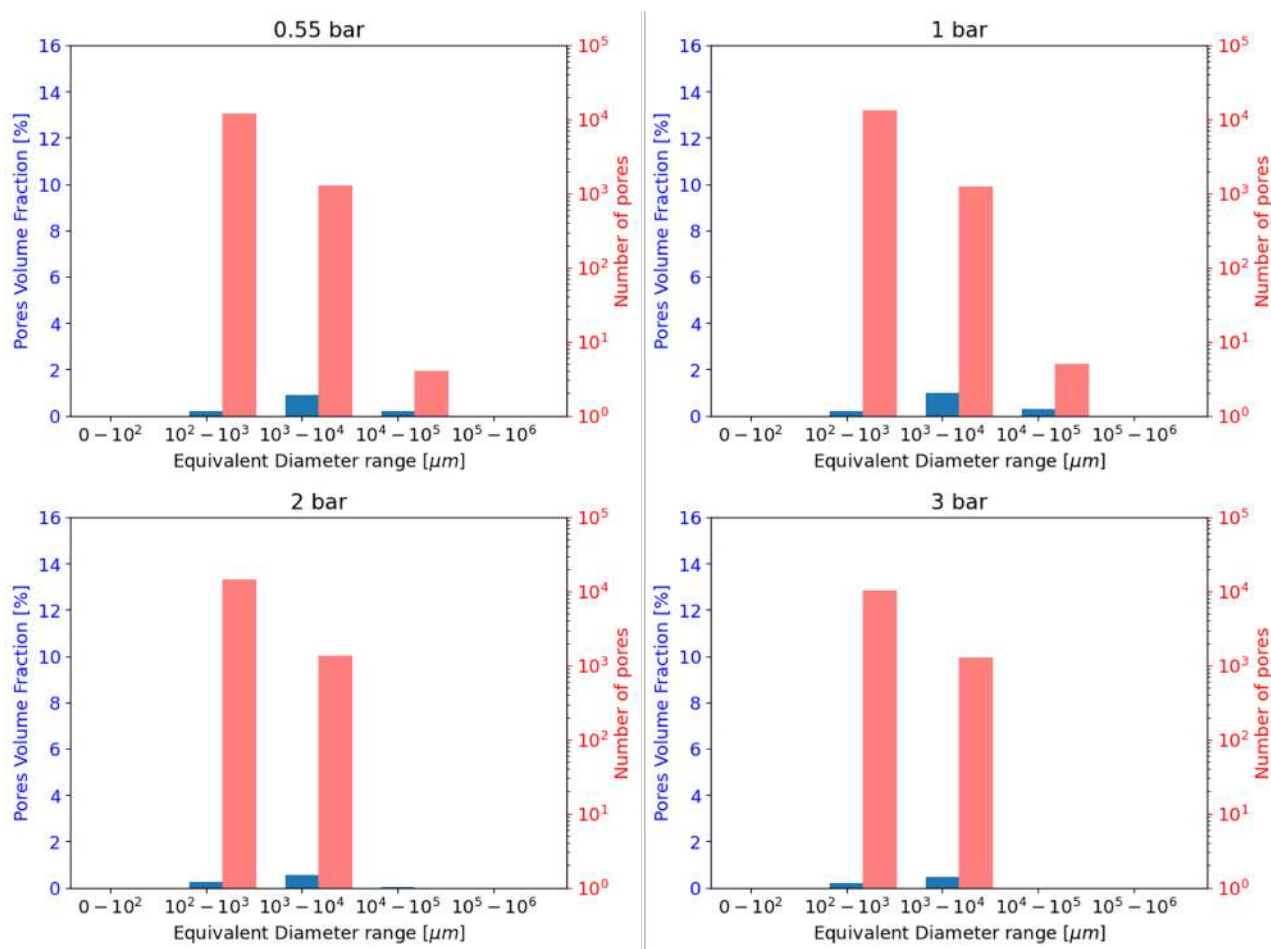
Fonte: Autor

Figura 27 – Fração em volume. Escala macro - 180 °C



Fonte: Autor

Figura 28 – Fração em volume. Escala macro - 190 °C

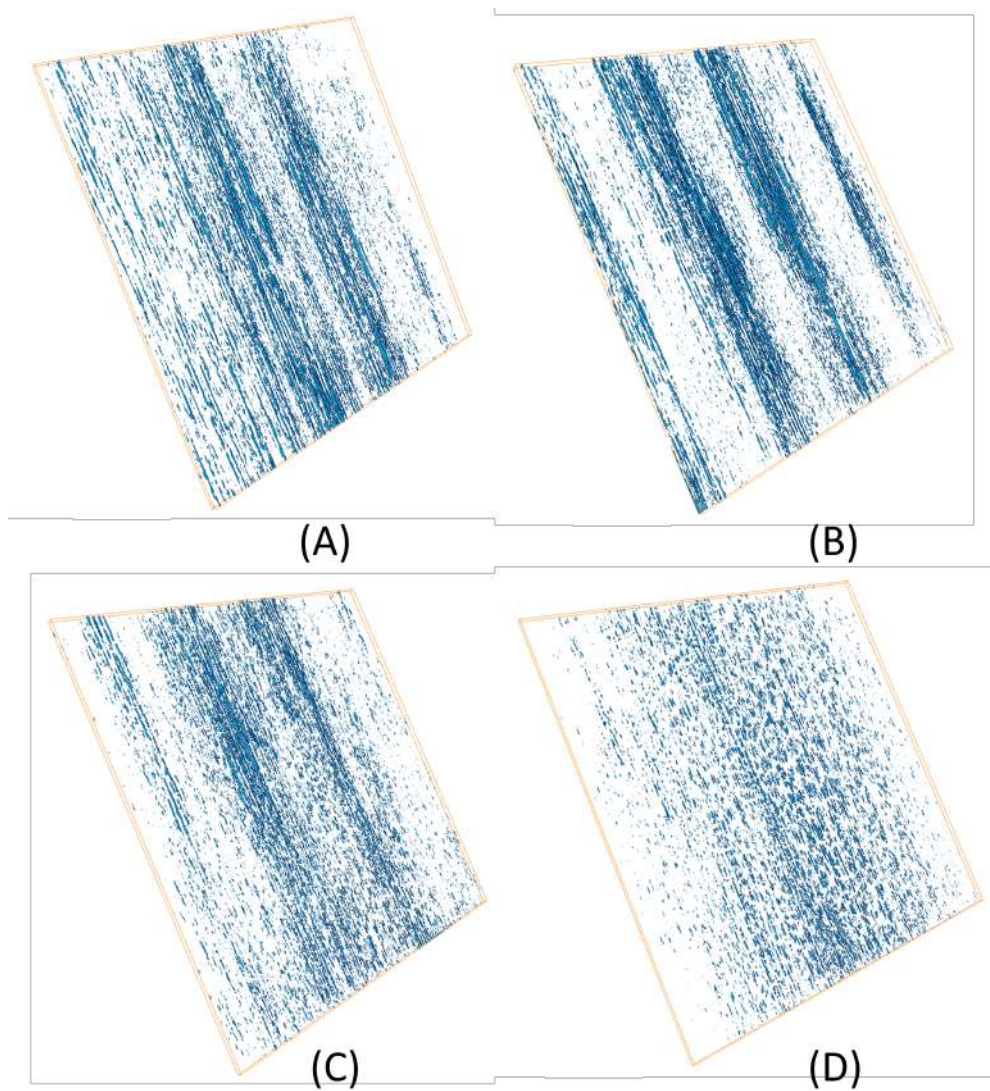


Fonte: Autor

Observa-se que a evolução do número de poros é mantida em função do diâmetro equivalente. Desta vez, porém, a fração de volume segue a tendência oposta, pois nos intervalos em que o número de poros é alto, o volume ocupado em relação à placa é baixo. Deve-se ressaltar também que, nessa escala, ainda não é possível visualizar poros menores que $100 \mu\text{m}$. A imagem mostra que o tamanho dos poros diminui à medida que a pressão aumenta. Isso descreve visualmente as tendências que vemos nas Figuras 31, 27 e 28.

Além disso, essa redução deve-se ao aumento da temperatura que faz com que a viscosidade da resina diminua, diminuindo assim a resistência dessa resina ao escoamento, preenchendo assim os espaços vazios com mais facilidade (Figura 29).

Figura 29 – Imagens 3D u-CT mostrando o tamanho e a distribuição dos poros no volume estudado para a temperatura de 190°C: (A) 0,55 bar; (B) 1 bar; (C) 2 bar; (D) 3 bar.

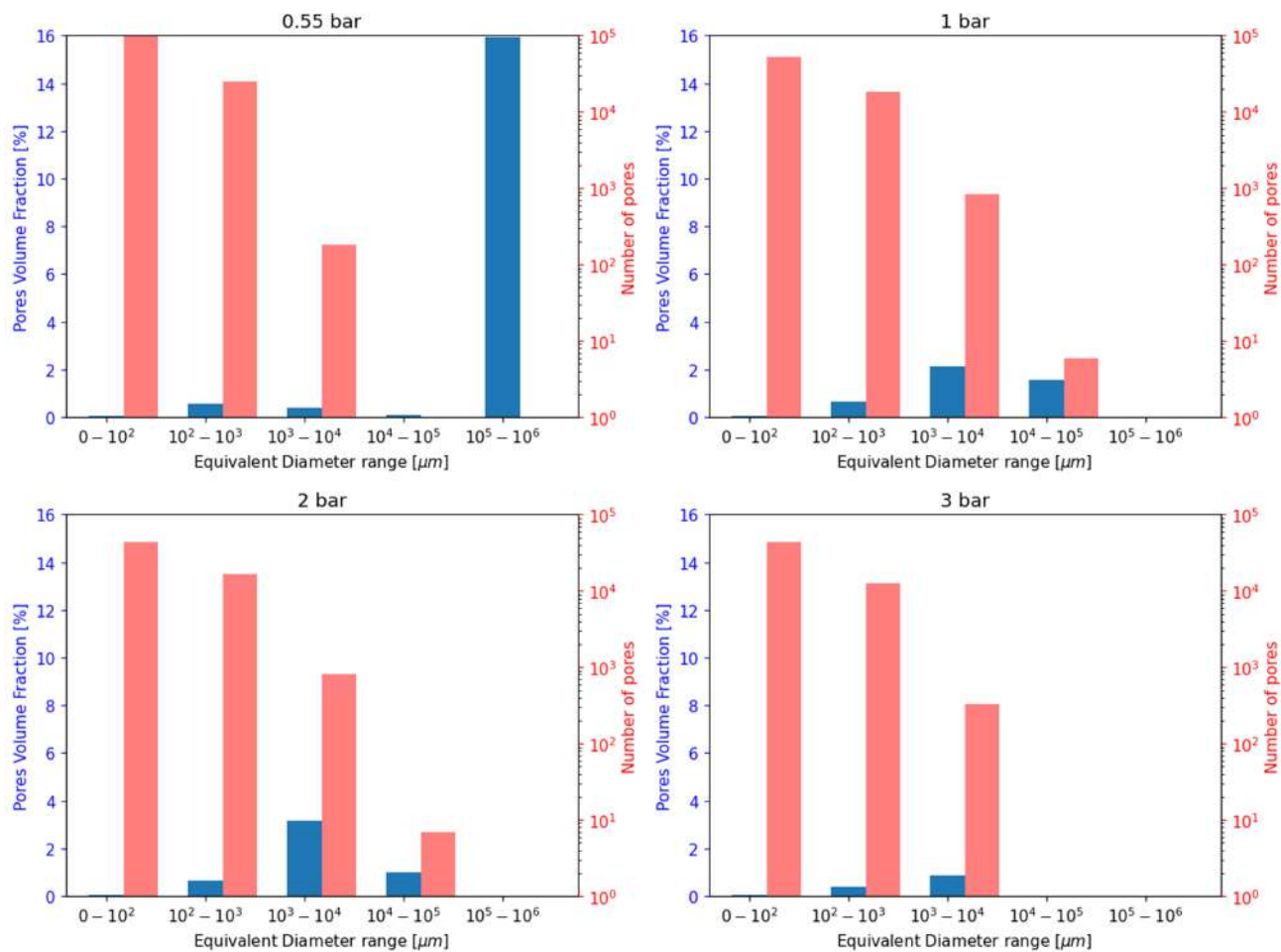


Fonte: Autor

4.3.2 Microestrutura em escala Meso - UD

Percebe-se na escala meso que os poros menores que $100 \mu\text{m}$ agora são identificados graças à resolução mais baixa e que o padrão visto anteriormente se repete.

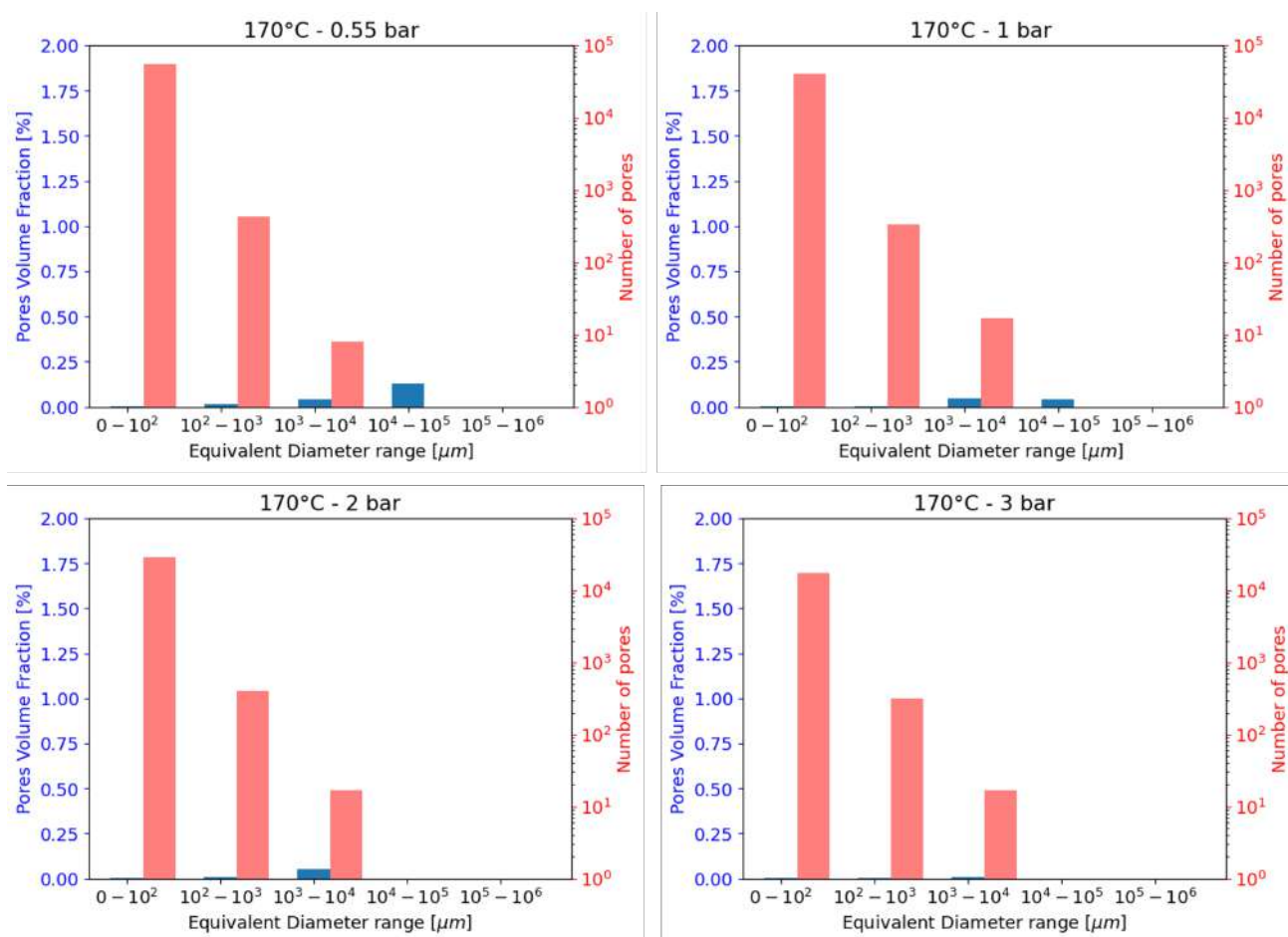
Figura 30 – Fração em volume. Escala meso - $170 \text{ }^\circ\text{C}$.



Fonte: Autor

4.3.3 Microestrutura em escala Micro - UD

Figura 31 – Fração em volume. Escala micro - 170 °C.



Fonte: Autor

5 CONCLUSÃO

Em conclusão, este estudo examinou a influência da pressão e da temperatura na produção de materiais compostos por prensagem a quente, usando uma abordagem global que leva em conta três escalas de observação em microtomografia. Os resultados mostraram que a temperatura e a pressão têm efeitos significativos na distribuição do tamanho dos poros, bem como na qualidade da impregnação da resina.

Pode-se adicionar a isso, o fato do tempo de consolidação não influenciar a compressão, ou seja, aumentando o tempo de consolidação não houve uma influencia significativa na espessura média da placa. Além disso, o tempo de consolidação não influenciou na cinética da compressão, pois apenas alguns segundos de compressão mostraram-se suficientes sendo então, inútil aguardar os 10 minutos previstos de consolidação.

Outro fato importante a considerar, é a influencia do tipo de empilhamento no tempo de compressão. Evidenciando a resistência do empilhamento Quasi isotrópico em comparação a resistência do empilhamento Unidirecional.

5.1 PERSPECTIVAS DE TRABALHOS FUTUROS

1. **Aumentar a pressão:** Seria interessante ampliar o experimento para pressões superiores a 3 bar. Pois, de acordo com a pesquisa, com o aumento da pressão foi constatado a redução no volume dos poros.
2. **Aumentar a temperatura:** Visto que o ensaio de TGA não detectou uma degradação térmica desprezível, nas faixas de temperatura trabalhadas, os testes poderiam ser ampliados para temperaturas superiores à 190°C.
3. **Repetibilidade:** Realizar testes de repetibilidade afim de verificar se resultados parecidos serão obtidos mais de uma vez.

REFERÊNCIAS

BODAGHI, MASOUD ET AL.(2023). On the relationship of morphology evolution and thermal conductivity of flax reinforced polypropylene laminates. **Frontiers in Materials**, v. 10, p. 1150180.

French Standard. (2002). NF EN 12280-3:2002 - Essai vieillissement accélérée textile caoutchouc [Accelerated ageing test for textile rubber]. Association Française de Normalisation.

KUMAR, S. ET AL.(2022). A review on applications of natural Fiber-Reinforced composites (NFRCs). *Materials Today: Proceedings*, 50, 1632-1636.

MEHDIKHANI, MAHOOR ET AL.(2019). Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance. In: *Journal of Composite Materials*, v. 53, n. 12, p. 1579-1669.

BERTHELOT, J. M. (2010). *Materiaux composites*. Paris, France: Editions Techniques de l'Ingénieur.

BALEY, CHRISTOPHE.(2005). *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Ed. Techniques Ingénieur.

BALU SETHURMAN ET AL.(2020). "Experimental investigation on dynamic mechanical and thermal characteristics of Coccinia Indica fiber reinforced polyester composites". In: *Journal of Engineered Fibers and Fabrics* 15. issn : 15589250. doi : 10.1177/1558925020905831

STAAB, George H. *Laminar Composites*: Butterworth-Heinemann, 1999.

Li, Y., & Xue, B. (2016). Hydrothermal ageing mechanisms of unidirectional flax fabric reinforced epoxy composites. *Polymer degradation and stability*, 126, 144-158.

K.L. PICKERING ET AL.(2007). Optimising industrial hemp fibre for composites. *Composites : Part A*, 38 :461-468.

F. GEHRING. *Étude du comportement mécanique et de l'endommagement de composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes de chanvre: Approche expérimentale et modélisation*. PhD thesis, Université de Lorraine, 2013.

A. ASHORI.(2008). Review paper woodplastic composites as promising green-composites for automotive industries ! *Bioresource Technology*, 99 :4661-4667.

A.K. BLEDZKI and J. GASSAN.1999. Composites reinforced with cellulose based Fibres. *Progress in Polymer Science*, 24 :221-274.

MEHDIKHANI Mahoor et al.2018. Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance. *Journal of Composite Materials*.53(12):1579-1669.