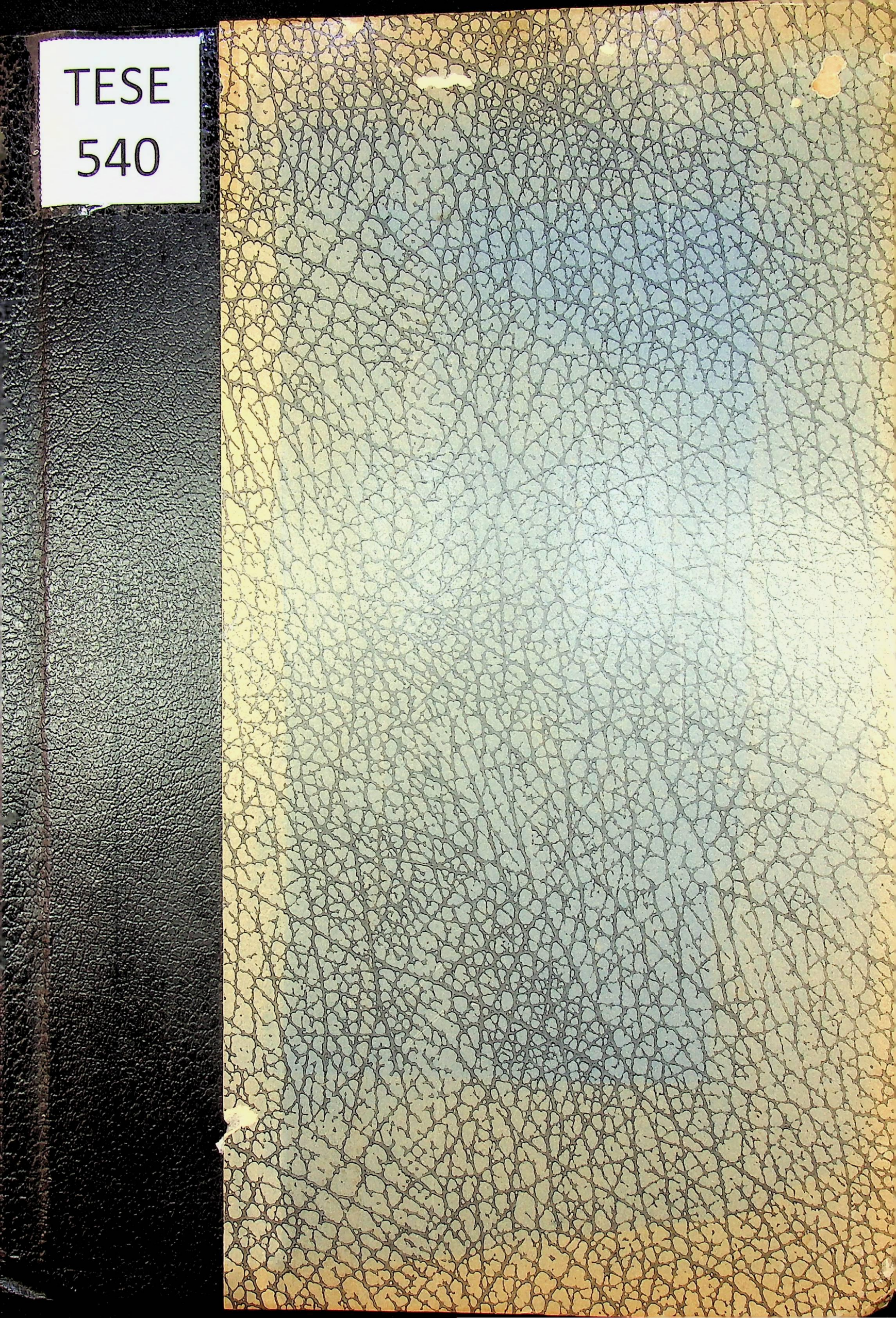
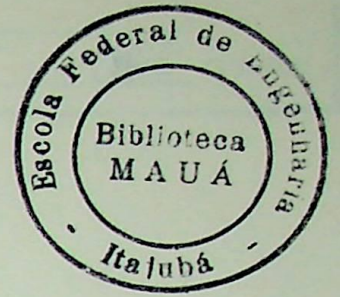


TESE  
540



EGBERTO VANA



PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS  
DA FIBRA DE CARBONO  
DERIVADA DO POLIACRILONITILLO

*Tese apresentada à :*  
*ESCOLA FEDERAL DE ENGENHARIA DE ITAJUBÁ ,*  
*para a obtenção do título de Livre - Docente .*

*Guaratinguetã*

*Estado de São Paulo - Brasil*

*- 1975 -*

CLASS. 547.12(043.2)  
CUTT. V 217 p  
TOME O 540

LIBRARY

UNIVERSITY OF TORONTO LIBRARY  
130 St. George Street  
Toronto, Ontario M5S 1A5

THE UNIVERSITY OF TORONTO LIBRARY  
130 St. George Street  
Toronto, Ontario M5S 1A5

UNIVERSITY OF TORONTO LIBRARY  
130 St. George Street  
Toronto, Ontario M5S 1A5

UNIVERSITY OF TORONTO LIBRARY  
130 St. George Street  
Toronto, Ontario M5S 1A5

*Para*

*Maria Eugênia*

*Anna Thereza*

*Luíz Philipe*

## RESUMO

Os progressos nos diversos campos da atividade humana têm levado ao desenvolvimento de novos materiais que apresentam características adequadas ao fim pretendido e superiores aos materiais em utilização.

No presente trabalho procurou-se estudar um material de desenvolvimento recente, a fibra de carbono, que apresenta um conjunto de propriedades bastante interessantes destacando-se relações resistência à tração/densidade e Rigidez/densidade superiores aos materiais existentes o que torna especialmente útil a sua aplicação nas indústrias Aeronáutica e Aeroespacial.



O presente trabalho é dedicado ao estudo da fibra de carbono que sob a forma de um material composto, pode ser utilizado em aplicações aeronáuticas e aeroespaciais. O desenvolvimento destas indústrias nos últimos anos, está estreitamente vinculado ao desenvolvimento de materiais com elevadas propriedades mecânicas e baixa densidade. A necessidade de estruturas leves e resistentes impoem o uso de materiais de alta resistência, rigidez e baixa densidade porque caso contrário, o dimensionamento da estrutura resultará em volume e peso elevados, uma vez que deverão ser conjuntamente examinados resistência e deformação elástica sob carga aplicada.

Nos últimos anos tem sido dada elevada ênfase ao desenvolvimento e aplicação das mais diversas fibras entre as quais podemos citar:

- fibras de boro-tungstênio onde se deposita boro em condições adequadas sobre um fio aquecido de tungstênio resultando em fibras de elevada resistência e dureza, porém de diâmetro elevado.
- fibras constituídas de monofilamentos crescidos em condições especiais onde são reduzidos os defeitos do arranjo cristalino resultando em material de alta resistência e conhecidos como "Whishers".
- fibras de carbono obtidas de filamentos orgânicos e subme

tidos a um tratamento térmico adequado.

- fibra de vidro obtida de um vidro apropriado e que em virtude de suas características de moldagem já é amplamente utilizada pela indústria aeronáutica. Raramente a fibra de vidro é aplicada na forma como é produzida; em geral sua utilização é sob a forma de um material composto, cujas propriedades finais dependem da fibra em si, da porcentagem relativa e do processo de fabricação. O fato é que apesar da boa resistência mecânica e baixa densidade, o material apresenta baixa rigidez limitando sua aplicação pela deformação.

As fibras de carbono são obtidas de matéria prima unidirecional, o material plástico, no caso por exemplo a Poliacrilonitrilo e que apresenta suas moléculas já alinhadas pelo próprio processo de obtenção da macromolécula. Após o processamento adequado conforme ver-se-á adiante, obtém-se a fibra de carbono a qual possui as características abaixo indicadas.

- altas resistência à tração e módulo de elasticidade
- boa estabilidade química em relação a produtos diversos
- boa condutividade elétrica
- baixo coeficiente de dilatação térmica e alta resistência a choque térmicos
- manutenção das propriedades mecânicas com o aumento da temperatura.

O conjunto das propriedades acima, mostra que materiais à base de fibra de carbono, apresentarão propriedades extre

mamente interessantes. Assim é que dependendo do tipo, o módulo de elasticidade varia na ordem de  $(28-42) 10^3 \text{ kg/mm}^2$  e a resistência à tração de  $(280-210) \text{ kg/mm}^2$  com deformações até a ruptura na ordem de  $(0.1-0.5)\%$ . Em virtude do processo de fabricação, as fibras são de manuseio não muito fácil devido ao pequeno diâmetro que apresentam conforme veremos adiante, que é da ordem de microns. Nestas condições não se pode utilizar a fibra conforme ela é obtida no seu processo de fabricação, e torna-se necessário agregá-las em um aglomerante chamado matriz, resultando em um material composto cujas propriedades dependerão da fibra e da matriz, usa-se atualmente resinas termoestáveis Polies-ter e Epoxy em porcentagens variáveis até teoricamente cerca de 92% em volume da fibra, mas até 70% em volume na prática em virtude das dificuldades inerentes da impregnação do material. Nestas condições atinge-se resistência à tração da ordem de  $196 \text{ kg/mm}^2$ , módulo de elasticidade  $20 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2$ , valores estes comparáveis com os valores de aços de alta resistência com densidade de  $1,7 \text{ gr/cm}^3$  enquanto os aços apresentam densidade da ordem de  $7,6 \text{ gr/cm}^3$ . Para um segundo tipo de fibras, de maior módulo de elasticidade obtém-se resistência à tração da ordem de  $147 \text{ kg/m}^2$  e módulo de elasticidade da ordem de  $30 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2$  valor este bem mais elevado que o módulo de elasticidade dos aços.

O uso de materiais compostos impõe um bom conhecimento da distribuição das tensões em serviço, componentes com ten

sões uniaxiais, tirantes, escoras, podem ser feitos facilmente e apresentam grandes vantagens. Entretanto quando houver tensões em duas direções como vasos de pressão, deve-se ter reforço nas direções principais resultando em uma diminuição das vantagens oferecidas, muito embora ainda sejam consideráveis.

Uma outra restrição importante no uso de materiais compostos com resinas está na limitação da temperatura máxima de utilização do produto acabado, uma vez que as resinas atualmente comercializadas não ultrapassam a temperatura de  $300^{\circ} \text{C}$ ; neste sentido, intensos estudos estão sendo realizados numa vez que este problema afeta os materiais macromoleculares no seu todo e não apenas às resinas poliéster e epoxy.

Em face das dificuldades dos desenvolvimentos dos materiais macromoleculares para altas temperaturas, também têm sido pesquisados outros materiais como aglomerantes das fibras de carbono de modo a se poder ultrapassar a limitação de temperatura apresentada pelos materiais macromoleculares.

É importante ainda, observar que a fibra de carbono apresenta um comportamento elástico até a sua ruptura e dependendo da distribuição das tensões atinge-se valores maiores de tensões sem deformação residual; porém se por outro lado ocorrerem solicitações não previamente previstas para um reforço correspondente, poderá ocorrer uma ruptura enquanto que com a estrutura em material metálico ocorreria

apenas uma deformação plástica residual - dependendo evidentemente do nível de tensões sem a ruptura da estrutura. Portanto, estruturas sujeitas a sobre cargas em serviço são estruturas nas quais o material composto com fibra de carbono, dependendo do aglomerante, poderá não ser indicado, podendo levar a uma falha catastrófica da estrutura. Na tabela abaixo temos as propriedades de alguns materiais de uso estrutural onde pode-se observar o comportamento do composto de fibra de carbono com outros materiais.

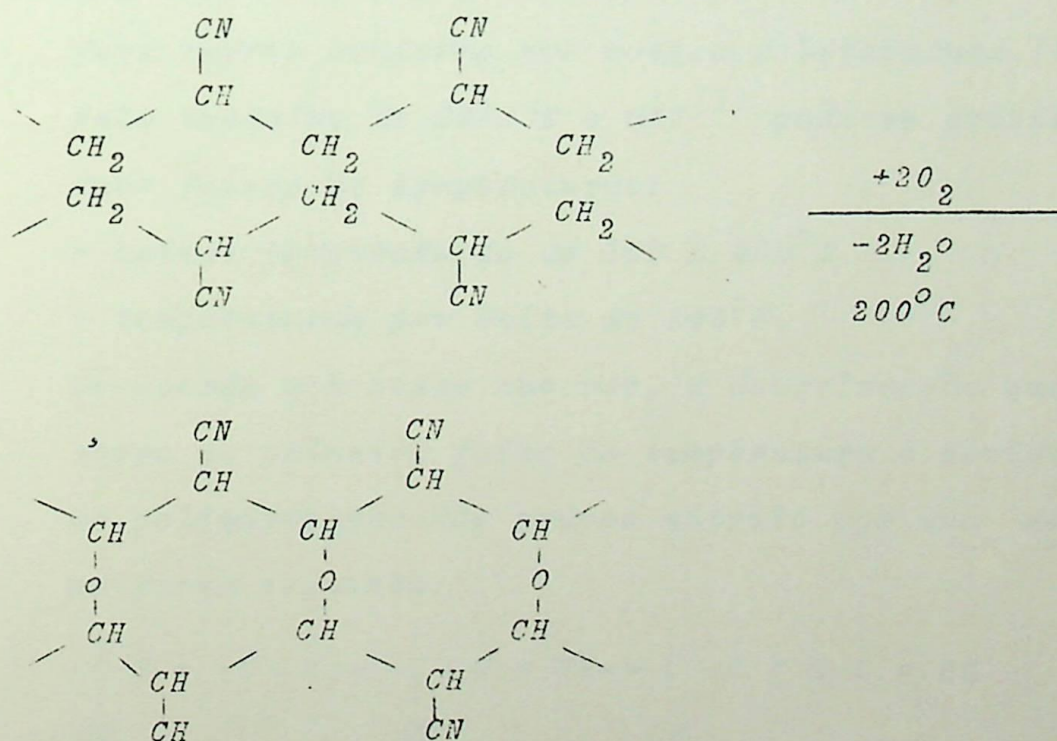
MATERIAL	$R_t$ Kg/mm <sup>2</sup>	$10^3 E$ xKg/mm <sup>2</sup>	$d$ gr/cm <sup>3</sup>	OBSERVAÇÕES
PRFC I 60%Vol.	70-84	18-20	1.7	Plástico reforçado com fibra de carbono.
PRFC II 60%Vol.	120-147	10-12	1.5	Idem
AÇO ALTA RESIST.	175-210	20	7.9	Aço liga temperado e revenido.
LIGAS TITÂNIO	52-112	10-11	4.5	Ligas tratadas por solubilização e precipitação
LIGAS ALUMÍNIO	7-56	7-8	2.7	Idem
PRFV 60%Vol.	84-112	3-4	2.1	Plástico reforçado com fibra de vidro.

# 1 - PROCESSO DE OBTENÇÃO DAS FIBRAS DE CARBONO

As fibras de carbono podem ser obtidas a partir de fibras sintéticas celulósicas e acrílicas; no presente trabalho elas foram obtidas a partir da Poliacrilonitrilo. O processo de obtenção consiste de três etapas distintas: Oxidação, carbonização e grafitização.

## 1. Oxidação

É a parte inicial do processo o que é realizada na faixa de 200-240°C pelo qual introduz-se oxigênio na macromolécula; por meio desta reação torna-se a fibra infusível à temperaturas mais elevadas sem o que não haveria possibilidade de obtenção da fibra de carbono. Nesta fase a fibra absorve oxigênio e liberta água. A equação simplificada proposta para a reação final é a seguinte:



Durante o processo de oxidação das fibras, aplica-se u ma tensão mecânica pois admite-se que com este tensio namento haverá uma mior compactação da fibra e conse quentemente um melhor comportamento mecânico. Nesta fa se oxida-se 8-10% e cresce-se o carbono de 30 a 45%.

## 2. Carbonização

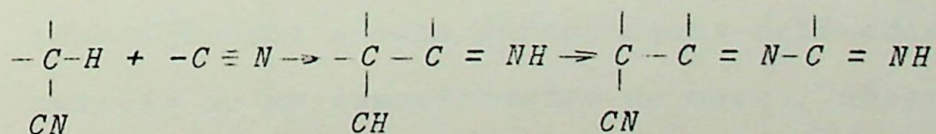
É a etapa seguinte do processo pelo qual ocorre a carbonização da fibra com a eliminação parcial dos elementos hidrogênio e nitrogênio. Esta etapa deve ser realizada em atmosfera rigorosamente inerte a fim de se evitar a oxidação do material.

Após a carbonização a fibra já apresenta boa resis tência mecânica embora tenha ainda baixo módulo de elasticidade.

Numerosos estudos já tem sido realizados acerca de degradação do poliacionitrilo no vácuo ou em atmos fera inerte conforme nos mostra a literatura (1-5). Pelo trabalho de GRASSE e HAY<sup>(1)</sup> pode-se considerar duas faixas de temperaturas:

- baixas temperaturas de 100 a 200°C
- temperaturas por volta de 240°C.

De acordo com esses autores, a descoloração que o corre na primeira faixa de temperatura é devida a u ma polimerização dos grupos nitrilo por uma reação na forma seguinte:



Esta descoloração bem como as reações a ela associadas dependem da maneira como é atingida a temperatura de oxidação, inclusive podendo ocorrer a liberação de outros produtos que não a água, conforme mostram trabalhos publicados.<sup>(6)</sup>

Na figura 1 vemos a liberação dos gases para várias fases de aquecimento de acordo com Bhemley.<sup>(6)</sup>

A decomposição do poliacrilonitrilo à medida que ocorre a oxidação pode ser acompanhada por absorção na faixa de infra-vermelho. Trabalhos publicados evidenciam de forma clara que as reações que se processam dependem da forma na qual a macromolécula é submetida ao aquecimento. Na figura 2 temos alguns espectros obtidos em várias formas de aquecimento conforme trabalho publicado por Danner e Meybeck.<sup>(7)</sup>

Além dos espectros na faixa do infra-vermelho, outros processos ainda tem sido usados no estudo das reações da poliacrilonitrilo ao ser submetida ao aquecimento. Um outro processo digno de registro é a pirólise onde são feitos os levantamentos dos produtos libertados segundo diferentes métodos de aquecimento. Assim Watt e Greem<sup>(8)</sup> submeteram à pirólise amostras de poliacrilonitrilo aquecidos até 1000°C com e sem pré-tratamento. Os gases liberados foram identificados e suas porcentagens estimadas com o auxílio de um espectrômetro de massa. Observe-se en

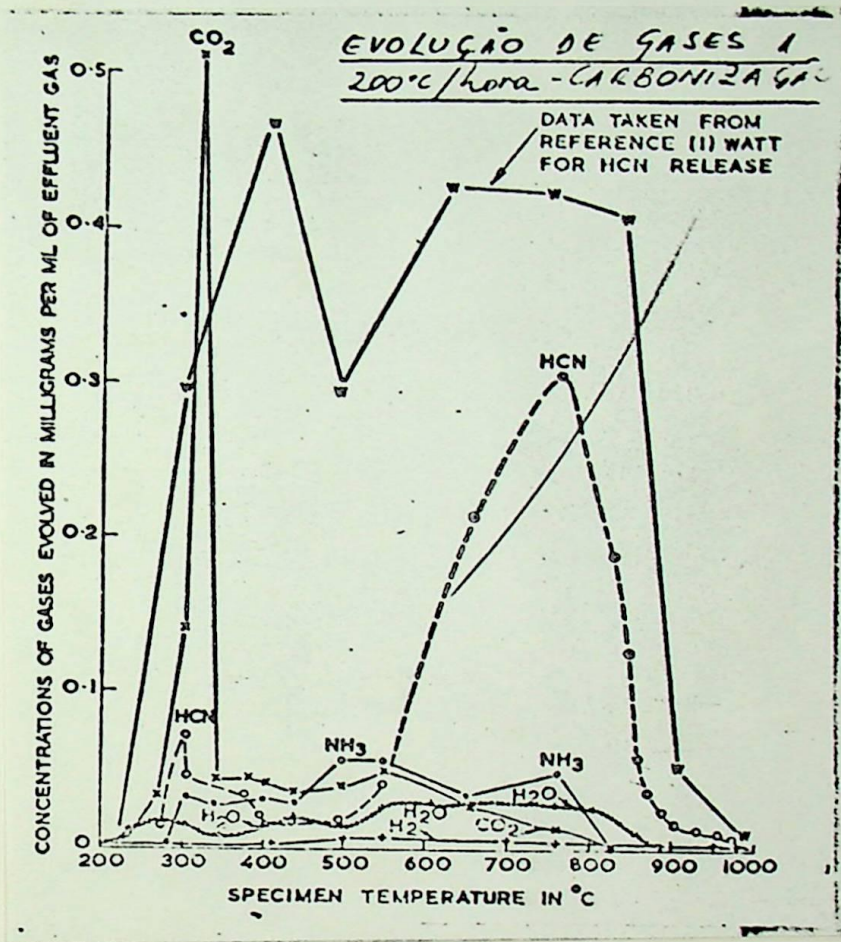
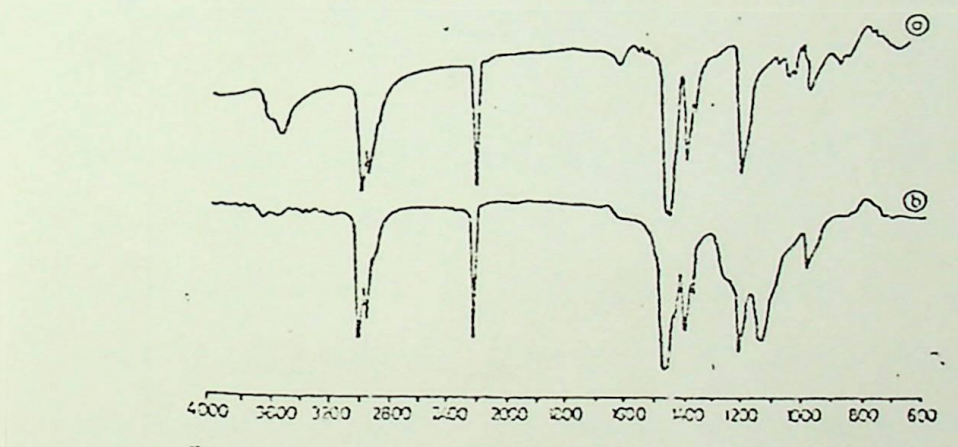
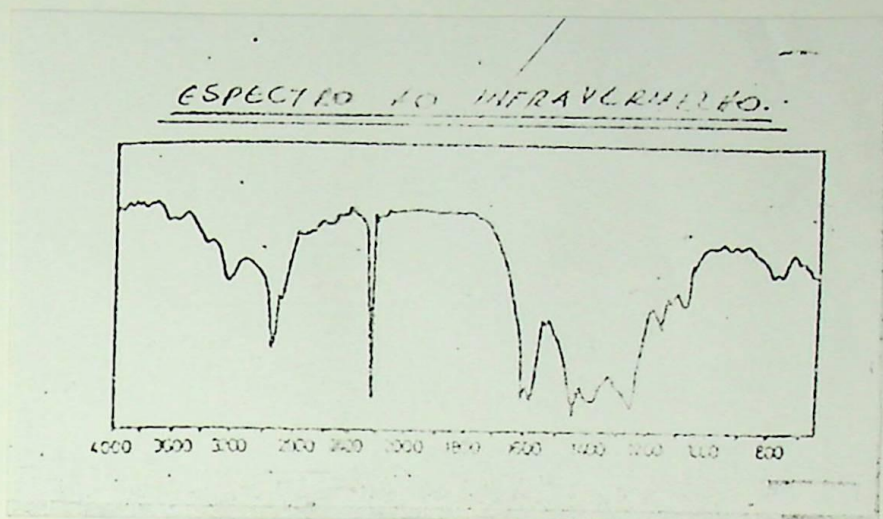
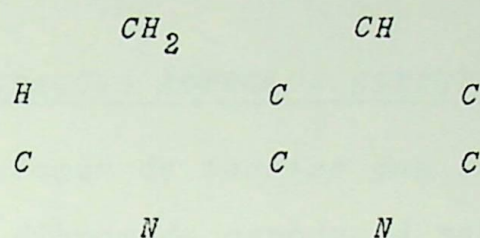


Fig. 1.- EVOLUÇÃO DE GASES NO AQUECIMENTO DO POLIACRILONITRILO (6).

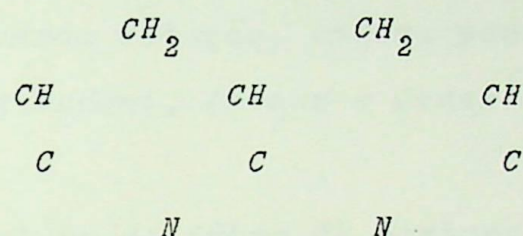


*Fig. 2.- ESPECTROS DE AQUECIMENTO DE  
POLIACRILONITRILO (7)*

tão que fibras oxidadas liberam menor quantidade de amônia e que é explicado pela ausência de formação de anéis iniciais do processo. Heutz<sup>(9)</sup> sugere que na fase inicial de oxidação forma-se uma estrutura do tipo:



Grassie<sup>(1)</sup> sugere na fase inicial de oxidação uma estrutura do tipo:



No início da pirólise há a liberação de  $\text{CO}_2$  e  $\text{H}_2\text{O}$  o que indica conforme Watt e Green<sup>(9)</sup> a existência de radicais -  $\text{COOH}$  no polímero oxidado.

$\text{HCN}$  é liberado de fibras oxidadas ou não e  $\text{N}_2$  aparece acima de  $600^\circ\text{C}$ . No trabalho de Watt e Green<sup>(9)</sup> citado, temos nas diversas condições de pirólise-temperaturas variáveis - as liberações de gases obtidos.

### 3. Grafitização

É a etapa final do processo pelo qual chega-se a uma estrutura totalmente grafítica. O processo é rea

lizado em uma atmosfera inerte ou de alto vácuo a uma temperatura de ordem de  $3000^{\circ}\text{C}$ , Nesta fase obtém-se a fibra com alto módulo de Young.

Na figura 03 vemos o estado das fibras de acrilnitrilo após cada fase do processo.

## 2 - CONSIDERAÇÕES A CERCA DA ESTRUTURA DAS FIBRAS DE CARBONO

A formulação de teorias que explicam a estrutura interna das fibras de carbono é relativamente recente.

Alguns autores concordam em que a estrutura da fibra é turbostrática, isto é, células atômicas empilhadas segundo certa rotação, embora paralelas, conforme opinião de Badami, Joiner e Jones<sup>(10)</sup> em trabalhos publicados.

A estrutura de fibra de carbono depende da história com que a mesma foi fabricada; assim fibras simplesmente carbonizadas a  $1000^{\circ}\text{C}$  sem a grafitização posterior tendem a apresentar uma menor cristalinidade em relação a fibras que sofreram um processo de grafitização.

Assim, o empilhamento, segundo estes autores, apresentaria desvios da ordem de  $5^{\circ}$  entre o eixo dos cristallitos - o eixo da fibra - com largura dos cristallitos da ordem de  $100 \text{ \AA}$ ; recentemente Johnson e Tyson<sup>(11,12)</sup> ainda apoiando esta teoria, determinaram fibrilas com comprimentos da ordem de  $1000 \text{ \AA}$ , conforme vemos na figura 04.

Outros autores Fordeux, Henricks, Perret, Ruland<sup>(13)</sup>,

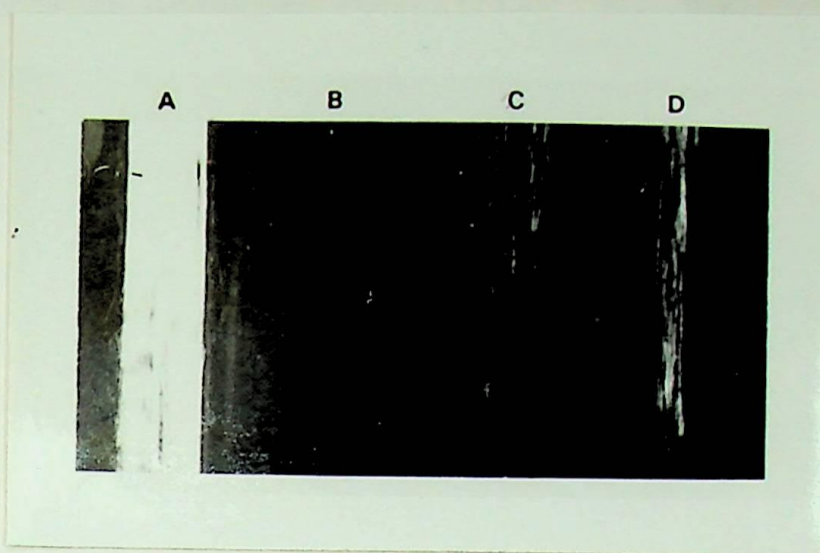


Fig. 3.- APARÊNCIA DO ESTADO DA FIBRA DE POLIA  
CRILONITRILO APÓS VÁRIAS FASES DE TRA  
TAMENTO.

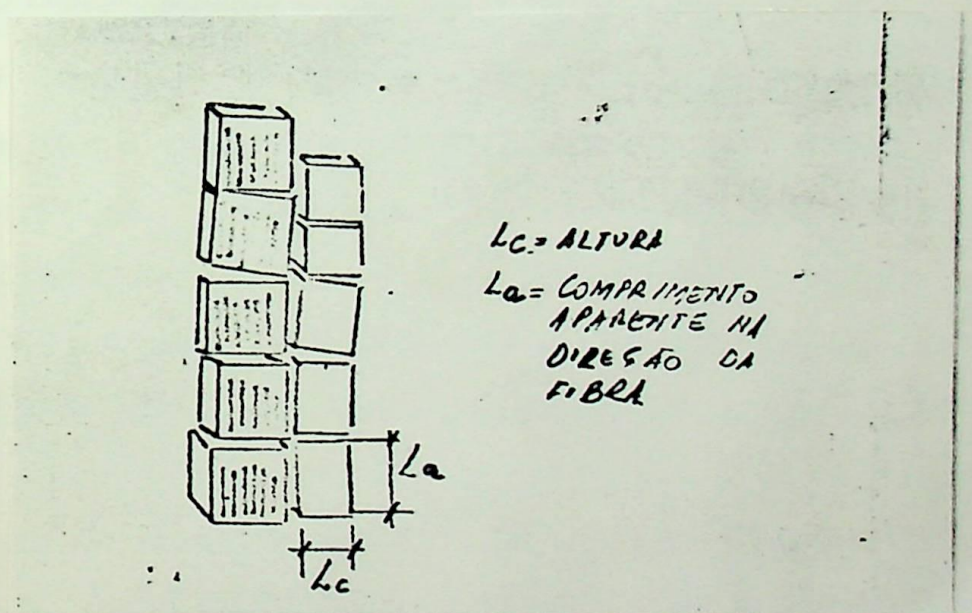


Fig. 4.- POSSÍVEL ESTRUTURA ESQUEMÁTICA DA FI  
(11, 12)  
BRA DE CARBONO SEGUNDO JOHNSON E TYSON

*Rend admitem em lugar de cristalitos, fitas de átomos entrelaçados entre si lateralmente e orientados no sentido das fibras.*

*Como veremos adiante, os valores obtidos em difratometria por R-X mostraram que as fibras obtidas apresentaram distâncias basais bastante próximas àquelas existentes na literatura.*

*Na figura 05 vemos um esquema da estrutura hexagonal de grafite.*

*Nesta figura temos os átomos dispostos de acordo com a orientação que confere a máxima resistência à fibra.*

*Os planos A, B, C, são planos onde podemos ter reflexões de raios X. Os planos basais embora paralelos, podem apresentar uma certa rotação em torno do eixo o que é comum com as fibras de carbono resultando em uma variação na distância entre eles e o que se chama de distribuição turboestática dos planos basais.*

*O alinhamento dos planos basais confere rigidez às fibras de carbono; para se medir então a distância entre os planos toma-se de uma quantidade de fibras, incide-se o feixe de Raio X normalmente ao pacote de fibras e gira-se as fibras medindo-se a intensidade do feixe difratado a cada 2° de rotação, pode-se então, traçar uma curva da intensidade de feixe em relação à rotação e medir assim o ângulo no qual ocorre a intensidade máxima.*

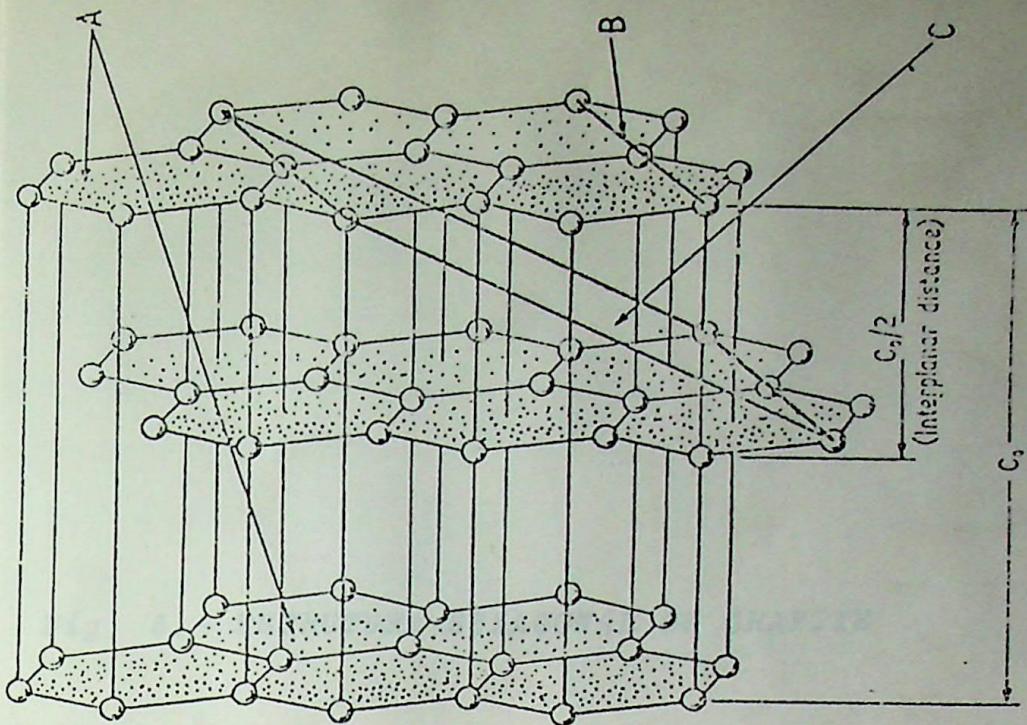


FIG. 5.- ESTRUTURA HEXAGONAL DA GRAFITE

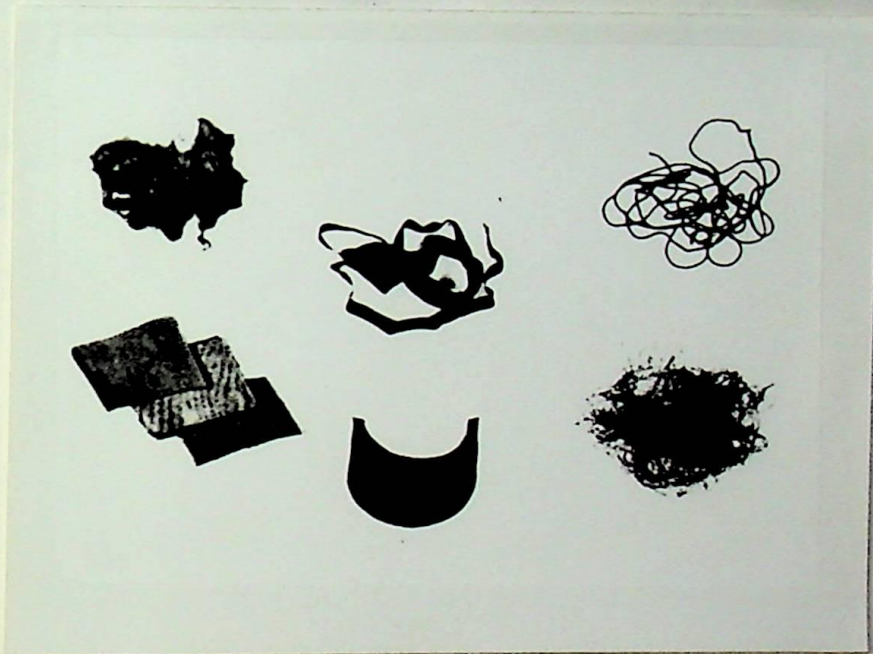


Fig. 6.- FORMAS QUE SE APRESENTAM A FIBRA DE CARBONO.

### 3 - ASPECTOS GERAIS DAS FIBRAS DE CARBONO

As fibras de carbono possuem elevada resistência à tração, e alto módulo de rigidez; tanto a sua estrutura bem como suas propriedades finais dependem de como a fibra foi obtida. De um modo geral, observa-se que o módulo de elasticidade aumenta com o grau de grafitização. A resistência à tração das fibras grafitizadas é menor do que a resistência das fibras carbonizadas, isto devido a uma orientação mais adequada dos cristallitos.

Carbono e grafite são estáveis em muitos ácidos diluídos efervescentes, mas são atacados por ácidos oxidantes concentrados especialmente à temperaturas elevadas. São ainda resistentes a soluções alcalinas e salinas; contendo certos átomos, íons e moléculas podem reagir com o carbono para formação de composto quando o reagente penetra entre os planos dos cristallitos resultando em saliências e alterações nas propriedades das fibras.

As fibras de carbono possuem um conjunto de propriedades térmicas e elétricas peculiares características e que as diferenciam inteiramente das fibras de vidro. Possuem condutibilidade térmica e elétrica, baixo coeficiente da expansão térmica e boa resistência ao choque térmico. Por tais propriedades, tem sido cogitadas para aplicações a altas temperaturas embora tal aplicação dependendo do caso, necessite de cuidadosa análise

quanto à sua durabilidade. Desta forma a fibra de car  
bono é hoje uma alternativa às fibras de vidro e ao  
mesmo tempo ao amianto porque embora apresente conduti  
bilidade também apresenta elevada resistência ao ca  
lor ( $3000^{\circ}\text{C}$ ) podendo então, ser classificada como mate  
rial refratário.

Na figura 06 , vemos as várias formas como são comer  
cializadas fibras de carbono.

Além das propriedades acima mencionadas, alguns auto  
res tem se dedicado ao estudo de propriedades físicas  
e em particular pode-se citar o estudo da superfície  
das fibras bem como dos defeitos ali existentes. Nesse  
sentido, pode-se citar os trabalhos de Donnet J. B e  
Dawksh H. <sup>(14)</sup> e de Johnson D. J. <sup>(15)</sup>, que estudavam a  
superfície das fibras e a microestrutura das fibras pro  
curando-se associar parâmetros de difração com a resis  
tência mecânica, bem como ao módulo de elasticidade.

Nas figuras 07 e 08 , vemos as fibras rompidas compara  
das com a fibra antes de ser rompida. Observemos que,  
superfícies aparentemente suaves sob aumentos maiores  
mostram a superfície áspera.

Conforme já foi anteriormente assinalado, as fibras de  
carbono obtidas a partir do poliacrilonitrilo possuem  
uma microestrutura constituída de vazios e cristalitos  
sendo que suas dimensões dependem das temperaturas nas  
quais as fibras foram obtidas. Tais dimensões podem  
ser obtidas por difração de Raio X; o conhecimento



Fig. 2 Carbon fibre.  $\times 16000$



Fig. 4 Graphite fibre.  $\times 16000$

*Fig. 7.- FIBRA DE CARBONO NÃO ROMPIDA*

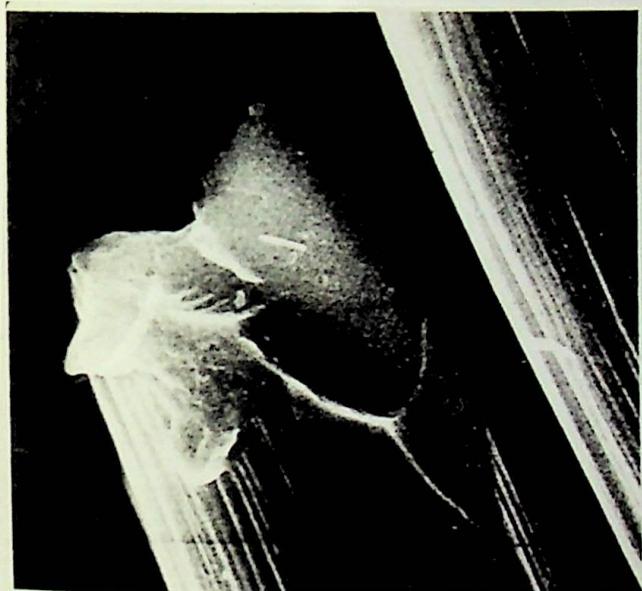


Fig. 3 Carbon fibre.  $\times 4000$

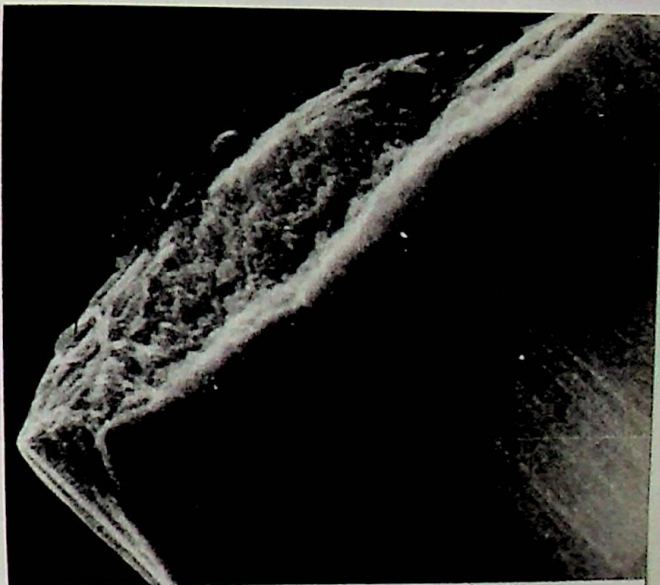


Fig. 5 Graphite fibre.  $\times 8000$

*Fig. 8.- FIBRA DE CARBONO ROMPIDA.*



mais detalhado da estrutura requer o uso da microscopia eletrônica com campos claro e escuro.

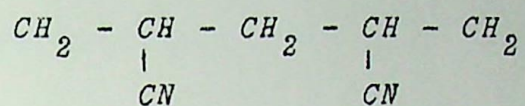
Boa parte do trabalho com microscopia eletrônica tem sido realizado com seções finas. Os processos de preparação são difíceis de serem realizados e outros meios têm sido tentados para a preparação das amostras, com algum sucesso inicial.

Pelo uso de separação ultrasônica indicado por Johnson<sup>(15)</sup> pode-se obter amostras bastante finas de modo a se poder obter imagens sem grande dificuldade. Nota-se pela observação à microscopia eletrônica que à medida que a temperatura de grafitização cresce, diminuem os vazios e aumenta a quantidade de crystalitos dando como consequência uma maior compactação à fibra e também um módulo de elasticidade elevado.

## II - PARTE EXPERIMENTAL

Para a obtenção das fibras de carbono, partiu-se da fibra poliacrilonitrilo com um diâmetro médio de 11 microns e 3,3 gr/10.000 m.

A macromolécula que representa a poliacrilonitrilo é:



sendo obtida no processo adiante descrito.

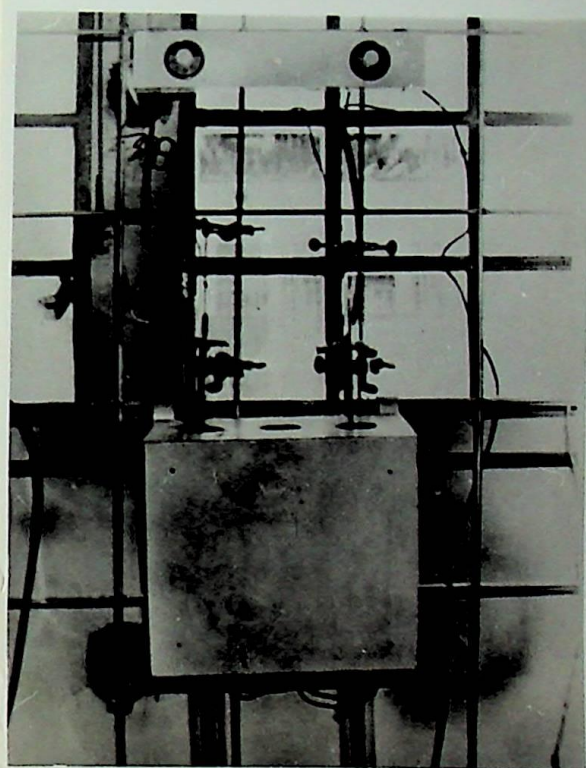
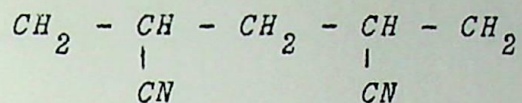


Fig. 9.- FORNO DE OXIDAÇÃO.

## II - PARTE EXPERIMENTAL

Para a obtenção das fibras de carbono, partiu-se da fibra poliacrilonitrilo com um diâmetro médio de 11 microns e 3,3 gr/10.000 m.

A macromolécula que representa a poliacrilonitrilo é:



sendo obtida no processo adiante descrito.

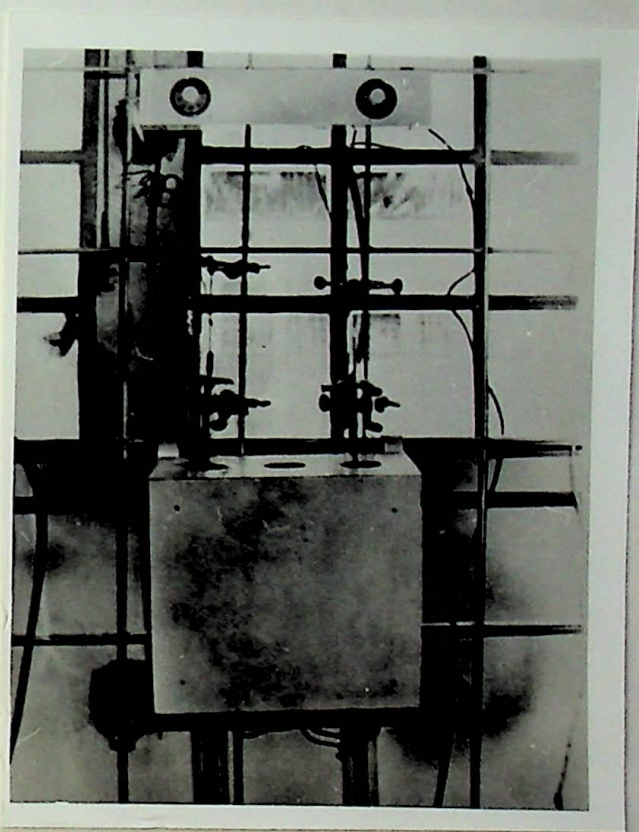


Fig. 9. - FORNO DE OXIDAÇÃO.

O monomero metil metacrilato é obtido pelo aquecimento do ciano-acetona o qual por sua vez é obtido pela reação da acetona com o ácido cianídrico. O ciano-acetona é posto a reagir com ácido sulfúrico resultando no sulfato de metacrilamida; esta reagindo com água e metal nol fornece finalmente o metilmetacrilato.

Vemos abaixo ainda a sequência de obtenção do monomero a partir das matérias primas básicas industriais.

Existem quatro processos de polimerização dos plásticos acrílicos:

- "bulk"
- emulsão
- suspensão
- solução

A polimerização em bloco ou "bulk" é usada principalmente para a produção de chapas e perfis fundidos. Este processo é adequado para a obtenção de altas massas moleculares resultando em materiais de grande resistência.

A polimerização por suspensão é utilizada para a fabricação dos pós de moldagem. O monomero é suspenso em água e adiciona-se o catalizador solúvel em água; dá-se então a formação do polimero.

Os processos de emulsão e solução são feitos para a preparação de soluções a serem empregadas em adesivos e coberturas. Estes processos não são usualmente empregados para a obtenção de chapas, ou pós de moldagem.

A transformação do monomero no polímero é acompanhada de uma contração da ordem de 20%; no caso das chapas fundidas elas são preparadas partindo-se do monomero, na forma de um xarope ao qual se adiciona os aditivos usuais tais como plastificantes, corantes, pigmentos, agentes anti-ultravioleta, etc. sendo que a massa é prensada entre duas placas de vidro aquecidas distantes uma espessura de acordo com o desejado pelo operador. A polimerização neste caso leva de 10-15 horas a uma temperatura de 70 a 120°C. Pode-se por este processo produzir chapas de até 50 mm de espessura.

## 1 - OBTENÇÃO DAS FIBRAS DE CARBONO

As fases de obtenção da fibra já foram indicadas anteriormente e estão adiante descritas sob o aspecto experimental deste trabalho.

### Oxidação:

As variáveis a serem controladas nesta fase são:

- Velocidade de aquecimento;
- temperatura de oxidação;
- tempo de permanência na temperatura de oxidação;
- tensão aplicada.

A velocidade de aquecimento não pôde ser superior a um dado valor porque ocorrerá queima das fibras; estabeleceu-se como adequado a taxa de  $20^{\circ}\text{C}$  por hora.

A temperatura de oxidação encontra-se na faixa de  $200^{\circ}\text{C}$  a  $240^{\circ}\text{C}$  e valor usado foi de  $200^{\circ}\text{C}$  valores superiores a esta faixa provocam a queima da fibra.

O tempo utilizado foi de 150 horas na temperatura de  $200^{\circ}\text{C}$ , tempo este determinado em função do diâmetro da fibra; valores mais elevados poderão ser exigidos caso o diâmetro da fibra aumente uma vez que o processo caracteriza-se por difusão do oxigênio no interior da fibra.

A tensão de tração aplicada na fase de oxidação da fibra irá influir fortemente nas propriedades finais; inicialmente foram oxidadas fibras sem tensão e a seguir fibras com tensões crescentes de 30-60-90-120 e  $150\text{ kg/cm}^2$ . As fibras foram oxidadas na posição verti

cal dentro de fornos tubulares em uma fase inicial do processo, porém em virtude das correntes de convecção dentro do forno ocorreu um aquecimento desigual dentro do conjunto das fibras resultando em um apanhado de fibras de coloração, não uniforme. Esta dificuldade foi contornada passando-se a realizar o processo dentro de um forno de maiores dimensões e provido de ventilação forçada. Observa-se durante o processo, que quanto maior é a tensão aplicada, tanto mais alinhadas e lisas, tornam-se as fibras.

Na figura 09, vemos um dos fornos de oxidação utilizado nesta fase.

Nesta fase, os sinais externos que evidenciam alterações internas na estrutura da macromolécula são observadas pela alteração da coloração e por variações na massa.

Durante as experiências, as fibras foram pesadas antes e após a oxidação observando se variações de massa na faixa de (6-10)%, é necessário eliminar-se as pontas das fibras que ficam em contato com as garras protegidas com amianto porque nesse local ocorre uma queima mais acentuada da fibra em relação à sua parte central. Para o cálculo da massa inicial e final assumiu-se uma uniformidade de densidade ao longo da fibra o que nem sempre é correto resultando em resultados finais médios.

A alteração da densidade é acompanhada de alterações no diâmetro e no comprimento que diminuem a medida que aumenta o tensionamento.

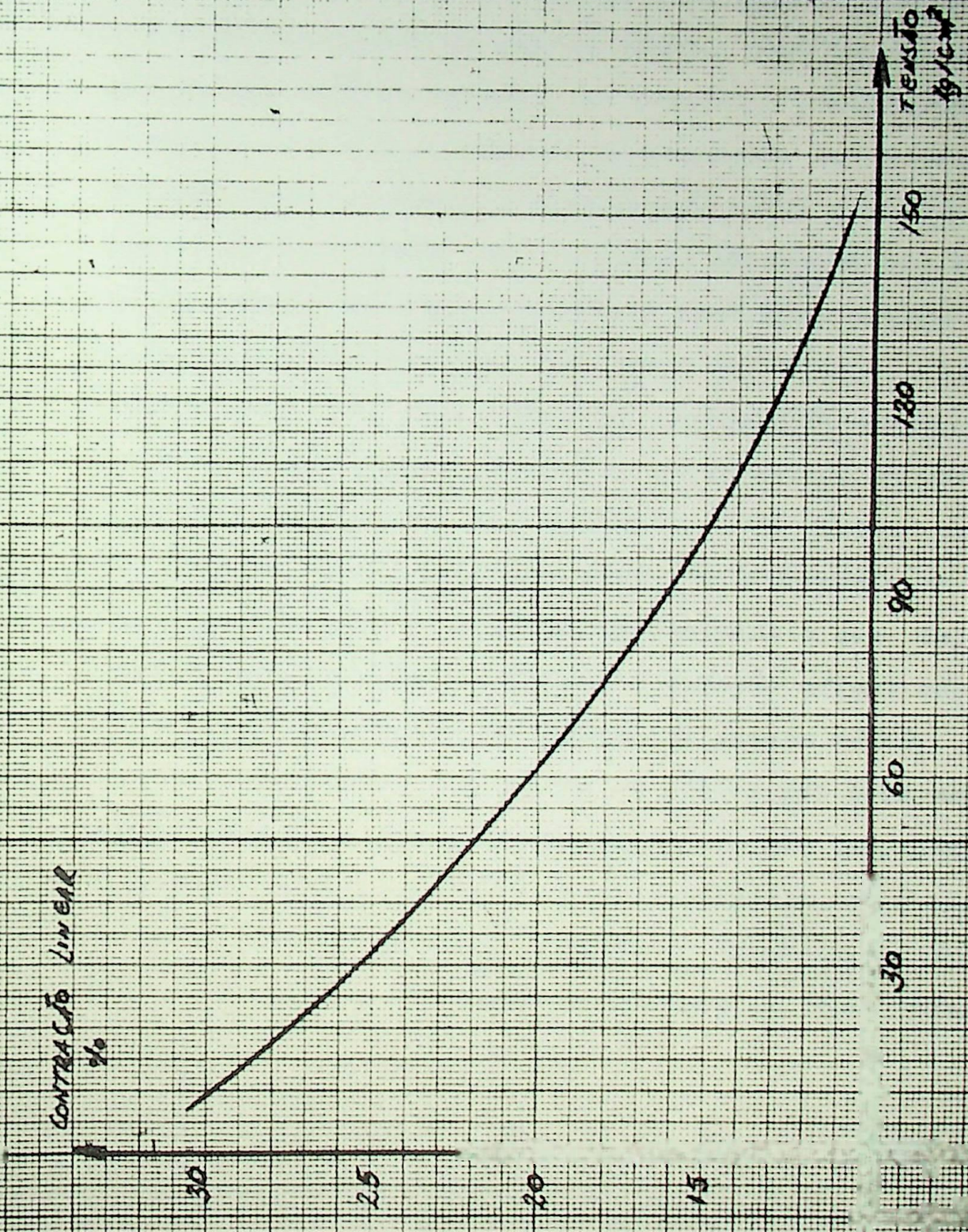
No gráfico <sup>1</sup> temos a contração linear (%) em função da tensão aplicada.

Na tabela abaixo temos para seis lotes de fibras os valores numéricos correspondentes a esta fase.

Propriedades físicas das fibras após a fase de oxidação:

LOTE Nº	Tensão aplicada $\frac{2}{kg/mm^2}$	Compr. Inicial cm	Compr. Final cm	Contração l/lo %	Massa Inicial gr	Massa Final gr	Varição da massa %
1	0	54,2	37,4	31,0	9,46	8,66	8,66
2	60	48,5	38,5	20,6	9,63	8,70	9,70
3	90	43,0	36,9	14,2	9,35	8,82	5,70
4	120	40,0	35,0	12,5	9,40	9,05	3,70
5	150	44,5	39,2	10,5	9,76	9,20	5,70

GRAFICO 1. - OXIDACAO - TENSÃO x CONTRACÇÃO



### Carbonização:

A carbonização foi realizada em um forno tubular com três zonas de aquecimento em atmosfera rigorosamente i nerte; o tensionamento das fibras foi realizado pelo próprio peso das garras de aço e amianto.

A atmosfera ideal no caso seria a de argônio de alta pureza mas o elevado custo deste gás tornou a sua uti lização proibitiva. Uma solução alternativa tentada foi o uso de hidrogênio de pureza média, purificado atra vés de uma rede de paládio; as impurezas permanecem re tidas na rede e o hidrogênio a atravessa; tal processo contudo funciona tanto melhor quanto maior a pureza i nicial do hidrogênio. Com o produto empregado, observou se uma rápida saturação do filtro inclusive durante o processo de carbonização, não sendo suficiente a sua limpeza após cada experiência. A interrupção da corren te de hidrogênio puro resulta na decomposição da fibra de modo incontrolável e inaceitável. Além deste, exis te ainda um certo risco do emprego do hidrogênio em al tas temperaturas com o perigo de explosão o que impõe medidas adequadas de segurança. A solução afinal adota da foi a da utilização do argônio de pureza média, pu rificado através de uma coluna de sílica gel para remo ção da unidade e posterior passagem através de esponja de titânio mantido a 800 C. A esta temperatura o titâ nio já é bastante reativo a retém as impurezas do argô nio; este por sua vez sendo um gás inerte, não reage

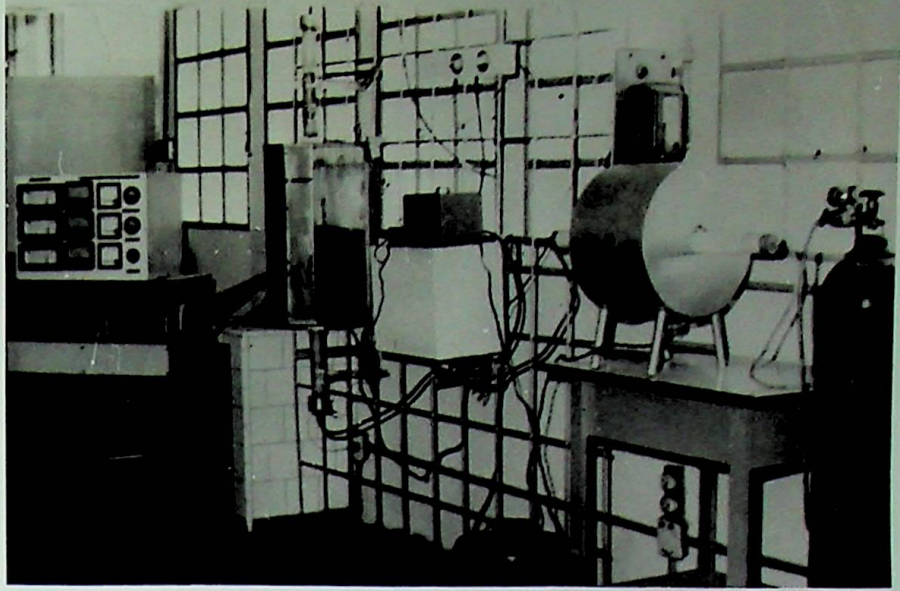
PROPRIEDADES FÍSICAS DA FIBRA APÓS A FASE  
DE CARBONIZAÇÃO.

LOTE Nº	Tensão aplicada $\frac{kg}{mm^2}$	Compr. Inicial cm	Compr. Final cm	Contração l/l0 %	Massa Inicial gr	Massa IFinal gr	Varição da massa %
1	0	27,0	24,0	11,1	0,53	0,28	47
2	50	18,6	15,2	18,2	1,75	0,75	57
3	90	25,3	20,6	18,5	2,27	1,13	50
4	120	19,5	17,0	12,8	2,15	0,90	58
5	150	23,2	20,5	11,2	1,02	0,54	47

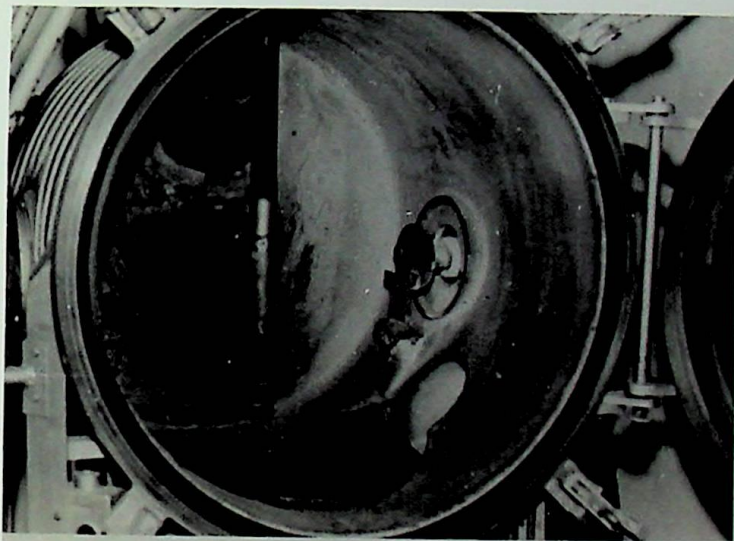
com o titânio resultando em um produto final de quali  
dade compátível com o presente trabalho, tendo em vis-  
ta os resultados afinal obtidos.

A velocidade de aquecimento adotada para esta etapa do  
processo foi de  $40^{\circ}\text{C}$  por hora até a temperatura final  
de  $1000^{\circ}\text{C}$ . Nesta temperatura manteve-se o material por  
duas horas; após este período de tempo mantém-se ainda  
a vazão de argônio durante cinco horas, período após o  
qual a temperatura do forno estará por volta de  $200^{\circ}\text{C}$ .  
Tal procedimento impõe-se de modo a se evitar a pene  
tração de oxigênio na câmara de carbonização o que i  
ria causar um dano irreparável nas fibras. A vazão re  
comendada de argônio a ser mantida durante todo o pro  
cesso é de 01 l/min a pressão de  $1,5 \text{ kg/cm}^2$ .

Durante o processo de carbonização observa-se uma con  
tração longitudinal das fibras em torno de valores mé  
dios de 14% conforme se pode observar na tabela abaixo;  
mediu-se ainda, a variação de massa e vemos que duran  
te o processo ocorre uma diminuição da mesma o que re  
sulta em uma alteração da tensão real aplicada; contu  
do esta variação não é muito grande e a medida exata da  
tensão que está se alterando continuamente durante o  
processo, torna extremamente difícil a sua exata deter-  
minação, preferindo-se adotar um valor nominal inicial  
e outro final. A medida que o processo se adianta, há  
a gradual transformação da macromolécula em carbono, o  
que pode ser observado com o aumento da condutividade



*Fig. 11f-* VISTA DO EQUIPAMENTO DE CARBONIZAÇÃO.



*Fig. 12.-* VISTA DO FORNO DE GRAFITIZAÇÃO.

da fibra. Assim foi instalado em série com as fibras uma fonte de tensão de 270V-CC e um amperímetro. Internamente, em virtude da temperatura utilizou-se contatos de tungstênio que resistem à temperatura em virtude da atmosfera inerte presente.

Até cerca de 400°C a fibra praticamente não conduz corrente elétrica; a partir desta temperatura contudo a corrente cresce rapidamente até atingir-se um valor o qual mantém-se constante acima dessa temperatura e mesmo com uma ligeira tendência à diminuição. A variação da corrente em função da temperatura encontra-se no gráfico 02.

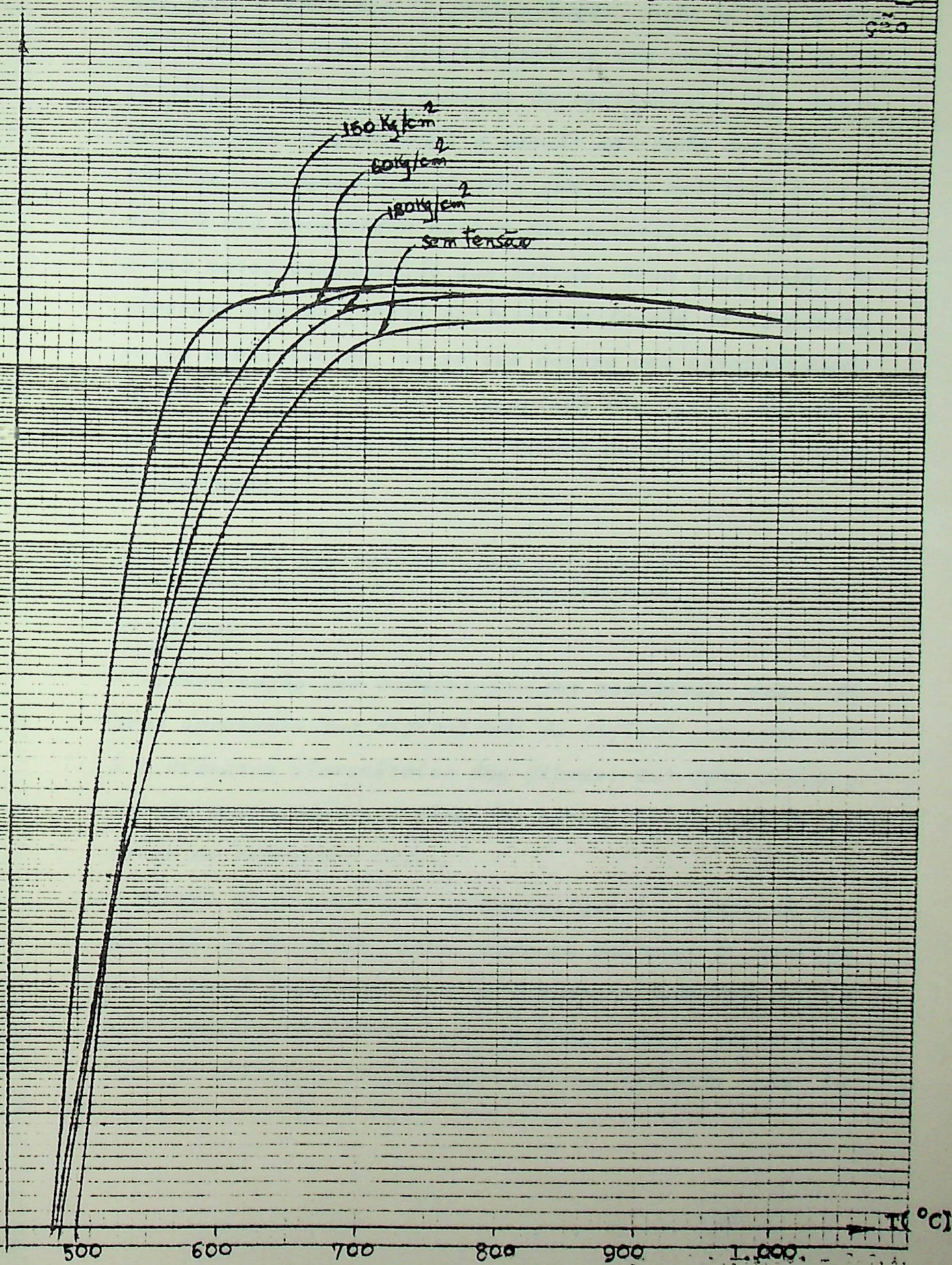
#### Grafitização:

A grafitização das fibras já carbonizadas é feita em um forno com atmosfera rigorosamente inerte ou em vácuo da ordem de  $10^{-4}$  mmHg. Tentou-se realizar o processo por passagem de corrente direta porém, devido a problemas de contato havia uma grafitização irregular da fibra comprometendo suas qualidades finais. O forno propriamente dito onde ocorre a grafitização é um pequeno tubo de apenas 1 cm de diâmetro interno dentro do qual a fibra é colocada e fixada por contatos de tungstênio. Aplicou-se uma pequena tensão, suficiente para manter as fibras alinhadas da ordem de 20 gr. O processo de grafitização é executado a 3000°C por um período de cinco minutos. Na figura 12 temos uma vista do forno de grafitização.

$i$  (mA)

Fig. 9 - Corrente elétrica x Temperatura Carbonizada

gão



Na tabela seguinte temos as propriedades físicas obtidas após o processo de grafítização, onde há uma perda média de 33% após a grafítização e uma contração de 30%. Observa-se que há um aumento da resistência de fibra grafítizada proporcional à tensão aplicada durante a fase de oxidação. Acredita-se que esta melhoria seja devida à uma orientação melhor dos cristaltos, bem como a uma maior compactação das fibras. Pela observação da corrente que as fibras conduzem em função da temperatura de carbonização, vê-se que ocorre uma estabilização por volta de 600 a 700°C sugerindo que nesta temperatura já a fibra fica com a estrutura definitiva de fibra carbonizada.

## 2 - DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS FIBRAS

### Densidade:

A determinação das características mecânicas das fibras apresenta uma dificuldade de difícil contorno que é o diâmetro micrométrico das fibras. Tal fato impõe o uso de equipamentos e técnicas especiais de modo à se obter os referidos dados.

A partir da propriedade conhecida que é a massa de 3,3 gr para 10.000 m de fibra, pode-se calcular a densidade bastando para isso que se conheça o diâmetro uniforme, irregular portanto não podendo ser caracterizado um diâmetro. As medidas diretas da seção são im

PROPRIEDADES FÍSICAS DA FIBRA APÓS  
A FASE DE GRAFITIZAÇÃO

LOTE	Compr. Inicial cm	Compr. Final cm	Massa Incial gr	Massa Final gr
1	27,0	18,90	0,53	0,17
2	18,6	13,02	1,75	0,52
3	25,3	17,71	2,27	0,68
4	19,5	13,65	2,15	0,64
5	23,2	16,24	1,02	0,31

possíveis e obteve-se por meio dos processos abaixo relacionados, um valor médio de seção. O processo consistiu na aglomeração com o auxílio de um adesivo de algumas centenas de fibras as quais foram em seguida embutidas a frio em resina poliéster.

Após a polimerização da resina, procedeu-se a um polimento da forma convencional obtendo-se então, uma superfície adequada à observação. Uma vez polida a superfície, foi observada através de um microscópio metalográfico NEOPHOT-2 um aumento de 1200 vezes e provido de uma ocular reticulada e calibrada com um padrão na objetiva. A área média foi estabelecida como sendo a área circular de diâmetro médio (média aritmética de vinte medidas aleatórias de seção)

Tentou-se ainda uma medida direta pela fotografia da seção transversal e uma escala padrão com o mesmo aumento, mediu então as áreas das fibras com auxílio de planimetro determinando-se a área de diversas seções chegando-se a um valor praticamente igual ao valor médio anteriormente calculado.

Na figura temos as seções transversais de fibras em diversos estágios, bem como a ampliação de um conjunto de fibras.

Na tabela adiante temos os valores médios de diâmetros e densidades.

Densidade linear: 3,3 gr/10.000 m

Diâmetro médio :  $d = 21,4 \text{ m}\mu$

Área média da seção transversal -  $A_m = 361 \text{ m}\mu^2$



*Fig. 13.* - SEÇÕES TRANSVERSAIS DAS FIBRAS DE  
CARBONO.



$$\text{Densidade} = \frac{\text{Densidade linear}}{A_m} = \frac{3,3}{10.000 \times 361 \times 15^6} =$$

$$= 0,91 \text{ gr/cm}^3$$

Da densidade inicialmente calculada para a fibra natu  
ral, determinou-se as densidades das fibras nas condi-  
ções oxidada, carbonizada e grafitizada através das su  
cessivas reduções de massa e comprimento ocorridas du  
rante o processamento.

Assim consideremos:

$m$  = massa inicial

$m_f$  = massa final

$s$  = área média inicial

$s_f$  = área média final

$l$  = comprimento inicial

$l_f$  = comprimento final

$d$  = densidade inicial

$d_f$  = densidade final

$f_1$  = fator de redução de massa

$f_2$  = fator de redução de área média

$f_3$  = fator de redução de comprimento.

Então,

$$m_f = f_1 m$$

$$s_f = f_2 s$$

$$l_f = f_3 l$$

$$d = \frac{m}{s l} \therefore d_f = \frac{m_f}{s_f l_f} = \frac{f_1 m}{f_2 s_f f_3 l} = \frac{f_1}{f_2 f_3} d$$

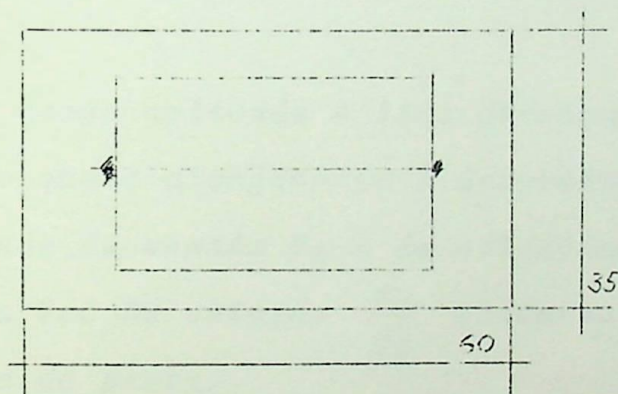
$$d_f = \frac{f_1}{f_2 f_3} d$$

$$f = \frac{f_1}{f_2 f_3}$$

## MÓDULO DE ELASTICIDADE E RESISTÊNCIA À TRAÇÃO E ALONGAMENTO.

A determinação das propriedades mecânicas em tração das fibras de carbono esbarra na dificuldade anteriormente já citada que é a medida micrométrica do diâmetro das fibras. Isto mesmo em se utilizando equipamento especial de ensaio INSTRON específico para medidas de cargas muito baixas; o problema é que é praticamente impossível fixar-se nas garras de máquina as fibras de carbono. Para que o ensaio seja possível de ser realizado, é necessário colocar-se a fibra dentro de uma moldura convenientemente dimensionada.

A moldura usada foi:



A função da moldura é possibilitar a medida do comprimento inicial da fibra, permitir seu manuseio e fixação no equipamento. Para tracionar somente a fibra, e limina-se as laterais da moldura cortando-as com o auxílio de uma resistência aquecida. Tal operação deve ser cuidadosamente realizada porque qualquer esforço que se venha a fazer na fibra, resulta na sua ruptura.

Na figura 14 e , temos a sequência de montagem da fibra, a qual é puxada cuidadosamente de uma mófia com o auxílio de uma fita gomada. O filamento extraído é puxado através da moldura, sobre uma marca de centro da moldura e colando-se a fibra à moldura junto ao seu contorno interno com um adesivo tipo PVC dissolvido em solvente orgânico. Após a secagem do adesivo, corta-se o excesso da fibra e temos um corpo de prova montado. O ensaio à tração foi realizado conforme dito pelo e equipamento INSTRON operando a uma taxa de deformação constante com célula de carga e registrador para fundo de escala de 10-20 gramas-força de tração. A carga e o alongamento são indicados no registrador.

A carga aplicada é lida diretamente na carta, enquanto que o alongamento é determinado a partir da velocidade de ensaio  $V_e$  e da velocidade da carta registradora  $V_c$ . Da relação  $\frac{V_e}{V_c}$  obtém-se o módulo de alongamento da carta.

Assim, do registro temos:

$$V_e = 2\text{mm/min}$$

$$\frac{V_e}{V_c} = \frac{2}{200} = 0.01 \frac{\text{mm de alongamento}}{\text{mm da carta}}$$

$$V_c = 200\text{mm/min}$$

Isto significa que a cada 1 mm da carta registradora corresponde a 0,01 mm de alongamento do corpo de pro  
va.

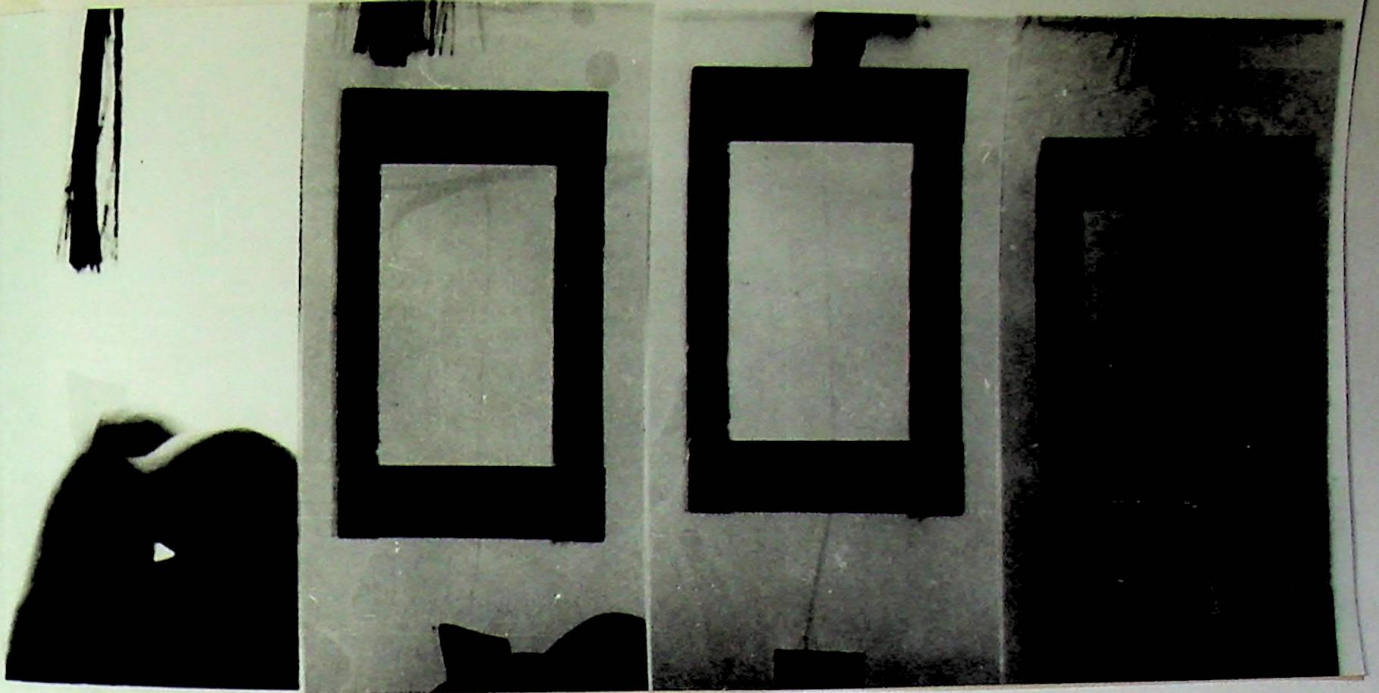


Fig. 14.- SEQUÊNCIA DE MONTAGEM DO CORPO  
DE PROVA NA MOLDURA.

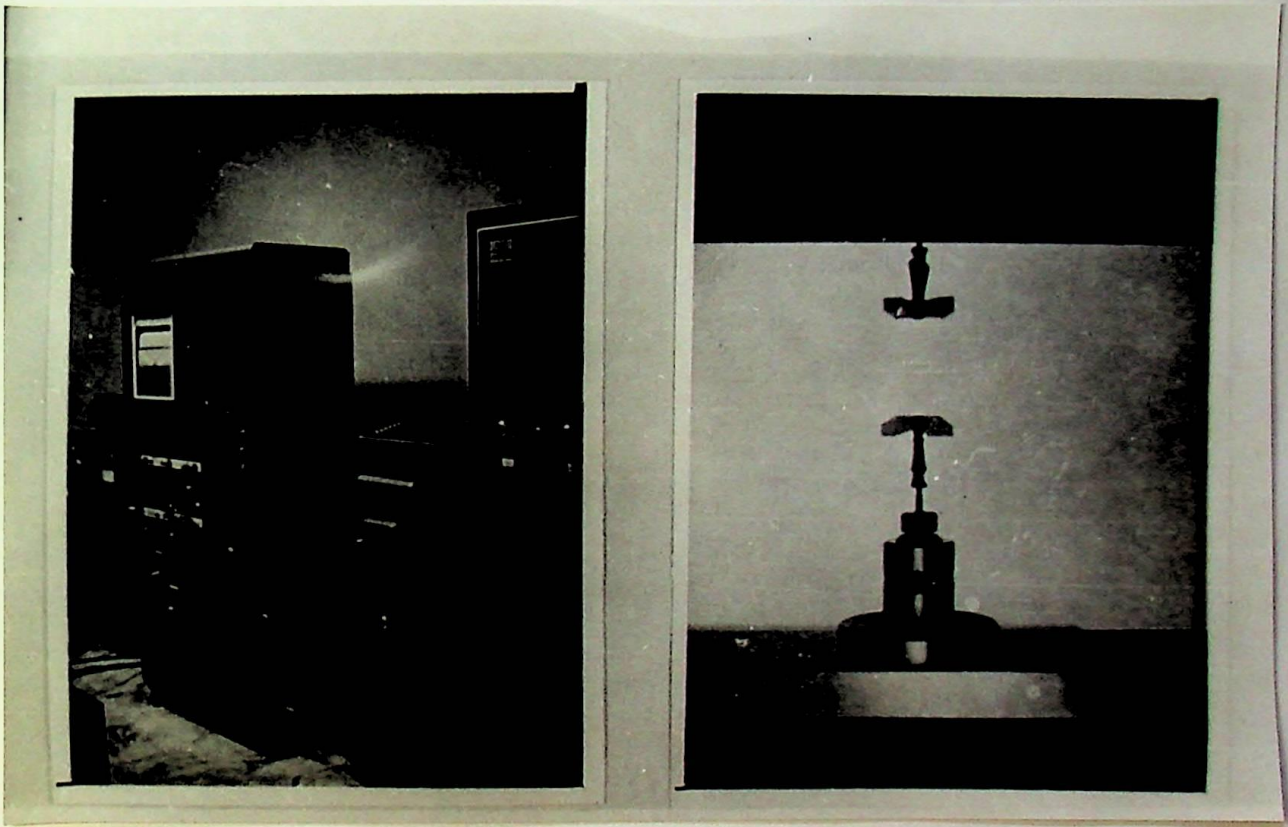


Fig. 15.- VISTA DO EQUIPAMENTO.



Na figura 15 temos a fotografia do equipamento utilizado, bem como detalhe da fixação do corpo de prova.

Na figura 16 vemos em detalhe a operação de montagem da moldura no equipamento e o corte do isopor lateral da moldura.

As garras utilizadas para a fixação da moldura são articuladas, o que permite a aplicação de uma tração alinhada com o eixo da fibra.

Para este alinhamento ficar mais fácil de ser realizado é interessante executar-se sempre a marcação da linha de centro da moldura, facilitando a centragem das garras.

Como a fibra é montada sem tensão na moldura, ao se iniciar a tração ela é esticada procedendo à acomodação do sistema de fixação.

Na figura 17, temos uma curva típica do ensaio de tração, onde vemos a proporcionalidade entre a carga e deformação. O alongamento será obtido pela fórmula:

$$\varepsilon = x \operatorname{tg} \left( \frac{V_e}{V_c} \right)$$

Todos os ensaios foram realizados à velocidade de alongamento de 2.0 mm/min. A carta registradora teve ajustado sua velocidade com o comportamento do material.

Na tabela 01 temos os valores dos ensaios nas diversas condições do processo.

No gráfico 03, temos as variações do módulo de elasticidade e resistência à tração em função do tensionamen

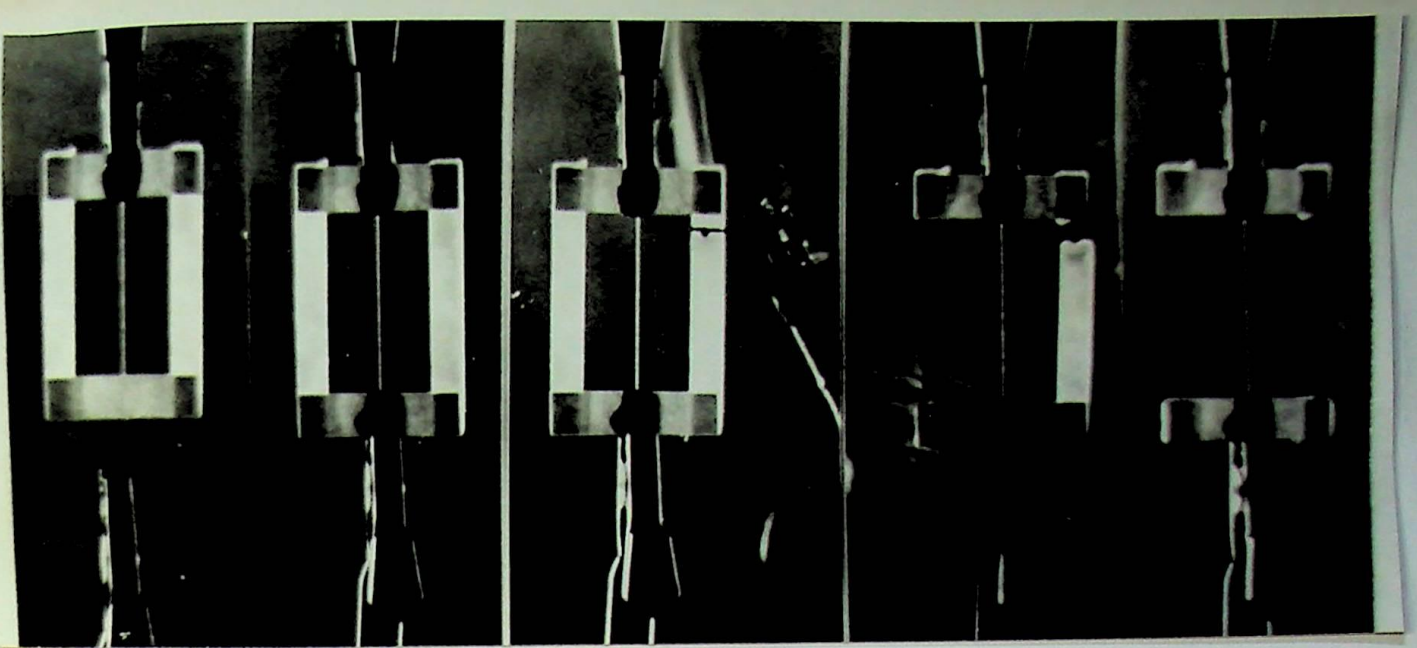


Fig. 16.- CORPO DE PROVA MONTADO PARA ENSAIO.

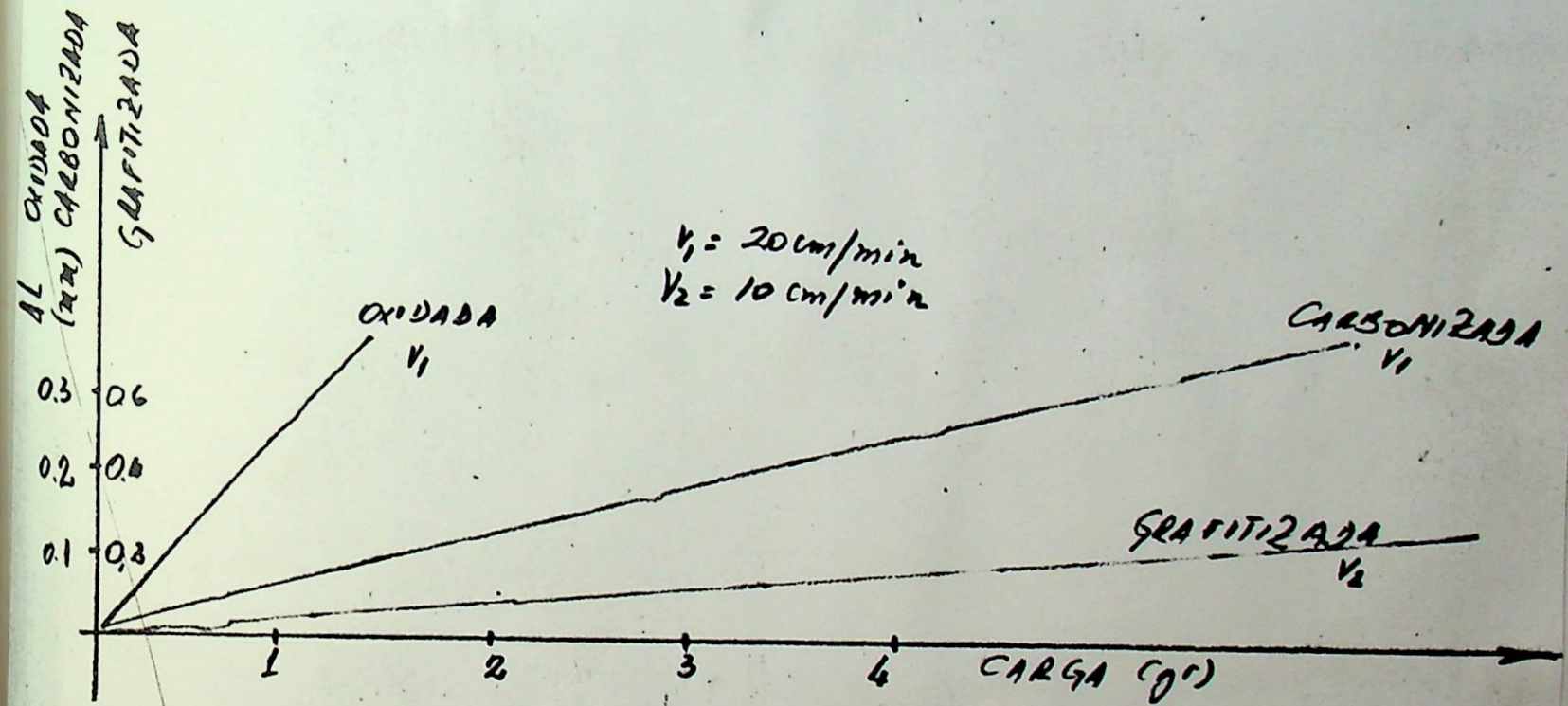
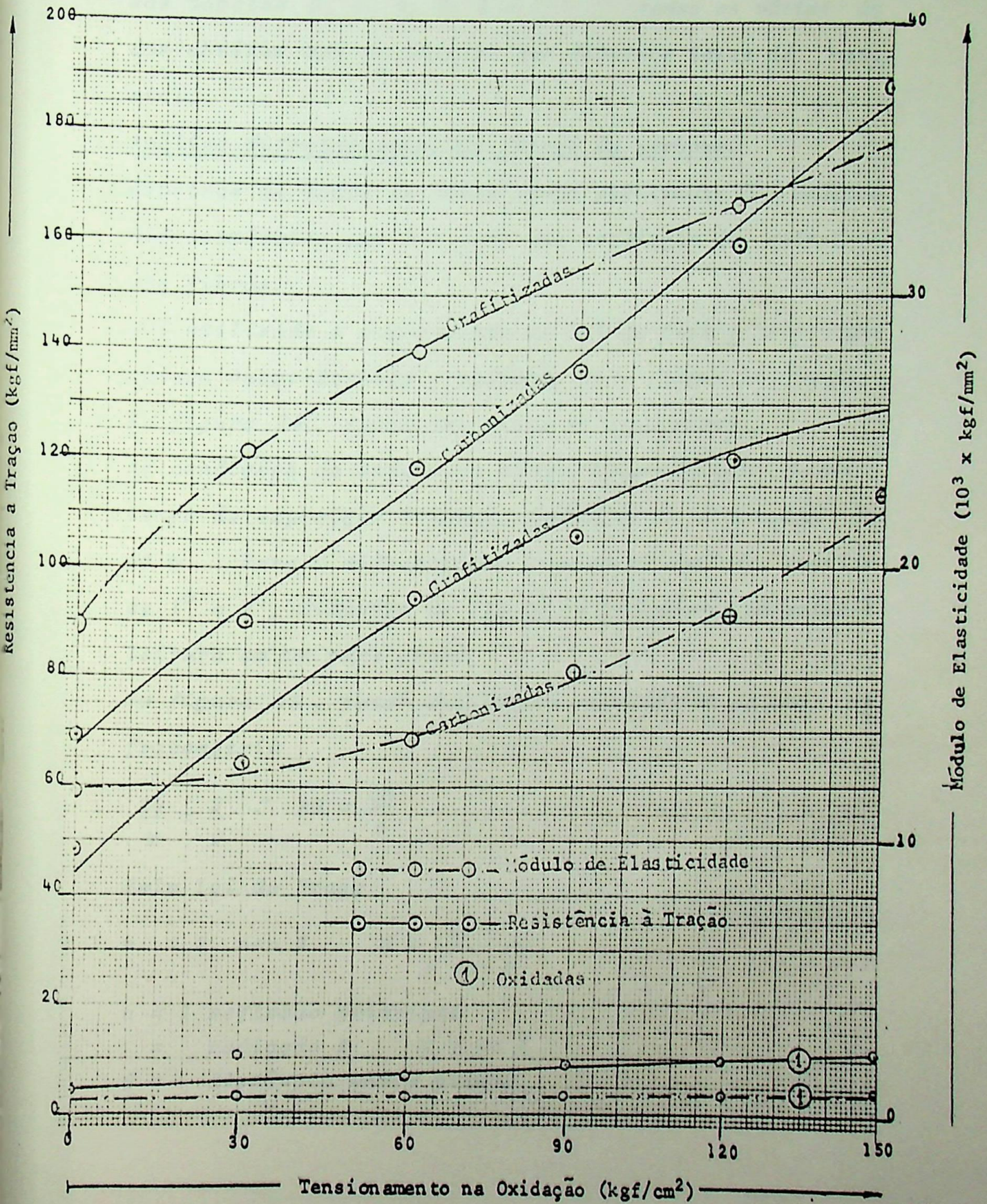


Fig. 17.- CURVA TÍPICA DE ENSAIO.

Tabela 01 RESULTADOS DO ENSAIO DE TRAÇÃO

O X I D A D A S							
L O T E	Nº	1	2	3	4	5	6
Tensionamento na oxidação	kgf/cm <sup>2</sup>	0	30	60	90	120	150
Resistência à Tração	kgf/mm <sup>2</sup>	4,3	10,7	7,0	9,0	9,8	11,1
Diâmetro médio equivalente	µm	17,8	17,1	16,7	16,4	16,2	15,9
Módulo de Elasticidade	kgf/mm <sup>2</sup>	550	645	690	740	785	815
Alongamento de ruptura	%	0,76	1,71	1,01	1,21	1,25	1,36
C A R B O N I Z A D A S							
L O T E	Nº	101	102	103	104	105	106
Resistência à Tração	kgf/mm <sup>2</sup>	69,2	90,0	118,3	136,2	159,2	188,5
Módulo de Elasticidade	kgf/mm <sup>2</sup>	11.800	12.900	13.720	16.200	18.300	22.700
Diâmetro médio equivalente	µm	12,4	11,7	10,7	10,3	9,8	9,4
Alongamento da ruptura	%	0,64	0,70	0,86	0,84	0,87	0,83
G R A F I T I Z A D A S							
L O T E	Nº	201	202	203	204	205	206
Resistência à Tração	kgf/mm <sup>2</sup>	48,1	65,3	94,6	106,0	120,0	93,8
Módulo de Elasticidade	kgf/mm <sup>2</sup>	17.800	24.200	27.900	28.600	33.300	32.200
Diâmetro médio equivalente	µm	11,8	11,0	10,4	9,9	9,4	9,0
Alongamento da ruptura	%	0,27	0,27	0,34	0,37	0,36	0,29

Gráfico 03 VARIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO E MÓDULO DE ELASTICIDADE DE DAS FIBRAS DE CARBONO EM FUNÇÃO DOS TENSIONAMENTOS NA OXIDAÇÃO



to na fase da oxidação.

No gráfico 04, tem s a variação do alongamento e do diâmetro médio em função do tensionamento na oxidação.

Nas tabelas 2, 3, 4, 5, 6 e 7 temos os vários dados obtidos com os ensaios dos diversos lotes de material.

#### Análise difratométrica das fibras de carbono.

Amostras de todos os lotes foram submetidas à análise difratométrica por R-X para uma avaliação de estrutura das fibras.

Foi utilizado o equipamento de R-X da Philips com uma câmara Debye-Schener, radiação K<sub>2</sub> e filtro de níquel.

Na figura 18, temos uma vista do equipamento.

As condições de ensaio na câmara Debye-Schener foram : tempo de exposição 7 horas, tensão 50 Kv e corrente de 20 m . Para o difratometro usou-se velocidade angular de 1° e 2', diâmetro de 114,64 mm podendo-se executar a leitura em mm para graus.

Na figura 19, temos uma figura esquemática de uma difratometria

$$\frac{20}{M} = \frac{S}{W} \quad \therefore 20 = \frac{SM}{W}$$

Pela lei de Bragg

$$n = 2 \operatorname{sen} \phi \quad d = \frac{n}{2 \operatorname{sen} \phi}$$

n = 1 reflexão principal

= radiação K = 1,54 Å

d = distância entre planos.

Gráfico 04 VARIAÇÃO DO ALONGAMENTO DE RUPTURA E DIÂMETRO MÉDIO EQUIVALENTE

EM FUNÇÃO DO TENSIONAMENTO NA OXIDAÇÃO

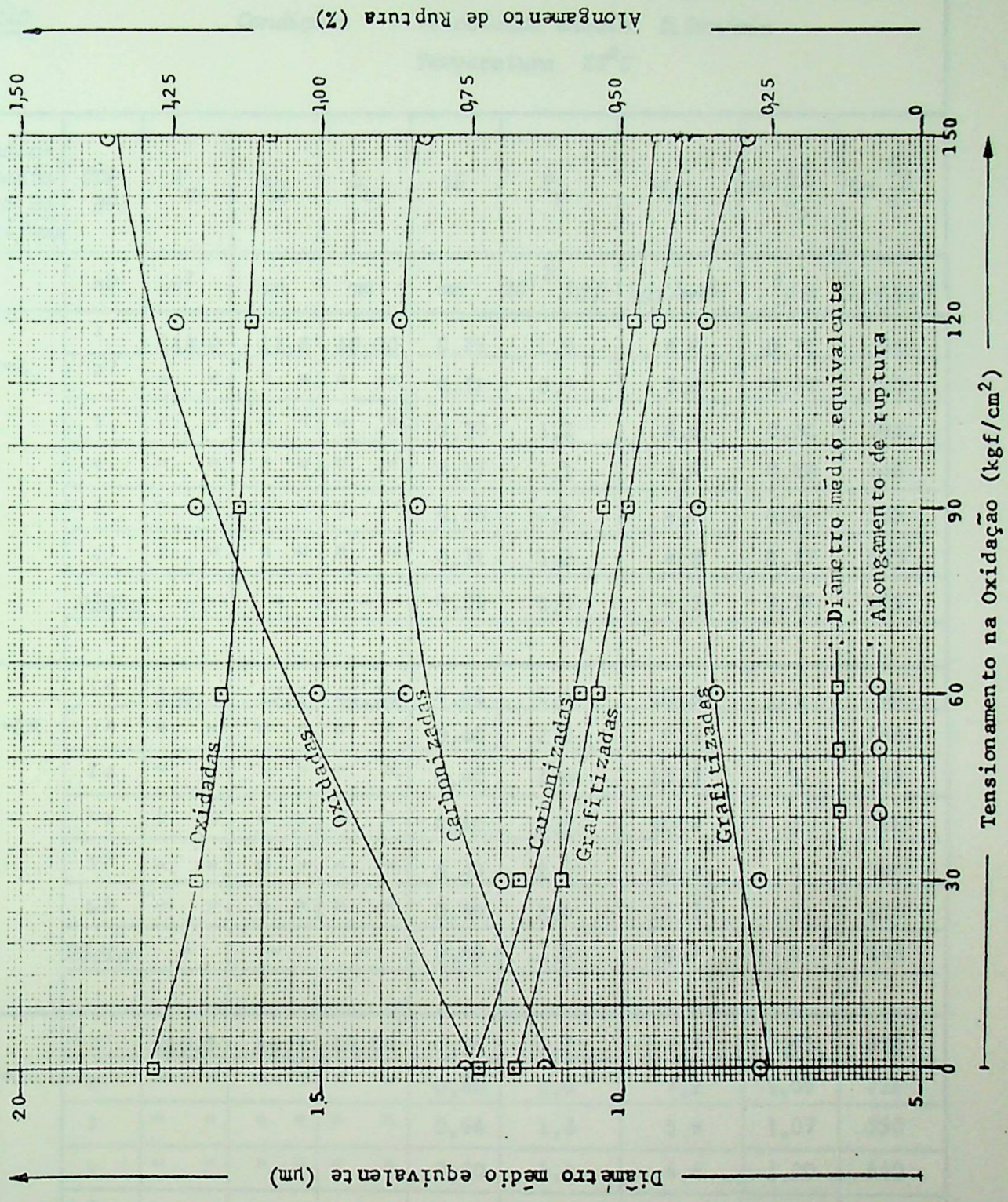


Tabela 02

ENSAIO

Material : Fibras de Carbono Oxidadas

DE

Equipamento : INSTRON (Taxa de alongamento constante)

TRAÇÃO

Condições : Velocidade ensaio 2.0mm/min

Temperatura 23°C

$\tau$ -Tensio- namento $\rho$ -Pêso Es- pecífico	CDP Nº	$A_m$	$\phi_m$	$L_o$	$\Delta L$	$P_r$	$\sigma_r$	$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_o}$	$E = \frac{\sigma_r}{\epsilon}$
	nº	$\mu m^2$	$\mu m$	mm	mm	$10^{-3}$ kgf	kgf/mm <sup>2</sup>	o/o	kgf/mm <sup>2</sup>
LOTE = 1	1	248,0	17,8	40,00	0,29	1,0	4,0	0,72	550
	2	" "	" "	" "	0,31	0,9	3,6	0,77	467
	3	" "	" "	" "	0,33	1,2	4,8	0,82	585.
	4	" "	" "	" "	0,27	1,1	4,4	0,68	646
	5	" "	" "	" "	0,33	1,2	4,8	0,82	585
	6	" "	" "	" "	0,31	1,2	4,8	0,77	523
	Média	-	-	-	0,31	1,1	4,3	0,76	575
LOTE = 2*	1*	230,5	17,1	40,00	0,40	2,5	10,8	1	700
	2*	" "	" "	" "	0,40	2,2	9,6	1	650
	3*	" "	" "	" "	0,40	2,6	11,3	1	625
	4*	" "	" "	" "	0,40	2,5	10,8	1	700
	5*	" "	" "	" "	0,40	2,4	10,4	1	586
	6*	" "	" "	" "	0,40	2,6	11,3	1	620
	Média	-	-	-	0,40	2,5	10,7	1	645
LOTE = 3	1	220,5	16,7	60,00	0,56	1,7	7,7	0,93	830
	2	" "	" "	" "	0,60	1,6	7,2	1,00	720
	3	" "	" "	" "	0,64	1,3	5,9	1,07	550
	4	" "	" "	" "	0,60	1,4	6,4	1,00	640
	5	" "	" "	" "	0,60	1,8	8,2	1,00	820
	6	" "	" "	" "	0,63	1,5	6,8	1,06	640
	Média	-	-	-	0,60	1,6	7,0	1,01	690

\* Módulo de elasticidade a 1% de alongamento.

ENSAIO  
DE  
TRAÇÃO

Material : Fibras de Carbono Oxidadas  
Equipamento : INSTRON (Taxa de alongamento constante)  
Condições : Velocidade ensaio 2.0mm/min  
Temperatura 23°C

$\tau$ -Tensio- namento $\rho$ -Peso Es- pecífico	CDP Nº	$A_m$	$\phi_m$	$L_o$	$\Delta L$	$P_r$	$\sigma_r$	$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_o}$	$E = \frac{\sigma_r}{\epsilon}$
	nº	$\mu m^2$	$\mu m$	mm	mm	$10^{-3}$ kgf	kgf/mm <sup>2</sup>	o/o	kgf/mm <sup>2</sup>
LOTE =4	1	212,0	16,4	60,00	0,70	2,0	9,4	1,17	805
	2	" "	" "	" "	0,71	1,8	8,5	1,18	720
	3	" "	" "	" "	0,74	1,7	8,0	1,23	650
	4	" "	" "	" "	0,72	1,9	9,0	1,20	746
	5	" "	" "	" "	0,76	1,9	9,0	1,27	705
	6	" "	" "	" "	0,74	2,0	9,4	1,20	785
	Média	-	-	-	0,73	1,9	9,0	1,21	740
LOTE =5	1	207,5	16,2	60,00	0,54	2,2	10,6	1,25	825
	2	" "	" "	" "	0,84	2,3	11,1	1,40	794
	3	" "	" "	" "	0,67	1,9	9,2	1,11	827
	4	" "	" "	" "	0,65	1,8	8,7	1,28	680
	5	" "	" "	" "	0,70	1,9	9,2	1,17	784
	6	" "	" "	" "	0,74	2,1	10,1	1,27	795
	Média	-	-	-	0,69	2,0	9,8	1,25	785
LOTE =6	1	198,0	15,9	60,00	0,90	1,9	9,6	1,50	640
	2	" "	" "	" "	0,90	2,7	13,6	1,50	910
	3	" "	" "	" "	0,76	2,3	11,6	1,27	910
	4	" "	" "	" "	0,78	2,0	10,1	1,30	775
	5	" "	" "	" "	0,76	2,0	10,1	1,27	790
	6	" "	" "	" "	0,80	2,3	11,6	1,33	870
	Média	-	-	-	0,82	2,2	11,1	1,36	815

ENSAIO

DE

TRAÇÃO

Material : Fibras de Carbono Carbonizadas

Equipamento : INSTRON (Taxa de alongamento constante)

Condições : Velocidade ensaio 2.0mm/min

Temperatura 23°C

$\tau$ -Tensio- namento $\rho$ -Pêso Es- pecífico	CDP Nº	$A_m$	$\phi_m$	$L_o$	$\Delta L$	$P_r$	$\sigma_r$	$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_o}$	$E = \frac{\sigma_r}{\epsilon}$
	nº	$\mu m^2$	$\mu m$	mm	mm	$10^{-3}$ kgf	kgf/mm <sup>2</sup>	o/o	kgf/mm <sup>2</sup>
LOTE =101	1	122,0	12,4	40,00	0,23	8,6	70,0	0,57	12.300
	2	" "	" "	" "	0,27	10,1	82,0	0,67	12.200
	3	" "	" "	" "	0,20	8,2	67,2	0,50	13.400
	4	" "	" "	" "	0,42	8,3	68,0	1,05	6.500
	5	" "	" "	" "	0,22	7,9	65,1	0,55	11.900
	6	" "	" "	" "	0,20	7,6	62,3	0,50	12.500
	Média	-	-	-	0,25	8,4	69,2	0,64	11.800
LOTE =102	1	107,5	11,7	60,00	0,45	11,7	109,2	0,75	14.050
	2	" "	" "	" "	0,44	10,3	96,3	0,73	13.060
	3	" "	" "	" "	0,42	9,0	84,0	0,70	12.000
	4	" "	" "	" "	0,43	10,2	95,4	0,74	12.900
	5	" "	" "	" "	0,44	9,8	91,2	0,73	12.500
	6	" "	" "	" "	0,32	7,4	69,0	0,53	13.000
	Média	-	-	-	0,42	9,7	90,0	0,70	12.900
LOTE =103	1	90,5	10,7	40,00	0,24	8,1	89,5	0,60	14.850
	2	" "	" "	" "	0,31	18,0	88,5	9,77	11.500
	3	" "	" "	" "	0,33	13,2	146,0	0,82	17.800
	4	" "	" "	" "	0,45	14,0	155,0	1,12	13.850
	5	" "	" "	" "	0,44	12,2	135,1	1,10	12.250
	6	" "	" "	" "	0,30	9,0	99,4	0,75	13.250
	Média	-	-	-	0,34	10,7	118,3	0,86	13.720

Tabela 05

ENSAIO

DE

TRAÇÃO

Material : Fibras de Carbono Carbonizadas

Equipamento : INSTRON (Taxa de alongamento constante)

Condições : Velocidade ensaio 2.0mm/min

Temperatura 25°C

$\tau$ -Tensio- namento $\rho$ -Peso Es- pecífico	CDP Nº	$A_m$	$\phi_m$	$L_o$	$\Delta L$	$P_r$	$\sigma_r$	$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_o}$	$E = \frac{\sigma_r}{\epsilon}$
	nº	$\mu m^2$	$\mu m$	mm	mm	$10^{-3}$ kgf	kgf/mm <sup>2</sup>	o/o	kgf/mm <sup>2</sup>
LOTE =104	1	83,0	10,3	40,00	0,41	15,8	190,0	1,02	18.640
	2	" "	" "	" "	0,33	8,6	103,2	0,82	12.570
	3	" "	" "	" "	0,40	11,0	133,2	1,00	13.320
	4	" "	" "	" "	0,26	10,0	120,0	0,65	18.500
	5	" "	" "	" "	0,35	14,0	168,8	0,87	19.400
	6	" "	" "	" "	0,28	8,4	101,1	0,70	14.470
	Média	-	-	-	0,34	11,3	136,2	0,84	16.200
LOTE =105	1	76,0	9,8	40,00	0,34	11,5	151,5	0,85	17.830
	2	" "	" "	" "	0,36	10,8	142,0	0,90	15.800
	3	" "	" "	" "	0,38	12,8	168,5	0,95	17.750
	4	" "	" "	" "	0,30	16,4	216,0	0,75	27.800
	5	" "	" "	" "	0,36	11,0	144,9	0,90	16.100
	6	" "	" "	" "	0,34	10,0	131,5	0,85	15.500
	Média	-	-	-	0,35	12,1	159,2	0,87	18.300
LOTE =106	1	70	9,4	40,00	0,39	15,6	223,0	0,97	23.000
	2	" "	" "	" "	0,40	17,2	246,0	1,00	24.600
	3	" "	" "	" "	0,33	12,0	171,5	0,83	20.600
	4	" "	" "	" "	0,26	11,6	165,7	0,65	25.500
	5	" "	" "	" "	0,23	10,0	143,0	0,57	25.100
	6	" "	" "	" "	0,35	12,6	180,0	0,87	20.700
	Média	-	-	-	0,33	13,2	188,5	0,83	22.700

Tabela 06

ENSAIO  
DE  
TRAÇÃO

Material : Fibras de Carbono Grafitizadas  
Equipamento : INSTRON (Taxa de alongamento constante)  
Condições : Velocidade ensaio 2.0mm/min  
Temperatura 23°C

$\tau$ -Tensio- namento $\rho$ -Peso Es- pecífico	CDP Nº	$A_m$	$\phi_m$	$L_0$	$\Delta L$	$P_r$	$\sigma_r$	$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$	$E = \frac{\sigma_r}{\epsilon}$
	nº	$\mu m^2$	$\mu m$	mm	mm	$10^{-3}$ kgf	kgf/mm <sup>2</sup>	o/o	kgf/mm <sup>2</sup>
LOTE = 201	1	108,0	11,8	40,00	0,10	5,0	46,2	0,25	18.500
	2	" "	" "	" "	0,11	5,2	48,2	0,27	17.900
	3	" "	" "	" "	0,11	6,6	61,1	0,27	22.900
	4	" "	" "	" "	0,12	6,0	55,5	0,30	18.500
	5	" "	" "	" "	0,11	4,8	44,4	0,27	16.500
	6	" "	" "	" "	0,10	6,1	56,5	0,25	22.600
	Média	-	-	-	0,11	5,2	48,1	0,27	17.800
LOTE = 202	1	95,0	11,0	40,00	0,11	6,8	71,6	0,27	26.500
	2	" "	" "	" "	0,12	5,7	60,0	0,30	20.000
	3	" "	" "	" "	0,10	5,8	61,1	0,25	24.400
	4	" "	" "	" "	0,10	6,0	63,2	0,25	25.300
	5	" "	" "	" "	0,11	6,3	66,4	0,27	24.600
	6	" "	" "	" "	0,12	6,3	66,4	0,30	22.100
	Média	-	-	-	0,11	6,2	65,3	0,27	24.200
LOTE = 203	1	84,5	10,4	40,00	0,13	7,0	83,0	0,33	25.100
	2	" "	" "	" "	0,12	7,6	90,0	0,30	30.000
	3	" "	" "	" "	0,15	8,7	103,1	0,37	28.000
	4	" "	" "	" "	0,16	8,9	105,2	0,40	26.400
	5	" "	" "	" "	0,15	7,7	91,2	0,37	24.600
	6	" "	" "	" "	0,12	8,0	94,6	0,30	31.500
	Média	-	-	-	0,14	8,0	94,6	0,34	27.900

ENSAIO  
DE  
TRAÇÃO

Material : Fibras de Carbono Grafetizadas  
Equipamento : INSTRON (Taxa de alongamento constante)  
Condições : Velocidade ensaio 2.0mm/min  
Temperatura 23°C

$\tau$ -Tensio- namento $\rho$ -Peso Es- pecífico	CDP Nº	$A_m$	$\phi_m$	$L_o$	$\Delta L$	$P_r$	$\sigma_r$	$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_o}$	$E = \frac{\sigma_r}{\epsilon}$
	nº	$\mu m^2$	$\mu m$	mm	mm	$10^{-3}$ kgf	kgf/mm <sup>2</sup>	o/o	kgf/mm <sup>2</sup>
LOTE =204	1	78,5	9,9	40,00	0,15	8,8	112,1	0,37	30.300
	2	" "	" "	" "	0,15	7,6	96,9	0,37	26.200
	3	" "	" "	" "	0,16	9,1	116,0	0,40	29.000
	4	" "	" "	" "	0,14	8,1	103,2	0,35	29.500
	5	" "	" "	" "	0,15	8,2	104,3	0,37	28.200
	6	" "	" "	" "	0,14	7,5	95,7	0,35	27.300
	Média	-	-	-	0,15	8,3	106,0	0,37	28.600
LOTE =205	1	70,0	9,4	40,00	0,16	8,3	125,7	0,40	31.400
	2	" "	" "	" "	0,15	7,8	111,1	0,35	31.700
	3	" "	" "	" "	0,15	9,5	135,1	0,35	38.000
	4	" "	" "	" "	0,16	7,4	105,8	0,40	26.400
	5	" "	" "	" "	0,14	8,0	114,3	0,35	32.600
	6	" "	" "	" "	0,12	8,5	121,5	0,30	36.400
	Média	-	-	-	0,15	8,3	120,0	0,36	33.300
LOTE =206	1	63,0	9,0	40,00	0,10	6,3	100,0	0,25	40.000
	2	" "	" "	" "	0,10	5,9	93,7	0,25	37.500
	3	" "	" "	" "	0,13	5,5	87,4	0,33	26.400
	4	" "	" "	" "	0,13	6,0	93,3	0,33	28,800
	5	-	-	-	-	-	-	-	-
	6	-	-	-	-	-	-	-	-
	Média	-	-	-	0,15	5,9	93,8	0,29	32.200

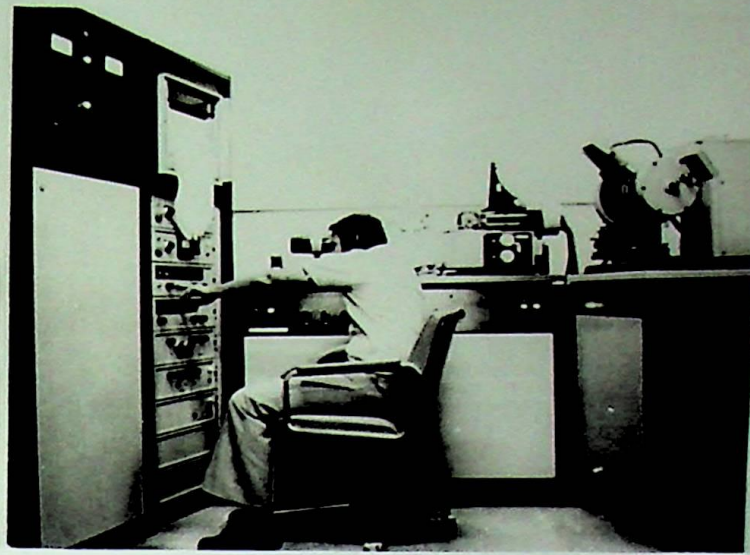


Fig. 18.- VISTA DO EQUIPAMENTO DE DIFRATOMETRIA  
POR R - X.

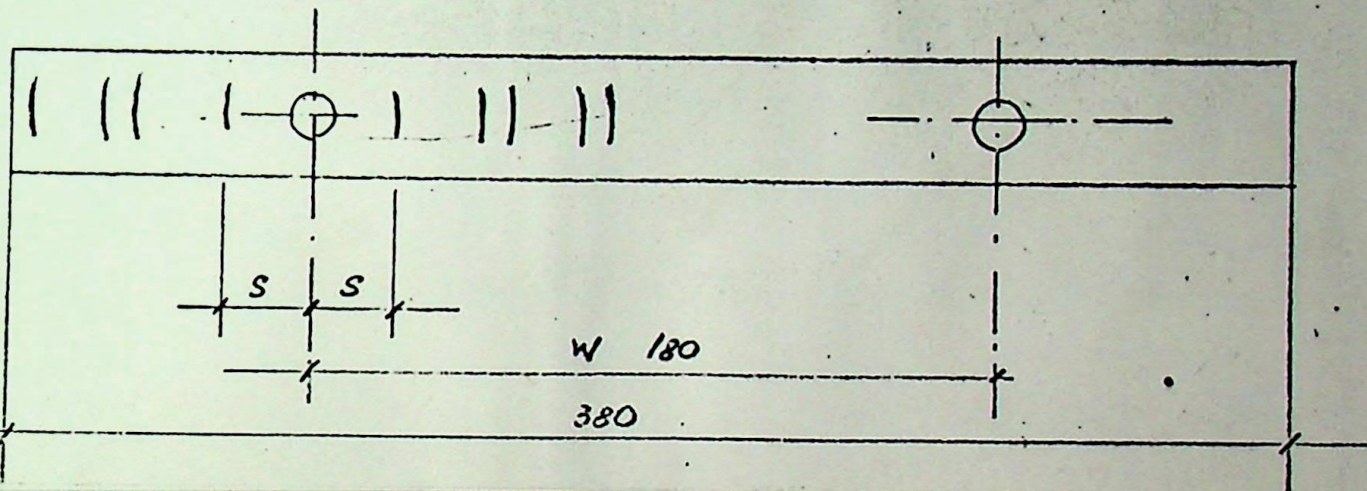


Fig. 19.- FIGURA ESQUEMÁTICA DE UMA DIFRATOMETRIA.

Podemos assim determinar a distância entre os planos ; os picos de maior intensidade permitem a determinação entre os planos de maior densidade da grafite.

Com o difratímetro em vez do filme fotográfico obtemos um traçado da intensidade devidamente registrado, com os picos de intensidade máxima correspondendo às áreas mais iluminadas do filme fotográfico.

Na figura 20, temos as fotografias obtidas na câmara Debye-Schener das diversas condições da fibra.

Vemos que a fibra sintética a carbonizada e a grafitizado apresentam uma regularidade interna enquanto que no estado oxidado parece indicar uma estrutura em desarranjo ou ausência de estrutura.

Na tabela 08, temos os dados experimentais para as fibras nos estados carbonizado e grafitizado.

O tensionamento das fibras durante a fase de oxidação resulta como se viu em uma melhoria das propriedades finais da fibra o que pode ser comprovado pela intensidade de difração do feixe de R-X. Tal intensidade qualitativamente é vista nas fotos da figura 21.

Mas pode também ser medida com o auxílio de um microdensitímetro varrendo a região de raios difratados; tal varredura pode ser feita paralelamente ao eixo da câmara ou ainda formando um certo grau de inclinação. Na figura 27 temos a intensidade relativa das varreduras e vemos que à medida que se afastam do centro, a intensidade diminui.

Tabela 08

Tabela de ângulos e espaçamento interplana  
correspondente a raia (002)

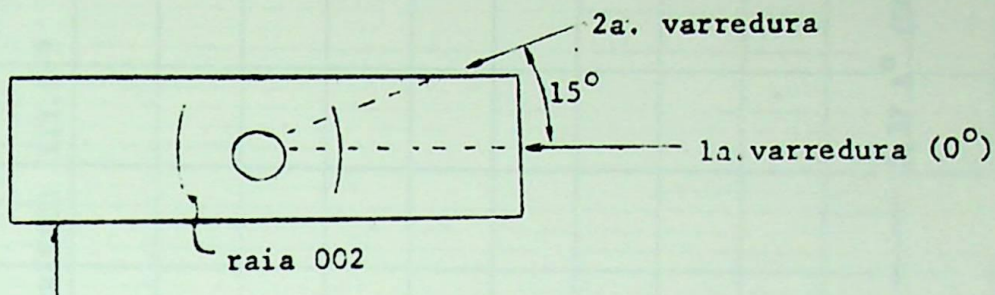
C A R B O N I Z A D O S							
L O T E		101	102	103	104	105	106
2θ	°	23,62	23,60	23,68	23,70	23,58	23,80
$\lambda/2\text{sen}\theta$	-	0,258	0,258	0,257	0,257	0,259	0,254
d.	Å	3,88	3,88	3,89	3,89	3,87	3,94

G R A F I T I Z A Ç Ã O							
L O T E		201	202	203	204	205	206
2θ	°	26,0	25,5	25,0	25,5	25,0	-
$\lambda/2\text{sen}\theta$	-	0,300	0,300	0,288	0,290	0,280	-
d.	Å	3,34	3,45	3,47	3,45	3,57	-

$$\lambda \rightarrow \text{CuK}_{\alpha} = 1,5405 \text{ \AA}$$

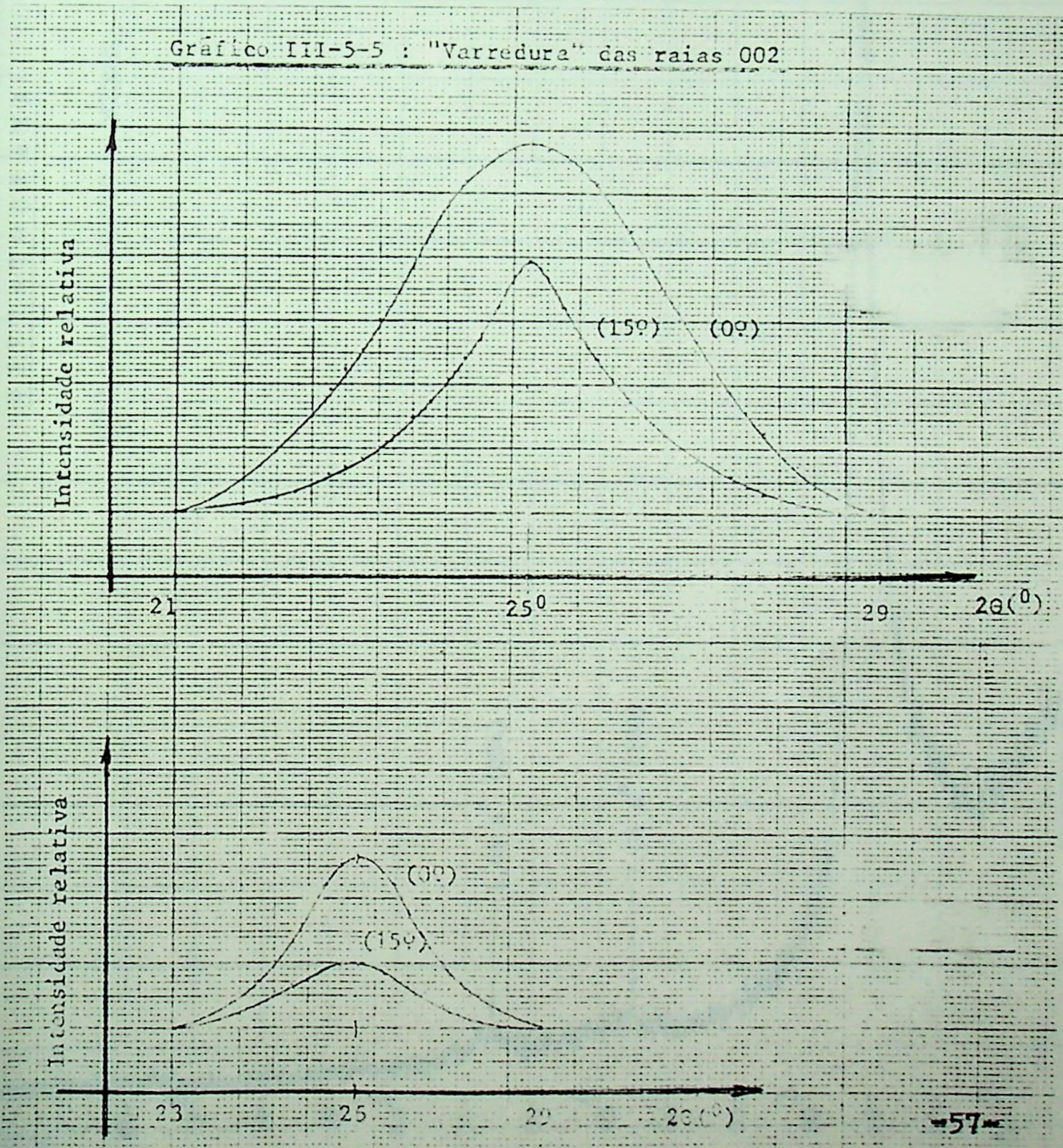
Nota : Na fase oxidada não houve definição de raios nos filmes expostos, na câmara Debye-Scherrer.

Esquema da "varredura" executada através do microdensitômetro.



difratografia

Gráfico III-5-5 : "Varredura" das raias 002



D I F R A T O G R A M A

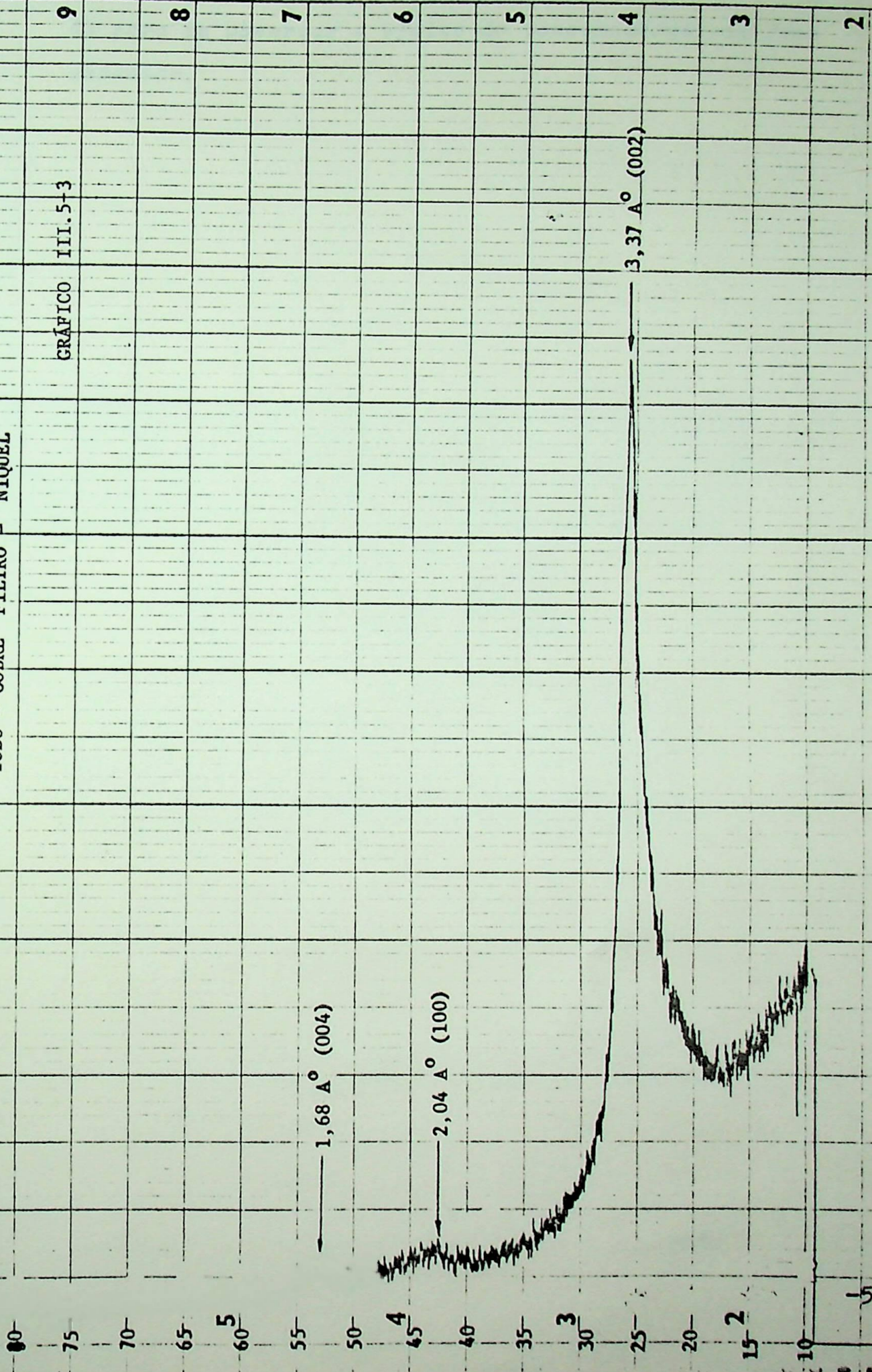
TUBO = COBRE FILTRO = NIQUEL

GRÁFICO III.5-3

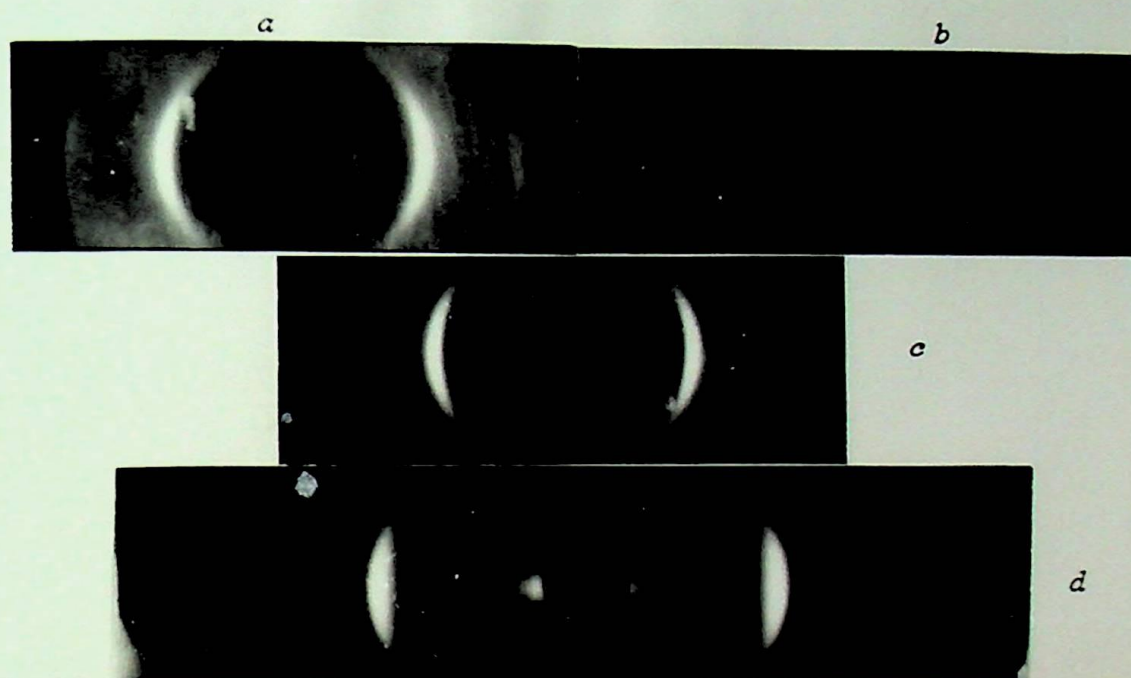
1,68 Å° (004)

2,04 Å° (100)

3,37 Å° (002)



Tal varredura foi realizada apenas na fibra grafitiza  
da para se observar o efeito do tensionamento da fase  
anterior.



*Fig. 20.- FOTOGRAFIAS DAS DIFRATOMETRIAS OBTIDAS.*

Conforme pode-se observar do processo de obtenção, em bora a fibra de carbono apresenta um conjunto de pro priedades muito boas do ponto de vista tecnológico, do ponto de vista econômico deixará muito a desejar pois seu processo de obtenção é bastante dispendioso. Observou-se que a resistência da fibra cresce com o aumento do tensionamento na fase de oxidação o qual contudo não poderá ser muito elevada em virtude de fa ses de transição na fase de oxidação em que as proprie dades mecânicas são muito baixas. Com o tensionamento consegue-se um melhor arranjo da rede cristalina com diminuição da seção transversal e aumento das proprie dades finais.

Pela observação do gráfico corrente x temperatura de carbonização, vê-se que por volta de 700°C ocorre a estabilização da corrente a qual é tanto mais baixa quanto maior o tensionamento na fase de oxidação, nes ta temperatura já se obtém a estrutura definitiva da fibra de carbono.

A distância entre os planos basais das fibras obtidas está bastante próxima aos valores existentes na lite ratura o que nos mostra que o processo utilizado apre senta boa qualidade. O efeito do tensionamento acima

descrito foi confirmado pela difração de R-X com melhor definição das variáveis.

O desenvolvimento das fibras de carbono poderá representar o advento de um novo grupo de materiais pois as fibras poderão ser utilizadas como reforçadores mecânicos de material base, sejam materiais macromoleculares ou mesmo metálicos.

No presente trabalho foi analisada apenas a resistência à tração da fibra à temperatura ambiente. Seria porém interessante estudar o comportamento das fibras à temperaturas acima da ambiente em tração, suas demais propriedades mecânicas considerada ou não como elemento reforçador.

#### IV-ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

No presente trabalho foram estudadas algumas propriedades físicas e mecânicas das fibras de carbono submetidas a diversos níveis de tensão durante sua fabricação. As propriedades físicas observadas foram a variação do comprimento-contração e a variação de massa. As propriedades mecânicas observadas foram a variação do módulo de elasticidade, do alongamento e da tensão de ruptura. A verificação da influência dos diversos níveis de tensionamento nas propriedades finais da fibra deverá ser feito através da análise da variancia, dentro porém da fase de fabricação. Fixada a tensão nota-se uma grande variação nas propriedades de uma fase do tratamento para outra. Por exemplo, considerada a tensão  $90 \text{ Kg/mm}^2$  vemos as seguintes variações, média de seis amostras, para as propriedades mecânicas.

Módulo de elasticidade: 740 - 16000 - 29000  $\text{Kg/mm}^2$

Alongamento: 1,21 - 0,84 - 0,37%

Tensão de Ruptura: 9 - 136 - ,06  $\text{Kg/mm}^2$

Tais variações observam-se para todos os níveis de tensão, não havendo portanto interêsse em se realizar uma análise de variancia para se constatar a importância da fase do tratamento-oxidação, carbonização, grafitização nas propriedades mecânicas.

No gráfico 03 temos as variações da resistência à tração e do módulo de elasticidade com o tensionamento. No gráfico 04 temos a variação do alongamento com o tensionamento.

Não será feita uma análise da variancia das propriedades físicas, uma vez que a variação destas propriedades não apresenta interêsse uma vez que não se relacionam

com as propriedades mecânicas as quais fornecem dados para o projeto.

Na tabela abaixo temos os valores de contração e da variação percentual de massa para as diversas tensões nas três fases do tratamento.

TENSÃO Kg/mm <sup>2</sup>	OXIDAÇÃO		CARBONIZAÇÃO		GRAFITIZAÇÃO	
	Contração	Var. Massa	Contração	Var. Massa	Contração	Var. Massa
0	31	9	11	47	30	68
60	21	10	18	57	30	70
90	14	6	18	50	30	70
120	12	4	13	58	30	70
150	10	6	11	47	30	69

Em virtude da alta temperatura existente na fase final do processo, ocorrem grandes alterações nas propriedades físicas. Assim na tabela podemos observar que entre fases do tratamento as variações são muito maiores do que dentro de um tratamento, variando se apenas a tensão, sendo portanto mais notável o efeito do tratamento do que a tensão.

Nas tabelas abaixo temos os dados constantes das pg 48 a 53 porém reagrupadas de modo a se facilitar a análise da variância das propriedades mecânicas.

TABELA 09: ANÁLISE DE VARIANCIAS : ALONGAMENTO

TENSÃO	0			30			60		
	O	C	G	O	C	G	O	C	G
TRATAMENTO									
ALONGAMENTO	0,72	0,57	0,25	1,00	0,75	0,27	0,93	0,60	0,53
	0,77	0,67	0,27	1,00	0,73	0,30	1,00	0,77	0,30
	0,82	0,50	0,27	1,00	0,70	0,25	1,07	0,82	0,37
	0,68	1,05	0,30	1,00	0,74	0,25	1,00	1,12	0,40
	0,82	0,55	0,27	1,00	0,73	0,27	1,00	1,10	0,37
	0,77	0,50	0,25	1,00	0,53	0,30	1,06	0,75	0,30
$\bar{x}$	0,76	0,64	0,27	1,00	0,70	0,27	1,01	0,86	0,34
$\Sigma(x - \bar{x})^2$	0,01540	0,5310	0,017	0,0000	0,3480	0,0260	0,1280	1,6450	0,0087
$\Sigma(x - \bar{x})^2$	OXIDAÇÃO = 0,1513 CARBONIZAÇÃO = 0,5614 GRAFITIZAÇÃO = 0,00100								
$(\bar{x} - M)$	0,338	-0,15	0,467	0,0983	-0,09	-0,04670	0,883	+0,07	0,0233
$(\bar{x} - M)^2$	0,1140	0,2250	0,022	0,0097	0,00810	0,02220	0,0780	0,00490	0,0005
$\Sigma(\bar{x} - M)^2$	OXIDAÇÃO = 0,235 CARBONIZAÇÃO = 0,046 GRAFITIZAÇÃO = 0,010								

(continua)

TABELA 09: ANÁLISE DE VARIANCIAS: ALCONGAMENTO

(continuação)

TENSÃO	90			120			150		
	O	C	G	O	C	G	O	C	G
TRATAMENTO									
ALONGAMENTO	1,17	1,02	0,37	1,25	0,85	0,40	1,50	0,97	0,25
	1,18	0,82	0,37	1,40	0,90	0,35	1,50	1,00	0,25
	1,23	1,00	0,40	1,11	0,95	0,35	1,27	0,83	0,33
	1,20	0,65	0,35	1,28	0,75	0,40	1,30	0,65	0,33
	1,27	0,87	0,37	1,17	0,90	0,35	1,27	0,57	-
	1,20	0,70	0,35	1,27	0,85	0,30	1,33	0,87	-
$\bar{x}$	1,21	0,84	0,37	1,25	0,87	0,36	1,36	0,83	0,29
$\Sigma(x - \bar{x})^2$	0,00670	1,2100	0,0170	0,5650	0,3190	0,00710	0,5990	1,5610	0,0064
$\Sigma(x - \bar{x})^2$	M = 1,0983								
	M = 0,7900								
	M = 0,3167								
$(\bar{x} - M)$	-0,1117	+0,050	0,533	-0,1517	+0,080	0,433	-0,2617	+0,04	-0,0267
$(\bar{x} - M)^2$	0,01250	0,00250	0,0280	0,02300	0,00640	0,00180	0,06850	0,00160	0,0007
$\Sigma(\bar{x} - M)^2$									

TABELA 10: ANÁLISE DE VARIANÇIA: TENSÃO DE RUPTURA

TENSÃO	0			30			60		
	O	C	G	O	C	G	O	C	G
TRATAMENTO									
TENSÃO DE RUPTURA	4,0 3,6 4,8 4,8 4,4 4,8	70,0 82,0 67,2 68,0 65,7 62,3	46,2 48,2 67,7 55,5 44,4 56,5	70,8 9,6 4,3 70,8 70,4 77,3	709,2 96,3 84,0 95,4 97,2 69,0	77,6 60,0 67,7 63,2 66,4 66,4	7,7 7,2 5,9 6,4 8,2 6,8	89,5 88,5 746,0 755,0 735,7 99,4	83,0 90,0 703,7 705,2 97,2 94,6
$\bar{x}$	4,3	69,2	48,7	77,7	90,0	65,3	7,0	77,3	94,6
$\sum (x - \bar{x})^2$	0,0734	234,34	325,32	0,7329	75,93	2,25	0,358	77,71	89,89
$\sum (x - \bar{x})^2$	OXIDAÇÃO = 0,2916 CARBONIZAÇÃO = 23258,57 GRAFITIZAÇÃO = 1762,75								
$(\bar{x} - M)$	-457,67	-57,7	-39,87	2,88	33,36	-9,22	-1,87	-8,6	6,63
$(\bar{x} - M)^2$	204006	3329,29	1589,62	31347	367,67	513,92	33004	73,96	43,95
$\sum (\bar{x} - M)^2$	OXIDAÇÃO = 38,2282 CARBONIZAÇÃO = 9699,2 GRAFITIZAÇÃO = 3532,47								

TABELA 10: ANÁLISE DE VARIANÇIA; TENSÃO DE RUPTURA

(continuação)

TENSÃO	9C			120			150		
	O	C	G	O	C	G	O	C	G
TRATAMENTO									
TENSÃO DE RUPTURA	9,4 8,5 8,0 9,0 9,0 9,4	190,0 103,2 120,0 168,8 101,1 133,2	112,1 96,9 116,0 103,6 104,3 95,7	10,6 11,1 9,2 8,7 9,2 10,1	151,5 142,0 168,5 216,0 144,9 131,5	125,7 111,1 135,1 105,8 114,3 121,5	9,6 13,6 11,6 10,1 10,1 11,6	223,0 246,0 171,5 165,7 143,0 180,0	100,0 93,7 87,4 93,3 - -
$\bar{x}$	9,0	136,2	106,0	9,8	159,2	120,0	11,1	188,5	93,8
$\sum(x - \bar{x})^2$	0,0757	554965	336,940	0,0435	463964	576,090	1100	744784	79,66
$\sum(x - \bar{x})^2$	M = 8,8167								
	M = 126,9								
	M = 87,97								
$(\bar{x} - M)$	0,1833	9,3	18,030	9833	32,3	32,032	2833	61,6	5,83
$(\bar{x} - M)^2$	0,0336	86,49325	080,9668	104329	1025925	213437	9456	33,98	
$\sum(\bar{x} - M)^2$									

TABELA 11: ANÁLISE DE VARIANCIAS: MÓDULO DE ELASTICIDADE

TENSÃO	0			30			60		
	O	C 10 <sup>3</sup>	G 10 <sup>3</sup>	O	C 10 <sup>3</sup>	G 10 <sup>3</sup>	O	C 10 <sup>3</sup>	G 10 <sup>3</sup>
TRATAMENTO									
MÓDULO DE ELASTICIDADE	550	12,3	18,5	700	14,0	26,5	83,0	14,8	25,1
	467	12,2	17,9	650	13,0	20,0	72,0	11,5	30,0
	585	13,4	22,9	625	12,0	24,4	550	17,8	28,0
	646	6,5	18,5	700	12,9	25,3	640	13,8	26,4
	585	11,9	16,5	586	18,5	24,6	820	12,2	24,6
	523	12,5	22,6	620	13,0	22,1	640	13,2	31,5
$\bar{X}$	575	11,8	195	645	12,9	24,2	690	13,7	27,9
$\Sigma(x - \bar{x})^2$	20233	431,56	34,71	10581	2,20	24,03	62000	25,37	37,90
$\Sigma(x - \bar{x})^2$	OXIDAÇÃO = 17322 CARBONIZAÇÃO = 240,18 GRAFITIZAÇÃO = 378,41								
$(\bar{x} - M)$	-133	-4,13	-9,48	-63	-3,03	4,78	-18	-2,23	-1,08
$(\bar{x} - M)^2$	17776	17,05	89,87	4010	9,18	22,84	335	4,97	1,16
$\Sigma(\bar{x} - M)^2$	OXIDAÇÃO = 40379 CARBONIZAÇÃO = 82,72 GRAFITIZAÇÃO = 58,13								

TABELA 11: ANÁLISE DE VARIANCIAS: MÓDULO DE ELASTICIDADE

(continuação)

TENSÃO	90			120			150		
	O	C	G	O	C	G	O	C	G
TRATAMENTO		$10^3$	$10^3$		$10^3$	$10^3$		$10^3$	$10^3$
MÓDULO DE ELASTICIDADE	805	18,6	30,3	825	17,8	31,4	640	23,0	40,0
	720	12,6	26,2	794	15,8	31,7	910	24,6	37,5
	650	13,3	29,0	827	17,7	28,0	910	20,6	26,4
	746	18,5	29,5	680	27,8	26,4	775	25,5	28,8
	705	19,4	28,2	784	16,1	32,6	790	25,1	-
	785	14,5	27,3	795	15,5	36,4	870	20,7	-
$\bar{x}$	740	16,2	28,6	785	18,3	33,3	815	22,7	30,9
$\Sigma (x - \bar{x})^2$	10077	45,55	8,76	14571	109,79	102,46	53925	25,71	170,55
$\Sigma (x - \bar{x})^2$	M = 70833 M = 15,93 M = 28,98								
$(\bar{x} - M)$	31	0,27	-0,38	76	2,37	4,32	106	6,77	1,92
$(\bar{x} - M)^2$	1002	0,07	0,14	5878	5,62	18,66	11378	45,83	3,68
$\Sigma (\bar{x} - M)^2$									

Já para as propriedades mecânicas, nota-se uma maior influência nas propriedades finais dos diversos níveis de tensão; contudo também ocorrem variações notáveis de uma fase a outra do tratamento.

A análise de variancia será feita para se verificar a influência do tencionamento dentro de cada fase do processo.

Deve-se calcular

$$VA = \frac{1}{N - K} \sum_{k=1}^K \sum_{n=1}^n (x - \bar{x})^2$$

$$VB = \frac{1}{K - 1} \sum_{k=1}^K n(\bar{x} - M)^2$$

onde:  $N$  é o número total dos corpos de prova

$K$  é o número de grupos, no caso 6 (seis) tensões

$n$  é o número de corpos de prova em um grupo; no caso seis

$x$  é o valor do parametro em cada caso

$\bar{x}$  é a média do parametro no grupo

$M$  é a média geral do parametro em todos corpos de prova

Das tabelas da função distribuição (16) "F" obtém-se o valor de  $F$  para  $f_1 = K - 1$  e  $f_2 = N - 6$  e compara-se este valor com a relação  $VB : VA$ .

Se  $VB : VA > F$  então devemos concluir que há diferenças nos valores experimentais devidas à variável em análise

Se  $VB : VA < F$  então devemos concluir que não há diferenças nos valores experimentais devidas à variável em análise, diferenças estas portanto aleatórias.

A seguir temos cálculo para a análise da variância para os três parâmetros:

Alongamento-

Oxidação-

$$VA = \frac{1}{+36-6} \sum_{i=1}^6 (x - \bar{x})^2 = \frac{1}{30} (0,0154 + 0,0128 + 0,00067 + \dots + 0,0565 + 0,0599) = \frac{1}{30} \times 0,1513 = 0,00504$$

$$M = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 x = \frac{1}{6} (0,76 + 1,00 + 1,01 + 1,21 + 1,25 + 1,36) = \frac{1}{6} \times 6,54 = 1,0983$$

$$VB = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^6 n(\bar{x} - M)^2 = \frac{6}{5} [(0,7600 - 1,0983)^2 + (1,0983 - \dots - 1,0000)^2 + (1,0983 - 1,2100)^2 + (1,0983 - 1,2500)^2 + (1,0983 - 1,3600)^2] = 1,2(0,1080 + 0,0079 + 0,0063 + 0,0146 + 0,0258 + 0,0733) = 0,283$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{0,283}{0,005} = 56,61$$

Da tabela de F para  $f_1=5$  e  $f_2=30$  temos os valores seguintes:  $F_{90} = 2,05$

$$F_{95} = 2,53$$

$$F_{99} = 3,70$$

$$\therefore \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores do a alongamento.

Carbonização- Simplificando os cálculos teremos:

$$VA = \frac{1}{30} \times 0,5614 = 0,0187$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 0,046 = 0,0552$$

$$\frac{VB}{VA} = 2,95 \quad \therefore \frac{VB}{VA} > F_{95}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores do a longamento nesta fase do tratamento.

Gratificação-

$$VA = \frac{1}{28} \times 0,00282 = 0,0010$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 0,0102 = 0,01224$$

$$\frac{VB}{VA} = 12,24 \quad \therefore \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores do a longamento nesta fase do tratamento.

Tensão de Ruptura-

Oxidação-

$$VA = \frac{1}{30} \times 0,2916 = 0,0097$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 38,2282 = 45,87$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{45,87}{0,0097} = 4716 \quad \therefore \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores da tensão de ruptura nesta fase do tratamento.

Carbonização-

$$VA = \frac{1}{30} \times 23258 = 775$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 9699 = 11639$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{11639}{775} = 15 \qquad \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores da tensão de ruptura nesta fase do tratamento.

Grafitização-

$$VA = \frac{1}{28} \times 1762 = 62$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 3532 = 4238$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{4238}{62} = 67 \qquad \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores da tensão de ruptura nesta fase do tratamento.

Módulo de Elasticidade-

Oxidação-

$$VA = \frac{1}{30} \times 177322 = 5910$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 42379 = 48454$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{48454}{5910} = 820 \qquad \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores da tensão de ruptura nesta fase do tratamento.

Carbonização-

$$VA = \frac{1}{30} \times 240000 = 8000$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 82720 = 99260$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{99260}{8000} = 12 \qquad \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença nos valores da

tensão de ruptura nesta fase do tratamento.

Grafitização-

$$VA = \frac{1}{30} \times 28980 = 960$$

$$VB = \frac{6}{5} \times 58130 = 69750$$

$$\frac{VB}{VA} = \frac{69750}{960} = 72 \qquad \frac{VB}{VA} > F_{99}$$

Conclusão: A tensão introduz diferença na tensão de ruptura nesta fase do tratamento.

Vê-se pelos resultados obtidos, que à excessão da análise do alongamento, na fase Carbonização, onde  $\frac{VB}{VA} > F_{95}$

em todos os outros casos  $\frac{VB}{VA} > F_{99}$  o que evidencia o e-

feito notável do tencionamento durante a oxidação como meio para se alterar e melhorar as propriedades finais da fibra.

V- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1- GRASSIE N. and HAY J.N., *J. POLYMERS SCI* 56 (1962)
- 2- TURNER W.N. and JOHNSON F.C., *J. APPLIED POLYMER SCI* 13 (1969)
- 3- FRIEDLANDER H.N., PEEBLES L.H., and OTHERS J.R., *Macromolecules* 1 (1968)
- 4- KENNEDY J.P. and FONTANA C.M., *J. POLYMER SCI* 39 (1959)
- 5- BURLANT W.J., PARSONS J.L., *J. POLYMER SCI* 22 (1956)
- 6- BRONLEY J., *Plastics and Polymers Conference Supplement 5, The Plastic Institute, London, 1971*
- 7- DANNER B. and MEYBECH J., *Plastic and Polymers Conference, Supplement 5, The Plastic Institute, London, 1971*
- 8- HOUTZ R.C., *Text Res. J.* 20 (1950)
- 9- WATT W., GREEN J., *Plastics and Polymers, Conference Supplement 5, The Plastic Institute, London, 1971*
- 10- BADAMI D.V., JOINER J.C., JONES G.A., *Nature* 215 (1967)
- 11- JOHNSON D.J., TYSON C.N., *J. APPLIED PHYSICS* 2 (1969)
- 12- JOHNSON D.J., TYSON C.N., *J. APPLIED PHYSICS* 3 (1970)
- 13- FOURDEUX A., RULAND W., *Centre des Recherches, Acad. Sci Paris* 269 (1969)
- 14- DONNET J.B., DAUVISCH H., *Plastics and Polymers Conference, Supplement 5, The plastic Institute, London 1971*
- 15- JOHNSON D.J., *Plastics and Polymers, Conference Supplement 5, The Plastic Institute, London, 1971*

DATA 21/10/1988  
 PROC. \_\_\_\_\_  
 PED. EFEI  
 LIV \_\_\_\_\_  
 Cz\$ DOAÇÃO

I V O	
BIB - EFEI	
DATA	Subj. a

EFEI - BIBLIOTECA MAUÁ  
 8200540  
  
 NÃO DANIFIQUE ESTA ETIQUETA