

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS
PARA ENGENHARIA

FERNANDA MAGALHÃES DE OLIVEIRA CAMPOS

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE UNIÃO DE MATERIAIS
COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS

Itajubá
2024

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS
PARA ENGENHARIA

FERNANDA MAGALHÃES DE OLIVEIRA CAMPOS

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE UNIÃO DE MATERIAIS
COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Materiais para Engenharia como parte dos requisitos para obtenção de Título de Doutora em Ciências em Materiais para Engenharia

Área de Concentração: Não metais

Orientador: Prof. Dr. Antônio Carlos Ancelotti Junior
Coorientadora: Dra. Lorena Cristina Miranda Barbosa

Itajubá
2024

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS
PARA ENGENHARIA**

Fernanda Magalhães De Oliveira Campos

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE UNIÃO DE MATERIAIS
COMPÓSITOS TERMOPLÁSTICOS**

Tese de doutorado APROVADA por banca examinadora em 5 de dezembro de 2024, como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Doutora em Ciências em Materiais para Engenharia.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Antônio Carlos Ancelotti Júnior - Orientador

Dra. Lorena Cristina Miranda Barbosa - Coorientadora

Dr. Luiz Cláudio Pardini - ITA

Dra. Carla Júnia Santos – UNIFUNCESI

Dra. Maria Elena Leyva Gonzalez - UNIFEI

Dr. Ricardo Mello di Benedetto - UNIFEI

Itajubá
2024

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a Deus e Nossa
Senhora de Lourdes.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus pela força nos momentos difíceis, Maria por me acolher como filha todas as vezes em que recorri ao seu auxílio.

À minha mãe Robênia, e ao meu pai Cássio, por possibilitarem tanto emocionalmente como financeiramente essa realização profissional.

Agradeço ao meu marido José Henrique, por seu amor, paciência com meus surtos e compreensão de todos os momentos de ausência. Você é um presente em minha vida!

Agradeço ainda à minha irmã Pollyana Lina, esse anjo que somente me trouxe alegrias desde que entrou em minha vida. Neste período tão difícil me ensinou o verdadeiro valor da vida e daqueles que amamos. Conte sempre comigo!

Ao meu orientador, Prof. Dr. Antônio Carlos Ancelotti JR., pelo auxílio durante o trabalho, pelos ensinamentos passados, motivação e confiança.

Agradeço a minha coorientadora Dra. Lorena Cristina Miranda Barbosa por toda a paciência, auxílio na elaboração do projeto, compartilhamento de ensinamentos essenciais para a realização desta proposta de trabalho.

Aos integrantes do laboratório NTC por todo auxílio, em especial Daniel Bortoluzzi por toda a ajuda no processo de confecção dos laminados.

Aos amigos e familiares.

Ao casal Armando e Mirna, peças essenciais no início de minha jornada acadêmica. À CAPES pelo apoio técnico e financeiro

EPÍGRAFE

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes”.
(Martin Luther King)

RESUMO

O presente trabalho apresenta os resultados da fabricação de laminados de fibras de carbono e resina Elium®150 e fibra de vidro por meio do método de transferência de resina assistida a vácuo (VARTM) e descreve o uso de técnicas de união de materiais, colagem e soldagem por aquecimento com luz infravermelha e uso desta resina para efetuar a união de materiais compósitos. A resina Elium® foi caracterizada termicamente por calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise termogravimétrica (TGA), análise dinâmico mecânica (DMA) e análise termomecânica (TMA). A análise por DSC da resina pura resultou em uma temperatura de pico de cura de 82,92°C, temperatura de transição vítrea (T_g)_{DSC}: 94,16°C e entalpia de cura 216,63 J/g. Os resultados por DMA mostraram T_g _{DMA} da resina pura de 50,82°C, T_g _{DMA} da fibra de carbono de 71,9°C e T_g _{DMA} da fibra de vidro de 98,47°C; TMA resultaram em T_g _{TMA} de 91°C para a fibra de carbono e 93°C para a fibra de vidro. Por TGA observou-se a temperatura de início da degradação (temperatura onset) de 300°C tanto para a resina pura quanto para os compósitos. Os ensaios de ultrassom não detectaram defeitos ou vazios nos laminados de vidro ou carbono. Parâmetros de processamento foram estabelecidos usando 150, 175 e 200 °C com 0,4 a 0,5 MPa de pressão após a fase de aquecimento no processo de soldagem. Ensaios de cisalhamento demonstraram maiores valores de tensão de cisalhamento de 14,6 MPa para amostras de compósito com reforço de fibra de vidro processadas a 150°C e pressão de 0,4 MPa. As amostras de fibra de vidro revelaram melhor ancoragem entre a fibra e a matriz devido à compatibilidade química mais eficaz. As amostras de fibra de carbono apresentaram falhas adesivas significativas, com a resina se desprendendo da fibra, indicando adesão insuficiente. Este comportamento é consistente com a perda de rigidez da matriz observada através da DMA, particularmente em temperaturas de soldagem mais altas. Todas as amostras coladas dos laminados exibiram maior resistência ao cisalhamento 14,68 MPa (carbono) e 16,73 MPa (vidro) quando comparadas a amostras unidas por soldagem com luz infravermelha, as quais apresentaram valores máximos de 14,16 MPa (vidro) e 9,91 MPa (carbono). Estes resultados corroboram o fato de que as amostras coladas foram processadas abaixo da temperatura de transição vítrea determinada pela técnica DMA, mantendo sua rigidez.

Palavras-chave: Elium®; Termoplástico; Soldagem; União de materiais.

ABSTRACT

This study presents the results of the fabrication of laminated plates of carbon fiber and Elium®150 resin and glass fiber using the Vacuum Assisted Resin Transfer Molding (VARTM) method. It describes the use of material joining techniques, such as bonding and infrared light welding, using this resin for joining composite materials. Elium® resin was thermally characterized by differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetric analysis (TGA), dynamic mechanical analysis (DMA), and thermomechanical analysis (TMA). The DSC analysis of the pure resin resulted in a peak curing temperature of 82.92°C, glass transition temperature (T_g) of 94.16°C, and curing enthalpy of 216.63 J/g. The DMA results showed a T_g of 50.82°C for the pure resin, 71.9°C for the carbon fiber, and 98.47°C for the glass fiber. TMA results showed a T_g of 91°C for the carbon fiber and 93°C for the glass fiber. TGA indicated the onset degradation temperature of 300°C for both the pure resin and the composites. Ultrasound tests did not detect defects or voids in the glass or carbon laminates. Processing parameters were established using 150, 175, and 200°C with pressures of 0.4 to 0.5 MPa after the heating phase in the welding process. Shear tests demonstrated higher shear stress values of 14.6 MPa for glass fiber composite samples processed at 150°C and 0.4 MPa pressure. The glass fiber samples showed better anchorage between the fiber and the matrix due to more effective chemical compatibility. The carbon fiber samples exhibited significant adhesive failures, with the resin detaching from the fiber, indicating insufficient adhesion. This behavior is consistent with the loss of matrix rigidity observed through DMA, particularly at higher welding temperatures. All bonded laminate samples exhibited higher shear strength, with values of 14.68 MPa (carbon fiber) and 16.73 MPa (glass fiber) compared to infrared light-welded samples, which showed maximum values of 14.16 MPa (glass fiber) and 9.91 MPa (carbon fiber). These results support the fact that the bonded samples were processed below the glass transition temperature determined by the DMA technique, thus maintaining their rigidity.

..

Keywords: Elium®; Thermoplastic; Welding; Joining materials.

Sumário

LISTA DE FIGURAS	v
LISTA DE TABELAS	x
1. INTRODUÇÃO	11
2. JUSTIFICATIVA.....	13
3. OBJETIVOS	15
3.1. Objetivo geral	15
3.2. Objetivos específicos	15
4. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	16
4.1. Compósitos	16
4.1.1. Compósitos poliméricos termoplásticos.....	20
4.1.2. Resina PMMA – Visão Geral.....	23
4.1.2.1. Aplicações da resina PMMA.....	25
4.1.2.2. Propriedades da resina PMMA.....	28
4.2. Processamento de materiais compósitos: VARTM	30
4.3. Parâmetros de processamento VARTM.....	32
4.4. Técnicas de união de materiais	34
4.5. Soldagem de compósitos	36
4.5.1. Compósitos de resina PMMA Elium e o mecanismo de soldagem.....	38
4.5.2. Soldagem por radiação infravermelha.....	41
4.6. Caracterização de materiais compósitos	43
4.6.1. Caracterização Térmica	43
4.6.1.1. Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC	44
4.6.1.2. Análise Dinâmico Mecânica – DMA	45
4.6.1.3. Análise Termomecânica – TMA	46
4.6.1.4. Análise Termogravimétrica – TGA.....	46
4.6.2. Ensaio Ultrassom.....	47
4.6.3. Ensaio Lap shear.....	48
4.6.4. Análise Fractográfica e os tipos de falha.....	49
5. METODOLOGIA EXPERIMENTAL	52
5.1. Materiais	53
5.2. Processamento	54
5.2.1. Método VARTM (fibra de carbono/Elium®).....	54
5.3. Caracterização.....	57
5.3.1. Análise Reológica.....	58

5.3.2.	Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC	58
5.3.3.	Análise Dinâmico Mecânica – DMA	59
5.3.4.	Análise Termomecânica – TMA	61
5.3.5.	Análise Termogravimétrica – TGA.....	61
5.4.	União pelo uso da radiação Infravermelha	61
5.5.	Ensaio Ultrassom	65
5.6.	Ensaio Lap shear.....	65
5.7.	Microscopia Eletrônica de Varredura	67
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	68
6.1.	Método VARTM (fibra de carbono / Elium®).....	68
6.2.	Caracterização da resina e dos compósitos.....	69
6.2.1.	Análise reológica.....	69
6.2.2.	Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC	73
6.2.3.	Análise Dinâmico Mecânica -DMA.....	79
6.2.4.	Análise Termomecânica -TMA.....	85
6.2.5.	Análise Termogravimétrica -TGA	89
6.2.6.	Ensaio Ultrassom.....	96
6.2.7.	Estudo do aquecimento dos corpos de prova.....	98
6.3.	Parâmetros de processamento	99
6.4.	Avaliação dos métodos de união de materiais	101
6.4.1.	Ensaio de Cisalhamento	102
6.4.2.	Análise Fractográfica.....	111
6.4.2.1.	Amostras coladas.....	112
6.4.2.1.	Fibra de Carbono e Fibra de Vidro.....	117
6.4.2.2.	Rigidez da Matriz e Influência nas Tensões de Cisalhamento	119
6.4.2.3.	Influência da Pressão no processo de Soldagem e Colagem	120
6.4.2.4.	Impressões de Fibra e Fratura Frágil	121
7.	CONCLUSÃO	122
8.	TRABALHOS FUTUROS.....	125
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	126
	ANEXO A.....	134
	ANEXO B	142

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Esquema de um material compósito formado por duas fases distintas.....	16
Figura 2: Classificação de materiais compósitos.....	17
Figura 3: Imagens de (a) fibras de carbono não-enroladas; (b) Tecido de fibra de carbono (<i>plain weave</i>).	19
Figura 4: Representação dos mercados que utilizam compósitos reforçados por fibra..	20
Figura 5: Possibilidades de reações poliméricas em uma mistura de monômeros e dímeros de MMA.	24
Figura 6: Comparação entre termoplásticos e termorrígidos e combinação de propriedades exibida pela resina Elium.	25
Figura 7: Aplicação de materiais compósitos com resina termoplástica. a) embarcação de pequeno porte. b) turbina de usina maremotriz.	27
Figura 8: Campo de instalação de turbinas de conversão de energia eólica.....	28
Figura 9: Representação de um processo de infusão a vácuo.....	32
Figura 10: Representação da movimentação ou vazão do fluido por um meio poroso segundo a Lei de Darcy para a permeabilidade.....	33
Figura 11: Métodos de união de materiais.....	35
Figura 12: Princípio da soldagem por transmissão a laser.	36
Figura 13: Esquema de soldagem por resistência (a) e soldagem por indução (b) com elemento de aquecimento entre os dois compósitos.....	39
Figura 14: Tensão de cisalhamento em função de percentual de diferentes métodos de união.	40
Figura 15: Distribuição da radiação eletromagnética do fluxo de calor sobre a superfície de corpo semitransparente.	42
Figura 16: Representação das fases de um processo de soldagem para materiais semicristalinos termoplásticos.....	43
Figura 17: Corpo de prova e dimensões para o ensaio <i>Lap shear</i> (ASTM – D5868). ...	49
Figura 18: Modos de falha em juntas adesivas coladas.....	51
Figura 19: Fluxograma das etapas deste trabalho.....	52
Figura 20: Esquema de montagem para VARTM.....	54
Figura 21: Imagem durante o processo VARTM utilizado na confecção de laminados de material compósito a serem utilizadas nos processos de união.	56

Figura 22: Imagem do esquema para construção do aparato para aquecimento por radiação infravermelha.	62
Figura 23: Imagem do aparato para aquecimento por radiação infravermelha.	63
Figura 24: Imagem de a) calços antiesmagamento e b) gap proporcionado durante a etapa de prensagem.	64
Figura 25: Imagens térmicas coletadas durante o aquecimento utilizando a fonte de luz infravermelha de amostra de material compósito Elium®150 e reforço de fibra de carbono.	65
Figura 26: Máquina de tração INSTRON 8801 realizando o ensaio de lap shear em amostras de fibra de carbono e resina acrílica.	67
Figura 27: Módulos G' e G'' em reômetro do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% Luperox®78) com varredura térmica variando de 20 a 180°C.	71
Figura 28: Curva de viscosidade complexa (η^*) em função da temperatura para o sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% Luperox®78) com varredura térmica 20 a 180°C.	72
Figura 29: Imagem de resina e porta amostra de placas paralelas (50 mm de diâmetro) após análise reológica de Elium® 150/1,2 % p/p Luperox 78.	72
Figura 30: Análise de DSC do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) de amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/min.	73
Figura 31: Representação da região de integração para obtenção da entalpia de reação para uma curva de DSC do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/min.	75
Figura 32 – Curva de DSC para o resfriamento do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) de amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/min.	76
Figura 33 – Curva de DSC para o segundo aquecimento do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) de amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/min.	77
Figura 34: Análise DMA da resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/min do intervalo de 20 a 160 °C.	79
Figura 35: Análise DMA da resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/min do intervalo de 20 a 160 °C.	81

Figura 36: Análise DMA do compósito com reforço de fibra de carbono e resina Elium®150 e com taxa de aquecimento de 3°C/ min do intervalo de 25 a 200 °C.	82
Figura 37: Análise DMA do compósito com reforço de fibra de vidro e resina Elium®150 e com taxa de aquecimento de 3°C/ min do intervalo de 25 a 200 °C.	83
Figura 38: Análise TMA da resina e iniciador (Elum®150 e 1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 25 a 140 °C.	86
Figura 39: Análise TMA do compósito reforçado com fibra de carbono e Elum®150 (1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 25 a 165 °C.	87
Figura 40: Análise TMA do compósito reforçado com fibra de vidro e Elum®150 (1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 25 a 165 °C.	88
Figura 41: Análise TGA de amostra de resina Elum®150 e 1,2% de Luperox®78 com taxa de aquecimento de 5°C/ min.	89
Figura 42: Análise TGA de amostra de resina Elum®150 e 1,2% de Luperox®78 com taxa de aquecimento de 10°C/ min.	90
Figura 43: Análise TGA de amostra de resina Elum®150 e 1,2% de Luperox®78 com taxa de aquecimento de 15°C/ min.	90
Figura 44: Análise TGA do compósito fibra de carbono/Elum®150 com taxa de aquecimento de 5°C/ min.	91
Figura 45: Análise TGA do compósito fibra de carbono/Elum®150 com taxa de aquecimento de 10°C/ min.	91
Figura 46: Análise TGA do compósito fibra de carbono/Elum®150 com taxa de aquecimento de 15°C/ min.	92
Figura 47: Cálculo da energia de ativação (Ea) para a resina Elum 150.	92
Figura 48: Ultrassom dos laminados produzidos via VARTM para os compósitos de fibra de carbono e fibra de vidro	96
Figura 49: Estereoscopia para visualização das camadas de fibra e resina de placa de compósito Elum® 150 e fibra de carbono.	97
Figura 50: Perfil de aquecimento dos compósitos em função do tempo e distância entre a fonte de infravermelho e as amostras.	98
Figura 51: Imagem fornecida pela câmera térmica do monitoramento do aquecimento de uma amostra de material compósito fibra de carbono/Elum®150.	99
Figura 52: Fotografia do aparato de luz infravermelha durante a etapa de aquecimento das amostras.	102

Figura 53: Corpo de prova para ensaio de cisalhamento segundo a norma ASTM D5868.	102
Figura 54: Gráfico de pareto aplicado aos parâmetros de soldagem.	109
Figura 55: Comportamento da resistência ao teste de cisalhamento para amostra de fibra de vidro e carbono nas diferentes configurações de tipo de colagem, temperatura e pressão.	110
Figura 56: a) Superfície fraturada de juntas coladas (Elium®150 e fibra de carbono) e micrografias com diferentes ampliações b) 1000X, c) 50X, d) 1000X.	113
Figura 57: a) Superfície fraturada de juntas coladas (Elium®150 e fibra de vidro) e micrografias com diferentes ampliações b) 50X, c) 200X e d) 1000X	116
Figura 58: a) Imagem macroscópica e micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações b) 200X, c) 50X e d) 1000X.	118
Figura 59: a) Imagem macroscópica e micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações b) 1000X, c) 200X e d) 50X.	119
Figura 60 – ~Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 150°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	134
Figura 61: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 150°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	135
Figura 62: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 175°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X.	135
Figura 63: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	136
Figura 64: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 200°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	136
Figura 65: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 200°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	137
Figura 66: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 150°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	137
Figura 67: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 150°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	138
Figura 68: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 175°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	138
Figura 69: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X	139

Figura 70: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 200°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X	139
Figura 71: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 200°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X	140
Figura 72: Micrografias de juntas coladas de fibra de carbono em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X	140
Figura 73: Micrografias de juntas coladas de fibra de vidro em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X	141

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dados fornecidos pela ARKEMA sobre condições de trabalho da resina Elium® em processos de infusão e injeção.	29
Tabela 2 – Resultados da resina Elium em processos de infusão e injeção.	29
Tabela 3 – Materiais empregados para a confecção dos corpos de prova.	53
Tabela 4: Delineamento experimental para as condições de colagem e soldagem por infravermelho.....	66
Tabela 5 – Laminados produzidos pela técnica VARTM de resina Elium e fibra de carbono.	68
Tabela 6 – Parâmetros obtidos por DSC.	74
Tabela 7 – Dados extraídos por análise termogravimétrica de resina pura Elium 150® e compósito contendo reforço de fibra de carbono.	94
Tabela 8: Dados do ensaio de cisalhamento obtidos para amostras soldadas e coladas.	104

1. INTRODUÇÃO

Compósitos termoplásticos são materiais basicamente formados por uma matriz polimérica termoplástica e uma fase de reforço, com o objetivo de se alcançar propriedades diferentes das fases presentes. Este tipo de material conquistou destaque no meio científico e industrial devido principalmente às elevadas propriedades mecânicas específicas e menor massa específica, e rigidez elevada, além da versatilidade para aplicação em diferentes áreas quando comparados as demais classes de materiais. A possibilidade de reaproveitamento e reciclagem de compósitos termoplásticos tem despertado cada vez mais o interesse da indústria, com destaque para a aeronáutica, em detrimento da matriz termorrígida anteriormente utilizada [1]–[3].

Diante deste cenário, a resina Elium® desenvolvida pela ARKEMA representa um novo conceito de sistema de resinas termoplásticas apresentadas na forma líquida. Além disso, se polimerizam à temperatura ambiente e devido apresentar características de baixa viscosidade e cura compatível com as termofixas como a epóxi, são passíveis de aplicação devido aos seus parâmetros de cura em métodos de fabricação de compósitos termofixos, como por exemplo o processo de moldagem por transferência de resina assistida a vácuo. A resina Elium® é uma resina polimérica composta por metilmetacrilato reativo e copolímeros acrílicos, que se polimerizam na presença de um iniciador, ressalta-se ainda a possibilidade termoformação e reciclabilidade exibida pela resina que tem despertado interesse desde 2015 no estudo de suas propriedades e potenciais aplicações industriais [4], [5].

Componentes compósitos grandes geralmente requerem o uso de grandes e complexos moldes, elevando os custos dos processos industriais, especialmente nos setores automobilístico e aeronáutico. Nesse sentido, a reutilização, termoformação e reciclagem oferecem uma alternativa vantajosa para a produção, tornando-se cada vez mais necessário desenvolver técnicas que reduzam os custos de processamento. O uso de técnicas de união de materiais, como colagem e soldagem de materiais termoplásticos, representa uma opção viável econômica e estruturalmente no processo de união de materiais compósitos [6]. Dada as características híbridas da resina acrílica Elium®, esta se mostra uma excelente ferramenta de estudo para o desenvolvimento de colagens e uniões por fusão aplicadas a materiais compósitos, ressaltando seu caráter inovador em

comparação aos materiais atualmente utilizados nas indústrias aeronáutica e automobilística.

O presente trabalho apresenta os resultados da fabricação de laminados compósitos à base de resina Elium®150 e reforçados com fibra de carbono e reforço de fibra de vidro por meio do método VARTM. A resina utilizada foi caracterizada termicamente por meio das técnicas de varredura exploratória diferencial (DSC), análise dinâmico-mecânica (DMA), análise termogravimétrica (TGA) e análise termomecânica (TMA) para identificar dados térmicos necessários para o processamento e prevenir a degradação térmica do material. Os compósitos foram unidos por colagem e soldagem utilizando aquecimento por infravermelho e avaliados quanto à sua adesividade por meio do ensaio de cisalhamento (*lap shear*), seguido pela avaliação das superfícies fraturadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Ensaio de cisalhamento demonstraram que amostras de compósito com reforço de fibra de vidro processadas a 150°C e pressão de 0,4 MPa apresentaram maiores valores de tensão de cisalhamento, atingindo 14,6 MPa. As amostras coladas, independentemente do tipo de reforço, apresentaram maior adesão entre as superfícies aderentes durante os ensaios de cisalhamento. No entanto, as amostras de fibra de carbono mostraram falhas adesivas significativas, com a resina se desprendendo da fibra, indicando adesão insuficiente.

2. JUSTIFICATIVA

Tendo em vista o interesse econômico na redução de custos de processos industriais, aumento no desempenho estrutural em peças de material compósito e ambiental por soluções mais sustentáveis e de menor impacto no meio ambiente, há um crescente interesse da academia e da indústria na utilização de materiais termoplásticos como matriz na fabricação de peças e componentes de compósitos. A resina Elium® 150, devido às suas características intrínsecas, especialmente baixa viscosidade e cura a temperatura ambiente, se apresenta como um material inovador que viabiliza ao mesmo tempo a utilização de técnicas de processamento de compósitos termofixos e a vantagem da possibilidade de termomoldagem após a etapa de cura ou mesmo a reciclagem total da peça fabricada.

A soldagem é um método de união de materiais que tem sido explorado para união de componentes compósitos, devido às vantagens que apresenta como ser adequada para diferentes processos e aplicações, resultar em juntas de alta eficiências, isentas de vazamento (maior estanqueidade), com menor peso e não apresentar os problemas de perda de aperto típicos de juntas parafusadas e rebitadas. Apesar da soldagem em materiais termoplásticos ser uma técnica já aplicada em outros polímeros mais conhecidos como poli (sulfeto de fenileno) PPS e poli(éter-éter-cetona) PEEK por exemplo, a caracterização do método e a otimização parâmetros de soldagem no caso de compósitos à base de resina Elium ainda se apresenta como um desafio. Na literatura, são poucos os trabalhos que abordam especificamente este tema, como, por exemplo, o trabalho desenvolvido por Bhudolia (2020) no qual é explorada a união de compósitos de fibra de carbono à base de resina Elium 150 por ultrassom. Tendo em vista a importância de métodos de união de materiais no processo de fabricação de peças extensas e de alta complexidade, questões ambientais devido a reciclagem de materiais compósitos, redução de custo no emprego de metodologias de união, esta pesquisa representa uma ferramenta no processo de aprimoramento e desenvolvimento de estudos acerca deste tipo de material.

Desta maneira, este trabalho, apresenta uma proposta original de elucidação do processo de união de laminados compósitos a base de resina Elium®, visto a importância do uso de técnicas de união de materiais que mantenham a integridade do material compósito, ressaltando ainda o ineditismo deste estudo devido escassez de relatos na

literatura sobre os processos de soldagem e colagem utilizados neste trabalho com a resina acrílica exercendo o papel de agente de união.

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo geral

Este projeto de doutorado tem por objetivo a avaliação de técnicas de união de materiais aplicadas a laminados à base de resina Elium® 150 reforçados com fibras de carbono e fibra de vidro para caracterização mecânica utilizando o ensaio *lap shear* e fractografia.

3.2. Objetivos específicos

Como objetivos específicos estão previstos:

- Caracterização térmica da resina Elium®150 a fim de verificar as propriedades térmicas e avaliar os parâmetros de processamento e degradação da resina;
- Estudo das variáveis de influência no mecanismo de união de materiais;
- Caracterização mecânica dos compósitos fibra de carbono/Elium®150 com o objetivo de avaliar a eficiência das técnicas de união empregadas;
- Análise fractográfica dos corpos de prova rompidos durante o ensaio *lap shear*, visando a avaliação da região fraturada e avaliação complementar do processamento;
- Comparação entre os métodos aplicados a compósitos reforçados com fibra de vidro e compósitos de fibra de carbono e a resina acrílica.

4. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo será apresentada uma breve revisão da literatura contextualizando a importância do estudo de materiais compósitos termoplásticos, métodos de união de materiais, resina termoplástica, bem como um levantamento dos materiais já desenvolvidos.

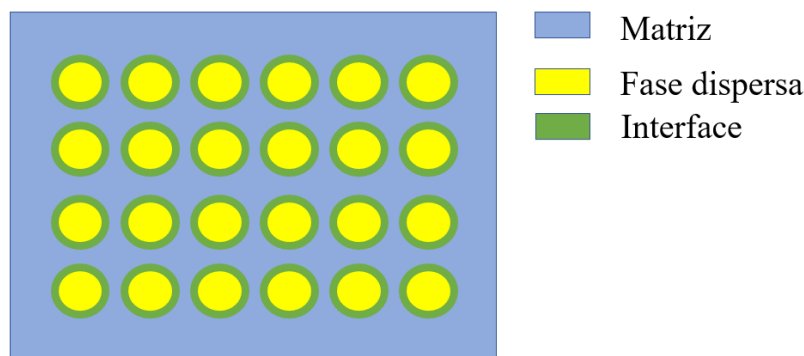
4.1. Compósitos

Materiais compósitos podem ser definidos como um sistema que pode ser composto por duas ou mais fases distintas, em escala macroscópica, que acabam apresentando propriedades superiores às dos seus componentes quando estes são avaliados separadamente (Daniel e Ishai, 1994 *apud* Pereira, 2016). O advento da classificação de materiais compósitos como uma classe de materiais ocorreu na metade do século XX apesar de sua ocorrência natural (madeira, ossos) e serem utilizados ao longo da história (tijolos reforçados com palha) [2].

Materiais compósitos são destacados como potenciais candidatos a aplicações aeronáuticas e aeroespaciais justamente devido a sua alta resistência em comparação com o peso, quando comparados a materiais metálicos por exemplo. A combinação sinérgica entre fases poliméricas e cargas de reforço são interessantes do ponto de vista de processamento, ampliando desta maneira o interesse no desenvolvimento de técnicas de processamento em grande escala, ressaltando, porém, a necessidade de um ambiente de fabricação controlado afim de atingir materiais com alto desempenho [7].

Acerca das fases constituintes do material compósito é possível observar que uma destas é descontínua (encontra-se espalhada dentro de outra fase), geralmente, esta fase é responsável por conferir resistência física ao material e por este motivo é denominada de reforçador ou fase dispersa, em contrapartida observa-se a presença de uma fase contínua e que geralmente apresenta menor resistência física quando comparada à fase de reforço e portanto esta fase é denominada de matriz, conforme ilustrado na Figura 1 [8], [9].

Figura 1: Esquema de um material compósito formado por duas fases distintas.



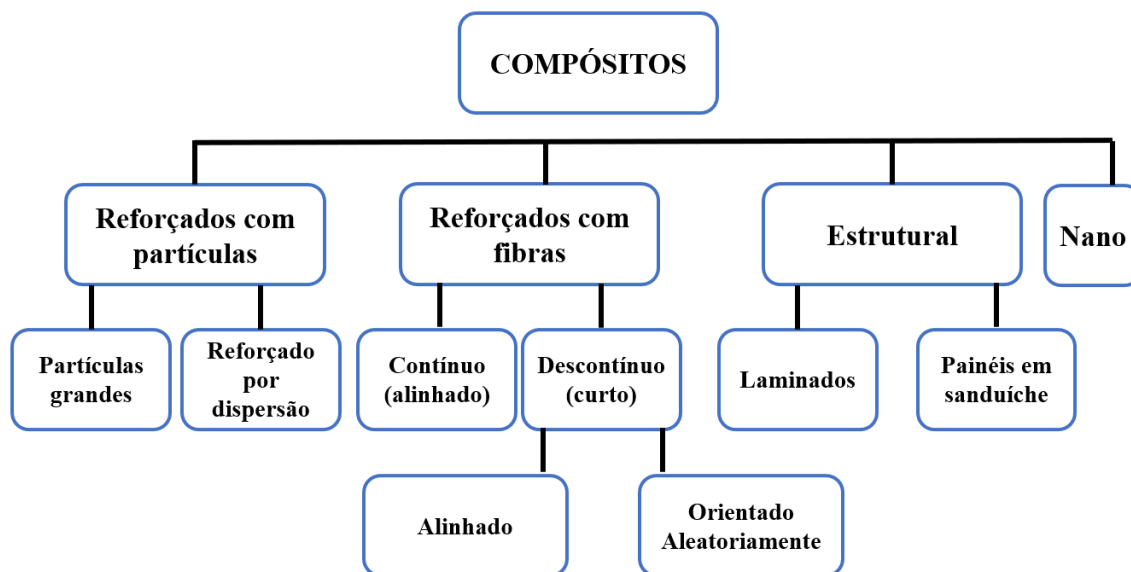
Fonte: Adaptado de [9]

A Figura 1 representa de maneira simplificada as fases contínua e descontínua, onde nota-se em azul a representação da matriz ou fase contínua do material que poderá ser composta por um material polimérico termofixo ou termoplástico, em amarelo é possível observar a fase dispersa, esta fase pode ser composta por materiais particulados, fibras de vidro, fibra de carbono, entre outros tipos de reforços. Em verde encontra-se destacada a região interfacial entre as fases distintas, essa região é de extrema importância, pois nela ocorre a interação entre a matriz e o reforço, portanto a região onde ocorre a adesão entre as fases, a qual poderá ser de natureza física ou química.

Portanto, visto que materiais compósitos são uma classe de materiais compostos por no mínimo duas classes distintas que visam obter uma otimização de suas propriedades, nota-se um crescente e grande interesse industrial, principalmente devido ao fato de serem uma alternativa para a redução de peso, resistência a corrosão e aumento da rigidez específica quando comparados à materiais metálicos aplicado na indústria. Compósitos poliméricos, estão presentes na indústria aeroespacial, automotiva, marinha, transporte, esportes entre outras aplicações [6], [10].

Os materiais compósitos podem ser divididos em categorias distintas, tais como, compósitos particulados, compósitos *whiskers* (que possuem fibras pequenas e descontínuas) e compósitos com fibras contínuas. A Figura 2 apresenta diferentes possibilidades materiais compósitos onde é possível observar a grande variedade de geometria, tamanho, distribuição e orientação da fase dispersa ou reforços, exemplificando as configurações possíveis no projeto e desenvolvimento de materiais compósitos que satisfaçam as necessidades do mercado [8], [9].

Figura 2: Classificação de materiais compósitos.



Fonte: [11]

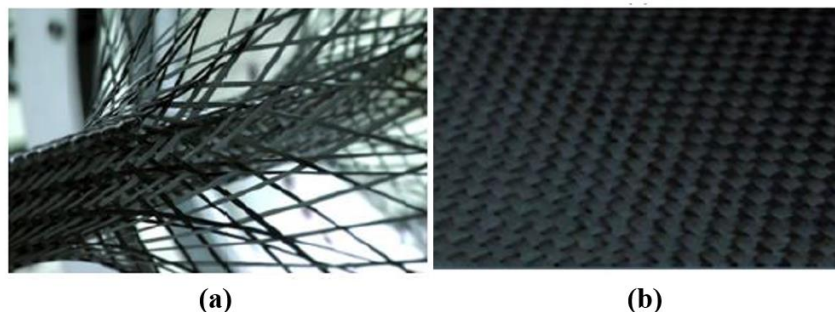
De acordo com a classificação presente na Figura 2 é possível observar os diferentes tipos de materiais compósitos. Compósitos reforçados com partículas podem ser separados em dois grupos distintos, compósitos reforçados com partículas grandes e reforçados por dispersão. Materiais compósitos reforçados por dispersão podem ser representados por metais cuja resistência mecânica é aumentada por meio da dispersão uniforme de partículas finas de um material inerte ou duro [12]–[14].

Compósitos estruturais são aqueles utilizados em aplicações que exijam integridade estrutural e podem ser subdivididos em compósitos laminados ou painéis sanduíches. Compósitos laminados apresentam camadas bidimensionais que são empilhadas e coladas entre si. Já os painéis sanduíche por sua vez são projetados para que como vigas ou painéis de baixo peso. Nanocompósitos são aqueles onde a fase de reforço é representada pela utilização de partículas de tamanho nanométrico. Estas partículas são adicionadas com o intuito de adicionar/aprimorar as propriedades magnéticas, elétricas, óticas, mecânicas, térmicas e/ou biológicas [2], [15].

Os compósitos reforçados com fibras, alvo de interesse deste projeto, são aqueles em que a fase dispersa encontra-se representada na forma de fibras, as fibras por sua vez são materiais que apresentam uma grande razão entre o diâmetro e comprimento. As fibras podem ser classificadas em *whiskers*, fibras ou arames de acordo com as razões comprimento/diâmetro, uma característica importante dos materiais reside no fato de que um material de pequeno diâmetro apresenta uma maior resistência quando comparado ao mesmo em frações volumétricas, isto devido ao fato de que a redução do volume reduz a possibilidade da presença de defeitos superficiais críticos, esta característica é portanto

um importante fator a fim de conferir resistência a este tipo de reforço. A Figura 3 apresenta uma imagem digital de fibras de carbono em diferentes configurações [16].

Figura 3: Imagens de (a) fibras de carbono não-enroladas; (b) Tecido de fibra de carbono (*plain weave*).



Fonte:[7]

Os sistemas de matriz aplicados em compósitos podem ser classificados em termofixos ou termoplásticos. Após a etapa de cura, resinas termofixas ou termorrígidas não possuem a capacidade de ser remoldadas, ao passo que materiais termoplásticos possuem a possibilidade de ser moldados novamente. Materiais termorrígidos quando submetidos a aumento de temperatura tendem a degradar sua estrutura, ao passo que termoplásticos adquirem fluência e maleabilidade. Os materiais compósitos termoplásticos se destacam devido ao seu excelente amortecimento de vibração, alta resistência à flexão, alta tolerância a danos, tenacidade à fratura, reciclabilidade, reformabilidade, soldabilidade, resistência ao impacto e seu custo-benefício em comparação com compósitos termofixos. Garofalo e Walczyk (2021) ressaltaram em seu trabalho que o mercado global de compósitos poliméricos atualmente encontra-se em torno de 22 bilhões de dólares sendo ainda projetado para atingir uma cerca de 32 bilhões de dólares até 2025, demonstrando, portanto, a importância econômica desta área de pesquisa [6], [7], [17]–[19].

Os materiais poliméricos reforçados com fibra são conhecidos por seu potencial como materiais de alta tecnologia e alta qualidade em aplicações elétricas e militares. O gráfico em formato de pizza representado na Figura 4 apresenta uma imagem detalhada das participações dentro do mercado de polímero reforçados com fibra em diferentes áreas de aplicação construída por Prashant e colaboradores (2017), onde é possível observar que a maioria das aplicações se encontravam nos setores de construção (33%) e transporte (33%). Dentre os reforços de fibra utilizados atualmente é possível citar as fibras de vidro, fibras de carbono e fibras de aramida, a determinação do uso de uma fibra

é estabelecida com base em suas propriedades individuais e conforme a necessidade de desempenho do material, uma vez que a decisão influi diretamente nas propriedades do sistema compósito final.

Figura 4: Representação dos mercados que utilizam compósitos reforçados por fibra.



Fonte: [7]

4.1.1. Compósitos poliméricos termoplásticos

Sabe-se que materiais compósitos com matriz polimérica são aqueles onde a matriz utilizada é representada por uma resina polimérica e a fase de reforço pela presença de fibras. Materiais com base polimérica são amplamente aplicados em uma ampla variedade de aplicações científicas e de engenharia, produção industrial, ciência e tecnologia agrícola, petroquímica, tecnologia marítima, indústria automotiva, militar, aeronáutica e astronáutica e vida diária[17], [18].

Outros campos de aplicação de resinas termoplásticas vão desde as indústrias aeronáutica e automotiva - grandes consumidoras de materiais compósitos, passando pela indústria de geração e distribuição de energia elétrica - com materiais isolantes em transformadores de alta tensão, até aplicações mais específicas, como fabricação de materiais de proteção individual como capacetes de proteção [5], [20]–[22].

Materiais poliméricos apresentam excelentes propriedades mecânicas e termodinâmicas, resistência ao desgaste e à corrosão, baixa massa específica, sendo, portanto, excelentes candidatos para aplicações onde estejam submetidos a variações de temperatura, desgaste abrasivo, entre outros fatores. Nas últimas décadas a adição de cargas tais como, negro de fumo, fibras e sílica melhoraram as propriedades mecânicas e tribológicas (ciência que estuda o desgaste e fricção de materiais). Compósitos termoplásticos poliméricos se apresentam como uma interessante alternativa no processo

de otimização de propriedades mecânicas, térmicas e tribológicas de uma matriz polimérica podendo estas ser significativamente melhoradas, uma grande variedade de trabalhos investiga a influência da adição de cargas tais como nanotubos de carbono, folhas de grafeno, entre outros [17], [19].

Desta maneira, compósitos termoplásticos atualmente são aplicados em peças e estruturas de engenharia onde o desempenho do material é de alta relevância, levando ao sucesso ou falha de um determinado projeto, tais como aplicações em indústrias aeroespacial, automotiva, marinha, construção, infraestrutura, defesa, entre outras áreas. Materiais compósitos termoplásticos apresentam propriedades mecânicas e físicas desejáveis quando comparadas aos compostos termofixos, tais como, maior resistência e tolerância a danos, quando aquecidos tendem a apresentar maleabilidade a temperaturas elevadas e menor massa específica quando comparados a compósitos poliméricos termofixos [8], [18], [20], [23], [24].

Com relação a fabricação, a demanda por componentes aeroespaciais ressaltou a importância de materiais termoplásticos substituindo metais e termofixos já existentes devido ao seu potencial de processamento fora de autoclave (fator de redução de custo), automação e recursos de junção rápida [25], [26].

Compósitos termoplásticos são alternativas viáveis e populares, o uso desta classe de materiais encontra-se em constante desenvolvimento. Em 2020, Zinnecker utilizando testes de compressão em compósitos híbridos de aço e fibra de carbono/poliamida 6 fabricados por um processo automatizado de colocação de fibra (*ATP: Automated Tape Placement*) destacou a capacidade de consolidação in-situ utilizando o laser, onde fitas pré impregnadas são adicionadas utilizando uma fonte de calor para aquecimento da fita e do substrato em temperaturas acima da temperatura de fusão do polímero. A adesão entre as partes ocorre através do resfriamento e destaca-se por sua rapidez, facilidade de controle da espessura das amostras, por meio do controle da quantidade de deposição das camadas [27].

Nos últimos anos foram realizadas em diferentes aplicações a substituição de resinas termorrígidas por resinas termoplásticas, este fato pode ser atribuído principalmente as propriedades físicas exibidas por polímeros termoplásticos e possibilidade manipulação do material após a etapa de cura que não é possível em polímeros termorrígidos. A capacidade de termoformação por meio da fusão da resina possibilita, tanto a transformação durante o processamento e desenvolvimento de uma determinada peça, como também a reciclagem ou reutilização do material compósito

termoplástico ao final do processo. Os compósitos termoplásticos apresentam excelente amortecimento de vibração, alta resistência ao impacto, tenacidade à fratura, capacidade de ser soldado e reparado, resistência à flexão quando comparados aos materiais compósitos termofixos [4], [6], [20], [28].

Em contrapartida, uma das desvantagens do uso de compósitos poliméricos termoplásticos reside no alto custo acarretado para implementação de produção em escala industrial quando comparados com compósitos termorrígidos. Isto porque a maioria dos processos da cadeia de produção necessitam de resinas poliméricas que possuam propriedades de escoamento (baixa viscosidade) que propiciem a boa impregnação da fibra pela matriz. Em 2021, Chadwick e colaboradores ressaltaram que os resultados obtidos durante a análise da produção de laminados compósitos termoplásticos utilizando ferramentas AFP, *Automated Fibre Placement* - colocação de fibras automatizadas, forneceram dados relevantes acerca da fabricação de materiais compósitos termoplásticos reforçados com fibra de carbono e poli (sulfeto de fenileno), PPS. Com o intuito de avaliar a sensibilidade de um compósito termoplástico de fibra de carbono AS7 e PPS, um polímero termoplástico, semicristalino, de alta temperatura com excelentes propriedades de resistência mecânica e estabilidade química foram fabricados corpos de prova utilizando fibras adquiridas comercialmente pré-impregnadas (prepreg) contendo uma fração volumétrica de 55% de fibra. A técnica AFP consiste fitas termoplásticas pré-impregnadas que são depositadas de forma aditiva por um cabeçote de colocação da fita e submetida a uma fonte de calor acoplada por exemplo, em um robô, desta maneira ocorre um aquecimento da fita de entrada e do substrato com a fonte de calor atingindo a temperatura de fusão do polímero (T_m). O material obtido foi avaliado visando realizar uma análise térmica detalhada do material a fim de determinar a temperatura ideal do ferramental para atingir a máxima resistência do laminado. Os autores relataram que laminados obtidos com temperatura próxima da temperatura de cristalização fria (160 °C) apresentaram uma redução na resistência mecânica da matriz. Amostras utilizando uma configuração de 250 °C exibiram comportamento melhorado das propriedades mecânicas com relação ao cisalhamento e tração da matriz [27], [29], [30].

A capacidade de fundir a matriz polimérica de compósitos termoplásticos permitiu o surgimento de processos de formação e montagem de peças que antes não eram possíveis, incluindo desta maneira a termoformação, colocação automática de fita, impressão 3D, pultrusão ou processos de soldagem, como por exemplo a soldagem por ultrassom ou soldagem por indução. Compósitos termoplásticos podem ser unidos por

diferentes tipos de soldagem, à saber, soldagem por indução, soldagem por resistência, soldagem por ultrassom e transmissão de laser [31].

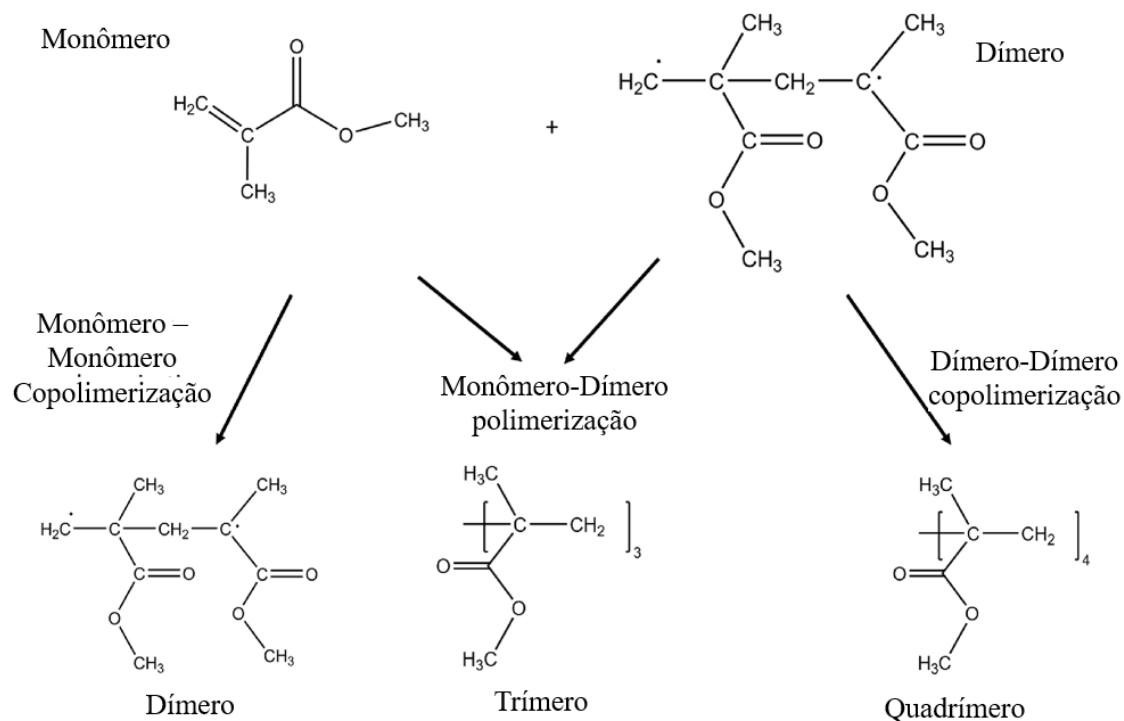
4.1.2. Resina PMMA – Visão Geral

A resina poli (metacrilato de metila), PMMA, com nome comercial Elium® faz parte da família de resinas especiais desenvolvidas pela ARKEMA que são resinas termoplásticas com baixa viscosidade (100 a 500 cps) aplicáveis a diversos processos de fabricação como infusão, pultrusão e laminação manual nos quais, predominantemente, são utilizadas resinas termorrígidas. A resina Elium® 150, especificamente, é um polímero composto por metilmetacrilato (MMA) reativo e copolímeros acrílicos, que se polymerizam na presença de um iniciador. Os monômeros de metilmetacrilato funcionam como radicais livres para reação de polimerização que resulta no poli (metacrilato de metila) (PMMA). Como iniciador da reação de cura, o fabricante recomenda a utilização de peróxido de benzoílo. Portanto, a resina Elium® 150 é uma resina termoplástica bicomponente que devido às suas características intrínsecas, especialmente baixa viscosidade e cura a temperatura ambiente, viabilizam o uso de técnicas de processamento convencionais de compósitos termofixos, como o processo de infusão à vácuo, o que tem ampliado sua utilização [4], [5], [32], [33].

Com base na literatura nota-se uma dificuldade no estabelecimento do conceito de classe de resina a qual pertence a resina acrílica Elium, visto que esta, se comporta de maneira híbrida, possuindo características tanto termofixas quanto termoplásticas. Alguns autores e o próprio fabricante relatam tempos de cura, o conceito de cura portanto representa um processo de solidificação por meio da realização de ligações cruzadas, que ocorre em resinas termofixas (ocorrendo por interações químicas ou físicas) sendo um processo irreversível e resultando em materiais com boa estabilidade térmica, química e rigidez quando comparados a materiais termoplásticos. Em contrapartida, resinas termoplásticas apresentam como principal característica a reversibilidade e possibilidade termo conformação e temperaturas de fusão, assim como relatado nos trabalhos de Obande (2019) e Bodaghi (2022) sobre a resina acrílica Elium [34], [35].

A Figura 5 ilustra as possibilidades de mecanismo de síntese da polimerização do polímero poli (metacrilato de metila) quando o monômero e dímeros são expostos a presença do iniciador peróxido, conforme estudado por Bamane e colaboradores (2024).

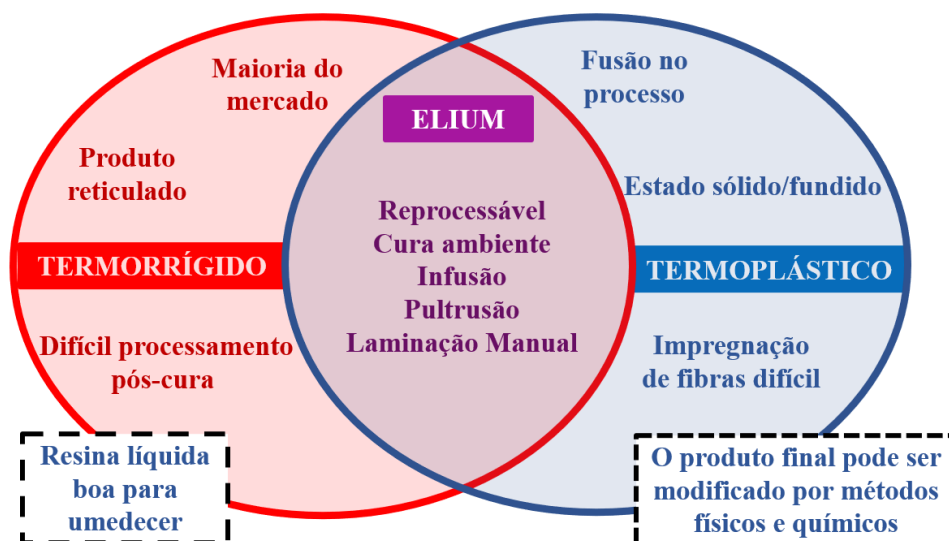
Figura 5: Possibilidades de reações poliméricas em uma mistura de monômeros e dímeros de MMA.



Fonte: Traduzido de Bamane (2024) [36].

A resina Elium®, portanto, apresenta uma combinação de propriedades que a torna uma alternativa com características intermediárias entre resinas termorrígidas e termoplásticas, de maneira a exemplificar esse conjunto de propriedades é possível observar na Figura 6 as principais vantagens e desvantagens de resinas termoplástica e resinas termorrígidas, bem como a combinação exibida pela resina Elium[37].

Figura 6: Comparação entre termoplásticos e termorrígidos e combinação de propriedades exibida pela resina Elium.



Fonte: ARKEMA, 2021.

Em 2020 foi publicada a primeira tentativa de fabricação de compósitos tubulares de fibra de carbono/Elium® e estes foram avaliados quanto a suas propriedades mecânicas, tais como, amortecimento de vibrações, impacto e flexão por Bhudolia e pesquisadores (2020). Para a manufatura dos tubos foi utilizado o método de fabricação de moldagem por transferência de resina e posteriormente caracterizados mecanicamente. Durante o teste de impacto, os tubos termoplásticos apresentaram 16,3% e 18,9% de pico de carga e energia de grande dano, respectivamente, quando comparados com tubos de carbono / epóxi.

Devido à natureza termoplástica da resina, observou-se que os tubos contendo a resina Elium® apresentaram falhas mais dúcteis e espalhadas, enquanto os tubos de epóxi apresentaram falha frágil e catastrófica. Os testes de flexão demonstraram capacidade de carga similar entre os tubos, maior deformação até a falha. Os testes de análise da vibração mostraram um amortecimento estrutural 21,7% maior para o composto de carbono/Elium® sendo este medido em diferentes locais de saída no tubo.

4.1.2.1. Aplicações da resina PMMA

Já nos primeiros trabalhos com a resina Elium de 2015 ficaram demonstrados os resultados promissores quanto à eficácia e adesão na interface fibra e resina, estes resultados de adesão na interface fibra/resina estão diretamente relacionados a bons

resultados de propriedades mecânicas. Foram utilizadas fibras de vidro, fibras naturais e fibras de carbono, utilizando-se diferentes técnicas de caracterização como emissão acústica, microscopia eletrônica de varredura, flexão três pontos, teste de impacto e delaminação que demonstram que a utilização da resina termoplástica Elium resultava em corpos de prova com propriedades superiores ou equivalentes quando utilizadas resinas termorrígidas (epóxi principalmente) [38]–[41].

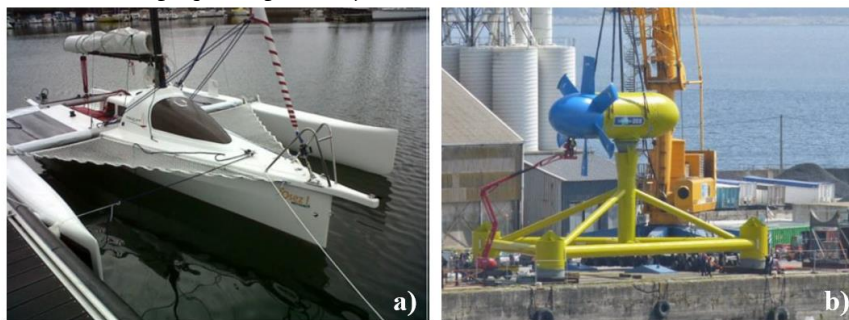
Jeon e colaboradores (2015) realizaram um estudo de caso em busca de um material de baixo peso para ser usado em caminhões de trabalho pesado (fora de estrada) que apresentasse boa performance mecânica aliada a um bom custo-benefício quanto às manutenções e processos de reparo de pintura recorrentes na vida útil destes caminhões. Os resultados demonstraram que o compósito utilizando fibras de carbono dispersas em um sistema de resina ecológica (Elium®) uma excelente opção reciclável e com custo-benefício satisfatório para aplicação. Apesar do estudo de caso ter se baseado em uma peça em escala, os resultados demonstraram a viabilidade do uso deste material como uma alternativa de baixo peso para produção das peças que apresentou custo-benefício em comparação às alternativas em metal e ótimas propriedades de acabamento superficial, o que evitaria os gastos extras com várias camadas de pintura e retoque [42].

Davies (2016) estudou novos materiais e aplicações para o problema de degradação ambiental em estruturas marinhas, descrevendo a influência da água do mar no envelhecimento dos materiais. Conforme o autor, a escolha de materiais compósitos em detrimento de ligas metálicas para estruturas marinhas se justifica por três principais motivos: menor peso, possibilidade de fabricar peças grandes e de geometria complexa e manutenção de propriedades com o tempo (menos sujeitas à corrosão, por exemplo). Dentro deste campo de aplicação, entretanto, a predominância de uso é por compósitos de fibras de vidro dispersas em uma matriz de um polímero termorrígido (epóxi). Algumas alternativas de polímero termoplástico utilizados apresentaram degradação rapidamente, particularmente em temperaturas moderadas. O processo de fabricação utilizando estes polímeros exige grande dispêndio energético para aquecimento a temperaturas de até 200 °C.

Neste cenário, o autor demonstrou que a resina de metilmetacrilato da Arkema (Elium) se mostrou como uma ótima alternativa, uma vez que os mesmos métodos de fabricação de peças de resina epóxi poderiam ser utilizados. Ainda, os resultados sugeriram que a sensibilidade da resina Elium às condições oferecidas para água do mar foram melhores que os resultados da resina epóxi e, portanto, estruturas diversas como

cascos de embarcações e turbinas de usinas maremotrizes ilustradas na Figura 7. A adequação e viabilidade da resina Elium em aplicações de compósitos para peças de barcos e estruturas marítimas em geral foram confirmados por outros estudos de comparação com resinas termorrígidas [43]–[46].

Figura 7: Aplicação de materiais compósitos com resina termoplástica. a) embarcação de pequeno porte. b) turbina de usina maremotriz.



Fonte: Davies (2016).

A crescente demanda mundial por energia e, sobretudo, aquelas de fonte renováveis como a eólica fez aumentar a procura por soluções mais eficientes e economicamente viáveis de materiais compósitos [47].

De acordo com o relatório de 2021 do Conselho Global de Energia Eólica (GWEC, do inglês, Global Wind Energy Council), houve um crescimento de 53% na indústria de energia eólica com instalação de novas usinas geradoras de 93GW apenas em 2020. Esse crescimento vem acompanhado da necessidade de fabricação e manutenção das turbinas eólicas, Figura 8, das quais cerca de 16% do peso é composto por materiais não recicláveis [48].

Figura 8: Campo de instalação de turbinas de conversão de energia eólica.



Fonte: Relatório Global [48]

Apenas na Europa, até 2024, são esperados o descomissionamento e a substituição de até 12000 turbinas eólicas e, por esta razão, a utilização de materiais recicláveis na fabricação destas estruturas se faz mais necessária[48]. Neste contexto, a utilização de resinas termoplásticas similares a Elium® no processo de manufatura de pás das turbinas representa uma opção interessante do ponto de vista ambiental e redução de custos [49], [50].

4.1.2.2. Propriedades da resina PMMA

De acordo com o fabricante, a resina Elium® 150 é uma resina termoplástica líquida de baixa viscosidade, aplicável a processos de infusão e RTM para fabricação de peças de acabamento e/ou estruturais, utilizando como reforço fibras de vidro, carbono ou outras fibras contínuas.

Dentre os iniciadores do mecanismo de síntese do PMMA, poli(metacrilato de metila), é possível citar, Perkadox 16, Laurox, Trigonox 141, Trigonox 421 e Luperox [51].

As peças fabricadas com a resina Elium apresentam propriedades mecânicas similares a peças equivalentes produzidas utilizando resinas epóxi, apresentando a vantagem da possibilidade de termomoldagem após a etapa de cura ou mesmo a reciclagem total. De acordo com a ARKEMA, à uma temperatura de 25 °C, a densidade da resina é de 1,01 g/cm³ e a viscosidade *Brookfield* (LVF #2, 60 RPM) é de 100 mPa.s. Os valores de tempo de trabalho e de pico de cura para infusão e injeção, determinados para 200 gramas de resina utilizando o 3% p/p do iniciador Luperox®78 ®, estão

resumidos na Tabela 1, onde é possível observar que cura ocorre em temperaturas baixas, descartando a necessidade de uso de fornos para consolidação da peça.

Tabela 1 – Dados fornecidos pela ARKEMA sobre condições de trabalho da resina Elium® em processos de infusão e injeção.

Temperatura (°C)	Tempo de trabalho Infusão (min)	Tempo de trabalho Injeção (min)	Tempo de Pico (min)
15	30	35	50
20	25	30	40
25	20	25	33

Fonte: Data Sheet Arkema (2021)

As propriedades mecânicas exibidas pela resina foram avaliadas e tabeladas pelo fabricante e encontram-se disponíveis na Tabela 2. Os testes foram efetuados seguindo as normas ISO especificadas na tabela e baseadas em amostras de resina polimerizadas de Elium®.

Tabela 2 – Resultados da resina Elium em processos de infusão e injeção.

Propriedades	Resultado	Norma ISO
Dureza Rockwell (M)	100	2039
Dureza Shore D	85-90	868
Resistência à tração	76 MPa	527
Módulo (tração)	3300 MPa	527
Deformação na tração	6%	527
Resistência à flexão	130 MPa	178
Módulo (flexão)	3250 MPa	178
Resistência à compressão	130 MPa	684
Massa específico	1,19 g/cm ³	1183
Temperatura de Deflexão ao calor	109 °C	75/A
Máxima temperatura de serviço	85 °C	-
Absorção de água (8 dias)	0,5 %	62
Coefficiente de expansão linear	0,065 mm/m/°C	2155-1
Tenacidade à fratura (K _{1c})	1,2 MPa.m ^{0.5}	13586

Fonte: Data Sheet Arkema (2021)

4.2. Processamento de materiais compósitos: VARTM

Sabe-se que um dos grandes problemas enfrentados no desenvolvimento de materiais compósitos reside nos altos custos empregados durante o processamento, por esta razão busca-se aprimorar e desenvolver as técnicas e tratamentos com o objetivo de otimizar as técnicas sem que haja comprometimento da integridade e propriedades exibidas pelos materiais.

Os métodos de infusão, em geral, baseiam-se no princípio da existência de uma diferença de pressão entre a resina e a bolsa a vácuo, a principal diferença entre infusão e injeção está, portanto, no design da ferramenta. Dentre as técnicas empregadas no processo de infusão de resina na fabricação de materiais compósitos é possível citar: moldagem por transferência de resina a vácuo (VARTM), processo de infusão de resina composta de Seeman (SCRIMP), infusão controlada de resina à pressão atmosférica (CAPRI), infusão a vácuo utilizando saco duplo (DBVI), processo assistido a vácuo (VAP), infusão pulsada (PI)[52], [53].

Em 2019, Van Oosterom e colaboradores visando realizar uma comparação entre métodos de infusão de resina atualmente aplicados na indústria, realizaram 6 diferentes tipos de infusão na produção de painéis de material compósito de epóxi reforçados com fibra de vidro. Para realizar a comparação foram monitoradas as seguintes variáveis: pressão absoluta do fluido dentro da câmara de infusão, espessura do material laminado, tempo de infusão e o fluxo de massa de resina na peça. As peças obtidas foram caracterizadas quanto a fração volumétrica, resistência ao cisalhamento interlaminar, conteúdo de vazios e resistência a compressão. Os parâmetros do processo variaram significativamente entre as metodologias demonstrando diferenças no tempo de infusão, pressão e relaxamento do laminado e uso de resina.

Segundo Van Oosterom e colaboradores (2019), o método de infusão CAPRI apresentou o menor pico de pressão do laminado e aumento de espessura com menor quantidade de resina, no entanto as metodologias DBVI e PI apresentaram altos picos de pressão dentro do laminado. Quanto as frações de volume de fibra foi possível observar que estas variaram significativamente entre as metodologias e ao longo do comprimento de infusão de alguns painéis, sendo destacada a metodologia de infusão de resina controlada à pressão atmosférica (CAPRI) por apresentar maior fração de volume de fibra ao longo da peça. Ressalta-se ainda que as técnicas de DBVI e PI alcançaram as menores

frações de volume de fibra, e apresentaram variações entre as extremidades de entrada da resina e saída (13% e 10%). Quanto a presença de vazios os autores destacam SCRIMP, VARTM, CAPRI, DBVI e VAP obtiveram teores de vazios abaixo de 0,2% nas extremidades de entrada e saída da peça.

A moldagem por transferência de resina assistida a vácuo representa um grande avanço na área de processamento de materiais. A transferência de resina utilizando o vácuo é um método barato e tem sido utilizado desde 1950 [52]. A técnica VARTM, em inglês, *Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding* é um método de infusão de resina simples, ocorre com ausência de meio de distribuição de resina. Consiste em uma estrutura de infusão de baixo para cima em uma superfície de molde, os reforços encontram-se depositados sobre a superfície, um tecido removível, *peel ply*, que se estende por sobre as fibras ou reforços e então é adicionado o saco a vácuo que é selado ao molde por meio de uma fita adesiva para formar uma câmara selada. Entradas de resina e saídas de vácuo são canalizadas para a câmara selada e possuem a função de auxiliar no escoamento da resina pelo reforço empilhado [52]–[56].

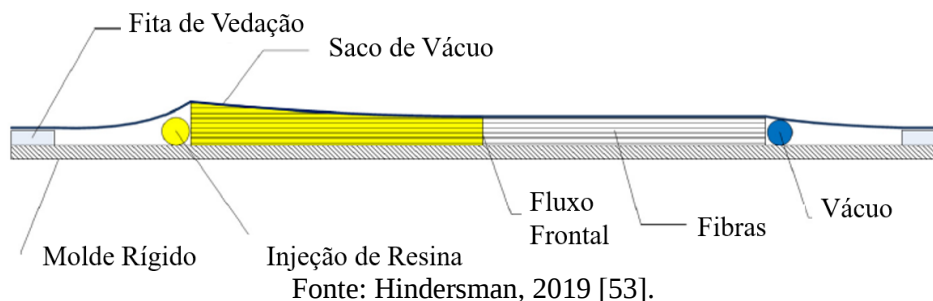
O método VARTM destaca-se por seu baixo custo ferramental e alta capacidade de produção de peças com qualidade, baixa porosidade e possibilidade de produzir peças e componentes de geometrias complexas e de tamanhos em grande escala. Porém é importante salientar que apesar das vantagens, existem variáveis que irão influenciar diretamente na qualidade final da peça, à saber, uso de tecidos auxiliares para facilitar o escoamento da resina, espessura da pré-forma, tempo de cura e temperatura de cura da resina, entre outros fatores [52].

Atualmente é possível visualizar diferentes peças produzidas na indústria aeronáutica utilizando o processo de infusão a vácuo, tais como tampas de asa do Bombardier C Series e Irkut MS-21. Já na indústria de construção de barcos e energia eólica o processo de infusão a vácuo pode ser observado também em componentes estruturais [53].

Em um processo de moldagem por transferência de resina (RTM, *resin transfer moulding*) faz-se necessário que uma das metades do molde seja rígida, isto porque esta metade deverá suportar a pressão durante a injeção da resina, pressão esta que será maior do que a pressão ambiente. A outra metade, no entanto deve ser composta por um material flexível. A pressão é uma variável de estado termodinâmica e portanto o que ocorre é que esta é pressionada na cavidade [53].

Em geral, o processo de preparo para o método de infusão a vácuo para a fabricação de laminados de material compósito ocorre visando uma montagem de um sistema de acordo com o representado na Figura 9. De maneira simplificada, sobre um molde rígido é depositado primeiramente um agente desmoldante, o qual facilitará a retirada da placa após a cura da resina. Em seguida são colocadas as camadas de material fibroso e um tecido denominado *peel ply*, um tecido sintético utilizado em técnicas de laminação e infusão que possui propriedades não-aderentes facilitando a retirada do molde. As camadas de fibra são então seladas dentro de filme plástico (saco de vácuo) com o auxílio de uma fita de vedação, e são colocadas estações de infusão de resina e de saída de ar.

Figura 9: Representação de um processo de infusão a vácuo.



No esquema representado na Figura 9, é possível observar que a espessura das camadas de fibra é alterada conforme ocorre o escoamento da resina. A superfície limite ou bordas das laminados fabricada pelo método VARTM são muito irregulares e ásperas, por esta razão após a desmoldagem, geralmente são utilizadas ferramentas de corte e retificação para que seja feito um acabamento superficial das peças [10], [53], [57].

4.3. Parâmetros de processamento VARTM

Durante um processo de infusão diversos parâmetros podem ser influenciados na qualidade final do material compósito devido ao método de processamento de moldagem por transferência de resina a vácuo, dentre eles é possível citar a pressão de compactação das fibras, pressão durante a compactação, a fração de volumétrica de fibras no material, variação da espessura da peça[10].

Em um processo VARTM, sabe-se que todo o processo ocorre à pressão atmosférica e, portanto, nenhuma pressão externa é aplicada durante a realização do método, desta maneira, durante o fluxo da resina entre as camadas de fibra ocorre uma

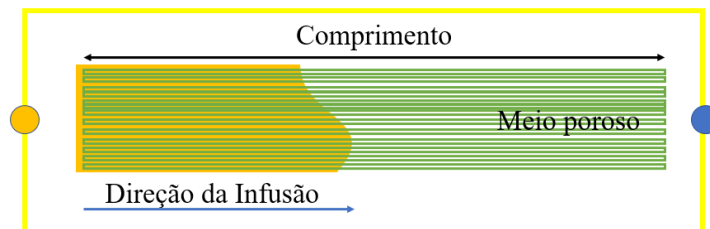
combinação entre a pressão da resina e da pressão de compactação. A Equação 1 apresenta a relação entre a pressão da resina, pressão de compactação das fibras e pressão atmosférica:

$$P_{\text{comp}} = P_{\text{atm}} - P_{\text{res}}, \quad (1)$$

sendo, a variável P_{comp} representando a pressão de compactação, P_{res} representando a pressão da resina e P_{atm} representando a pressão atmosférica.

Segundo Tamakuwala (2021), o fluxo da resina sob as camadas médias distribuídas deve seguir a lei de Darcy, e, portanto, o gradiente de pressão ao longo do comprimento e da velocidade de Darcy [10]. A lei de Darcy, proposta em 1856 descreve o comportamento do fluxo de um determinado fluido através de um meio poroso, portanto por meio dela é possível avaliar a vazão da resina (fluido) através das camadas de fibra (meio poroso). A Figura 10 apresenta uma ilustração da movimentação do fluido durante o processo de infusão regido pela Equação 2:

Figura 10: Representação da movimentação ou vazão do fluido por um meio poroso segundo a Lei de Darcy para a permeabilidade.



$$u = \frac{-K}{\mu} \frac{\partial p}{\partial x}, \quad (2)$$

sendo, u a velocidade da resina, K representa a permeabilidade do meio, μ representa a viscosidade da resina e $\frac{\partial p}{\partial x}$ representa o gradiente de pressão ao longo do comprimento.

Quanto ao volume de fibras, sabendo que a pressão de resina varia dentro do molde, de maneira análoga, a pressão de compactação é maior na entrada e menor na saída de acordo com a Equação 3:

$$V_f = V_{f0} (P_{\text{comp}})^B, \quad (3)$$

sendo, a fração de volume de fibras V_f , P_{comp} , a pressão de compactação, V_{f0} representa a fração de volume de fibra a uma pressão de 1 Pa e B representa o índice de rigidez que se encontra entre 0 e 1.

Da mesma maneira, como a fração volumétrica de fibras varia de acordo com o comprimento da peça, a espessura também é influenciada no método de processamento VARTM. A espessura tende a ser maior na entrada e menor na saída, uma vez que esta relação é inversamente proporcional a relação de volume de fibras, quanto maior o volume de fibras menor será a espessura da peça.

4.4. Técnicas de união de materiais

Sabe-se que na indústria aeronáutica e automobilística há a necessidade de fabricação de estruturas extensas, resultando na produção de moldes grandes e muitas vezes complexos, levando ocasionalmente a um aumento do custo do processo. Desta maneira, com o intuito de atenuar os custos de produção, torna-se viável o uso de técnicas de união de materiais em diferentes setores da indústria. Podemos classificar basicamente em três tipos de métodos de união de materiais. Essas classes encontram-se ainda subdivididas em diferentes técnicas e métodos os quais podem ser observados no fluxograma exibido na Figura 11 [6], [58], [59].

Figura 11: Métodos de união de materiais.



Fonte: Adaptado de Bhudolia (2020b) e Souza (2013)

Contudo, as técnicas de união mecânica e união adesiva podem apresentar inconvenientes ligados ao comprometimento da vida útil da estrutura. A união mecânica envolve a perfuração e inserção de parafusos e rebites, ocasionando um aumento do peso final da estrutura além disso, um furo pode atuar como concentrador de tensão e promover a delaminação do material. Já a união por aplicação de adesivo, normalmente à base de resina epóxi, requer uma preparação prévia das superfícies a serem coladas o que torna o processo inviável para estruturas extensas [28], [58], [60]–[62].

A soldagem de materiais termoplásticos representa, neste caso uma técnica mais viável do ponto de vista econômico e estrutural. Porém, apesar de ser uma técnica já aplicada em polímeros termoplásticos usualmente conhecidos como poli (sulfeto de fenileno) PPS e poli(éter-éter-cetona) PEEK por exemplo, ainda se apresenta como um desafio para soldagem de juntas à base de resina Elium® [6], [50], [63].

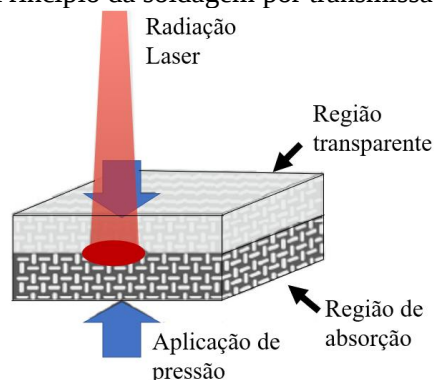
4.5. Soldagem de compósitos

A soldagem é uma técnica de união de materiais por fusão amplamente utilizada na indústria. Existem diferentes tipos de soldagem que são aplicados dependentes de fatores como, geometria, tipo de material, meio ao qual será exposto, cargas, entre outros fatores. Sabe-se que o aquecimento durante a soldagem pode ocorrer proveniente de quatro classes distintas, a saber, aquecimento em massa, aquecimento por fricção ou atrito, aquecimento eletromagnético e por técnica de dois estágios [47], [64].

Em 2016, Wippo apresentou um trabalho acerca da soldagem por transmissão a laser. Para este tipo de união de materiais faz-se necessário que uma das partes da junção seja transparente na radiação laser infravermelha próxima. Desta maneira, a radiação aplicada atravessa a parte superior e é absorvida pela parte inferior. Em seu trabalho, a adição de negro fumo em reforçados de fibra de vidro o tornaram absorvente. A radiação absorvida é convertida em calor, ocasionando um amolecimento do material da matriz. Devido à condução de calor, a parte transparente também se torna fundido. A soldagem ocorre, portanto, com a presença de uma aplicação de pressão conforme ilustrado no esquema da Figura 12 [28].

A soldagem foi realizada por Wippo e colaboradores (2016) consistiu no uso de dois lasers de diodo diferentes emitindo em comprimento de onda 940 nm. A potência máxima de saída de um laser foi de 300W e este encontrava-se conectado a um scanner óptico gerando um ponto focal com diâmetro de 2 mm. Enquanto o segundo laser possuía uma potência máxima de saída de 1200W gerando um ponto focal com a dimensão de $a \times b = 10 \times 20 \text{ mm}^2$ [28].

Figura 12: Princípio da soldagem por transmissão a laser.



Fonte: Experimento relatado por Wippo (2016).

Em 2019, Barbosa e colaboradores apresentaram os resultados obtidos da caracterização fractográfica de juntas soldadas de laminados de sulfetos de polifenileno (PPS) reforçados com tecido de fibra de vidro bidirecional por meio da técnica de soldagem resistência. Devido ao aumento da temperatura na região de soldagem, os autores ressaltaram a importância da aplicação de análises de superfície das amostras uma vez que as condições de soldagem possuem influência na microestrutura do material e, conseqüentemente, na qualidade da soldagem e nos mecanismos de falha. O trabalho ressalta a análise fractográfica qualitativa como uma importante ferramenta no processo de caracterização de materiais, podendo, portanto, complementar aspectos da caracterização mecânica de materiais compósitos. A identificação de diferentes aspectos fractográficos na superfície da fratura, possibilitaram a coleta de informações acerca dos modos de falha do material compósito, deformação da matriz termoplástica, identificação de cúspides de cisalhamento (correlacionada a interação entre a matriz polimérica e a fibra de reforço), entre outros aspectos [65].

Com o advento da resina Elium®, o interesse no estudo e desenvolvimento de métodos de união de materiais se apresenta como uma interessante alternativa na busca de viabilização e reciclabilidade de peças de material compósito termoplástico. Trabalhos recentes relatam o uso de soldagem por resistência e por ultrassom visando a aplicação em turbinas de usinas eólicas. Em 2020, Bair desenvolveu um trabalho acerca da soldagem em massa de laminados Elium® reforçados com fibra de carbono, por meio de técnicas de ligação por fusão por aquecimento em massa, os laminados compósitos foram testados inicialmente utilizando fibras de vidro e posteriormente fibras de carbono como reforço. Utilizando uma prensa com aquecimento, as amostras eram aquecidas até que atingissem temperatura acima da faixa de transição vítrea (T_g) e em seguida aplicava-se uma pressão para que houvesse a consolidação dos laminados. Foram investigados os parâmetros de processamento, bem como o uso de materiais consumíveis durante o processo e a textura de superfície para a colagem/soldagem dos materiais [47]. Os laminados soldados foram avaliados de acordo com a norma ASTM D3528 - *Standard Test Method for Strength Properties of Double Lap shear Adhesive Joints by Tension Loading* e apresentaram excelentes resultados experimentais quanto a carga suportada nas juntas soldadas por fusão, a partir do teste de cisalhamento.

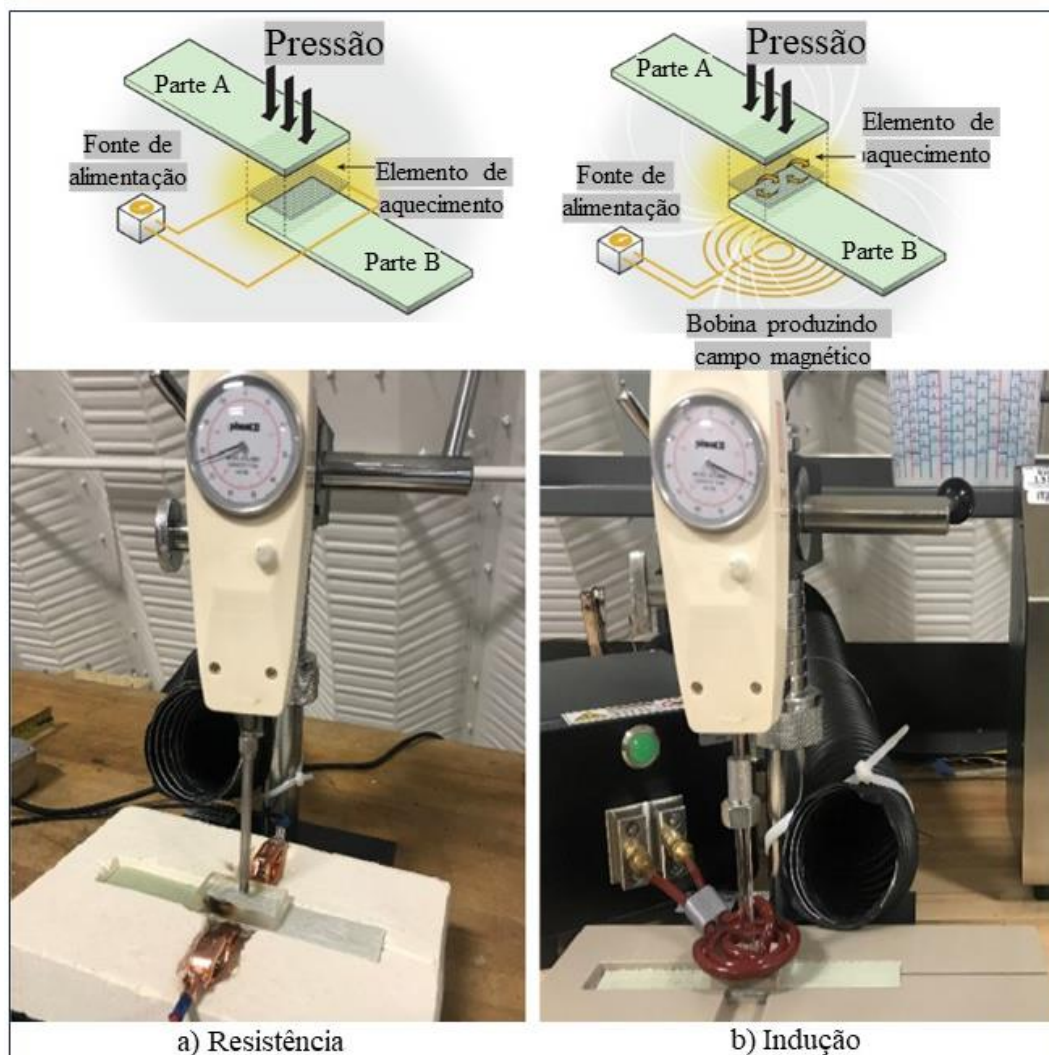
4.5.1. Compósitos de resina PMMA Elium e o mecanismo de soldagem

Em 2020, Bhudolia e colaboradores publicaram um artigo de revisão acerca dos avanços na área de soldagem de compósitos termoplásticos por meio da técnica de soldagem ultrassônica (*Ultrasonic Welding*). A soldagem ultrassônica é um processo de união rápido e eficiente utilizado em compósitos termoplásticos fornecendo resistência de união. Ressalta-se que a soldagem possui a influência de diferentes parâmetros, tais como, tempo de solda, pressão de solda, amplitude, tipo de diretores de energia [6].

Em 2020, Bair inicialmente testou texturas diferentes de tecidos auxiliares (GFLOW™, *Peel ply* e Compoflex) buscando desenvolver uma soldagem em massa de materiais compósitos resina Elium® reforçados com fibra de carbono e fibra de vidro. Com o objetivo de utilizar uma região “rica” de resina Elium para a união de laminados, foi eleito o tecido Compoflex® para fabricação dos laminados. Em seu trabalho foram investigados os seguintes parâmetros de processamento de (i) pressão aplicada, (ii) método de resfriamento e (iii) tempo. Com base nas propriedades da resina Elium® 150 presentes na literatura a soldagem em massa ocorreu em temperatura de 200 ° C, pressão de 185 psi e 370 psi e tempo de 5 e 10 minutos. Amostras utilizando o tecido consumível Compoflex e reforço de fibra de vidro apresentaram uma resistência ao cisalhamento de resistência de 16,1 MPa. As amostras reforçadas com fibra de carbono foram apresentaram resistência ao cisalhamento de 9,5 MPa.

Em 2019, Murray e colaboradores avaliaram as soldagens por fusão e por resistência (Figura 13) de compósitos termoplásticos utilizando a resina Elium 188® quanto a resistência ao cisalhamento e à fadiga, visando a aplicação do método em pás de turbinas de usinas eólicas para redução do tempo de fabricação, redução do consumo de energia e possível reciclagem ao final da vida útil. Caracterizações quanto ao cisalhamento foram feitas seguindo a norma ASTM D5868.

Figura 13: Esquema de soldagem por resistência (a) e soldagem por indução (b) com elemento de aquecimento entre os dois compósitos.

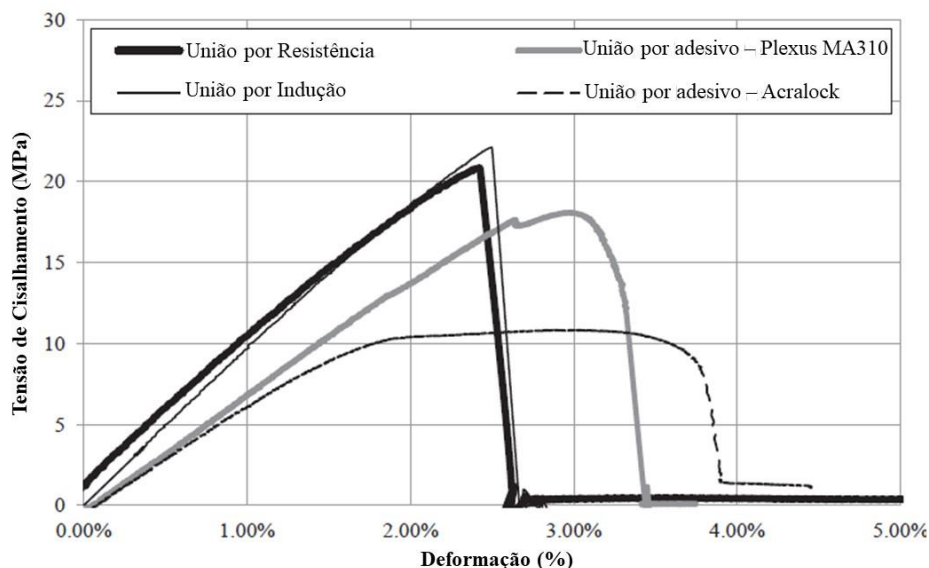


Fonte: Murray, 2019.

Os resultados obtidos foram comparados com amostras unidas por adesivo e demonstraram que as juntas soldadas apresentaram maiores valores de resistência quando comparadas com os adesivos atualmente utilizados em pás de turbinas eólicas, porém foram identificados modos de falha nas regiões soldadas por microscopia eletrônica de varredura. Todos os adesivos comerciais falharam coesivamente, aderiram, porém, com o cisalhamento da espessura acabaram se rompendo, sendo eles Plexus MA310, Acralock e Plexus MA590. A Figura 14 apresenta o gráfico de tensão de cisalhamento em função de percentual de deformação construído com base nos ensaios de *lap shear*. A ductilidade é uma característica importante durante a união de materiais, isto porque ela representa a capacidade da ligação se deformar ou alongar quando esta encontra-se sob atuação de uma determinada carga. É possível observar que apesar das ligações feitas por mecanismo

de fusão apresentarem maior resistência ao cisalhamento, as ligações adesivas se mostraram mais dúcteis, ou seja se deformaram, tiveram um maior alongamento antes que ocorresse a ruptura [60], [66].

Figura 14: Tensão de cisalhamento em função de percentual de diferentes métodos de união.



Fonte: Resultados de Murray, 2019 [60].

Em 2020, Gohel e colaboradores avaliaram a viabilidade do uso de soldagem ultrassônica de laminados compósitos reforçados com fibra de carbono/epóxi e fibra de carbono Elium®. Compósitos termorrígidos necessitam de uma cama de acoplamento termoplástico para que a soldagem possa ser efetuada, desta maneira foi adicionada para a soldagem partículas de Elium® e um filme de Elium®. Com auxílio de uma máquina de solda ultrassônica com controlador microprocessado AWC-6 e gerador de frequência de 20 kHz as amostras foram soldadas com amplitude 75% da amplitude (48,75 μm). As amostras foram preparadas de acordo com ASTM D5868 nas dimensões $101,6 \times 25,4 \text{ mm}^2$ e espessura de 2 mm e área de soldagem de $25,4 \times 25,4 \text{ mm}^2$. A resistência da soldagem foi avaliada por meio de teste de cisalhamento estático e demonstrou que a adição de $0,31 \text{ mg/mm}^2$ de partícula de Elium® no laminado de epóxi aumentaram a resistência ao cisalhamento de sobreposição em 95% quando em comparação com as amostras soldadas sem a camada de acoplamento [1].

Em 2020, Bhudolia publicou 3 artigos acerca da soldagem ultrassônica de compósitos termoplásticos utilizando a resina Elium®. Em seu artigo de revisão são levantados dados acerca da soldagem ultrassônica de materiais termoplásticos com início

em 2001, com a soldagem de um compósito de fibra de carbono/PP, onde foi avaliado o efeito do diretor de energia (ED), tempo de solda e pressão, porém é possível observar que estudos acerca da soldagem utilizando a resina Elium® somente surgiram a partir de 2020 [1], [6], [63].

Em janeiro de 2020 Bhudolia, Gohel e colaboradores ressaltaram em seus resultados acerca da resposta a fadiga de compósitos de soldados ultrassonicamente e comparado com a união utilizando o adesivo Bostik. Para a manufatura do material compósito foi utilizado o método de moldagem transferência de resina. Foram produzidos corpos de prova seguindo a norma ASTM D5868 nas dimensões de 101,6 x 25,4 x 2 mm³ com fração volumétrica de 54% de fibras. As amostras foram testadas com tensão de cisalhamento de 0,1 e frequência de 5 Hz a temperatura ambiente. Foram utilizados seis níveis de tensão de cisalhamento (80, 70, 60, 50, 40 e 30% da resistência máxima de cisalhamento) utilizando 3 amostras para cada configuração. As configurações de tempo de solda dependeram do tipo de direcionador de energia utilizado. Os resultados obtidos indicaram que a resistência a fadiga dos materiais soldados se mostrou consideravelmente as demais em todas as tensões aplicadas (cerca de 7 a 12%) que os autores atribuem a formação de cúspides de cisalhamento que contribuem para uma forte adesão interfacial. Os autores ressaltaram a redução de tempo no processo utilizando a soldagem como método de união, sendo necessário apenas 5 segundos, em contrapartida o uso do adesivo necessitava de cerca de 10 minutos [6], [63].

4.5.2. Soldagem por radiação infravermelha

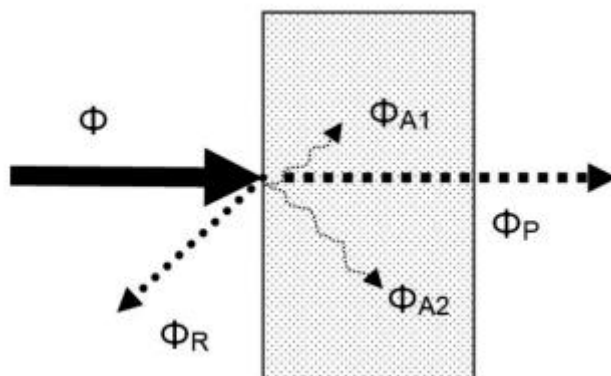
A radiação de temperatura é um dos tipos de radiação eletromagnética, onde ao incidir fluxo de calor (Φ) sobre a superfície de um determinado corpo, a radiação pode ser absorvida, transmitida ou refletida e encontra-se regida pela lei de Kirchhoff, para cada corpo conforme a equação 4:

$$R+A+P=1, \quad (4)$$

sendo a soma dos coeficientes de absorção (A), reflexão (R) e transmissão (P) igual a 1. Estes coeficientes podem ser calculados dividindo a fração de fluxo respectiva pelo fluxo incidente. Em casos reais, para corpos transparentes e semitransparentes, existem múltiplas reflexões internas e as múltiplas associadas absorção de radiação[67]. A Figura

15 apresenta um esquema de distribuição da radiação incidente sobre uma superfície de corpo semitransparente, onde os três componentes de absorção, transmissão e reflexão podem ser observados.

Figura 15: Distribuição da radiação eletromagnética do fluxo de calor sobre a superfície de corpo semitransparente.



Fonte Minkina, 2021 [67].

A luz infravermelha possui ampla emissão de espectros e efeito de aquecimento sem que haja contato entre a fonte luminosa e o material a ser aquecido, isto devido à natureza eletromagnética das ondas de radiação infravermelho. O aquecimento por radiação infravermelho destaca-se frente a outros tipos de aquecimento devido a sua facilidade de controle e precisão [68].

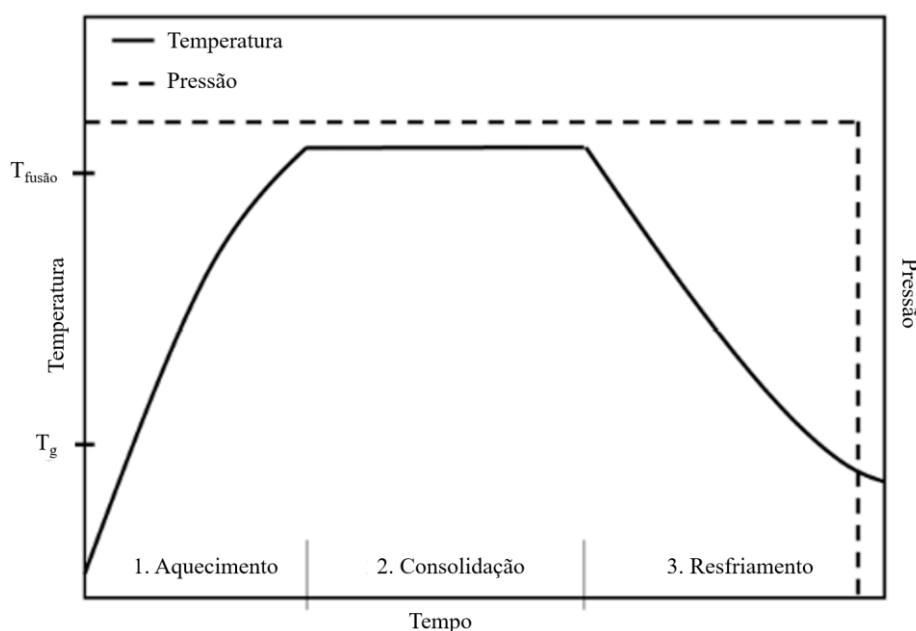
O aquecimento por radiação infravermelha atualmente é aplicado no processo de termoformagem de termoplásticos semicristalinos. A faixa de temperatura necessária para que ocorra um processo de conformação bem-sucedido em materiais semicristalinos é muito mais estreita do que dos termoplásticos amorfos [69].

A soldagem por radiação infravermelha em compósitos termoplásticos representa uma técnica de não contato com possibilidade de amolecimento da matriz polimérica com menor risco de contaminação quando comparada a outras técnicas de soldagem, isto porque o aquecimento se dá pela incidência de ondas eletromagnéticas de radiação ionizante na superfície da amostra, a qual origina uma movimentação na cadeia polimérica e consequentemente a geração de energia na forma de calor. O calor gerado possibilita o amolecimento do polímero, por meio da T_g do material [3].

A soldagem por infravermelho de maneira similar a soldagem por resistência de materiais termoplásticos pode ser dividida em três etapas distintas: aquecimento,

consolidação e resfriamento. Algumas variáveis são de extrema importância na qualidade dos corpos soldados durante estas etapas. Na etapa de aquecimento por exposição à radiação infravermelha da matriz termoplástica, onde ela absorve a energia emitida pela fonte e converte em calor, nesta etapa faz-se necessário o entendimento da janela de trabalho entre a temperatura de transição vítrea e temperatura de início da degradação do material. Durante a etapa de consolidação, faz-se necessário um estudo sobre a aplicação de pressão e por fim a etapa de resfriamento onde a resina retorna ao estado sólido. A Figura 16 apresenta uma representação esquemática das três fases em função de tempo e temperatura [70], [71].

Figura 16: Representação das fases de um processo de soldagem para materiais semicristalinos termoplásticos.



Fonte: Adaptado de Stankiewicz (2024) [71].

4.6. Caracterização de materiais compósitos

4.6.1. Caracterização Térmica

Análises térmicas consistem em um conjunto de técnicas por meio das quais uma propriedade física de um determinado material é medida em função da temperatura. Em 2014, a Confederação Internacional Análise Térmica e Calorimetria (ICTAC, na sigla em inglês) passou a definir análise térmica como o estudo da relação das propriedades e a

temperatura de um material, enquanto este material é submetido a um processo de aquecimento e/ou resfriamento [72].

A facilidade no processamento e plotagem de dados em diferentes gráficos advindos da popularização dos computadores, a partir da década de 1980, permitiu, portanto, que a análise térmica se tornasse uma importante ferramenta para compreensão do comportamento dos materiais. Dentre as principais técnicas de termo análise aplicadas na caracterização de materiais compósitos é possível citar: calorimetria exploratória diferencial (DSC), termogravimetria (TGA), análise dinâmico mecânica (DMA) e análise termomecânica (TMA) [72].

4.6.1.1. Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC

A técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC, do inglês *Differential Scanning Calorimetry*) permite avaliar o fluxo de calor que passa por uma amostra quando esta é aquecida, resfriada ou mantida a uma temperatura constante. Como resultado é possível detectar a presença de efeitos endotérmicos e exotérmicos, temperatura de fusão, comportamento cristalino, transição sólido-sólido, transição vítrea de materiais amorfos, reações químicas como polimerização, reações de entalpia, decomposição oxidativa e a investigação da cinética de reações em geral [72]–[74].

Silveira e colaboradores (2023) utilizando curvas de DSC dinâmicas encontraram as temperaturas de início, pico e fim da polimerização da resina acrílica Elium 188® semelhantes para diferentes concentrações de iniciador peróxido de benzoíla (BzO), com picos a aproximadamente 110°C para 0,5% e 1,0% BzO, e 114°C para 2,0% BzO em peso. Os autores observaram uma redução dos valores de entalpia de com o aumento da concentração de iniciador, indicando maior eficiência de polimerização e formação de macromoléculas com massas molares mais altas em concentrações menores de BzO. Além disso, menores energias de ativação foram observadas com maiores concentrações de BzO, refletindo em menores tempos de gel [75].

Utilizando o método aquecimento-resfriamento-aquecimento, Fernandez e colaboradores (2023) encontraram as temperaturas de transição vítrea utilizando a técnica de DSC de 106°C e 108°C para o primeiro e segundo aquecimento respectivamente do polímero PMMA.

4.6.1.2. Análise Dinâmico Mecânica – DMA

A análise dinâmica mecânica (DMA, do inglês, *Dynamic Mechanical Analysis*) permite avaliar o comportamento viscoelástico dos materiais em função do tempo, temperatura e frequência. Nesta técnica, a amostra é submetida a uma deformação periódica (senoidal) onde é possível avaliar a amplitude de força, amplitude de deformação e a diferença de fase entre elas. Por meio da DMA é possível determinar o módulo elástico, módulo de perda, o fator de perda, a temperatura de transição vítrea e o comportamento de cura de resinas [72], [73], [76].

Sabe-se que a maioria dos materiais apresenta um comportamento intermediário entre um sólido elástico ideal e um líquido viscoso ideal, e, portanto, por meio desta análise é possível observar as duas componentes elástica e viscosa de um determinado material [72], [77].

Portanto, um analisador dinâmico mecânico avalia a resposta viscoelástica de um corpo de prova quando este é submetido a um carregamento oscilatório sendo separadas as componentes: componente elástica, ou módulo de armazenamento e a componente viscosa, também denominada módulo de perda. Durante a análise dinâmico-mecânica geralmente é aplicada uma tensão ou deformação mecânica oscilatória (senoidal), com baixa amplitude em um sólido ou líquido viscoso, o aparelho atua medindo a deformação sofrida pelo material ou a tensão resultante podendo ser analisado em função da variação da frequência da oscilação ou da temperatura [72], [76].

Em 2019, Zoller e colaboradores avaliaram o desempenho de compósitos de fibra de vidro com a resina Elium fabricados por meio de pultrusão utilizando a técnica DMA. O módulo dinâmico de armazenamento de cisalhamento (G') da resina foi de 10^9 Pa, enquanto para os compósitos produzidos por pultrusão, esse valor excedeu 5×10^9 Pa. Isso indica que, nesse estado vítreo típico, os compósitos têm um comportamento mecânico muito mais rígido e estável do que a resina pura. Quando a temperatura se aproxima da temperatura de transição vítrea (T_g) (entre 100 e 120°C), o módulo de armazenamento dinâmico (G') diminui drasticamente. Para o compósito, o G' estabiliza-se em torno de 10^7 e 10^8 Pa, e para a resina acrílica, estabiliza-se em 10^4 Pa à 190°C. Segundo os autores, ao contrário das resinas termofixas, a matriz termoplástica pode fluir facilmente durante o termoformamento, de maneira análoga a resina acrílica se tornou maleável e moldável quando aquecida acima da T_g , enquanto as resinas termofixas não apresentam essa capacidade de remodelagem após a cura inicial [78].

Barbosa e colaboradores (2022) por meio do ensaio de DMA investigaram o comportamento viscoelástico de compósito de fibra de juta e resina Elium e, observaram uma diminuição progressiva do módulo de armazenamento até a temperatura de amolecimento, este comportamento foi visualizado em 114,1°C para resina pura e 101,4°C para o compósito[79].

Em 2023, Silveira e colaboradores[75] obtiveram a Tg para a resina Elium ® 188 utilizando a pico referente a tangente de delta para curvas de DMA em função da variação de concentração de iniciador, obtendo os valores de 47,6, 72,1 e 61,5 para as concentrações de 0,5, 1,0 e 2,0 % em peso de peróxido de benzoíla. Além disso, as análises mostraram uma boa correlação com a faixa de Tg obtida via viscosimetria Brookfield, indicando sucesso na modelagem viscoelástica e destacando a importância do controle da estereoquímica do PMMA, sugerindo que a polimerização aniônica pode ser preferível para obter a estrutura sindiotáctica desejada.

4.6.1.3. Análise Termomecânica – TMA

A técnica de análise termomecânica (TMA, do inglês *Thermomechanical Analysis*) permite avaliar a mudança dimensional de uma amostra em função da temperatura enquanto esta amostra é submetida a um carregamento mecânico específico. Por meio da TMA é possível determinar os efeitos térmicos, a saber, contração, amolecimento e mudanças no coeficiente de expansão do material [72], [80].

4.6.1.4. Análise Termogravimétrica – TGA

A Análise Termogravimétrica (TGA) representa uma análise térmica na qual a massa de um determinado material é medida em função da temperatura, enquanto este material é submetido a uma programação controlada de temperatura. Pela primeira derivada da curva TGA obtém-se a DTG, taxa de variação da massa da amostra em função da temperatura. Por meio da TGA e DTG, é possível avaliar diferentes causas de ganho e perda de massa de uma determinada amostra frente à mudança de temperatura, a decomposição oxidativa de substâncias orgânicas, oxidação de metal, decomposição térmica em atmosfera inerte com liberação de produtos gasosos (pirólise), presença de transição de Curie em materiais magnéticos, secagem e absorção de gases, umidade e outras substâncias voláteis [72], [81].

Obande e colaboradores (2023) trabalhando com compósito de fibra de vidro e resina acrílica, verificaram 5% de perda de massa a uma temperatura de 279 °C e estabilização da perda de massa por volta de 400 °C e a massa residual de 56%. Barbosa e colaboradores, utilizando a técnica TGA realizaram a caracterização da resina acrílica elium e extraíram a temperatura de *onset* da degradação 350 °C. Ao final do experimento, nenhuma massa residual foi observada [64], [79], [82].

Em 2023, Fernandez *et al* caracterizou pellets de PMMA por meio de análises térmicas, utilizando uma taxa de aquecimento de 20 °C/min amostras foram aquecidas até 650 °C, quando esta temperatura era alcançada o fluxo gás de nitrogênio era desligado e iniciava uma inserção de gás oxigênio no sistema, assim, o carbono residual era queimado. A degradação do PMMA ocorreu a temperaturas acima de 300°C em uma única etapa, sugerindo uma cisão aleatória das cadeias principais. A literatura mostra que o processo de produção pode estabilizar o PMMA comercial, o que poderia explicar seu único passo de degradação. Um único pico de reação é observado na curva DTG, confirmando que todos os produtos de PMMA apresentam este comportamento[83].

4.6.2. Ensaio Ultrassom

A avaliação de danos internos em materiais compósitos multicamadas possui uma grande importância no processo de caracterização de materiais, principalmente quando estes são candidatos para aplicações onde faz-se necessário uma alta confiabilidade na integridade do material, resistência quando este encontra-se submetido a esforços mecânicos repetitivos. Portanto, o uso de ensaios não destrutivos para avaliação de danos internos é essencial para o entendimento e estudo de laminados compósitos, principalmente devido ao desafio na identificação dos modos de falha complexos e mecanismo de materiais compósitos [84], [85].

Utilizando o ensaio por ultrassom em compósitos a integridade estrutural do material pode ser avaliada com base na identificação de possíveis defeitos internos, tais como inclusões ou vazios, delaminações. O ensaio por ultrassom convencional consiste na utilização de um feixe sônico de alta frequência através de um determinado material visando a detecção de descontinuidades internas e subsuperficiais, uma vez que a onda sonora pode ser transmitida ou refletida pelas interfaces presentes em sua estrutura. Ao ser refletida, um detector capta e por meio de um sistema o sinal é traduzido na forma de um gráfico para posteriores análises.

O ensaio de ultrassom segundo Bouhamed (2020) pode ser utilizado para diferentes fins, tais como avaliação das propriedades elásticas, monitoramento da cura cinética de resinas, controle de porosidade, entre outros fatores.

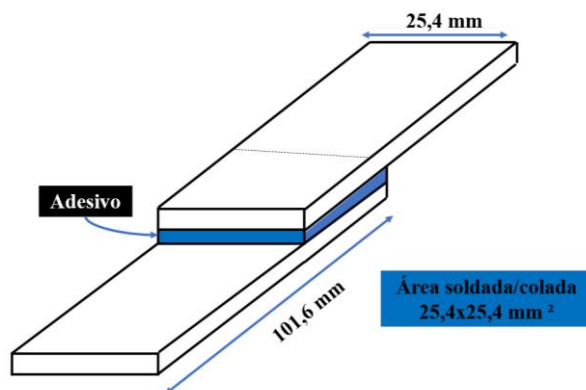
4.6.3. Ensaio Lap shear

Os materiais soldados necessitam ser caracterizados visando avaliar a eficiência do tipo de ligação utilizado, uma vez que esta região pode se tornar um local de concentrações no material e solicitações mecânicas podem acabar ocasionando a fratura do material, fato este que acabaria comprometendo a integridade do material e inviabilizando o uso. Portanto análises na área de união são imprescindíveis na área de caracterização de materiais compósitos[6], [60], [66].

Para avaliação da efetividade do mecanismo de união utilizado, frequentemente é utilizado o ensaio regido pela norma ASTM D5868 -*Standart test method for Lap shear adhesion for fiber reinforced plastic bonding*. O ensaio *Lap shear* é indicado para medir as características de ligação e adesividade tanto para fibras orientadas ou dispersas.

O ensaio *lap shear* representa um complemento do teste D1002. A Figura 17 apresenta as dimensões dos corpos de prova e área a ser unida em azul para o ensaio de adesividade seguindo as designações da norma. O ensaio de *lap shear* ocorre por meio do cisalhamento a uma taxa de distanciamento 13 mm/min constante até que o compósito se fracture.

Figura 17: Corpo de prova e dimensões para o ensaio *Lap shear* (ASTM – D5868).



Fonte: Adaptado de ASTM D5868.

De acordo com o especificado pela norma são necessários corpos de prova com espessura de aproximadamente 2,0 mm. Recomenda-se ainda um tratamento rigoroso de superfície de acordo com as instruções do fabricante para o uso de adesivos comerciais visando a otimização da colagem. A superfície a ser soldada é também uma importante variável que irá influenciar diretamente na qualidade da solda, por esta razão é necessário um controle rigoroso durante o preparo dela. Bhudolia (2020), ressaltaram que a presença de cúspides na interface resina e fibra de carbono aumentaram a resistência a tensão de cisalhamento do compósito durante o ensaio de *lap shear*.

Bhudolia e colaboradores, trabalhando com amostras de fibra de carbono e resina Elium soldadas por ultrassom, verificaram resultados de Lap shear variando de 6 a 13 MPa aproximadamente ao variar a pressão e o tempo de soldagem. Li et al (2020) investigaram a influência da utilização de filmes multifuncionais como direcionadores de energia em processo de soldagem de ultrassom em compósitos de fibra de vidro e matriz polipropileno (GF;PP), obtendo LSS máximo de 14.9 MPa [1], [59], [86].

4.6.4. Análise Fractográfica e os tipos de falha

O comportamento dos materiais encontra-se diretamente correlacionado à sua microestrutura, sendo, portanto, a análise da de sua superfície uma importante ferramenta no estudo e caracterização dos materiais. Em 2019, Barbosa e colaboradores ressaltaram a importância da análise fractográfica no desenvolvimento de mecanismo de soldagem para compósitos termoplásticos, ressaltando, portanto, a importância da técnica.

De maneira simplificada é possível concluir que as técnicas de microscopia possuem o objetivo de gerar imagens ampliadas do sistema observado, atualmente

diversos são os microscópios empregados para este fim, sendo estes construídos com diferentes tipos de tecnologia para a formação destas imagens. A microscopia eletrônica de varredura consiste no uso de feixe de elétrons com um pequeno diâmetro que realiza uma varredura sobre a superfície da amostra para o processo de formação de imagens. A interação entre a amostra e o feixe de elétrons incidente ocasiona uma resposta do material que pode ocorrer por meio elétrons (secundários, retroespalhados, transmitidos, absorvidos, difratados) e de fótons (fotoluminescência e raios-X). Essas respostas são então captadas por detectores específicos, amplificadas e traduzidas por um sistema para a formação da imagem [87].

Com o auxílio de técnicas de microscopia é possível identificar os tipos de falhas ocorridos em materiais colados/soldados, podendo classificar em três grupos distintos: falha coesiva, falha adesiva e das superfícies aderentes. A falha adesiva, também conhecida como falha interfacial, é resultante da interação entre o adesivo e a superfície aderente. Neste tipo de falha o tratamento de superfície antes da aplicação do método de união representa uma etapa crítica, pois quanto melhor o tratamento de superfície, maior será a afinidade entre o adesivo e a superfície aderente. Observa-se também a importância da afinidade química entre as ligações presentes no adesivo e a superfície do material aderente [79].

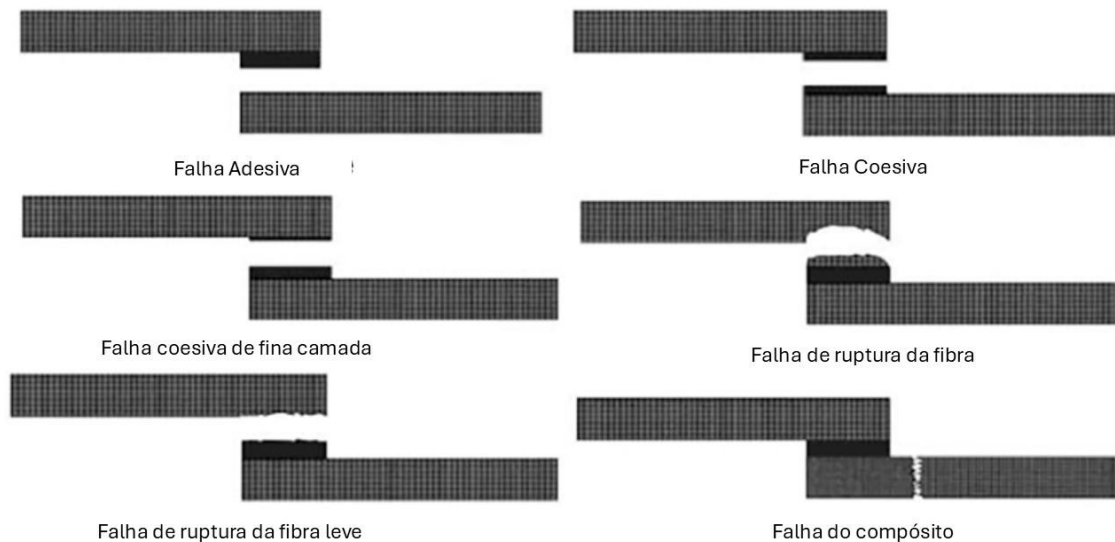
Falhas coesivas são resultantes de falhas dentro do adesivo e fornecem informações interessantes sobre a interação entre o adesivo e a superfície aderente, visto que, ao ser fraturado no adesivo, nota-se que o adesivo e a superfície aderente possuem uma ligação tão forte quando comparado a força de ligação dentro do adesivo, que ao ser submetido a um determinado esforço mecânico, o adesivo falha, sendo possível observar por meio da análise da superfície fraturada partes do adesivo em ambas as superfícies aderentes [88].

O terceiro tipo de falha, a falha das superfícies aderentes indica que a ligação entre a superfície aderente/adesivo e a força de ligação interna do adesivo são tão bem-sucedidas que a superfície aderente falha antes que a ligação seja desfeita, ocorrendo, portanto, um rompimento do compósito em regiões anteriores a região de união [49], [60].

A Figura 18 apresenta a ilustração de diferentes tipos de modo de falha possíveis de ocorrer em juntas coladas. A "falha por ruptura de fibra" refere-se a um modo de falha em que as fibras dentro de um material compósito se rompem sob tensão, resultando na ruptura do material. Esse tipo de falha é essencial para avaliar a integridade estrutural de materiais compósitos, especialmente em juntas e áreas coladas, onde podem ocorrer concentrações de tensão. Quando submetidas a cargas mecânicas, essas regiões se tornam

particularmente vulneráveis à falha por ruptura de fibra, comprometendo a resistência e o desempenho geral do compósito [1], [3], [60]. Os diferentes modos de falha em compósitos adesivos são cruciais para entender a durabilidade e a resistência das juntas em diversas condições.

Figura 18: Modos de falha em juntas adesivas coladas.

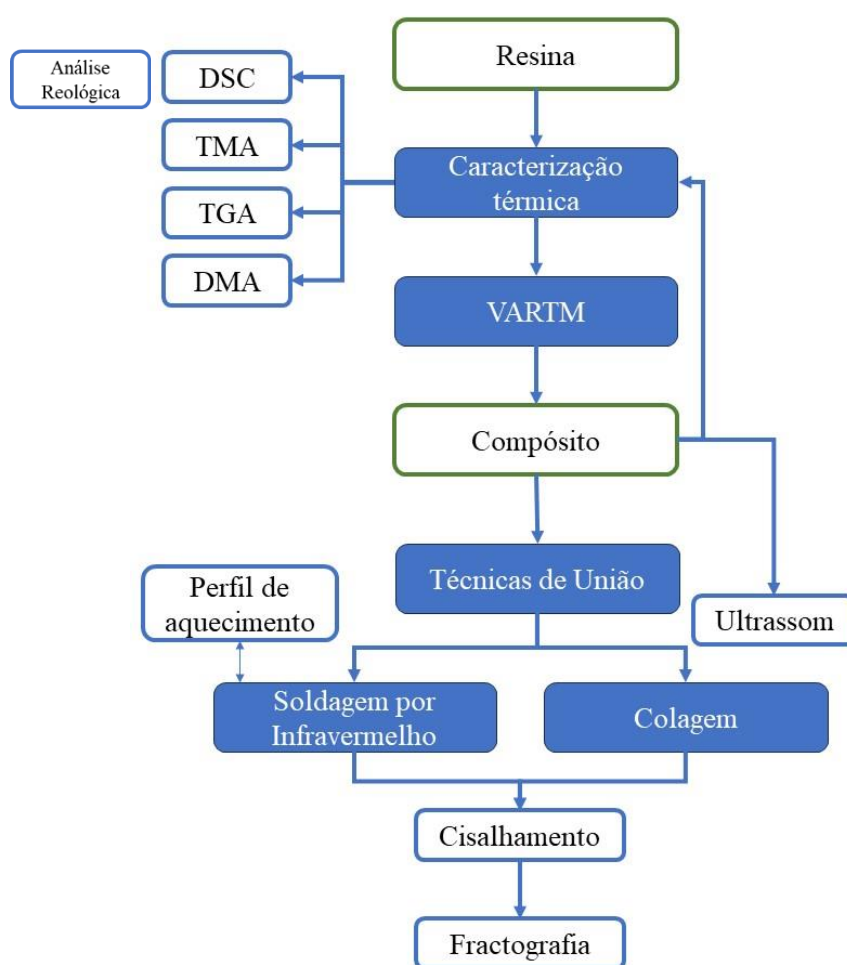


Fonte: SIDDIQUE *et al.*, 2022 [3].

5. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A seguinte seção apresenta a metodologia experimental empregada na fabricação dos laminados, processos de união empregados e avaliação dos corpos de prova obtidos. Esta seção encontra-se dividida em três tópicos: materiais utilizados, método de processamento e ensaios. A Figura 19, ilustra de maneira simplificada as etapas envolvidas para a realização deste projeto.

Figura 19: Fluxograma das etapas deste trabalho.



Fonte: Autor.

No fluxograma presente na Figura 19 é possível observar as etapas do projeto correspondentes a caracterização aplicadas tanto para a resina quanto para o material compósito. A caracterização térmica da resina, visto que a soldagem depende de informações sobre a temperatura de transição vítrea (T_g), perfil de degradação da

amostra, tempo e temperatura ideal para a cura do material compósito, representa uma importante etapa do processo.

5.1. Materiais

A tabela 3 apresenta os materiais utilizados para a confecção das laminados com reforço de fibra de vidro e de carbono.

Tabela 3 – Materiais empregados para a confecção dos corpos de prova.

Material	Informações Técnicas	Fabricante
Tecido de Fibra de carbono	Tecido bidirecional de fibra de carbono Tipo: Plain weave Orientação das fibras: 0 e 90° Espessura: 0,4 mm Resistência a tração: 4900 MPa Módulo de elasticidade: 235 GPa 6000 fios Massa específica: 1,8 g/cm ³	Sigratex® KDL8051 Grafil
Tecido de Fibra de Vidro	Tecido bidirecional de fibra de vidro Tipo: Plain weave Orientação das fibras: 0 e 90° Peso: 200 g/m ² Carga de ruptura do urdume: 50 Kg/cm ² Carga de ruptura da trama: 50 Kg/cm ² Material: Fibra de vidro E 5 fios/cm Espessura: 0,21 mm	RE200P E-composites
Resina acrílica Elium® 150	-	ARKEMA
Luperox ® 78	-	ARKEMA

Fonte: Dados da autora.

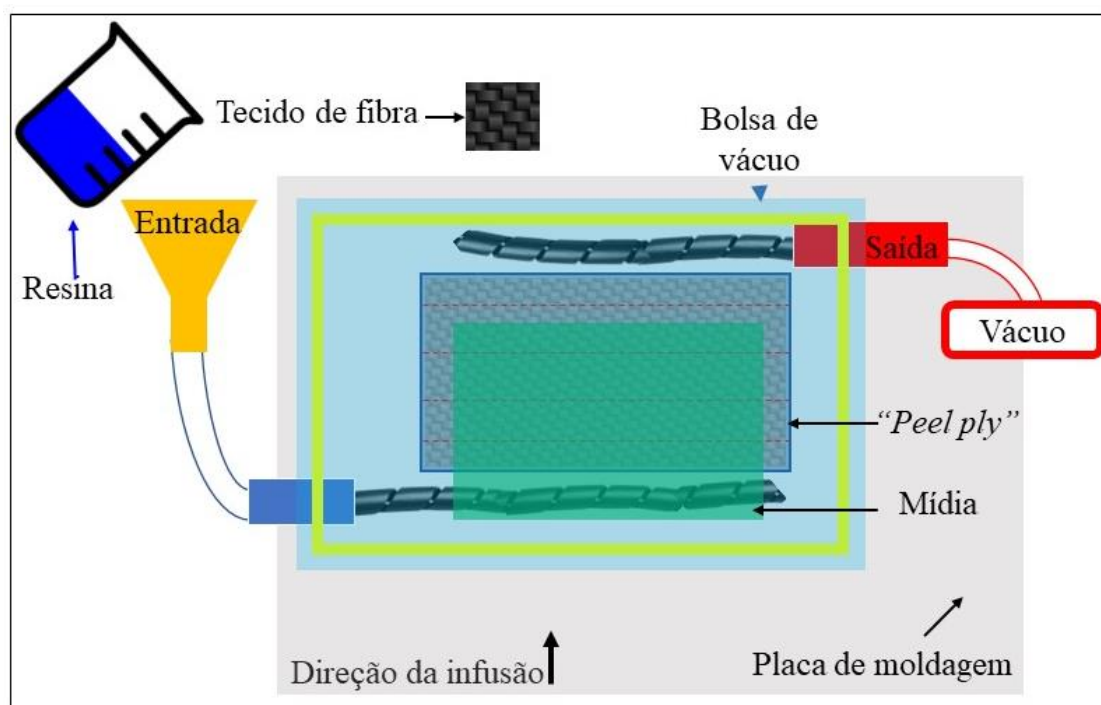
5.2. Processamento

Para a fabricação do laminado compósito foi utilizada a técnica VARTM (*Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding*), moldagem por transferência de resina assistida a vácuo para obtenção de laminados de compósitos de fibra de carbono e resina termoplástica Elium®150. O percentual de ativador (Luperox®78) utilizado foi definido em 1,2% p/p com base nos trabalhos publicados por Raponi e Barbosa (2018).

5.2.1. Método VARTM (fibra de carbono/Elium®)

Para confecção dos corpos de prova de material compósito a serem soldados, inicialmente fez-se necessário a montagem do sistema VARTM, o qual se iniciou por meio da construção da pré-forma para confecção de laminados, com o auxílio de uma placa rígida. Conforme ilustrado na Figura 20 foi construído o seguinte aparato:

Figura 20: Esquema de montagem para VARTM.



Fonte: Autor.

De acordo com a Figura 20 é possível observar duas saídas da região de vedação, esta região encontra-se representada pelo retângulo em amarelo, em azul escuro encontra-

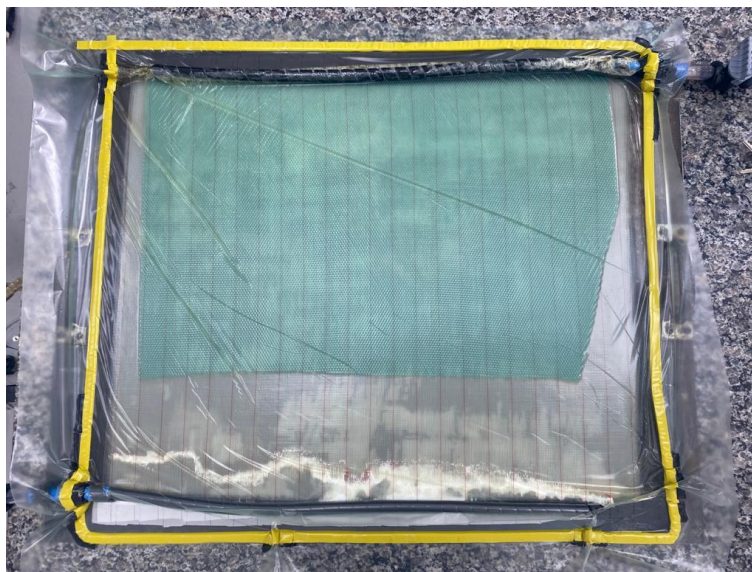
se representada uma entrada para a região de vedação a qual está correlacionada com a direção de injeção da resina. Em vermelho, é possível observar a saída da região de vedação para a bomba de vácuo.

Para construção do aparato, inicialmente, foi colocada uma chapa metálica devidamente higienizada com álcool 70% (representada pelo retângulo exterior em cinza claro), em seguida, aplicou-se uma fina camada desmoldante na placa na região onde as camadas de fibra de carbono seriam colocadas. Após a secagem do desmoldante, foram colocadas 5 camadas de manta de fibra de carbono (*plain weave*), as quais foram previamente pesadas em balança analítica para que fossem feitos os cálculos de percentual de resina a ser preparado.

Após a adição das camadas de fibra no molde, foram posicionados os tecidos auxiliares, que desempenham a função de facilitar tanto a impregnação da resina quanto a remoção do molde. Foram, então, cortadas camadas de tecido *peel ply* de Nylon, cuja importância para a qualidade final do compósito é significativa, pois o *peel ply* confere a rugosidade ideal para a colagem e protege a área de possíveis contaminações. Este tecido é branco, com linhas horizontais em vermelho, e foi cortado de tamanho similar ao das camadas de fibra, conforme ilustrado na Figura 20. Em verde, pode-se observar a presença do tecido auxiliar, também chamado de mídia de transporte para injeção de resina. As mídias de transporte são cruciais para facilitar a movimentação da resina e, assim, promover seu espalhamento uniforme durante o processo de infusão. Para efetuar a ligação entre o sistema de vácuo e injeção de resina, foram acoplados a cabos em espiral (em preto) a cada uma das extremidades em válvulas, que por sua vez, se encontravam ligadas por mangueiras à uma bomba de vácuo e a um funil, representados em vermelho e azul respectivamente.

Após a montagem, faz-se necessário uma confirmação de que o sistema estava completamente vedado. Esta confirmação é feita por meio do fechamento da válvula de entrada de resina e posterior abertura da válvula acoplada à bomba de vácuo ligada, regiões que não se encontram devidamente vedadas emitem sons e, portanto, é necessário pressionar ou adicionar um agente de vedação até que não sejam ouvidos ruídos. A Figura 21 apresenta todo o aparato pronto durante a fabricação de uma placa no laboratório.

Figura 21: Imagem durante o processo VARTM utilizado na confecção de laminados de material compósito a serem utilizadas nos processos de união.



Fonte: Arquivo do autor.

Em seguida, com o molde devidamente vedado foi formulada a resina com massa correspondente a proporção de duas vezes (dobro) da massa de fibras. A proporção de iniciador (Luperox®78) para a quantidade de resina preparada foi de 1,2% p/p [33]. Essa relação de massa de fibra e massa de resina foi obtida por meio de testes primários onde foi possível observar uma possível rápida cura durante a impregnação das fibras e que parte da resina preparada acabava sendo descartada durante o processo nos cabos em espiral, mangueira, recipiente utilizado durante a agitação, entre outras perdas inerentes do processo.

O complexo resina Elixir®150 /iniciador Luperox®78 foi vertido dentro de um funil de plástico que estava acoplado na região de injeção de resina conforme exemplificado na Figura 20. A bomba de vácuo foi ligada e as válvulas de vácuo e injeção de resina foram abertas, tendo o cuidado para que a válvula ligada a bomba de vácuo fosse a primeira a ser aberta e que a resina vertida percorresse todo o caminho até a sua válvula respectiva entrada na área de vedação sem que houvesse presença de bolhas de ar, garantindo, portanto, que assim que aberta a válvula, o vácuo atuaria forçando o escoamento da resina para a região contendo as camadas de fibra de carbono. A válvula de injeção foi fechada antes que houvesse entrada de ar na bolsa de vácuo e a bomba de vácuo ficou ligada por aproximadamente 1 hora após a injeção de resina.

Após 24 horas de cura em temperatura ambiente conforme informado pelo fabricante, foi efetuada a desmoldagem dos laminados. Ressalta-se, porém, que esta

representa uma cura parcial, tendo em vista os trabalhos publicados onde foi possível observar diferentes ciclos de cura [5], [32], [33], [94].

Os mesmos procedimentos foram aplicados para a produção de uma placa de fibra de vidro e resina acrílica. No entanto, para o reforço de vidro, foi necessário utilizar o dobro da quantidade de camadas em comparação ao compósito com carbono, devido à espessura do tecido de vidro. Cabe salientar que o tecido de *peel ply* em fibra de carbono, que somente foi removido durante a etapa de colagem, visto que o seu uso além de propiciar rugosidade na área de colagem, atuou protegendo a área de colagem de possíveis contaminações.

Primeiramente para a confecção dos corpos de prova definiu-se que seria necessário efetuar uma caracterização térmica da resina termoplástica a ser utilizada (Elium®150). Essa caracterização é necessária para que seja feito um estudo da decomposição térmica da resina, sendo um importante passo para definição de parâmetros importantes para o processo de união por meio de fusão (soldagem), tais como, temperatura de amolecimento ou Tg, temperatura de cura, perfil de degradação térmica.

Os laminados de fibra de carbono para este estudo foram obtidas utilizando o método VARTM (*Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding*), das quais foram retirados os corpos de prova seguindo a norma do ensaio de *lap shear* e utilizados no processo de soldagem e união dos materiais.

Os materiais unidos foram caracterizados mecanicamente pelo teste de cisalhamento - *Lap shear* e as amostras rompidas durante os testes foram utilizadas para realização da análise fractográfica, visando avaliar os possíveis defeitos durante o processo de união dos corpos de prova. As análises supracitadas foram efetuadas em laboratórios pertencentes à Universidade Federal de Itajubá-campus Itajubá e Itabira.

5.3. Caracterização

Para efetuar as caracterizações da resina e laminados compósitos foi necessário o preparo da resina Elium 150®+ 1,2% p/p de Luperox 78 para aproximadamente 10 gramas de resina. A análise de DSC é efetuada imediatamente após a mistura homogênea dos dois componentes, entretanto, para as análises de DMA e TMA foram produzidos corpos de prova compostos somente com a resina curada. Sobre uma superfície de vidro devidamente higienizada com álcool 70%, foi aplicado uma pequena camada de desmoldante e utilizando fita de vedação foi demarcada uma área quadrada, sobre a qual

o complexo resina-iniciador foi vertido. Após 24 horas, a placa de resina foi retirada e com auxílio de uma máquina de corte e usinagem, Router CNC, foram cortados os corpos de prova de resina curada nas dimensões especificadas para cada um dos testes de DMA e TMA.

5.3.1. Análise Reológica

A análise reológica da resina foi realizada por meio de um ensaio de varredura de frequência no reômetro oscilatório rotacional pertencente a Anton Paar, modelo MCR301, amostras recém preparada após a homogeneização da resina com o iniciador foram submetidas ao teste de reologia. A varredura de temperatura foi realizada entre 20 e 180 °C, com uma taxa de aquecimento de 5 °C/min, sob condições oscilatórias com amplitude de deformação de 0,1% e frequência angular fixa de 10 rad/s.

5.3.2. Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC

As análises de DSC foram feitas de acordo com a norma ASTM E2160-01: *Standard test method for heat of reaction of thermally reactive materials by differential scanning calorimetry (DSC)*). A análise de calorimetria exploratória diferencial foi realizada no equipamento para análises térmicas DSC Q20 2151 pertencente a TA Instruments. As medidas foram feitas à uma taxa de aquecimento de 10 °C/min utilizando atmosfera de nitrogênio com fluxo de 30 ml/ min e aquecendo de -40°C até 200°C. A resina Elium®150 foi misturada ao iniciador Luperox®78 e logo em seguida adicionou-se cerca de 5 mg em um recipiente hermético de alumínio. O recipiente foi fechado e colocado no forno do equipamento juntamente com uma amostra de referência para realização da análise. A fim de verificar a Tg da resina após a cura, foi efetuado um ciclo de resfriamento até a temperatura de -40 °C; e em seguida, novamente o ciclo de aquecimento para comparação com a primeira curva obtida. Os resultados obtidos foram dispostos em gráficos utilizando o *software* de tratamento de dados OriginPro 2021®.

Após a primeira varredura de temperatura efetuada na resina, a amostra foi então resfriada e novamente submetida a uma taxa de aquecimento programada de acordo com os parâmetros adotados no primeiro aquecimento. Este segundo aquecimento é importante para a verificação de que a polimerização da resina acrílica tenha sido eficiente

na faixa de temperatura utilizada durante o primeiro aquecimento; em outras palavras, o segundo aquecimento garante que a resina tenha reticulado (etapa de cura) e, portanto, espera-se que o gráfico do segundo aquecimento não apresente picos exotérmicos que representem a liberação de calor durante a etapa de polimerização.

Segundo Wagner (2018), para o cálculo temperatura de transição vítrea, T_g (em inglês - *glass transition*), podem ser utilizados diferentes mecanismos, tais como o método da bissetriz, ponto de inflexão da curva, norma ASTM os quais podem fornecer diferenças entre os valores obtidos, sendo, portanto, necessário identificar o método utilizado. Desta maneira, utilizando os dados da etapa de resfriamento da resina foi possível calcular a T_g , de acordo com a norma ASTM D3418 -15 - *Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry*.

5.3.3. Análise Dinâmico Mecânica – DMA

O teste DMA foi realizado segundo a norma ASTM D7028-07: *Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA T_g) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*. Utilizando um analisador dinâmico mecânico foi realizado o estudo da resposta viscoelástica de um corpo de prova de resina polimerizada, compósitos reforçados com fibra de vidro e compósitos reforçados com fibra de carbono por meio da aplicação de um carregamento oscilatório.

As medidas de DMA foram realizadas no analisador térmico dinâmico, DMA SII SEIKO Exstar. Inicialmente uma placa de resina acrílica e 1.2% de iniciador peróxido foi confeccionada com início da polimerização à temperatura ambiente (25°C) por 24 hs e posteriormente submetidos à temperatura de 80°C no forno por 4 horas. Em seguida, a placa de resina foi utilizada para a retirada dos corpos de prova em máquina de corte e usinagem com área de 10x50mm² e espessura aproximada de 3,5 mm, os quais foram lixados e posteriormente acondicionados no equipamento para realização das análises. As medidas foram feitas a uma frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 3 °C/min, iniciando a 25°C até a temperatura máxima de 180°C, a temperatura máxima foi mantida por 10 minutos no modo oscilatório. Os resultados obtidos foram dispostos em gráficos utilizando o *software* de tratamento de dados OriginPro 2021®.

Utilizando a placa de material compósito de fibra de carbono e fibra de vidro foram realizadas análises dinâmico mecânica em amostras cortadas nas dimensões

especificadas para a resina pura e espessura de 2 mm aproximadamente. As medidas foram feitas a uma frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 5 °C/min, iniciando a 25°C até a temperatura máxima de 200°C, a temperatura máxima foi mantida por 5 minutos no modulo de medida Bend (Dual cantiléver) em atmosfera de nitrogênio. Os resultados obtidos foram dispostos em gráficos utilizando o *software* de tratamento de dados OriginPro 2021®.

5.3.4. Análise Termomecânica – TMA

Corpos de prova de resina curada em temperatura ambiente e cortados com auxílio de máquina de corte e usinagem com área de 10x10mm² e espessura aproximada de 3,5 mm foram acondicionados no equipamento para realização das análises. As medidas de TMA foram realizadas no analisador térmico, realização no modo não oscilatório, em atmosfera inerte de nitrogênio, taxa de aquecimento de 5 °C/min, iniciando-se a 25°C até a temperatura máxima de 150°C, a temperatura máxima foi mantida constante por 5 minutos, com aquisição de leituras a cada 3 segundos. Os resultados coletados foram analisados em forma de gráficos utilizando o *software* de tratamento de dados OriginPro 2021®.

5.3.5. Análise Termogravimétrica – TGA

As medidas de TGA foram realizadas em um analisador térmico simultâneo disponível na Universidade Federal de Itajubá visando a avaliação da degradação térmica de resina. Amostras de resina e do compósito de carbono foram levadas ao analisador térmico (modelo STA 8000) em atmosfera de ar sintético com taxa de 20 mL/min em diferentes taxas de aquecimento, a saber, 5, 10 e 15 °C/min. As amostras foram aquecidas de 30 a 750 °C e a temperatura de degradação do material correspondente a 5% de perda foi considerada o máximo de perda aceitável com base em testes preliminares.

5.4. União pelo uso da radiação Infravermelha

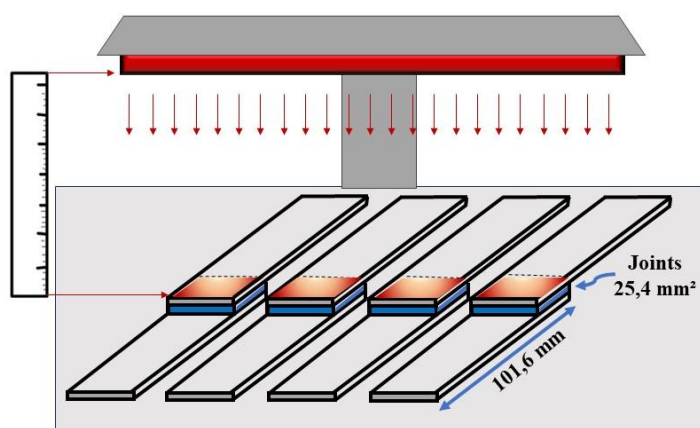
Para o processo de união, primeiramente, construiu-se um aparato para o uso da luz infravermelho durante o aquecimento do material compósito até a temperatura de interesse pré-determinada durante as análises térmicas.

Para a primeira etapa da soldagem, o aquecimento da matriz polimérica, uma lâmpada halógena (1000 W Quartz Halogen; 13195X, Philips) como fonte de radiação infravermelha, tempo de vida médio de 5000 horas, temperatura de cor de aproximadamente 2500 K (2226,85 °C) e voltagem de 235 V foi escolhida. A Philips 13195X é uma lâmpada tubular com duas extremidades de alta potência utilizada em

aplicações industriais devido a sua eficiência, cerca de 85% da energia consumida é transmitida em forma de calor infravermelho.

Primeiramente fixou-se a lâmpada em superfície refletora, em seguida extremidades da lâmpada foram ligadas a um interruptor on/off. Esta estrutura foi fixada em suporte universal, cabe salientar que por se tratar de uma luz com alto poder ionizante o uso de equipamento de segurança (óculos, luvas) foi necessário durante todo o processo. Uma base metálica foi colocada abaixo para a disposição das amostras, esta base foi necessária pois após a etapa de aquecimento, as amostras devem ser levadas à etapa de prensagem, desta maneira, somente é movimentada a base para evitar que o contato entre as superfícies aderentes seja desfeito. A Figura 22 apresenta um desenho esquemático da disposição de amostras e fonte de calor.

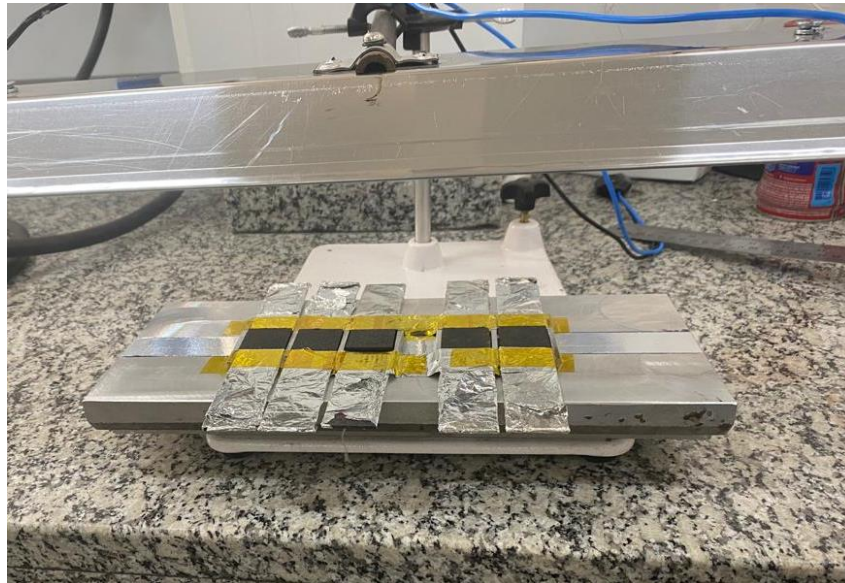
Figura 22: Imagem do esquema para construção do aparato para aquecimento por radiação infravermelha.



Fonte: Dados da autora.

Para proteção dos corpos de prova a serem aquecidos por meio da radiação infravermelha foram utilizadas lâminas de papel alumínio recobrando o corpo de prova na região que não deveria ser aquecida durante o processo de união por fusão do polímero, e deixando por sua vez exposta somente a área de 25 mm² conforme estabelecido pela norma que determina as condições para o ensaio de adesividade. Visando manter as duas partes do material unidas durante a etapa de aquecimento, utilizou-se fita térmica (Figura 23), em amarelo, para a fixação em um suporte plano de metal.

Figura 23: Imagem do aparato para aquecimento por radiação infravermelha.



Fonte: Dados da autora.

Para evitar o esmagamento durante a etapa de consolidação da resina e resfriamento, foram colocados calços de 3,5 mm entre cada um dos pares de material compósito. A Figura 24 ilustra o processo utilizado para a aplicação de 0,4/0,5 MPa utilizando a prensa hidráulica. Para garantir o posicionamento adequado das amostras durante a aplicação da pressão, observa-se na Figura 24 a) os calços posicionados entre os pares de laminados de material compósito, fixados com fita térmica para evitar movimentação entre o aquecimento e o posicionamento dentro da prensa, assegurando a distribuição uniforme da pressão. Na Figura 24 b) é possível observar as amostras dentro da prensa hidráulica e o gap proporcionado pelos calços, indicado pela seta vermelha, que garante a correta aplicação da pressão e o alinhamento das amostras durante o processo de consolidação e resfriamento.

Figura 24: Imagem de a) calços antiesmagamento e b) gap proporcionado durante a etapa de prensagem.



Fonte: Dados da autora.

Após o aquecimento e amolecimento da resina acrílica a base removível de metal foi levada a prensa hidráulica (Solab SL-12) por 10 minutos (tempo em que a temperatura das amostras alcançava temperaturas abaixo da T_g do material e, portanto, consolidação do material polimérico. Cabe salientar que, os parâmetros de tempo de pressão e estabilização foram testados em diferentes condições anteriormente e monitorados com auxílio da câmera térmica antes e após o processo de prensagem, visto a espessura da amostra dentro da prensa que impossibilitou o monitoramento durante a prensagem.

O aquecimento do material compósito quando submetido a ação da radiação infravermelho foi estudado com o auxílio de uma câmera térmica localizada em um suporte próximo a amostra conforme a Figura 25. Observou-se que o aquecimento do material compósito é diretamente influenciado por parâmetros de controle durante o experimento, a saber, distância entre a fonte de calor e a amostra, e tempo de exposição. Por este motivo, a variação da distância com o auxílio de uma escala (régua) permitiu o controle do aquecimento dos materiais compósitos. Para o controle do tempo de aquecimento, utilizando imagens térmicas foram coletados dados de tempo de aquecimento e temperatura em distâncias pré-definidas. Os dados coletados foram analisados em formato de gráficos de aquecimento e encontram-se na seção de resultados e discussão deste trabalho.

Figura 25: Imagens térmicas coletadas durante o aquecimento utilizando a fonte de luz infravermelha de amostra de material compósito Elium®150 e reforço de fibra de carbono.



Fonte: Dados da autora.

5.5. Ensaio Ultrassom

O ensaio de ultrassom foi realizado no Núcleo Tecnológico de Compósitos com auxílio do detector de falhas por ultrassom Olympus OmniScan MX2. Os laminados produzidos por VARTM foram analisados pelo método não destrutivo, visando avaliar a qualidade da infusão, visto que, defeitos na espessura da placa são detectados por meio da reflexão das ondas ultrassônicas emitidas pelo equipamento.

Para a realização deste experimento um gel acoplante (capaz de facilitar a transmissão de ondas ultrassônicas) foi espalhado sobre a superfície do material compósito, em seguida deslizou-se o transdutor, o qual emitia ondas mecânicas através do material, ao encontrar um defeito ou descontinuidade a onda retorna para o transdutor e a distância e intensidade são visualizadas nas imagens de ultrassom.

5.6. Ensaio Lap shear

O ensaio de lap shear foi então realizado, aplicando cisalhamento a uma taxa de deformação constante de 13 mm/min até a fratura do compósito. A Tabela 4 apresenta as configurações de parâmetros estabelecidas para os diferentes tipos de fibra e união dos

materiais estudados. As amostras foram produzidas em triplicata para cada uma das condições estabelecida.

Para realização do ensaio *lap shear* os corpos colados/soldados foram fixados com auxílio de garras visando manter as amostras alinhadas com o eixo central de força na máquina de tração Instron 8801, conforme a imagem presente na Figura 26.

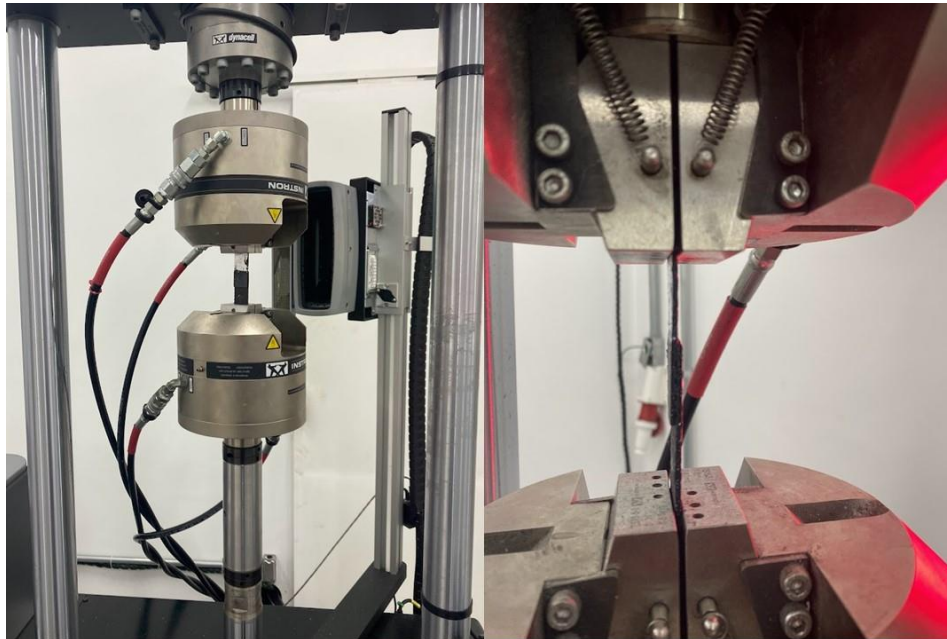
Tabela 4: Delineamento experimental para as condições de colagem e soldagem por infravermelho.

Tipo de União	Reforço	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)
Infravermelho	Fibra de Carbono	150	0,4
			0,5
		175	0,4
			0,5
		200	0,4
			0,5
	Fibra de Vidro	150	0,4
			0,5
		175	0,4
			0,5
Colagem	Fibra de Carbono	25	Pressão de
	Fibra de Vidro		fechamento

Fonte: Dados da autora.

As amostras foram avaliadas quanto à adesividade e os corpos fraturados foram armazenados cuidadosamente em aos pares para que posteriormente pudessem ser analisados através de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Figura 26: Máquina de tração INSTRON 8801 realizando o ensaio de lap shear em amostras de fibra de carbono e resina acrílica.



Fonte: Dados da autora.

5.7. Microscopia Eletrônica de Varredura

As micrografias do material foram realizadas após o ensaio lapshear, visando avaliar os corpos de prova rompidos durante os testes mecânicos para que seja realizado um estudo da microestrutura do material após o processo de união utilizado. As amostras de superfície fraturada durante o ensaio *lap shear* foram recobertas com uma fina camada de ouro visando tornar a superfície condutiva. As micrografias foram realizadas em microscópio eletrônico, Zeiss (modelo EVO MA-15) utilizando 15 kV.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos na realização deste projeto encontram-se descritos nesta seção.

6.1. Método VARTM (fibra de carbono / Elium®)

Utilizando a técnica de moldagem por transferência de resina à vácuo, foi possível fabricar 2 laminados contendo 5 camadas de tecido de fibra de carbono (plain weave) com orientação 0° e resina Elium®150, a placa contendo fibra de vidro, por sua vez, apresentava menor espessura de tecido e, portanto, foi necessário o uso 10 camadas de tecido para atingir a espessura determinada pela norma, cada camada de tecido foi empilhada com mesma orientação e adicionada ao sistema para aplicação do método VARTM.

As dimensões dos laminados obtidos encontram-se descritas na Tabela 5 das quais serão retirados amostras para o ensaio *lap shear* na dimensão 100x25 mm² para realização das técnicas de união dos compósitos.

Tabela 5 – Laminados produzidos pela técnica VARTM de resina Elium e fibra de carbono.

Placa	Área (cm ²)	Espessura (mm)
Carbono	1000	2,0 ± 0,3
	900	2,2 ± 0,7
Vidro	3000	1,9 ± 0,6

Fonte: Dados da autora.

Para iniciar a infusão após a montagem do sistema de infusão da resina por aplicação de vácuo, foi necessário adicionar o iniciador Luperox®78 à resina acrílica. Nesta etapa, a mistura deve ser vigorosamente agitada até que o iniciador esteja totalmente solubilizado, tomando cuidado para evitar a formação excessiva de bolhas dentro da solução. Observou-se que, à medida que o iniciador era dissolvido, a resina mudava de cor, passando de transparente para um amarelo intenso.

Segundo dados presentes na ficha técnica da resina (Anexo B) optou-se por realizar a infusão dentro de uma janela de trabalho de 15 a 20 minutos após a completa dissolução das partículas de peróxido de benzoíla na resina líquida reativa. Durante o processo de

injeção de resina, foi possível observar a atuação do tecido de mília facilitando o espalhamento da resina dentro do molde. A mília é responsável por distribuir a resina uniformemente, garantindo que todas as áreas do molde sejam preenchidas. Notou-se também que, após aproximadamente 15 minutos de da dissolução, houve um aumento da temperatura da resina. Este aumento de temperatura está diretamente relacionado ao processo de polimerização da resina, um processo exotérmico que libera calor para o ambiente.

Além disso, a partir de cerca de 25 minutos não foi possível visualizar macroscopicamente a movimentação da resina dentro do molde, sugerindo, portanto, o aumento da viscosidade (resistência ao escoamento dentro de um fluido) ocasionada pelas ligações que se iniciam na presença ao adicionar o iniciador peróxido durante o processo de polimerização da resina acrílica. O mesmo comportamento foi observado para a confecção da placa contendo o tecido de fibra de vidro.

6.2. Caracterização da resina e dos compósitos

A resina, placa de material compósito contendo fibra de carbono e fibra de vidro foram caracterizadas por técnicas de análise química, física e qualitativa, os resultados encontram-se expostos na seguinte seção.

6.2.1. Análise reológica

A análise reológica da resina foi realizada por meio de um ensaio de varredura de frequência no reômetro oscilatório rotacional Anton Paar, MCR301, permitindo avaliar as propriedades viscoelásticas através do módulo de armazenamento (G') e do módulo de perda (G''). No qual o módulo de armazenamento (G') reflete a energia armazenada no material durante a deformação, indicando uma resposta elástica em que o material retorna ao seu estado inicial ao remover a carga. Já o módulo de perda (G'') mede a energia dissipada devido a rearranjos estruturais internos, ocorrendo principalmente por interações de atrito, o que leva a uma deformação permanente [77], [95].

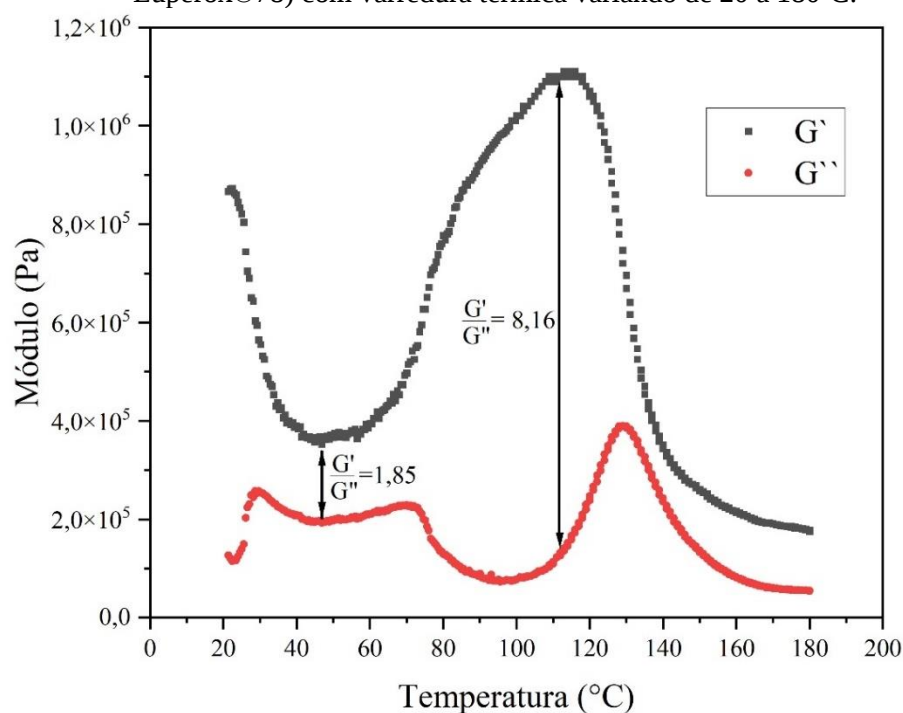
Na Figura 27, observa-se a varredura de temperatura realizada em uma amostra recém preparada após a homogeneização da resina com o iniciador. O gráfico mostra os comportamentos dos módulos elástico (G') e viscoso (G'') em função da variação de

temperatura (°C). Durante o teste, o G' foi consideravelmente superior ao G'' , indicando um comportamento predominantemente elástico na faixa de temperatura avaliada.

Inicialmente, até cerca de 50 °C, o módulo de armazenamento (G') apresentou uma queda acentuada ($\Delta G' = 0,5$ MPa), com G' mantendo aproximadamente o dobro do valor de G'' , indicando um comportamento elástico. Entre 100°C e 200°C, a razão G'/G'' aumentou para mais de 8 vezes, sugerindo uma resistência ao escoamento e uma transição para um comportamento próximo de um sólido elástico, possivelmente devido à polimerização do poli (metacrilato de metila).

Contudo, acima de 130 °C, ambos os módulos apresentaram uma queda significativa, especialmente o G' , possivelmente indicando aumento na mobilidade das cadeias poliméricas e amolecimento característico de resinas termoplásticas quando aquecidas.

Figura 27: Módulos G' e G'' em reômetro do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% Luperox®78) com varredura térmica variando de 20 a 180°C.

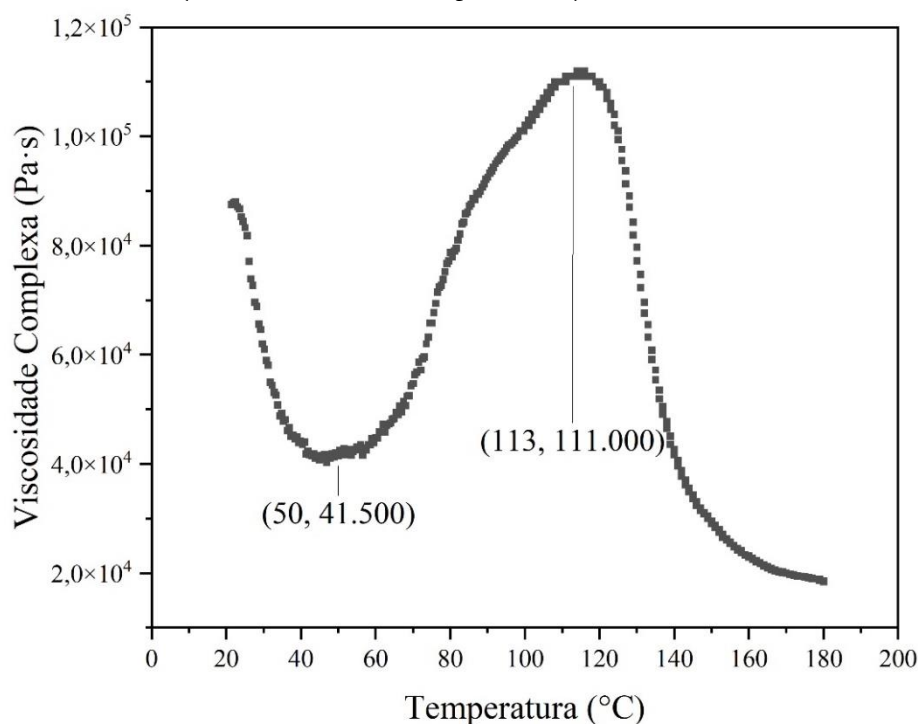


Fonte: Dados da autora.

A Figura 28, ilustra o comportamento da viscosidade complexa (η^*) ao longo da variação de temperatura no reômetro. A viscosidade complexa (η^*) é definida como a razão entre o módulo complexo (G^*) e a frequência angular (ω). Quanto maior a viscosidade complexa, maior comportamento elástico do material[77], [96]

De maneira similar ao módulo de armazenamento, a viscosidade complexa apresentou uma diminuição inicial, sugerindo um menor caráter de sólido em 50°C. Em seguida, alcançou o pico de 111 kPa.s próximo a 113 °C, atribuível ao processo de cura da resina. A partir deste ponto, a queda da viscosidade indica o amolecimento do material em com o aumento da temperatura.

Figura 28: Curva de viscosidade complexa (η^*) em função da temperatura para o sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% Luperox®78) com varredura térmica 20 a 180°C.



Por se tratar de um material com características similares a resinas termoplásticas e, portanto, sensível ao calor, esperava-se uma rápida diminuição de G' e um aumento de G'' , com o cruzamento (*crossover*) dos módulos indicando uma predominância do comportamento viscoso. No entanto, esse cruzamento não foi observado, o que pode ser atribuído a limitações do teste ou à faixa de temperatura.

Fatores que podem ter influenciado os resultados reológicos incluem a formação de bolhas durante o processo altamente exotérmico de polimerização (Figura 29). Essas bolhas distorcem a área de contato real entre as placas do reômetro e a amostra, possivelmente afetando a precisão dos dados. Além disso, estender a faixa de temperatura para valores acima de 180°C poderia revelar com maior clareza o comportamento viscoso da resina acrílica. A viscosidade dinâmica da resina Elium 150, de acordo com a ficha técnica apresentada no apêndice B é de 100 mPa.s. Demski *et al* (2024) por meio de uma varredura de cisalhamento, verificou que a resina Elium apresenta um comportamento próximo a um fluido newtoniano com viscosidade complexa constante de aproximadamente 97 cP ou mPa.s [97].

Figura 29: Imagem de resina e porta amostra de placas paralelas (50 mm de diâmetro) após análise reológica de Elium® 150/1,2 % p/p Luperox 78.



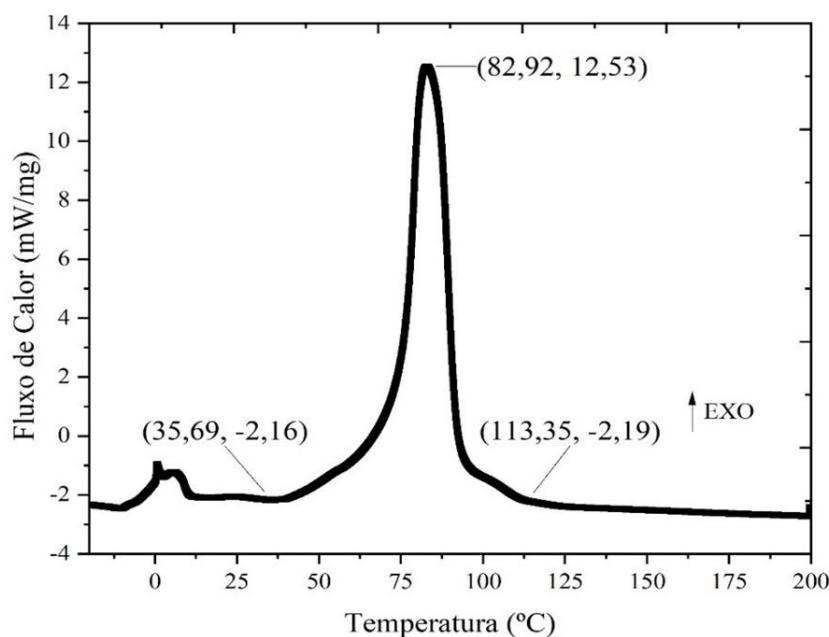
Fonte: Dados da autora.

A viscosidade complexa (η^*), representa uma combinação das componentes de módulo de armazenamento e módulo de perda em função da frequência de oscilação aplicada. Em um ensaio reológico, essa medida é crucial para entender como materiais se comportam sob diferentes condições de carga, temperatura e frequência. Tanto para a colagem quanto para a soldagem a viscosidade representa um dado muito importante visto que se esta é muito elevada, pode haver dificuldades para formar uma linha de colagem uniforme, pois a resina não flui adequadamente para preencher as superfícies de contato. Isso resulta em uma linha de colagem espessa em algumas áreas, mas também em regiões de má aderência e possíveis falhas devido à falta de penetração da resina nas superfícies. Por outro lado, se a viscosidade é muito baixa, a resina tende a fluir excessivamente, o que pode fazer com que uma quantidade significativa de resina escorra para fora da linha de colagem ao aplicar pressão, deixando uma camada fina demais na interface. Isso compromete a integridade da colagem, pois a linha de adesivo não terá espessura suficiente para resistir a tensões mecânicas [6], [34], [98].

6.2.2. Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC

A análise por DSC revelou informações detalhadas sobre os eventos térmicos que ocorrem durante o aquecimento da resina. A Figura 30 ilustra o fluxo de calor (Q) em função da temperatura (T) referente à análise dinâmica da resina de polimetilmetacrilato (Elium 150®). O pico observado em 82,92 °C caracteriza um evento exotérmico, com notável liberação de calor, indicando o início da reação de cura da resina. Este fenômeno inicia-se por volta de 40°C e se estende até aproximadamente 120°C, abrangendo a faixa de temperatura na qual ocorre o processo de reticulação.

Figura 30: Análise de DSC do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) de amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/ min.



Fonte: Dados da autora.

A Tabela 6 resume os dados obtidos destacando-se os parâmetros associados ao pico de maior magnitude, correspondendo à reação de cura.

Tabela 6 – Parâmetros obtidos por DSC.

Parâmetros	Valor	Unidade
T_{Pico}	82,82	°C
T_1	105,01	°C
T_2	83,31	°C
T_g	94,16	°C
Entalpia de cura (software TA Analysis)	207,70	J/g
Entalpia de cura	216,63	J/g

Fonte: Dados da autora.

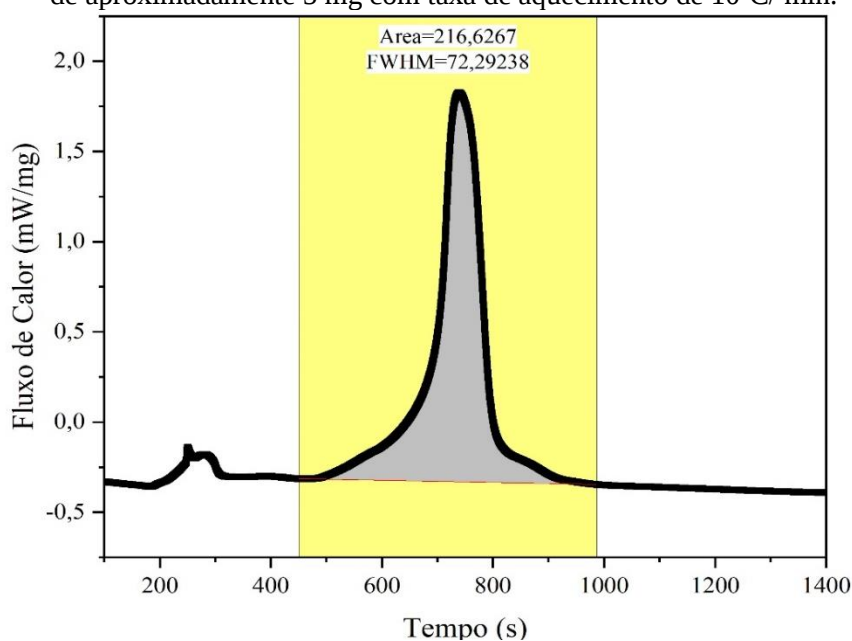
O valor da entalpia se encontra diretamente relacionado com a área selecionada para o cálculo da integral da curva de DSC. A entalpia da reação foi calculada utilizando duas ferramentas, a primeira por meio do *software* de tratamento de dados da análise térmica, TA Universal Analysis e o segundo utilizando o *software* de tratamento de dados Origin Pro 2021® para a resolução da integral da curva de fluxo de calor dividido pela massa de resina acondicionada dentro do porta amostra (mW.g^{-1}) em função do tempo(s) do maior pico referente ao primeiro aquecimento da resina, de acordo com a equação 5 para o cálculo de entalpia de uma reação:

$$\Delta H = \int_{t_1}^{t_2} \frac{dQ}{dt} dt, \quad (5)$$

sendo, Q a variação do fluxo de calor em função da massa de amostra em mW.g^{-1} , t representa o tempo em s e H representa a entalpia da reação em J.g^{-1} .

Uma curva de DSC representa um fluxo de calor que flui para a amostra e, portanto, para o cálculo da entalpia (H) faz-se necessário inicialmente que seja definido a linha base para a integração, ou seja o intervalo em que o pico se encontra. Wagner (2018) sugere o uso de uma linha tangencial ao início e que esta seja então ligada a uma linha tangencial ao fim do evento térmico. A Figura 31, apresenta a região de integração para obtenção da entalpia da reação utilizando o *software* de tratamento de dados OriginPro 2021®, onde é possível observar que foi obtido o valor de entalpia da reação de 216,63 J.g^{-1} .

Figura 31: Representação da região de integração para obtenção da entalpia de reação para uma curva de DSC do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$.



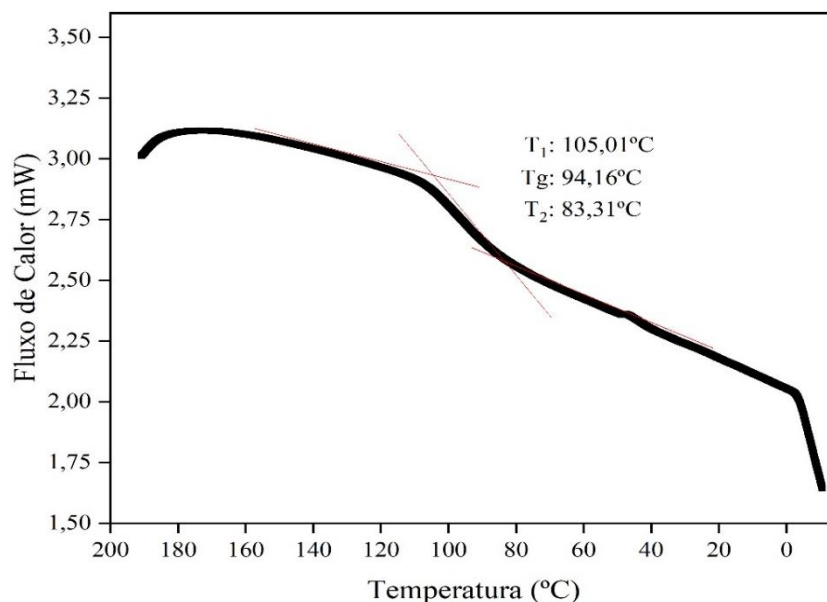
Fonte: Dados da autora.

A resina acrílica iniciada com 1,2% de Luperox 78 apresentou o valor de transição vítrea de $94,16^\circ\text{C}$, esse valor encontra-se similar aos valores relatados por Raponi (2018) utilizando o mesmo método de determinação, onde as temperaturas de T_g para a resina acrílica com percentual de ativador variando em 0,8, 1,2 e 1,6% foram de $97,7$, $95,8$ e $90,0^\circ\text{C}$ respectivamente.

A identificação da T_g foi efetuada com base no gráfico de resfriamento construído com auxílio do *software* OriginPro 2021®, de fluxo de calor (Q) em função da temperatura (T) presente na Figura 32, em seguida foram adicionadas retas tangentes ao

início, meio e fim do evento térmico. As temperaturas nos pontos de intersecção das retas foram anotadas (T_1 e T_2) e em seguida calculou-se a média entre os valores obtidos. O valor médio representa, portanto, o valor da T_g da amostra.

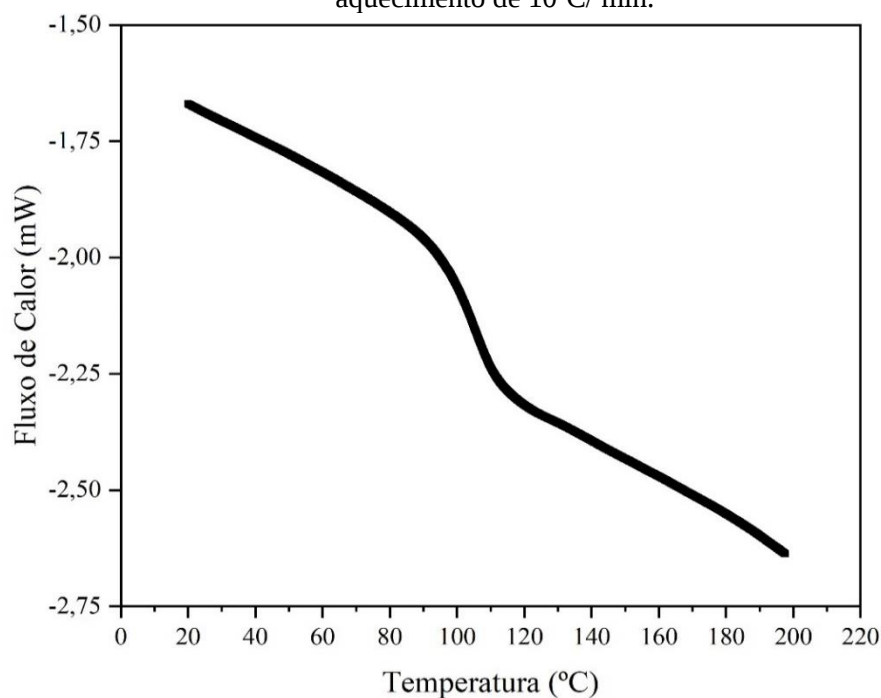
Figura 32 – Curva de DSC para o resfriamento do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) de amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/min.



Fonte: Dados da autora.

A Figura 33 apresenta a curva obtida durante o segundo aquecimento e é possível observar a ausência de picos exotérmicos, sugerindo, portanto, que a amostra atingiu a completa polimerização durante o primeiro ciclo de aquecimento.

Figura 33 – Curva de DSC para o segundo aquecimento do sistema resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) de amostra de aproximadamente 5 mg com taxa de aquecimento de 10°C/ min.



Fonte: Dados da autora.

Os dados de DSC revelaram um pico exotérmico em 82,92°C, associado ao processo de cura da resina, que ocorre entre aproximadamente 40°C e 120°C. Esse intervalo indica a faixa de temperaturas necessárias para que a resina polimerize completamente, o que é vital para assegurar uma colagem eficaz.

Em 2019, Chen e colaboradores estudaram a temperatura de transição vítrea (T_g) de filmes finos de PMMA, visando entender o impacto dos efeitos interfaciais na T_g de filmes poliméricos por meio de técnicas espectroscópicas. Filmes com espessuras de 25, 110, 230 e 760 nm apresentaram T_g s de 150,6°C, 148,3°C, 145,6°C e 142,2°C, respectivamente, enquanto filmes com diferentes estruturas apresentaram T_g s que variavam de 147,6°C a 146,2°C. Esses resultados destacaram que a T_g na região próxima à superfície pode ser diferente da região interna devido à menor densidade de emaranhamento e maior volume livre próximo à superfície. Portanto, o efeito da superfície livre pode ser suprimido pela aplicação de uma camada em massa, levando ao aumento da T_g nessas estruturas [99].

A entalpia de cura foi medida como 216,63 J/g, um valor que indica a quantidade de energia liberada durante a polimerização e que reflete diretamente na rigidez e durabilidade da camada adesiva. Para um processo de colagem, é importante que a cura

seja completa, garantindo que a resina tenha solidificado de forma adequada, formando uma interface forte e resistente.

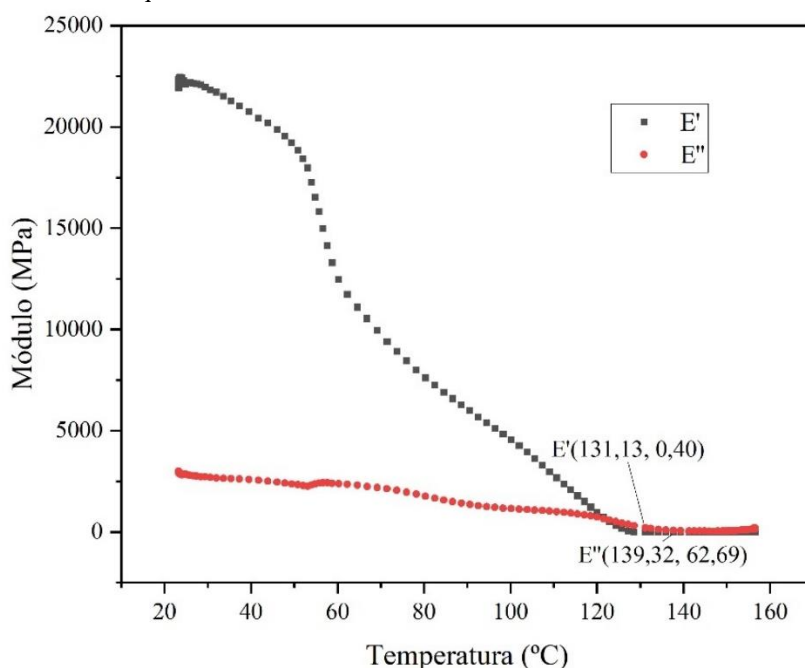
A Tg da resina Elium®150 foi determinada como 94,16°C. Esse valor representa a temperatura acima da qual a resina começa a perder sua rigidez e entrar em um estado mais flexível e menos resistente. Em um processo de colagem de juntas, conhecer a Tg é essencial, pois indica a temperatura máxima que a junta pode suportar sem que a resina amoleça e comprometa a integridade da colagem. Além disso, faz-se necessário entender o processo de cura do material visto que a cura incompleta pode resultar em uma adesão fraca entre as partes unidas, aumentando o risco de falhas na junta quando esta for submetida a algum tipo de carga. A temperatura de cura precisa ser bem controlada para evitar que a resina fique subcurada (mole e pegajosa) ou supercurada (frágil e quebradiça). Se a junta colada for exposta a temperaturas superiores à Tg durante o uso, a resina pode se deformar e perder adesão, levando à falha da união. Para aplicações que envolvendo altas temperaturas, é crucial escolher uma resina com Tg elevada ou garantir que a peça opere em condições abaixo dessa temperatura. A análise dos resultados sugere que, durante o processo de colagem, é necessário garantir uma distribuição uniforme da resina sobre as superfícies a serem unidas. O controle adequado da viscosidade da resina e a aplicação cuidadosa durante a montagem das peças ajudam a evitar problemas como a formação de bolhas ou áreas secas (sem resina), que podem comprometer a adesão [100], [101].

Uma distribuição não uniforme pode resultar em pontos fracos na junta, que são susceptíveis a falhas mecânicas e podem reduzir drasticamente a vida útil do produto. Certificar-se de que a camada de resina está uniforme e bem distribuída aumenta a resistência ao cisalhamento e à tração [102].

6.2.3. Análise Dinâmico Mecânica -DMA

Os resultados do teste DMA - análise dinâmico-mecânica, foram analisados em termos do módulo de armazenamento (E') e tangente de delta ($\tan\delta$) e comparados com dados encontrados na literatura. A Figura 34 apresenta os resultados para as componentes E' e E'' (módulo de perda) de amostras contendo 1,2% em massa do iniciador (resina Elium 150/ Luperox 78) curadas parcialmente por 24 horas em temperatura ambiente testada com frequência de oscilação igual a 1 Hz, taxa de aquecimento de 3 °C/min, no intervalo de 20°C a 160°C, carga de 4 mN com modo de medida de flexão três pontos, a T_g foi determinada na queda principal do módulo de armazenamento. De maneira similar a resposta dos testes reológicos de varredura de temperatura nota-se que o comportamento elástico do material se encontra predominantemente durante o aquecimento da resina acrílica, uma vez que este encontra-se representado no gráfico por E' .

Figura 34: Análise DMA da resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 20 a 160 °C.



Fonte: Dados da autora.

Na Figura 35 nota-se que o módulo de armazenamento apresenta uma diminuição qualitativamente significativa com o aumento da temperatura, estabilizando a partir da temperatura de 50 °C, valor este que se encontra abaixo do valor encontrado por Raponi (2018) de 100°C. O E' representa a faixa de temperatura em que o material se mantém rígido. Se o gráfico mostra um declínio do E' com o aumento da temperatura, isso indica

que o material se torna menos rígido e mais flexível. Para o processo de colagem, isso significa que a resina deve ter um E' elevado durante o uso final para fornecer suporte estrutural adequado. O E'' relaciona-se à energia dissipada como calor e indica as propriedades viscoelásticas. Picos no E'' podem indicar processos de relaxação na matriz polimérica e são usados para identificar a T_g . Para colagem de compósitos, é importante que o material tenha um equilíbrio entre rigidez (E') e a capacidade de absorver energia sem falhar (E'').

A redução do módulo E' iniciando aproximadamente a 50°C sugere que essa é a T_g da resina. Acima dessa temperatura, a resina começa a amolecer, e o material perde parte de sua rigidez. Para processos de colagem de juntas, isso significa que a resina pode começar a perder suas propriedades mecânicas acima dessa temperatura, o que pode comprometer a adesão e a estabilidade estrutural se a peça for exposta a temperaturas superiores a 58°C durante sua operação. Sendo este dado de extrema importância para determinação da aplicação de materiais submetidos a processos de colagem/soldagem utilizando esta resina.

O módulo de armazenamento (E') tem início em um valor muito alto, cerca de 25 GPa, indicando que a resina pura está em um estado altamente rígido em temperaturas baixas, como é esperado para polímeros termoplásticos em seu estado vítreo. A curva mostra um decaimento acentuado de E' a partir de aproximadamente 60°C, sugerindo que a resina está passando por sua transição vítrea (T_g). Essa transição vítrea corresponde à mudança da resina de um estado rígido para um estado mais borrachoso, onde as cadeias poliméricas ganham mais mobilidade. O módulo E' continua diminuindo até se estabilizar em um valor muito baixo, próximo de 0,4 MPa por volta de 130-140°C. Indicando, portanto, que a resina perdeu a maior parte de sua rigidez e entrou em um estado viscoelástico completamente amolecido. Este comportamento é típico de materiais acima de sua T_g e indica que a resina, quando exposta a essas temperaturas, não fornecerá resistência estrutural significativa.

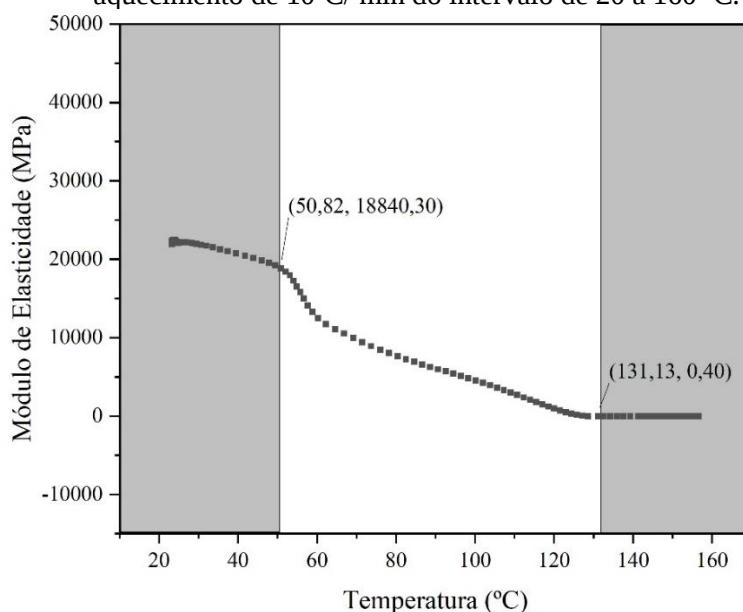
A ausência de um pico claramente definido em E'' sugere que a transição vítrea da resina ocorre de maneira gradual, sem uma mudança abrupta na mobilidade das cadeias poliméricas. Isso significa que o material não passa repentinamente de um estado rígido para um estado viscoelástico, mas sim de forma mais progressiva e ampla. Para o processo de colagem, essa transição gradual significa que não há uma temperatura exata onde o material se transforma de "rígido" para o estado "flexível" e sim uma faixa ampla onde a resina vai progressivamente perdendo sua rigidez, propiciando um controle de

temperatura durante a colagem um pouco mais desafiador, pois não há um ponto específico que se destaque como Tg. Entretanto, este comportamento do material pode se tornar uma vantagem em termos de estabilidade da interface de colagem, uma vez que não haverá uma grande quantidade de energia sendo dissipada, levando a menos deformações durante o processo.

Analisando o gráfico de E' em função da temperatura é possível dividir em 3 fases distintas conforme ilustrado na Figura 35. Inicialmente é possível observar que o aquecimento até cerca de 50°C ocasionou uma redução lenta de E'. Essa redução do módulo de armazenamento pode estar relacionado ao movimento de rotação do grupo lateral –COOR em torno da ligação que liga a cadeia principal conforme identificado por Raponi (2018).

Em seguida, é possível observar uma segunda região no gráfico caracterizada pela redução acentuada do módulo de armazenamento, de 18,84 GPa até 0,40 MPa no intervalo de temperatura entre 50 e 131 °C, esta queda encontra-se associada a faixa de temperatura correspondente a Tg do material que encontra-se próximo a 50 °C, isto porque o volume livre no estado vítreo é maior do que no estado sólido, e portanto facilita a deformação do material [72]. Neste momento, as cadeias poliméricas da resina acrílica começam a se movimentar em maior escala e, portanto, o módulo de armazenamento do material é reduzido significativamente.

Figura 35: Análise DMA da resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 20 a 160 °C.

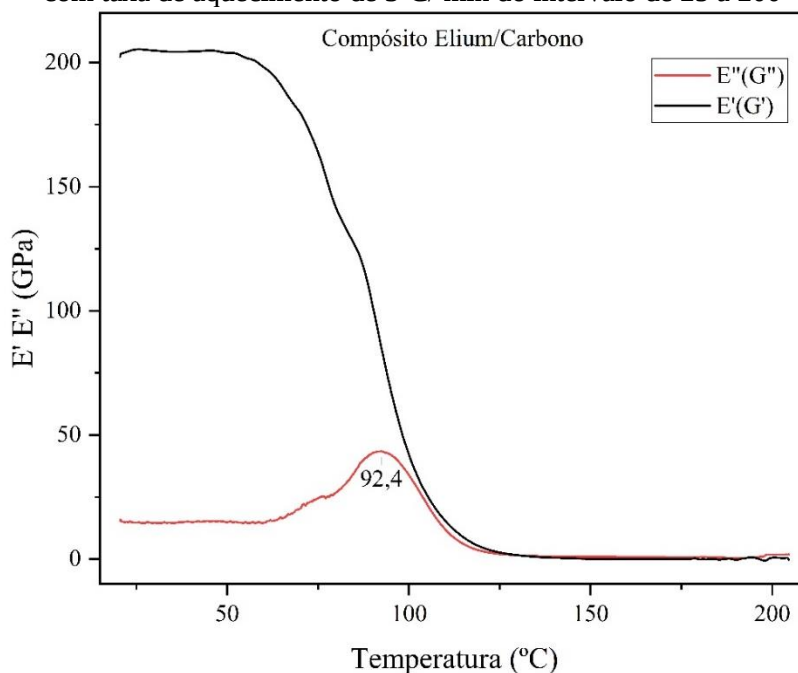


Fonte: Dados da autora.

As Figuras 36 e 37 apresentam os gráficos de DMA para os compósitos de Elium®150 reforçado com carbono e vidro respectivamente. Nota-se um deslocamento do pico referente a E'' para o reforço de fibra de vidro, indicando que o tipo de reforço apresenta uma influência no comportamento viscoelástico da amostra em função da temperatura. Com relação ao compósito, observa-se que para os dados de extração da temperatura de transição vítrea os valores aumentaram significativamente quando comparados com as curvas obtidas para a resina pura. Aplicando a norma para extração da transição vítrea do material obteve-se a temperatura aproximada 71,9 °C para o compósito obtido utilizando a fibra de carbono, e 98,47 °C para o compósito contendo reforço de fibra de vidro. De maneira similar ao observado para a análise da resina pura, observa-se uma estabilização do módulo de perda e armazenamento em temperaturas superiores a 130 °C.

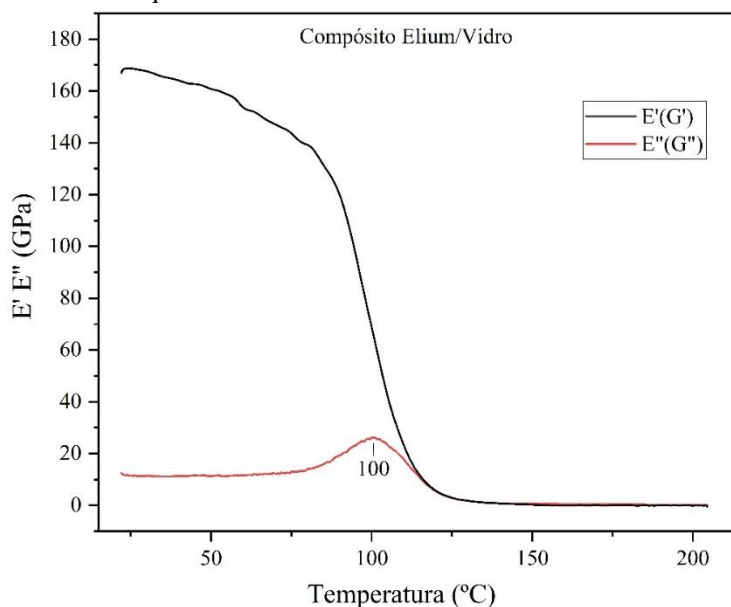
Os valores de T_g encontrados por DMA para a resina encontram-se de acordo com dados obtidos no estudo cinético e viscoelástico da resina acrílica Elium de Silveira e colaboradores(2023), onde a T_g encontrada apresentou dependência da concentração de iniciador, variando entre 47,6 e 61,5°C para concentrações de peróxido variando de 0,5 a 2,0% em peso [75].

Figura 36: Análise DMA do compósito com reforço de fibra de carbono e resina Elium®150 e com taxa de aquecimento de 3°C/ min do intervalo de 25 a 200 °C.



Fonte: Dados da autora.

Figura 37: Análise DMA do compósito com reforço de fibra de vidro e resina Elium®150 e com taxa de aquecimento de 3°C/ min do intervalo de 25 a 200 °C.



Com base no gráfico de módulo de armazenamento E' (curva preta) e módulo de perda (E'') observa-se que o módulo de armazenamento para o compósito contendo reforço de fibra de vidro apresenta um valor muito elevado (próximo de 180 GPa) no início da análise e decai drasticamente conforme a temperatura aumenta. Esse comportamento sugere que o compósito começa em um estado altamente rígido e passa por uma transição significativa de rigidez para uma fase mais flexível à medida que a temperatura se aproxima da T_g . O gráfico indica um decaimento acentuado de E' por volta de 60-80°C. Esse comportamento é típico da temperatura de transição vítrea (T_g) do material, indicando que, nesse ponto, a matriz de resina do compósito passa de um estado rígido e vítreo para um estado viscoelástico mais mole e flexível. A T_g do compósito é um parâmetro fundamental que define a temperatura máxima segura para manutenção de propriedades mecânicas elevadas.

Acima de 100°C, o módulo E' se estabiliza próximo de valores muito baixos (quase zero). Isso significa que, acima desta temperatura, a matriz do compósito perde praticamente toda a sua capacidade de manter a rigidez, e o material entra em um estado predominantemente flexível, tornando-se inadequado para resistir a tensões estruturais. O módulo de perda E'' (curva vermelha) mostra um pico em torno de 90-100°C, indicando a máxima dissipação de energia. Esse pico está associado à transição vítrea, onde as cadeias poliméricas ganham maior mobilidade e há um aumento da capacidade de dissipar energia mecânica como calor. Esse comportamento é típico de uma T_g , mas indica que a

transição é relativamente ampla, sugerindo uma mistura de fases ou uma dispersão de pesos moleculares na resina. O pico em E'' também está relacionado com o ponto em que o material apresenta maior capacidade de absorção de energia mecânica, geralmente associada à fase de maior amortecimento. Para processos de colagem, isso é um indicativo importante da faixa de temperatura em que o material pode apresentar comportamento mais amortecido e menos rígido, o que pode afetar a qualidade da adesão.

Com base no gráfico, a temperatura de transição vítrea (T_g) do compósito parece estar em torno de 60-80°C, enquanto o pico de dissipação de energia ocorre por volta de 90-100°C. Para garantir que o compósito mantenha sua rigidez durante o processo de colagem, a temperatura de colagem deve ser mantida abaixo da T_g , ou seja, em torno de 60°C. Se a temperatura de colagem ultrapassar esse valor, a matriz do compósito começará a perder sua rigidez, o que pode levar à deformação e comprometer a integridade da adesão. Se o compósito for submetido a uma temperatura de colagem acima de 100°C, como indicado pela estabilização do módulo E' em valores muito baixos, a matriz se tornará demasiadamente flexível e incapaz de sustentar as fibras de reforço de maneira rígida. Isso significa que o compósito poderá se deformar sob a pressão aplicada, comprometendo o alinhamento das superfícies de colagem e a eficácia da adesão. Durante a colagem com pressão, a estabilidade dimensional é essencial para garantir uma interface adesiva uniforme. Se o compósito estiver mole, é provável que a pressão aplicada cause uma deformação significativa e resulte em uma colagem desigual, com espessura variável da linha de adesão.

Acima de 100°C, a matriz do compósito entra em um estado muito flexível. Portanto, se as juntas coladas forem expostas a temperaturas superiores a 100°C durante sua aplicação, há um risco significativo de que a resina perca sua capacidade de suportar cargas estruturais. Isso deve ser levado em consideração para determinar as condições operacionais do produto final, garantindo que ele não seja submetido a temperaturas onde a matriz perca sua integridade estrutural. Entretanto para o processo de união por aquecimento utilizando a luz infravermelha, esta temperatura indica a região de aquecimento a ser atingida durante o processo de união, visto que para este processo, faz-se necessário atingir a região de mobilidade das cadeias e amolecimento da matriz termoplástica para que a união entre as partes aderentes seja efetiva.

Com base em análises dinâmico-mecânicas observa-se as transições termodinâmicas as quais a amostra é exposta durante o aquecimento/resfriamento. As medidas de DMA são uma importante ferramenta na caracterização de um material

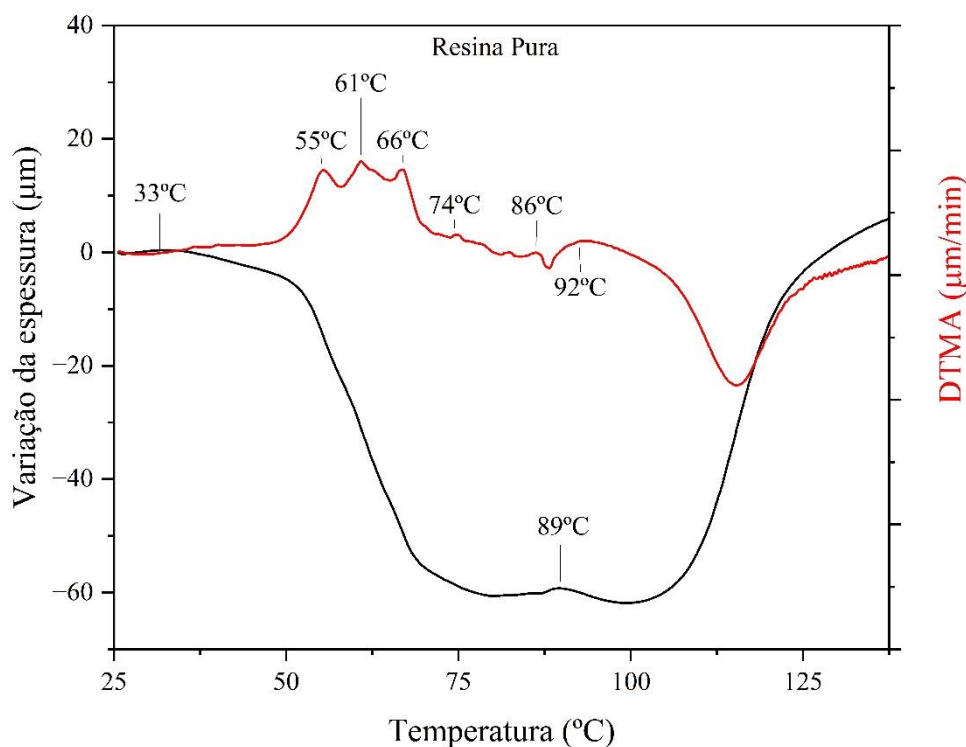
compósito apresentando a possibilidade de extração de dados referentes a adesão entre a fibra e a matriz, comportamento da tangente de perda do material, início da faixa de Tg [103]. A $T_{g(\text{onset})}$ (temperatura de início da transição vítrea do material) pode ser extraída das curvas de $\tan \delta$ em função da temperatura. Para amostras contendo como fibra de reforço o carbono, a $T_{g(\text{onset})}$ foi de 79°C e a 90°C para amostras contendo a fibra de vidro.

Em estudos anteriores, Demski e colaboradores (2022) investigando um possível método de reciclagem de compósitos com reforço de fibra de carbono e matriz acrílica extraíram por DMA o valor de $T_g = 98^\circ\text{C}$ e módulo de armazenamento $E' = 35,1 \times 10^9$ Pa. Após o processo de reciclagem, observaram um aumento na T_g para 111 °C e uma queda drástica do módulo elástico para aproximadamente $E' = 6,7$ GPa atribuindo esta redução ao encurtamento das fibras no processo de moagem.

6.2.4. Análise Termomecânica -TMA

A análise termomecânica permitiu a construção do gráfico representado na Figura 38, onde é possível observar duas curvas, em vermelho encontra-se a derivada da curva de análise termomecânica (DTMA) por meio da qual é possível visualizar eventos térmicos que não estavam bem definidos na curva de variação da espessura em função da temperatura representada em preto. Esta análise permite avaliar variações na dimensão de um determinado material, tais como contração, expansão, flexão, penetração.

Figura 38: Análise TMA da resina e iniciador (Elium®150 e 1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 25 a 140 °C.



Fonte: Dados da autora.

Observa-se que inicialmente há um processo de contração expressivo da amostra de resina polimerizada a temperatura ambiente, este fato encontra-se relacionado a uma cura parcial da resina, a cura total portanto pode ser consolidada com o aumento da temperatura dentro do equipamento durante a análise. À medida em que se aquece a amostra acima de 89° C nota-se, entretanto, um aumento significativo das dimensões, indicando uma possível expansão do material dentro do forno do analisador termomecânico.

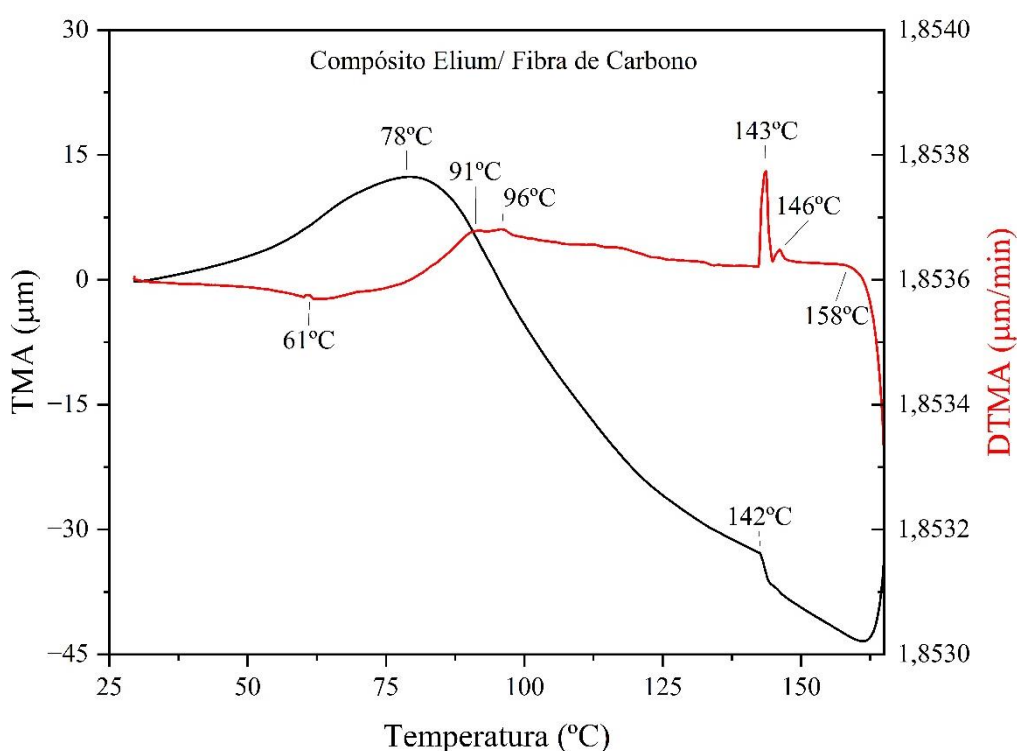
Durante o estado vítreo, o volume livre dentro do material é menor do que no estado líquido, o coeficiente de expansão térmica por sua vez tende a sofrer mudanças no estado vítreo, motivo este que possibilita o uso TMA para determinação Tg. Ressalta-se, porém, que devido a possibilidade de deformação do material durante o estado vítreo sua realização apresenta alguns desafios, sendo, portanto, as análises de DSC e DMA as mais utilizadas para este fim. (WAGNER et. al, 2018)

É possível observar na região entre 70°C e 110°C a presença de um pico discreto que pode estar correlacionado com as tensões internas (compressivas) do material que ao

entrarem na faixa de temperatura pertencente a T_g sofrem um relaxamento, Wagner (2018) destaca que esse comportamento pode estar relacionado a uma penetração da amostra devido a seu amolecimento na T_g .

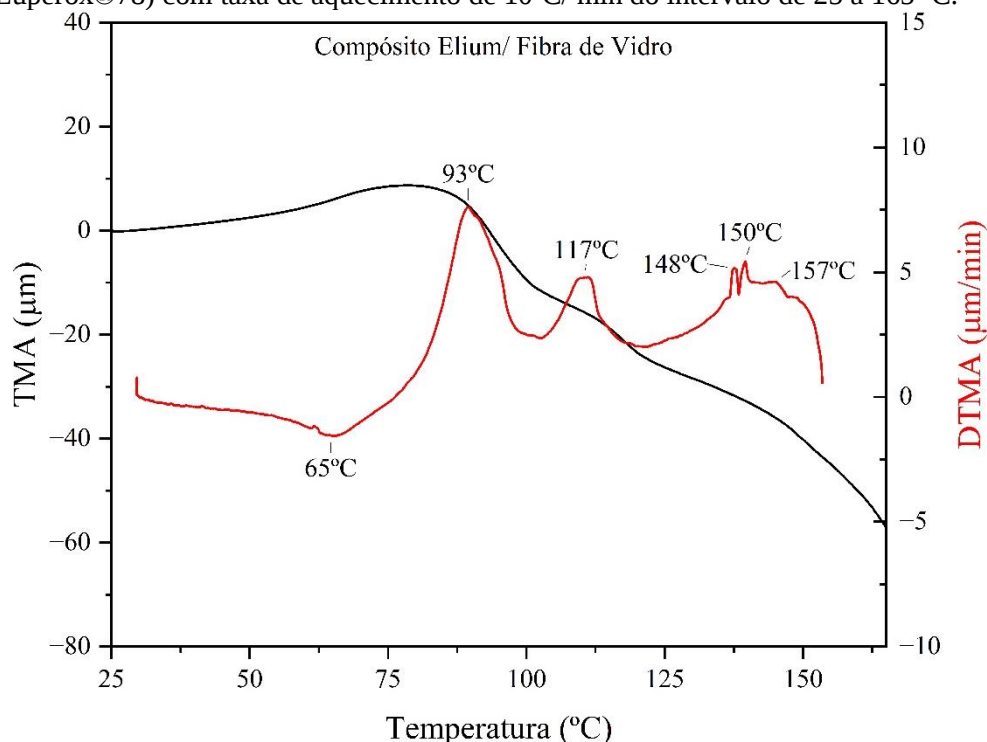
Amostras do compósito foram analisadas por TMA seguindo as mesmas condições utilizadas para as amostras de resina pura. As Figuras 39 e 40 apresentam as curvas obtidas para o compósito reforçado com fibra de carbono e fibra de vidro respectivamente.

Figura 39: Análise TMA do compósito reforçado com fibra de carbono e Elium®150 (1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 25 a 165 °C.



Fonte: Dados da autora.

Figura 40: Análise TMA do compósito reforçado com fibra de vidro e Elium®150 (1.2% of Luperox®78) com taxa de aquecimento de 10°C/ min do intervalo de 25 a 165 °C.



Fonte: Dados da autora.

A transição vítrea (T_g) é um ponto crítico em materiais poliméricos, indicando a mudança do material de um estado rígido e vítreo para um estado mais flexível e borrachoso. Portanto para a determinação da T_g usando os gráficos de TMA, observou-se que para a temperatura em que há uma mudança significativa na inclinação da curva para ambos os materiais compósitos está presente em 91°C para a fibra de carbono e 93°C para a fibra de vidro. Os dois tipos de compósitos apresentaram transições térmicas críticas na faixa de temperatura entre 140 e 160°C conforme observado pela curva da derivada onde os picos apresentam as temperaturas de maior taxa de variação.

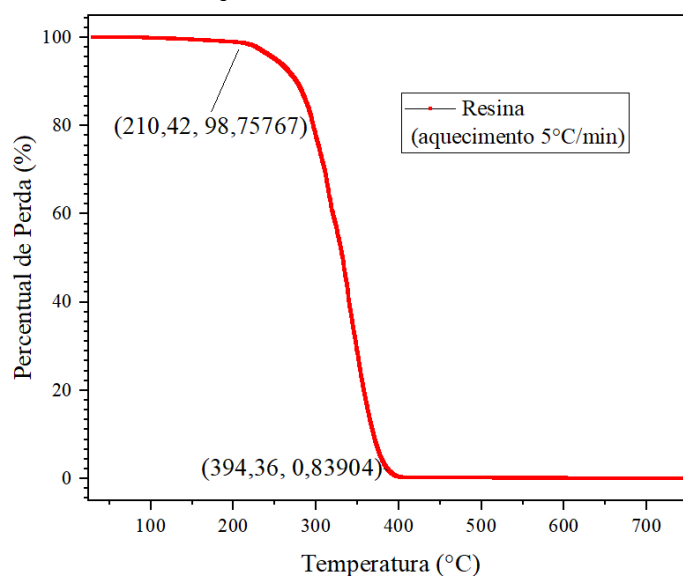
Observa-se uma expansão dimensional para os compósitos contendo fibra de vidro com temperatura variando de 65°C até 93°C, enquanto a fibra de carbono apresentou esse mesmo comportamento com a variação ocorrendo de 61°C até 78°C. Essa expansão pode estar atribuída ao relaxamento das tensões internas presente nos materiais, além disso nota-se picos por DTMA próximos a 96°C que podem estar relacionados ao processo de desabsorção de água do material e acomodação das fibras.

6.2.5. Análise Termogravimétrica -TGA

A partir dos resultados da análise termogravimétrica foram construídas as curvas de termogravimetria, por meio das quais foi possível identificar as temperaturas de início e final da degradação da matriz polimérica dos compósitos e percentual de perda de massa em função da temperatura. As Figuras 41 a 46 apontam o início da degradação da resina em temperaturas superiores à 204°C, assumindo uma perda de massa de 1,25% para cada uma das taxas de aquecimento aplicadas, sugerindo, portanto, que o tratamento térmico a ser empregado não deverá ultrapassar esta temperatura, para que não haja comprometimento da integridade do material compósito.

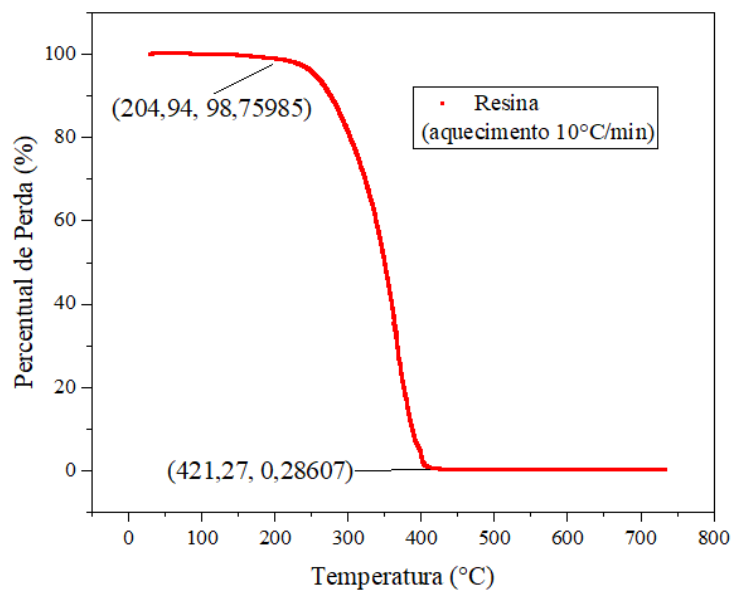
Observa-se que para o aquecimento a 5°C/min da amostra de resina Elium®150 polimerizada há uma estabilização da perda de massa em temperaturas superiores à 394°C, indicando, portanto, o final do processo de degradação da matriz polimérica

Figura 41: Análise TGA de amostra de resina Elium®150 e 1,2% de Luperox®78 com taxa de aquecimento de 5°C/ min.



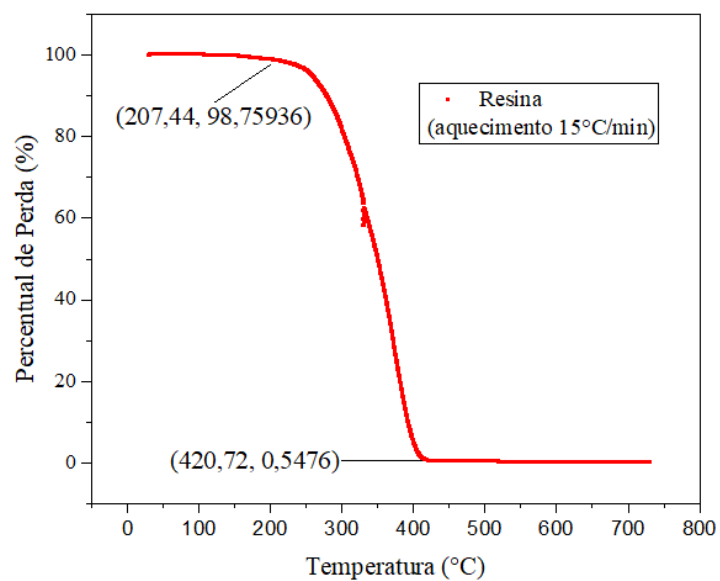
Fonte: Dados da autora.

Figura 42: Análise TGA de amostra de resina Elium®150 e 1,2% de Luperox®78 com taxa de aquecimento de 10°C/ min.



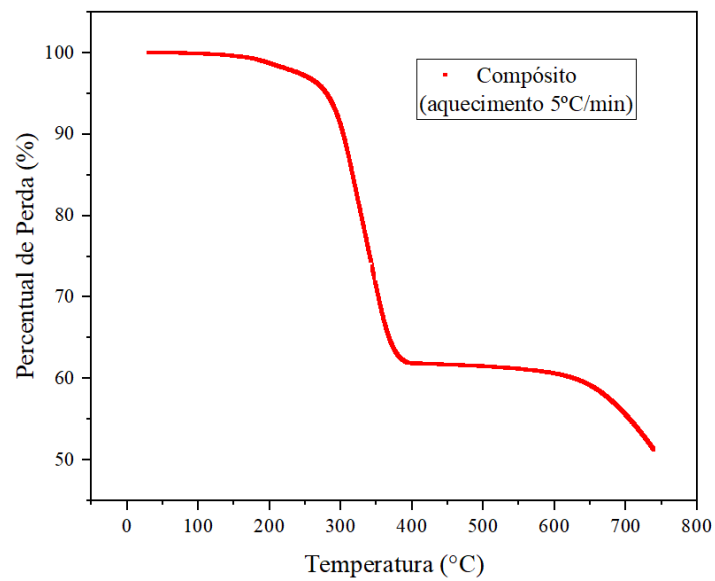
Fonte: Dados da autora.

Figura 43: Análise TGA de amostra de resina Elium®150 e 1,2% de Luperox®78 com taxa de aquecimento de 15°C/ min.



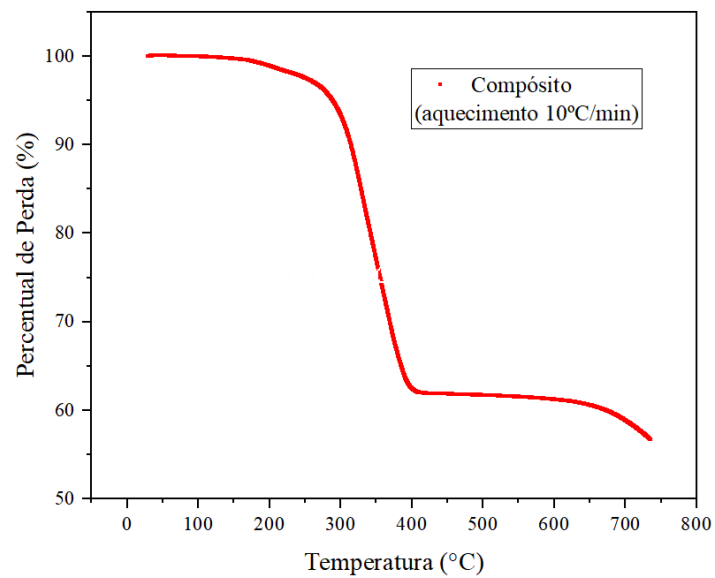
Fonte: Dados da autora.

Figura 44: Análise TGA do compósito fibra de carbono/Elium®150 com taxa de aquecimento de 5°C/ min.



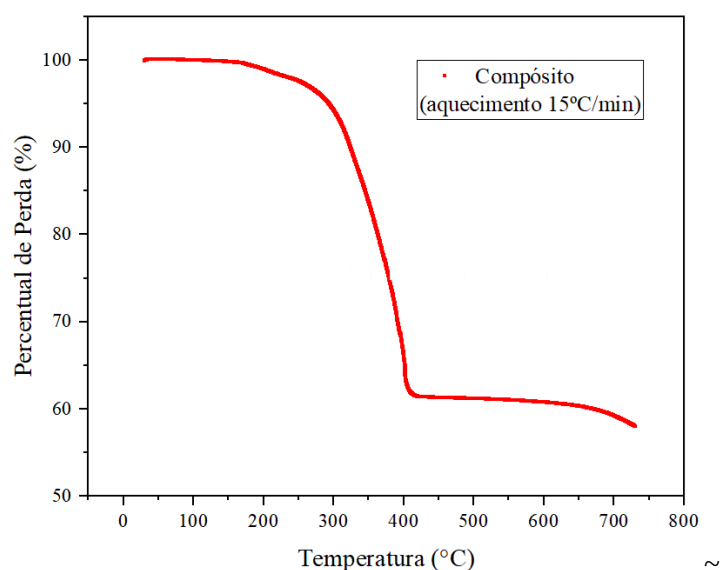
Fonte: Dados da autora.

Figura 45: Análise TGA do compósito fibra de carbono/Elium®150 com taxa de aquecimento de 10°C/ min.



Fonte: Dados da autora.

Figura 46: Análise TGA do compósito fibra de carbono/Elium®150 com taxa de aquecimento de 15°C/ min.



Fonte: Dados da autora.

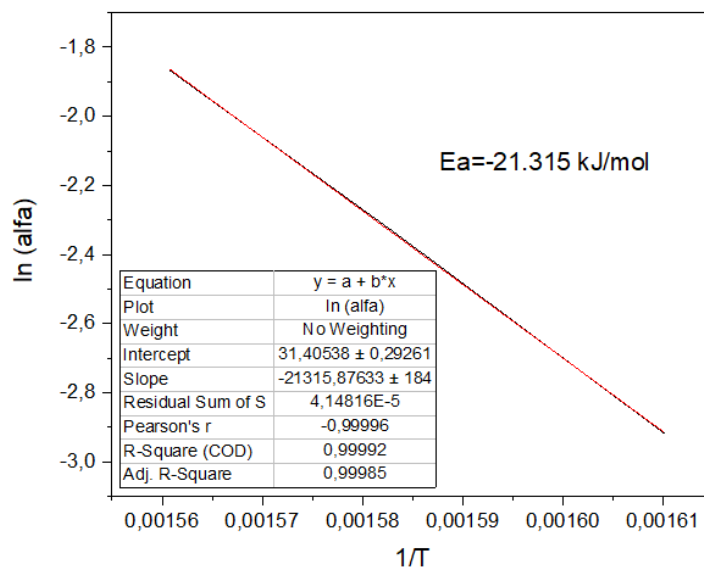
Com base nas curvas de termogravimetria e utilizando para as equações de velocidade de reação e Arrhenius foi extraído o valor da energia de ativação do sistema (E_a), a qual representa a energia necessária para que ocorra a degradação de 1 (um) mol do material analisado.

Inicialmente foi plotado o gráfico de perda de massa em função da temperatura, os dados foram refinados e utilizando o cálculo da primeira derivada da curva, coletou-se as temperaturas de máxima velocidade da reação para cada uma das taxas de aquecimento utilizadas, (tmv_1 , tmv_2 e tmv_3). Em seguida, definiu-se um pequeno intervalo englobando as temperaturas de máxima velocidade da reação e por meio do *software* foi encontrado o valor do coeficiente angular da reta (*slope*) para cada uma, das taxas de aquecimento. Esses valores correspondem a $\frac{d\alpha}{dt}$.

Com base nos valores obtidos foram calculados o logaritmo natural de $\frac{d\alpha}{dt}$, temperatura correspondente em Kelvin, o recíproco da temperatura e finalmente plotado o gráfico de $\ln\left(\frac{d\alpha}{dt}\right)$ em função de $\frac{1}{T}$.

O valor do coeficiente angular da reta representa, portanto, a Energia de ativação do material analisado conforme ilustrado na Figura 47.

Figura 47: Cálculo da energia de ativação (E_a) para a resina Elium 150.



Fonte: Dados da autora.

Assim, para a determinação da janela de processamento dos compósitos para a união por fusão dos corpos de prova, considerou-se as temperaturas de degradação obtida por TGA e a temperatura de transição vítrea obtida por meio da análise dinâmico mecânica (DMA).

De acordo com a literatura, para a soldagem de polímeros termoplásticos, a temperatura que se deve ter como referência para o processo de soldagem é a temperatura da região de amolecimento do material, conhecida como T_g (ou seja, a soldagem deve ocorrer em temperaturas que sejam superiores a T_g do material), de maneira que esta temperatura não seja superior a temperatura de degradação do polímero. A partir da T_g as cadeias atingem maior mobilidade, permitindo transferência de massa por difusão através da interface, fato que possibilita a adesão entre as partes a serem unidas durante o processo [104].

Em 2024, Demski e colaboradores, ao estudar compósitos de carbono e resina elium. Neste estudo, foram preparados nanocompósitos e Compósitos Reforçados com Fibras de Carbono (CFRPs) modificados com Nanotubos de Carbono (CNTs) utilizando a resina acrílica termoplástica Elium® 188. Análises termogravimétricas auxiliaram os autores na definição das temperaturas de perda de estabilidade e de degradação como aquelas em que era possível identificar 2% e 5% de perda de massa, respectivamente obtendo as temperaturas de $T_{2\%} = 227^\circ\text{C}$ e $T_{5\%} = 310^\circ\text{C}$ e resíduo de 69,2% em massa [97].

A Tabela 7 apresenta os dados extraídos das curvas de TGA para a resina pura e o compósito contendo reforço de fibra de carbono nas diferentes condições de análise:

Tabela 7 – Dados extraídos por análise termogravimétrica de resina pura Elium 150® e compósito contendo reforço de fibra de carbono.

Material	Taxa de Aquecimento	Temperatura de Onset	Temperatura de Perda da estabilidade (T _{2%})	Temperatura de degradação (T _{5%})	Resíduo
Resina Elium 150®	5 °C/min	290 °C	225 °C	251 °C	0,80%
	10 °C/min	294 °C	227 °C	255 °C	0,48%
	15 °C/min	300 °C	227 °C	258 °C	0,20%
Compósito de fibra de carbono/resina Elium 150®	5 °C/min	292 °C	226 °C	280 °C	61,69%
	10 °C/min	297 °C	236 °C	289 °C	62,04%
	15 °C/min	300 °C	237 °C	294 °C	61,34%

Fonte: Dados da autora.

Com base na Tabela 7 observa-se que o comportamento térmico similar para a temperatura de *onset* da degradação, ou seja, ponto onde se inicia o processo de perda significativa de massa varia de 290 a 300 °C, entretanto com relação as temperaturas tidas como temperatura de perda da estabilidade e temperatura de degradação do material, observa-se que a presença do reforço ocasionou um aumento nos valores de temperatura extraídos dos gráficos.

Com relação ao resíduo encontrado após a análise termogravimétrica ressalta-se que os resultados obtidos se encontram de acordo com a literatura. Em 2022, Barbosa e colaboradores em estudos sobre as propriedades da resina acrílica e compósitos contendo a resina Elium 150® e fibra de juta investigaram o comportamento térmico dos materiais obtidos relatando por meio da técnica TGA a temperatura de *onset* da degradação 350 °C e ausência massa significativa residual foi observada. Khan e colaboradores (2023), investigaram a utilização da resina Elium, para reparos de peças de fibra de carbono e verificaram a temperatura de início da degradação da resina em 210 °C. Foi observado uma acentuada perda de massa a partir de 280°C com estabilização a 420°C. A massa residual ao final da varredura foi desprezível [79], [82], [105].

Por meio da técnica de TGA foi possível efetuar o cálculo do volume de fibras de amostras de fibra de carbono por meio da Equação 6.

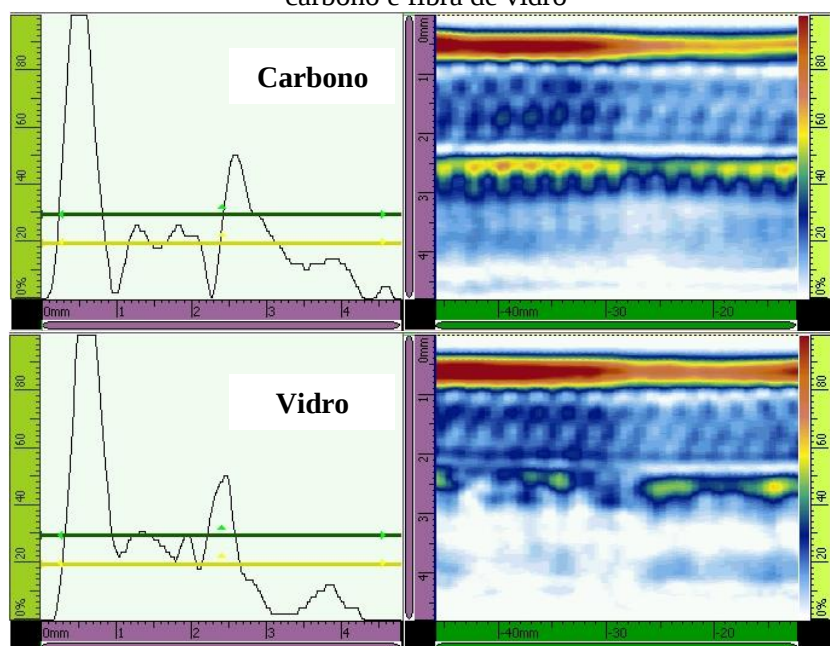
$$V_f = \frac{W_f}{W_f + (1 - W_f) \frac{\rho_f}{\rho_m}} \quad (6)$$

Onde V_f representa o volume de fibra, W_f é a fração em peso de fibra (0,62) e, ρ_f e ρ_m representam as densidades da fibra de carbono (1,8 g/cm³) e da matriz de resina Elium® 150 (1,01 g/cm³) respectivamente obtendo um valor de 48% de volume de fibras, a ausência do valor de densidade de fibra de vidro e ensaio termogravimétrico do compósito impossibilitou o cálculo do volume de fibras para compósitos contendo reforço de fibra de vidro [106].

6.2.6. Ensaio Ultrassom

De acordo com o mecanismo de ação do ensaio de ultrassom pulso-eco, um feixe sônico é introduzido no material a ser analisado e por meio do através de um transdutor acoplado ao aparelho, ao deparar com uma descontinuidade dentro ou fora do material, o feixe retorna. Desta maneira, a Figura 48 apresenta imagens do ensaio de ultrassom para compósitos fibra de carbono/Elum® 150 e fibra de vidro/Elum® 150 respectivamente. Com base nas imagens é possível observar que não há descontinuidades dentro da espessura média de 2 mm dos compósitos analisados. Abaixo de 2mm encontra-se a superfície na qual as amostras estavam apoiadas durante o teste de ultrassom.

Figura 48: Ultrassom dos laminados produzidos via VARTM para os compósitos de fibra de carbono e fibra de vidro

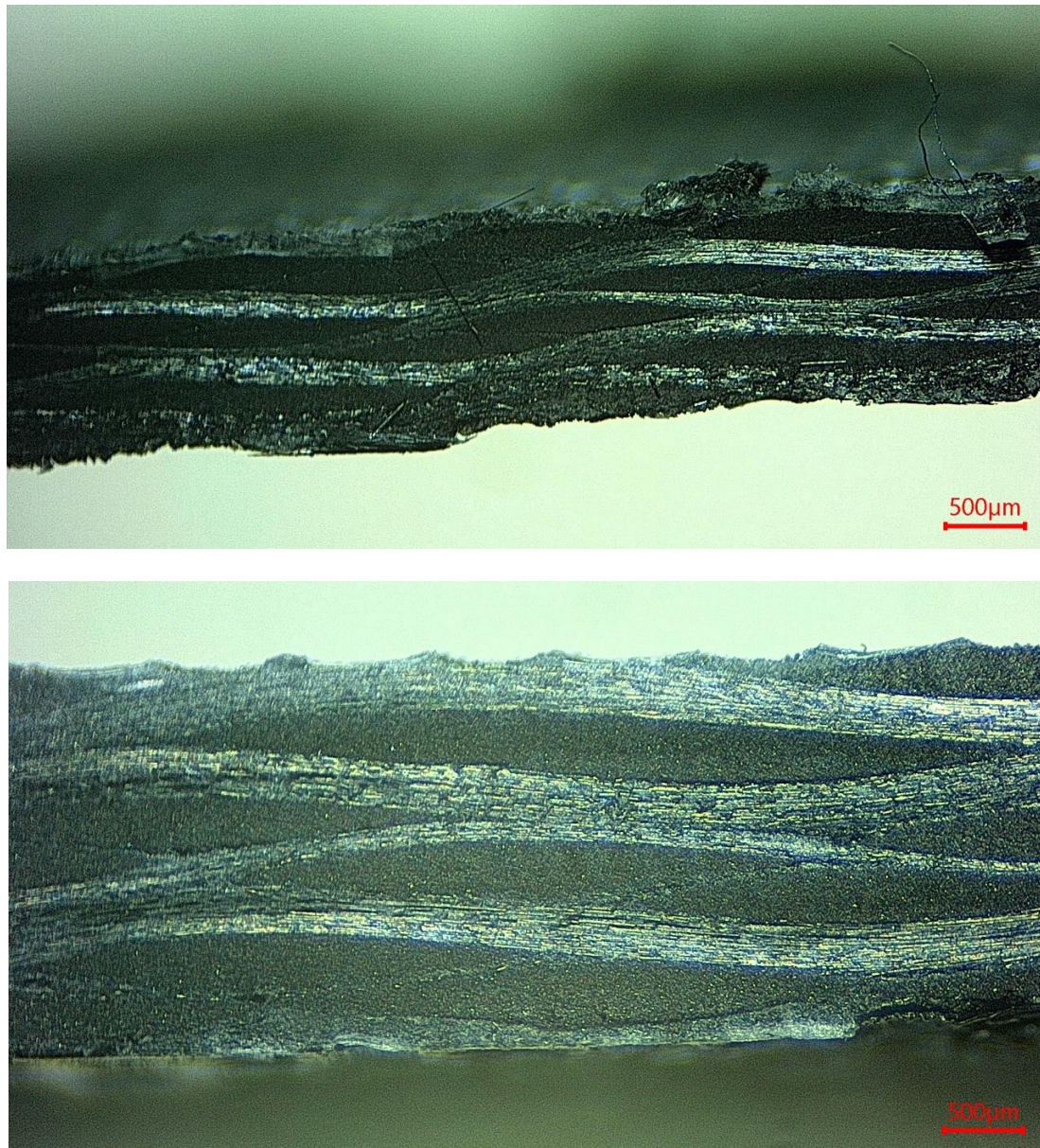


Fonte: Dados do autor

Com base na imagem do ensaio de ultrassom e nas imagens feitas em estereoscópio (Figura 49) de uma secção transversal da placa de material compósito Elum®150 e fibra de carbono efetuada com a ferramenta de corte CNC, observa-se que na espessura proposta para a confecção dos laminados, não foram encontradas descontinuidades/defeitos dentro do material, uma vez que estes seriam facilmente visualizados por meio da técnica de ultrassom. A estereoscopia permite a visualização da distribuição de resina ao longo da placa entre as camadas de tecido de fibra de carbono e

perfil das superfícies superior e inferior dos laminados produzidos sugerindo uma distribuição uniforme da resina por meio da técnica VARTM utilizada.

Figura 49: Estereoscopia para visualização das camadas de fibra e resina de placa de compósito Elium® 150 e fibra de carbono.

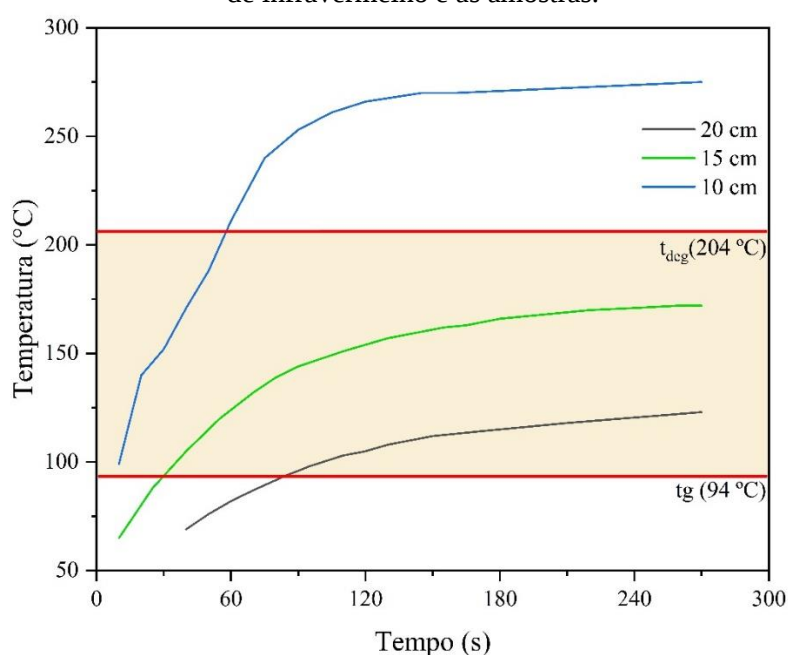


Fonte: Dados da autora.

6.2.7. Estudo do aquecimento dos corpos de prova

O aquecimento das amostras foi monitorado por meio da câmera térmica FLIR, onde diferentes distâncias entre a amostra e a lâmpada foram utilizadas para a construção do gráfico presente na Figura 50. Observou-se que para a distância de 20 cm entre a lâmpada de infravermelho e a amostra de material compósito após aproximadamente 210 segundos uma estabilização da temperatura em cerca de 118°C. Observa-se que para 15 cm de distância foi possível visualizar que aproximadamente a partir de 200 segundos ocorreu uma estabilização da temperatura em 172°C, fato similar foi observado para a distância de 10 cm foi observado, porém a temperatura de estabilização excedeu a temperatura de degradação, excluindo, portanto, esta distância de trabalho.

Figura 50: Perfil de aquecimento dos compósitos em função do tempo e distância entre a fonte de infravermelho e as amostras.



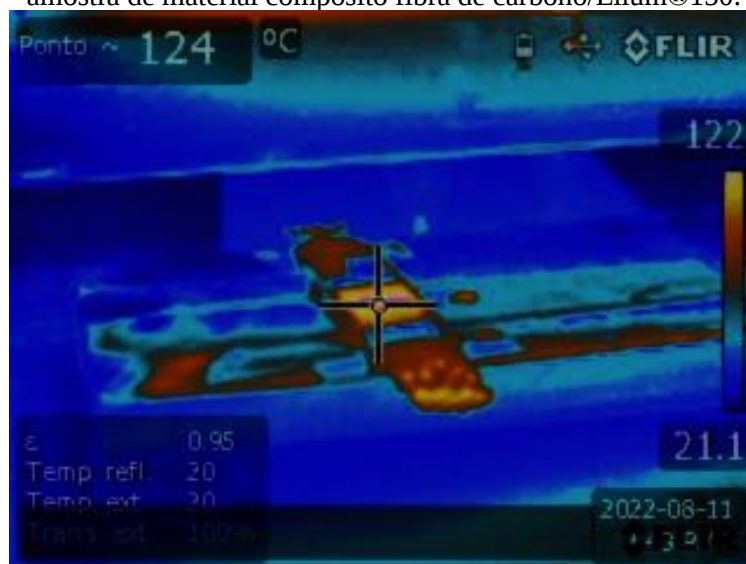
Fonte: Dados da autora.

Em 2023, Cao demonstrou que a introdução de folhas de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) entre duas camadas de tecido de carbono melhorou significativamente a distribuição de calor e a resistência ao cisalhamento (LSS) de juntas adesivas de compósitos reforçados com fibra de carbono. Uma diferença no perfil de aquecimento foi monitorada e relatada em forma de gráficos de distribuição de calor por meio dos dados obtidos por termopares até que a temperatura se estabilizasse. A inserção das folhas de nanotubos resultaram em uma redução significativa na diferença de

temperatura entre o centro e as bordas. Seis tamanhos diferentes de elementos de aquecimento foram selecionados para estudar o efeito do tamanho do elemento de aquecimento na distribuição de calor. Nos elementos de aquecimento de tecido de carbono não modificados, foi encontrada uma fração de área de 5–15% com temperatura abaixo de 100 °C [107].

Estudos anteriores demonstraram que a matriz de resina termoplástica Elium permanece no estado vítreo abaixo de 100 °C. Entretanto o aumento da potência de entrada para soldagem por resistência não representa uma solução viável, pois a alta temperatura visto que a temperatura pode alcançar valores responsáveis pela deterioração térmica da matriz polimérica, tais como acima de 200°C [107]. A Figura 51 apresenta uma imagem térmica capturada durante os testes de monitoramento do aquecimento do compósito com reforço de fibra de carbono onde é possível observar que o material compósito possui grande capacidade de aquecimento quando submetido a ação da luz infravermelha. No centro da imagem observa-se temperatura de cerca de 120°C na região de aderência.

Figura 51: Imagem fornecida pela câmera térmica do monitoramento do aquecimento de uma amostra de material compósito fibra de carbono/Elium®150.



Fonte: Dados do autor

6.3. Parâmetros de processamento

Diversos parâmetros podem afetar a qualidade e eficiência de juntas soldadas e coladas, incluindo temperatura de soldagem, pressão, tipo de aquecimento, preparação da superfície, tempo, entre outros [71]. A temperatura de soldagem proporciona um fluxo do

material que irá atuar formando uma forte ligação entre as superfícies aderentes, caso esta temperatura seja muito alta pode ocasionar uma degradação da matriz, formação de bolhas que podem atrapalhar a adesão durante o processo de soldagem, em contrapartida, temperaturas muito baixas podem promover uma fusão incompleta e ocasionar uma adesão fraca [108].

Em termos de pressão, a aplicação de pressões muito altas podem ocasionar o esmagamento do material compósito e vazamento da resina enquanto pressões muito baixas podem ocasionar uma grã adesão e presença de vazios entre as superfícies aderentes [71], [105], [108].

Para determinação da janela de processamento ideal para a colagem/soldagem dos laminados compósitos termoplásticos utilizando a radiação infravermelha, foram realizados diversos ensaios, incluindo DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial), TMA (Análise Termomecânica), DMA (Análise Dinâmica-Mecânica), TGA (Análise Termogravimétrica), reologia e ultrassom dos laminados obtidos.

Os resultados dos ensaios de DSC revelaram a faixa de temperatura em que a resina Elium 150 inicia e completa a sua transição vítrea, o que é crucial para definir os limites superiores e inferiores da temperatura durante o processo de colagem. Por TMA observou-se dados sobre a estabilidade dimensional da resina sob diferentes temperaturas, indicando a temperatura ideal para a aplicação da radiação infravermelha sem causar deformações indesejadas.

Utilizando a técnica de DMA, foi possível identificar o comportamento viscoelástico do material quando submetido a variação da temperatura, oferecendo uma compreensão clara da melhor faixa de temperatura para maximizar a adesão entre as superfícies aderentes. De acordo com os ensaios de TGA foram coletadas informações sobre a degradação térmica da resina, ajudando a evitar temperaturas que poderiam comprometer a integridade do material durante a colagem/soldagem.

Apesar dos dados de testes reológicos apresentarem inconsistência, provavelmente devido a presença das bolhas durante o processo de polimerização dentro do equipamento, observou-se que o tempo entre o início da polimerização após a mistura da resina bicomponente deveria ser de no mínimo 10 minutos para uma infusão eficiente capaz de molhar todas as camadas de fibra dentro da bolsa de vácuo. Por fim, os ensaios de ultrassom dos laminados permitiram identificar a ausência de quaisquer descontinuidades ou falhas internas, garantindo que a infusão da resina ocorreu de maneira satisfatória, de modo que não foram observadas presença de vazios de resina na espessura da placa.

Com base no trabalho de soldagem por ultrassom de materiais compósitos contendo a resina acrílica Elium® feito por Bhudolia e colaboradores (2020) estipulou-se a pressão a ser aplicada etapa de consolidação da soldagem de 5 bar correspondente a 0,5 MPa para confecção dos corpos soldados por radiação infravermelha. Ressalta-se que as pressões 0,4 e 0,6 foram previamente testadas, porém corpos submetidos à pressão de 0,6 sofreram esmagamento e danos nas partes aderentes impossibilitando a união.

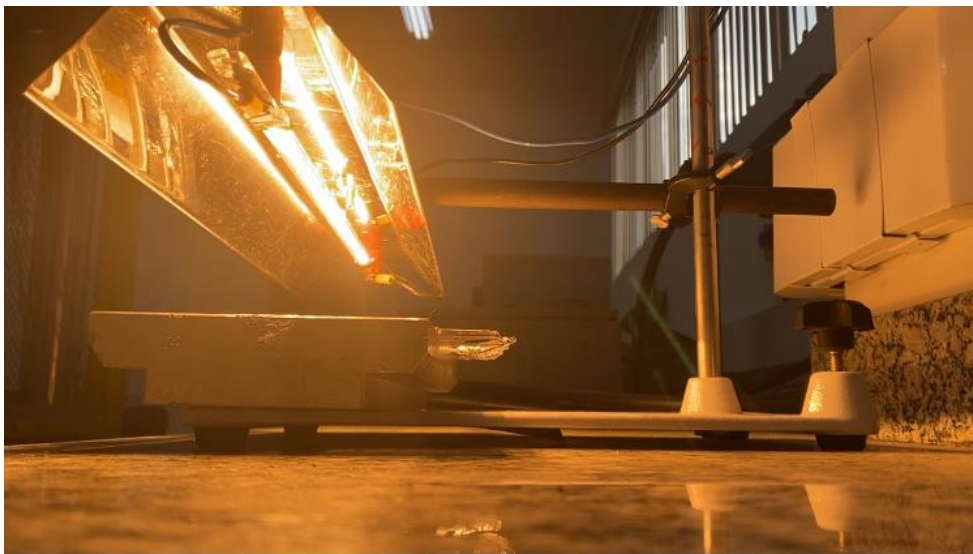
Com base na soma de todos os ensaios e seus resultados, a janela de processamento para a colagem/soldagem dos laminados utilizando radiação infravermelha foi determinada como sendo entre 94°C e 204°C. A pressão aplicada após o amolecimento da resina utilizando luz infravermelha foi definida com base no valores de pressão publicados em estudos anteriores.

6.4. Avaliação dos métodos de união de materiais

Para a produção das amostras unidas por infravermelho, utilizou-se o software Minitab para aplicar a técnica estatística Full Fatorial 2k no planejamento e análise dos experimentos (DOE – *Design of Experiments*). As variáveis consideradas foram tipo de tecido, temperatura e pressão, com cada experimento repetido três vezes, resultando em uma matriz de ensaios com 36 corpos de prova para as amostras unidas por infravermelho. Adicionalmente, foram fabricados corpos de prova colados para ambos os compósitos contendo fibra de vidro e fibra de carbono. A Figura 52 apresenta uma fotografia durante o processo de soldagem por aquecimento utilizando luz infravermelha empregado para a confecção dos corpos de prova.

As amostras produzidas pelos diferentes tipos de união foram submetidas ao ensaio de cisalhamento até o rompimento das partes aderentes e posteriormente caracterizadas qualitativamente por meio de micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura. Observa-se na Figura 53 a presença do corpo de prova confeccionado por meio do corte de laminados produzidos por VARTM do compósito reforçado com fibra de carbono e resina acrílica Elium 150® para o ensaio de cisalhamento seguindo as orientações presentes na norma ASTM D5868.

Figura 52: Fotografia do aparato de luz infravermelha durante a etapa de aquecimento das amostras.



Fonte: Dados da autora.

Figura 53: Corpo de prova para ensaio de cisalhamento segundo a norma ASTM D5868.



Fonte: Dados do autor

6.4.1. Ensaio de Cisalhamento

O ensaio de cisalhamento de juntas coladas e soldadas apresentou comportamento similar tanto para a fibra de vidro quanto para a fibra de carbono, ou seja, amostras coladas apresentaram melhores resultados no ensaio de cisalhamento quando comparadas a amostras soldadas contendo o mesmo tipo de reforço. Contudo, os maiores valores médios foram observados nos corpos de prova soldados e colados utilizando fibra de vidro como reforço, conforme descrito na Tabela 8. Esses resultados podem ser atribuídos à melhor compatibilidade química entre a resina Elium® 150 e as fibras de vidro, bem como à superfície mais rugosa das fibras de vidro que proporciona maior ancoragem para a resina, melhorando a adesão [109], [110].

A adesão entre a resina acrílica e a fibra de vidro é fortemente influenciada pelo tamanho dos poros superficiais e pela rugosidade da superfície do substrato. Modificar a rugosidade em escala micrométrica da matriz termoplástica pode aumentar significativamente a área total na interface, facilitando o fluxo do polímero para dentro dos vazios do substrato. Uma topografia áspera aumenta a aderência ao proporcionar uma maior área de contato e permitir que a resina flua e preencha melhor os poros e irregularidades da superfície da fibra de vidro. Essa relação entre a rugosidade superficial e a resistência ao cisalhamento é corroborada por perfis gráficos de rugosidade e valores de rugosidade exata obtidos em experimentos de perfilometria realizados por Matta e colaboradores (2024)

Tabela 8: Dados do ensaio de cisalhamento obtidos para amostras soldadas e coladas.

União	Fibra	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Tensão de cisalhamento (MPa)	Deslocamento (mm)
Infravermelho	Carbono	150	0,4	$9,91 \pm 0,97$	$1,27 \pm 0,12$
			0,5	$9,90 \pm 1,14$	$1,38 \pm 0,27$
		175	0,4	$8,78 \pm 0,63$	$1,35 \pm 0,02$
			0,5	$7,29 \pm 1,38$	$1,16 \pm 0,13$
		200	0,4	$8,75 \pm 0,45$	$0,86 \pm 0,10$
			0,5	$5,60 \pm 0,90$	$1,02 \pm 0,10$
	Vidro	150	0,4	$11,92 \pm 2,16$	$0,63 \pm 0,09$
			0,5	$14,16 \pm 1,33$	$0,61 \pm 0,07$
		175	0,4	$11,20 \pm 0,84$	$0,53 \pm 0,05$
			0,5	$10,91 \pm 0,64$	$0,48 \pm 0,10$
		200	0,4	$9,36 \pm 0,37$	$0,53 \pm 0,06$
			0,5	$7,69 \pm 1,65$	$0,72 \pm 0,19$
Colagem	Carbono	TA	Pressão de fechamento	$14,68 \pm 1,26$	$1,40 \pm 0,15$
	Vidro			$16,73 \pm 1,38$	$0,54 \pm 0,04$

Fonte: Dados da autora.

De acordo com a Tabela 8, para compósitos fabricados com reforço de fibra de carbono, observa-se que a tensão de cisalhamento mostrou uma redução conforme a temperatura aumentava, especialmente entre 150°C e 200°C. Em 150°C, a tensão de cisalhamento foi de 9,91 MPa e caiu para 8,75 MPa a 200°C. Isso indica uma diminuição na resistência da junta quando a temperatura excede o ideal para a soldagem.

Nos gráficos de DMA da resina pura, observou-se que o módulo de armazenamento (E') caiu drasticamente a partir de 60-80°C, indicando a transição vítrea (T_g) da resina, e se estabilizou em valores muito baixos em torno de 130-140°C. Ao atingir 150°C, a resina já está em um estado significativamente amolecido e viscoelástico, perdendo praticamente toda sua rigidez. Assim, a perda de resistência ao cisalhamento observada a partir de 175°C no processo de soldagem se alinha com o comportamento da matriz observado no DMA. Nesse estado amolecido, o material perde a capacidade de criar uma boa ligação.

Avaliando a viabilidade da soldagem ultrassônica de superfícies material compósito carbono/Elium® e carbono/epóxis, Gohel e colaboradores (2020) analisaram a resistência à soldagem dos aderentes por meio do teste de cisalhamento estático. O resultado mostrou que a adição de 0,31 mg/mm² de ELP (pó de resina acrílica) nos laminados de epóxi aumentou a resistência ao cisalhamento em 95% em comparação com as amostras sem a camada de acoplamento. Curvas de Força-deslocamento e os valores máximos de LSS para diferentes configurações de soldagem mostraram que os laminados de carbono/epóxi sem camada de acoplamento apresentaram um LSS máximo de 5,02 MPa sob uma condição de soldagem de 3s e pressão de 5 bar (0,5 MPa). A baixa resistência foi atribuída à fraca adesão entre as superfícies aderentes que ocasionou uma falha adesiva pura. A soldagem do compósito Elium® com o filme de resina Elium (ELF) aos compósitos de epóxi apresentou um LSS ainda menor, de apenas 3,12 MPa. A diminuição na resistência da adesão foi justificada por meio de análise dos modos de falha, que ocorreram entre o filme de resin e o aderente de epóxi, sendo o filme completamente descolado do laminado compósito de epóxi, evidenciando a fraca adesão entre o filme e o laminado de epóxi [1].

O deslocamento medido foi relativamente elevado para todas as amostras, sugerindo que a fibra de carbono, combinada com uma matriz amolecida, apresentou uma rigidez insuficiente. Essa tendência de perda de rigidez é corroborada pelos resultados de DMA, que mostram um comportamento de amolecimento acentuado da resina pura acima da T_g . Além disso, a análise termogravimétrica (TGA) mostrou que a degradação significativa da resina ocorre acima de 204°C. Corroborando o fato de que temperaturas

mais próximas da Tg do material propiciaram uma melhor adesividade entre as partes do compósito unido por soldagem, provavelmente por não ocasionarem início da degradação do material.

Nos dados presentes na Tabela 8 observa-se que as tensões de cisalhamento foram mais altas para as amostras de fibra de vidro em comparação com as amostras contendo reforço de fibra de carbono, atingindo cerca de 14,16 MPa para amostras soldadas a 150°C e aplicação de 0,4 MPa de pressão. À medida que a temperatura aumentou, observa-se, entretanto, que os valores de tensão diminuíram, chegando a 7,69 MPa a 200°C. Esse comportamento indica que a fibra de vidro ofereceu uma melhor resistência ao cisalhamento em comparação com compósitos soldados de fibra de carbono, mesmo em temperaturas mais altas.

O tipo de fibra possui grande influência na resistência do material compósito ao cisalhamento. Em 2023, utilizando o ensaio de cisalhamento para investigar o comportamento de adesão de compósitos de fibra de coco (coir) e fibra de vidro a aço macio, focando na resistência de cisalhamento e no efeito da fração volumétrica de fibras nas propriedades dos compósitos., Alajmi e colaboradores (2023) demonstraram que o aumento da fração volumétrica de fibras de coco ou vidro diminuiu a força de ligação entre as superfícies aderentes. Compósitos de fibras de vidro apresentaram 100% mais resistência ao cisalhamento a uma concentração de 10% de conteúdo quando comparados às fibras de coco em compósitos termorrígidos. Em contrapartida, compósitos contendo 10% de fibras de coco demonstraram aproximadamente 75% mais resistência ao cisalhamento que os valores obtidos de compósitos contendo 40% de fibras de vidro. Exibindo valores de tensão máxima de cisalhamento variando ente aproximadamente 3 e 14 MPa para compósitos contendo fibra de coco e 5 e 19MPa para compósitos de fibra de vidro [111].

Observou-se por DMA que o compósito com fibra de vidro apresentou um módulo de armazenamento (E') mais elevado e uma retenção de rigidez mais prolongada em altas temperaturas, comparado com a resina pura. Corroborando com a maior resistência ao cisalhamento observada nas amostras de fibra de vidro. A fibra de vidro proporciona maior estabilidade estrutural à matriz, mesmo quando a resina está em um estado mais viscoelástico. A melhor compatibilidade e adesão da fibra de vidro com a resina acabam contribuindo para os melhores resultados observados. O deslocamento para a fibra de vidro foi consistentemente menor do que para a fibra de carbono, indicando que a fibra de vidro contribuiu mais para a rigidez da junta, mantendo uma boa estabilidade durante

o ensaio. Isso se alinha com o resultado de DMA do compósito, onde o E' do compósito de vidro se manteve mais elevado, indicando maior rigidez comparado à resina pura.

Cabe salientar que a tensão de cisalhamento das amostras coladas foi maior para ambos os tipos de fibra em comparação com as amostras soldadas. Para a fibra de carbono, a tensão de cisalhamento foi de 14,68 MPa, enquanto para a fibra de vidro foi de 16,73 MPa. O fato de a colagem ter apresentado melhores resultados do que a soldagem por infravermelho está relacionado ao comportamento da resina em altas temperaturas. Como observado no DMA, a resina perde sua rigidez em temperaturas elevadas, ficando muito mais viscoelástica. No processo de colagem, a resina foi utilizada em seu estado ideal de rigidez, garantindo uma melhor adesão.

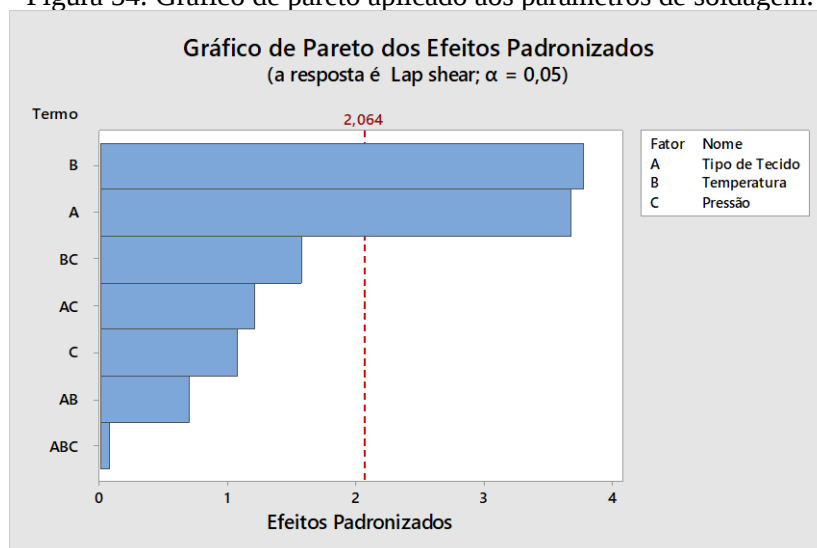
As tensões de cisalhamento mais altas foram obtidas para os processos de colagem. Para ambas as fibras, os valores foram superiores a 14 MPa, enquanto a soldagem por infravermelho não ultrapassou 9,91 MPa para fibra de carbono e 14,16 MPa para fibra de vidro. No DMA da resina pura, foi observado que, acima da T_g (aproximadamente 60-80°C), o material perde significativamente a sua rigidez, tornando-se viscoelástico. O processo de soldagem, que foi conduzido em temperaturas superiores a essa faixa, resultou em uma matriz resina amolecida, o que prejudica a qualidade da adesão. Já no processo de colagem, a resina foi utilizada abaixo da T_g , assegurando que estivesse no seu estado rígido e proporcionando uma melhor base para a adesão.

Em 2024, Kumar e colaboradores avaliaram o desempenho da força de cisalhamento em juntas adesivas para compósitos CF/PEEK, utilizando um filme adesivo de polieterimida (PEI) com nanotubos de haloisita (HNTs). Os experimentos incorporaram HNTs nas concentrações de 0.5, 1 e 3% em peso. A força de adesão foi avaliada pelo mesmo teste de cisalhamento aplicado neste trabalho e observaram aumento significativo na força de cisalhamento (LSS) dos adesivos de PEI incorporados com nanotubos de haloisita. A LSS dos adesivos foi: PEI com 0.5% em peso de HNTs (27 MPa) > PEI com 1% em peso de HNTs (26 MPa) > PEI puro (24 MPa) > PEI com 3% em peso de HNTs (21 MPa). O aumento na LSS foi atribuído a mecanismos multifacetados. Os HNTs reforçaram a matriz polimérica, quimicamente via grupos hidroxila interagindo com constituintes polares do PEEK, e fisicamente através do entrelaçamento das cadeias poliméricas. No entanto, as tendências de agregação em 3% em peso de HNTs levaram a uma diminuição na LSS, destacando a necessidade de equilibrar o reforço com a agregação [112].

Entretanto, apesar dos maiores valores de resistência serem encontrados para amostras coladas, observou-se que o tempo para a aplicação dos métodos possui uma diferença significativa, visto que o processo após a etapa de aquecimento por luz infravermelha, a consolidação da resina acrílica dura cerca de 10 minutos, enquanto na etapa de colagem necessitou de cura a temperatura ambiente ficando a peça impossibilitada de receber qualquer esforço mecânico por um período mínimo de 24 horas. Estudos sobre diferentes tipos de materiais termofixos e termoplásticos adequados para a fabricação de peças compósitas co-curadas (processo de cura simultânea) com uma camada de acoplamento termoplástica, visando a soldagem de componentes estruturais foram realizados por Brauner e colaboradores (2020). Foram analisados diferentes polímeros termoplásticos, e a polieterimida (PEI) foi selecionada para um estudo detalhado devido à sua capacidade de dissolução e difusão. Os autores desenvolveram uma tecnologia de soldagem por resistência para peças híbridas co-curadas, alcançando uma resistência ao cisalhamento de 36 MPa com tempos de soldagem inferiores a 5 minutos enquanto o tempo de colagem foi de aproximadamente 4 horas [113].

A matriz polimérica, Elium®150 representa o principal agente de ligação durante o processo de soldagem, visto que não há a adição de nenhum outro tipo de material para facilitar ou otimizar a adesão, portanto a quantidade de resina, tratamento das superfícies aderentes e degradação térmica são fatores que influenciam diretamente na qualidade dos corpos soldados. Entretanto, por meio do gráfico de pareto dos efeitos padronizados presente na Figura 54, observa-se que o tipo de tecido e temperatura possuem influência no processo isoladamente analisados. Apesar de apresentar variação nos valores médios, o parâmetro pressão não apresentou influência no processo segundo o gráfico de pareto. O diagrama de pareto é uma ferramenta de estatística e qualidade usada para analisar a influência de determinados parâmetros em um processo.

Figura 54: Gráfico de pareto aplicado aos parâmetros de soldagem.

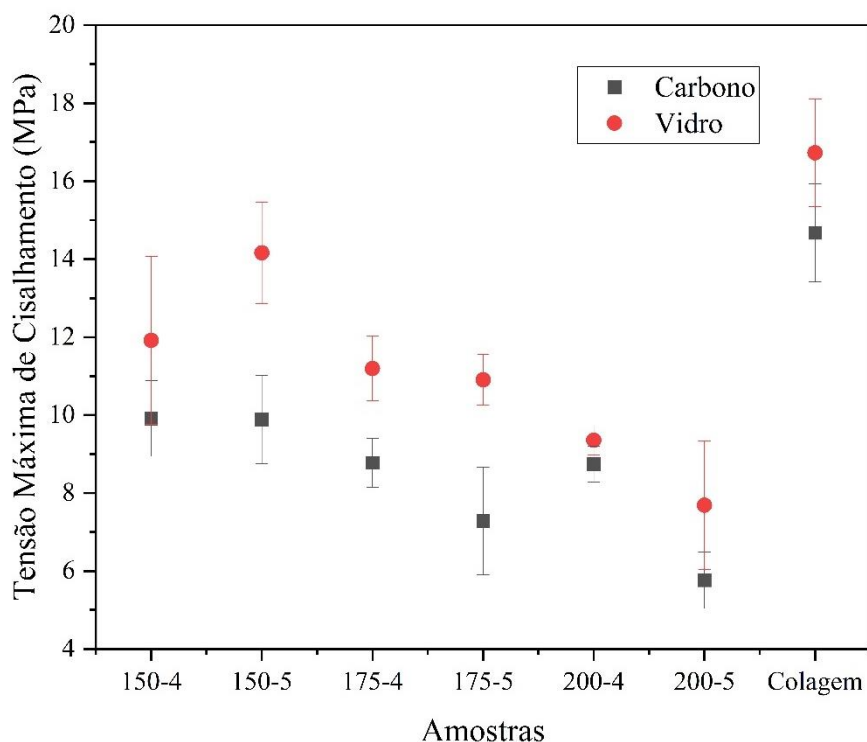


Fonte: Dados da autora.

Os resultados obtidos para amostras coladas tanto para a fibra de carbono quanto fibra de vidro encontram-se similares a valores encontrados na literatura por Murray e colaboradores (2020), para o uso de adesivos termoplástico e epoxídicos, a saber, 10 MPa para amostras coladas com o adesivo comercial Acralock SA10-60 e 17,4 MPa para amostras coladas com o adesivo Plexus 310. Ressalta-se, porém, que as amostras soldadas apresentaram menor resistência quando comparadas aos métodos de soldagem empregados pelos autores que aplicaram a metodologias de soldagem por indução e resistência (acima de 20 MPa) [49], [60]. A Figura 55 apresenta os dados obtidos por meio do cisalhamento dos corpos soldados/colados dispostos em formato de um gráfico de tensão de cisalhamento em função das condições de soldagem, tipo de união e tipo de

reforço. Observa-se que para todas as configurações os valores médios de tensão de cisalhamento em amostras contendo reforço de fibra de vidro (em vermelho) apresentaram valores superiores que amostras contendo reforço de fibra de carbono (em preto).

Figura 55: Comportamento da resistência ao teste de cisalhamento para amostra de fibra de vidro e carbono nas diferentes configurações de tipo de colagem, temperatura e pressão.



Fonte: Dados da autora.

A soldagem por infravermelho, geralmente ocorre por meio da inserção de uma fonte de radiação infravermelha entre as duas superfícies aderentes, desta forma o aquecimento ocorre de maneira uniforme e ambas as superfícies são expostas a quantidades similares de radiação. Neste experimento, optou-se pela utilização da radiação em localização superior as duas superfícies aderentes, e desta maneira, o aquecimento da parte inferior ocorreu em parte por indução e parte absorção de radiação infravermelha.

A fim de garantir o aquecimento da parte inferior, testes preliminares e o uso de câmera térmica permitiram investigar o aquecimento de ambas as superfícies aderentes, observou-se que o aquecimento da parte inferior ocorria de maneira satisfatória para posterior aplicação de pressão, devido à baixa espessura de aproximadamente 2 mm de cada parte, além disso, ao atingir a temperatura desejada, esta era mantida pelo tempo pré

determinado de 5 minutos, e somente então era aplicada a pressão para etapa de consolidação e resfriamento do processo [70].

Investigando o tratamento de superfície com irradiação ultravioleta para melhorar a resistência adesiva de polímeros reforçados com fibra de carbono à base de poliamida, Hwang e colaboradores ressaltaram que a irradiação UV simultânea de 185 nm e 254 nm gerou estiramento N-H não ligado, capaz de formar ligações químicas com adesivos epóxi. O tratamento UV melhorou a molhabilidade e os grupos funcionais dos polímeros, resultando em um aumento na resistência adesiva de mais de 230%, ressaltando, portanto, a importância do estudo e preparo das superfícies a serem submetidas a processo de união de materiais [114].

Pisharody e Smith investigaram a presença de inclusões no material aderente e seu efeito na resistência de juntas compósitas adesivadas, utilizando métodos de preparação variados durante o desenvolvimento de juntas adesivas com as mesmas configurações deste projeto. Para simular o efeito de uma inclusão, um filme de PTFE (Politetrafluoretileno) 0,127 mm de espessura e 12,5 mm de largura foi inserido entre a primeira e a segunda camada de alguns adesivos durante o processo de laminação, foram comparados corpos de prova com inclusão em diferentes posições e diferentes orientações das camadas de fibra e concluíram que a posição dos “defeitos” possui grande influência na resistência a falha das juntas. Juntas de material compósito de fibra de carbono e matriz epóxi (Proset INF 114-211) coladas com o adesivo epóxi bicomponente Hysol 9309NA apresentaram tensão máxima de cisalhamento em torno de 13,21 N neste experimento e decresceram a resistência à falha conforme inclusões eram adicionadas nas juntas [115].

6.4.2. Análise Fractográfica

As micrografias para cada uma das configurações experimentais avaliadas encontram-se apresentadas no Anexo 1. Por apresentarem comportamento similar quanto a análise fractográfica encontram-se discutidas nesta seção amostras coladas à temperatura ambiente com resina acrílica utilizando os diferentes tipos de reforço estudados neste trabalho, amostras com diferentes tipos de reforço processadas nas mesmas condições de temperatura e pressão para a soldagem por infravermelho.

A análise fractográfica é uma etapa de identificação da superfície de falha de amostras que pode fornecer informações importantes sobre o comportamento do material submetido a um teste destrutivo. Amostras coladas podem apresentar tipos de falha como

coesivas, adesivas e da superfície aderente. A soldagem por infravermelho ocorre por meio do amolecimento da matriz polimérica, consolidação e resfriamento e portanto, a resina Elium®150 atua como uma cola entre as duas partes do material [60].

A análise fractográfica é essencial para entender e caracterizar fraturas em corpos soldados por infravermelho e colados utilizando resina acrílica. Ao examinar as superfícies de fratura, é possível identificar modos de falha específicos e avaliar a adesão entre as interfaces. Essa técnica permite otimizar o processamento dos materiais, garantindo um desempenho mecânico superior e prolongando a vida útil dos componentes. Além disso, a análise fractográfica ajuda a correlacionar os estágios de falha com as propriedades mecânicas e os reforços aplicados, fornecendo insights valiosos para o desenvolvimento de materiais mais resistentes [15].

A análise de superfícies de aderentes de carbono/Elium® e carbono/epóxi por MEV realizada por Gohel e colaboradores (2020) revelaram marcas de fibras, cúspides de cisalhamento e características de deformação plástica da matriz, indicativas de uma boa adesão de maneira similar as análises fractográficas presente neste trabalho.

Em 2022, Han e colaboradores buscaram fortalecer a resistência adesiva entre o substrato de alumínio (Al) e o polímero reforçado com fibra de carbono (CFRP) utilizando pré-revestimento de resina (RPC) com nanotubos de carbono (CNTs). Eles investigaram aplicando uma solução de RPC contendo CNTs em substratos de Al, onde canais micro/nano verticais foram criados por tratamentos de superfície químicos ou mecânicos.

Após a aplicação de adesivo epóxi, os CNTs formaram pontes na interface, melhorando a resistência ao cisalhamento entre Al e CFRP em 30-100%, dependendo do perfil da superfície do substrato de Al. Os resultados mostraram que a técnica de RPC com CNTs pode efetivamente aumentar a resistência adesiva, com variações dependendo do tratamento de superfície do substrato [116].

6.4.2.1. Amostras coladas

Nos ensaios de cisalhamento, as amostras coladas apresentaram tensões de cisalhamento superiores às soldadas, tanto para as fibras de vidro quanto para as de carbono. Isso se correlaciona bem com os resultados de fractografia, que indicaram uma menor quantidade de falhas adesivas e coesivas nas amostras coladas. A análise de DMA

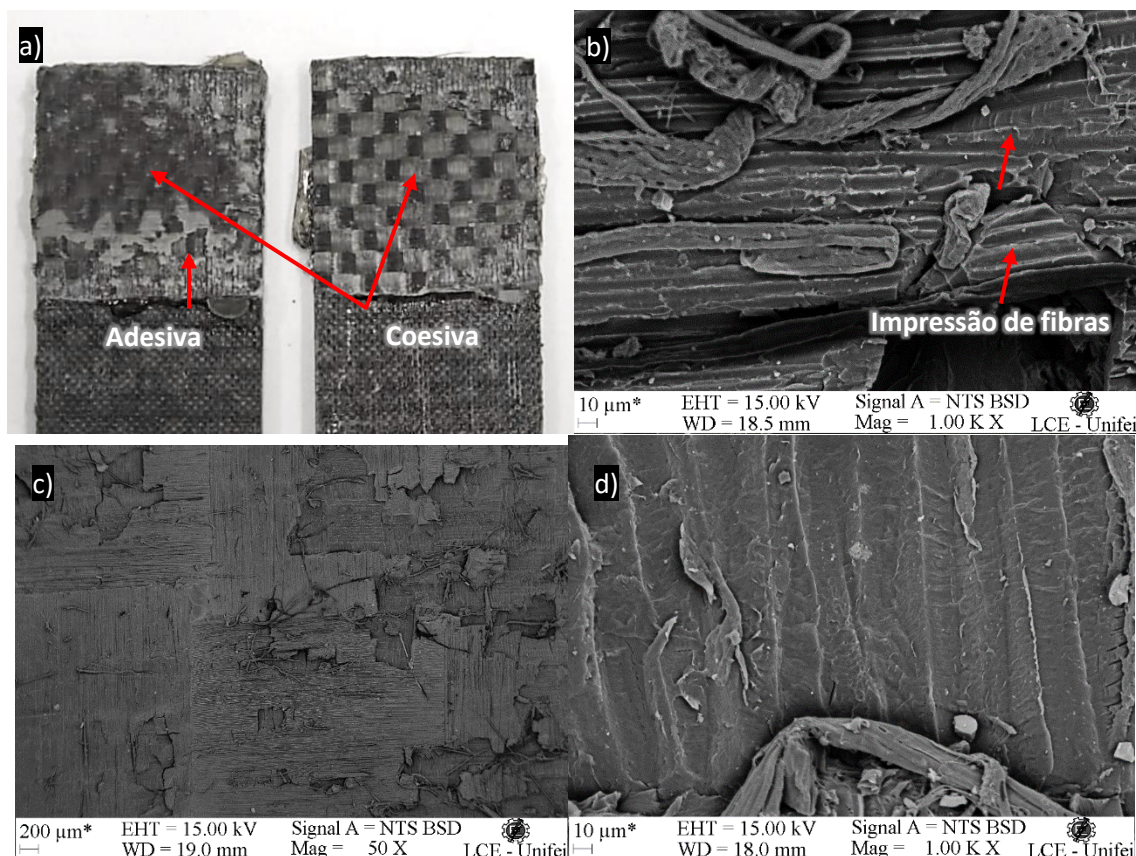
da resina pura mostra que, em temperaturas abaixo da T_g (ou seja, durante a colagem à temperatura ambiente), a resina mantém sua rigidez máxima.

A fractografia das amostras coladas mostrou uma maior quantidade de resina residual nas superfícies de fratura, indicando que a interface adesiva estava mais íntegra, o que contribuiu para os melhores resultados de cisalhamento. A ausência de amolecimento significativo durante a colagem significa que a resina e a fibra tiveram tempo suficiente para formar ligações coesas e adesivas robustas, resultando em uma melhor adesão química e física, confirmada pelas tensões de cisalhamento elevadas.

Nos compósitos CF/Elium®150, observou-se que, independentemente das diferentes configurações de temperatura e pressão, os mecanismos de falha encontrados foram similares. A Figura 56 apresenta imagens da superfície de fratura de amostras de material compósito com reforço de fibra de carbono coladas com resina acrílica juntamente com micrografias eletrônicas de varredura, que apresentaram tensão de ruptura durante o teste de cisalhamento de 15,86 MPa. Observa-se na Figura 56a) a presença de falha coesiva no aderente e uma falha adesiva da matriz. A falha adesiva, visível macroscopicamente, foi identificada pela remoção completa da resina em uma das superfícies aderentes, enquanto a falha coesiva na resina acrílica foi caracterizada pela presença de resina acrílica em ambas as superfícies aderentes na mesma região de análise da fratura.

Khan e colaboradores realizaram um estudo sobre a união de materiais compósitos reforçados com fibra de carbono, utilizando dois ângulos de chanfro: $1,43^\circ$ e $5,71^\circ$. As juntas de chanfro foram coladas adesivamente utilizando a resina acrílica Elium em duas temperaturas. O estudo investigou diferentes configurações de chanfro e temperaturas de reparo para avaliar a eficácia dos reparos de compósitos CFRP usando a resina Elium®, utilizando várias técnicas de caracterização para analisar a qualidade, estabilidade térmica, rigidez e modos de falha das amostras reparadas e intactas. Segundo os autores, as micrografias obtidas por microscopia eletrônica mostraram que todas as amostras reparadas exibiram delaminação como modo de falha dominante, enquanto as amostras intactas apresentaram modos de falha por fratura de fibra e arrancamento de fibra. A resistência residual recuperada usando a resina termoplástica líquida foi significativamente maior do que a relatada para adesivos epóxi convencionais [105].

Figura 56: a) Superfície fraturada de juntas coladas (Elium®150 e fibra de carbono) e micrografias com diferentes ampliações b) 1000X, c) 50X, d) 1000X.



Fonte: Dados da autora.

A Figura 56b) apresenta a morfologia de fratura em MEV de uma deformação da matriz com a presença de cúspides de cisalhamento, uma característica que alguns autores associam a uma maior resistência [63], [117]. De maneira análoga, ressalta-se que a presença de cúspides de cisalhamento foram visualizadas na análise de compósitos de fibra de carbono e resina Elium[®] soldados ultrassonicamente fabricados por Gohel e colaboradores (2020).

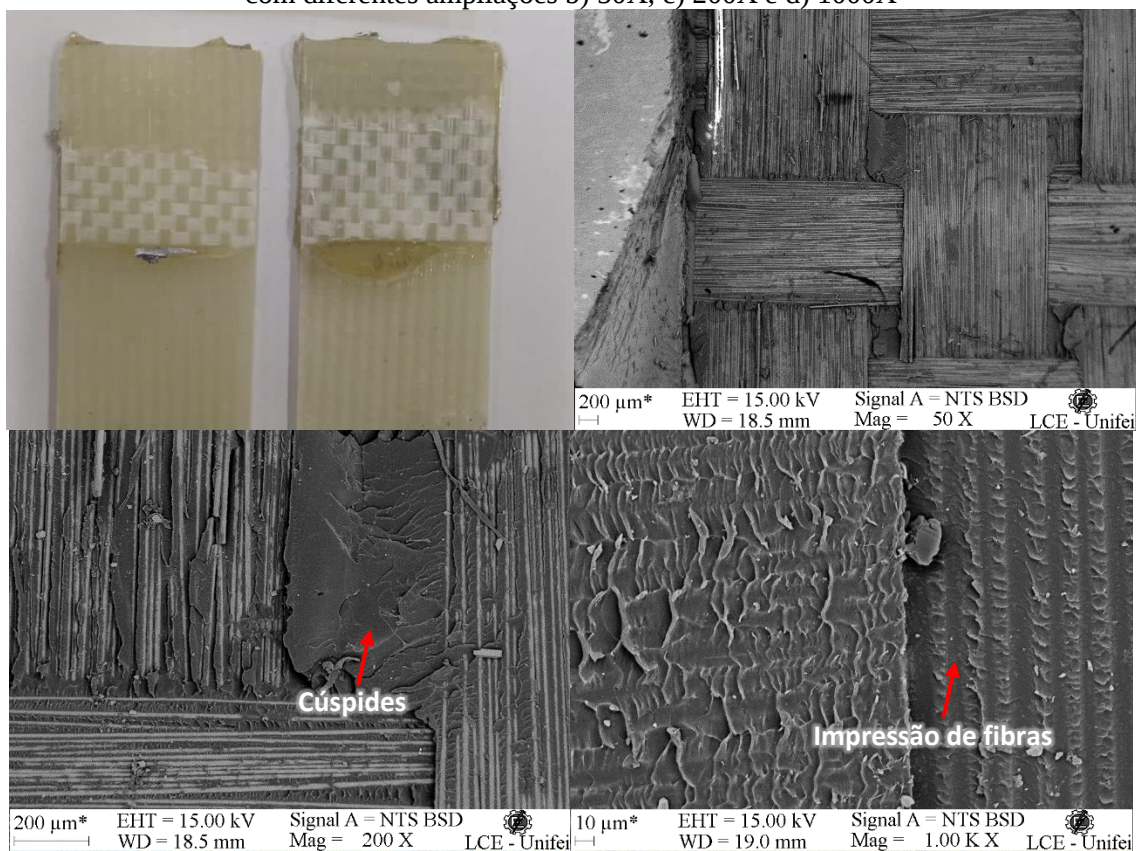
Os dados da análise MEV-EDS de juntas adesivas CF/PEEK estudados por Li e colaboradores (2024) apresentaram modos de falha combinados: adesiva, coesiva e do aderente. A caracterização detalhada revelou que a falha do aderente foi a mais dominante, marcada por deformação plástica microscópica. Os autores afirmaram a importância do estudo de sistemas adesivos compósitos bem como elucidação dos efeitos na força interfacial entre as superfícies aderentes e o adesivo aplicado.

A interação entre a matriz e a resina possui revela informações importantes durante a análise fractográfica, Brauner e colaboradores (2020) identificaram a tipologia de fratura predominante em compósitos soldados por resistência e com adição de uma camada de polieterimida. A análise da fratura revelou que a falha do compósito ocorreu

dentro do polímero reforçado com fibra de carbono, falha coesiva na malha metálica e pequenas seções de falha adesiva aparente. Isso indica que a interface entre o PEI e a epóxi era mais forte do que os componentes individuais, mostrando o potencial de uma rede totalmente desenvolvida entre o termoplástico e a epóxi.

A Figura 57 mostra as imagens macroscópica e microscópica da superfície fraturada de amostras reforçadas com fibra de vidro. As micrografias revelam que a resina acrílica apresentou falha com deformação plástica, e as impressões nas fibras indicam uma menor interação entre o reforço e a resina acrílica. Em menores ampliações, é possível observar com mais nitidez a estrutura do tecido de fibra de vidro. Na Figura 56c, identificam-se regiões de acúmulo de resina, neste caso, como se trata de amostras unidas com resina pura, acredita-se que essas áreas de concentração de resina são responsáveis pelos maiores valores de *lap shear* em comparadas com amostras que utilizam a mesma configuração de tecido, mas que soldadas por infravermelho com aplicação de pressão durante as fases de consolidação e resfriamento.

Figura 57: a) Superfície fraturada de juntas coladas (Elium®150 e fibra de vidro) e micrografias com diferentes ampliações b) 50X, c) 200X e d) 1000X



6.4.2.1. Fibra de Carbono e Fibra de Vidro

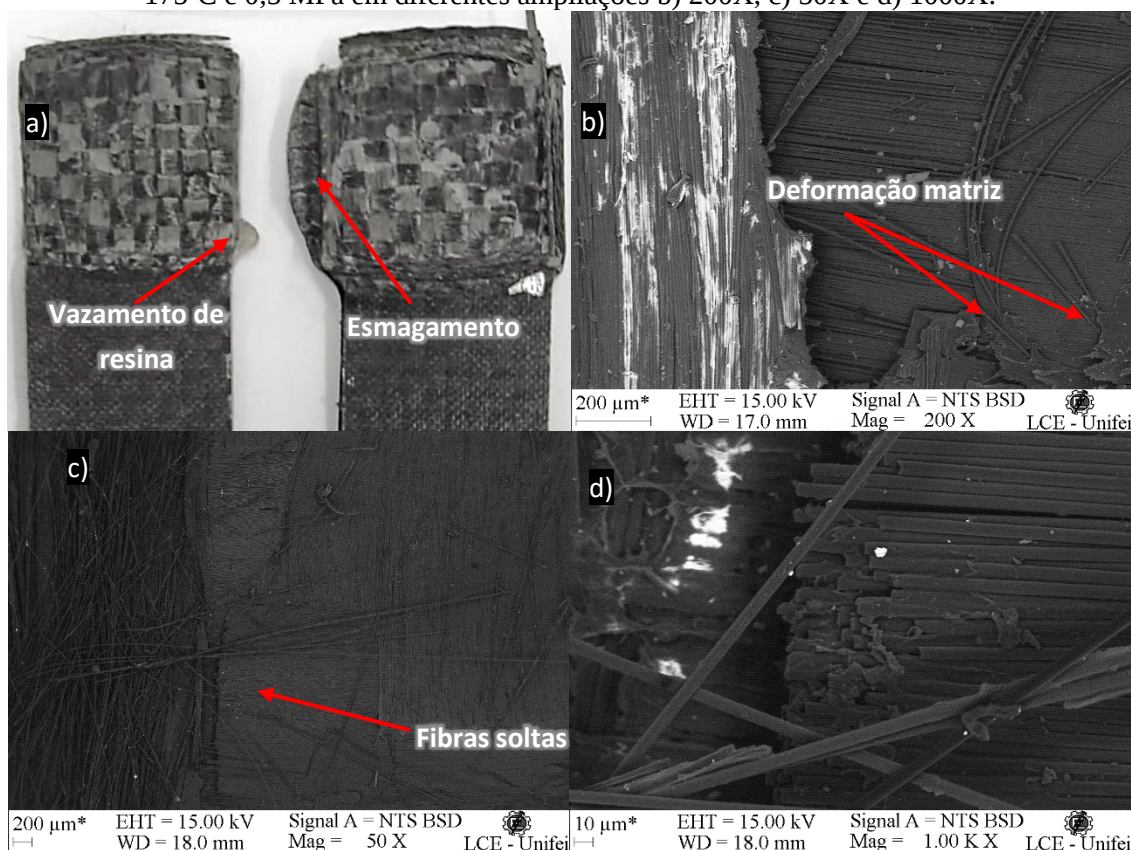
As amostras de fibra de vidro demonstraram tensões de cisalhamento superiores às das amostras de fibra de carbono, conforme confirmado pelos resultados fractográficos. Para as amostras de fibra de vidro, a fractografia mostrou uma melhor ancoragem entre a fibra e a matriz, evidenciada pelas impressões das fibras na resina. Isso sugere que a compatibilidade química entre a resina Elium®150 e a fibra de vidro foi mais eficaz, resultando em menor ocorrência de falhas adesivas e maior resistência ao cisalhamento. A falha na interface foi reduzida, permitindo à matriz suportar uma maior parte da carga.

Por outro lado, as amostras de fibra de carbono apresentaram falhas adesivas significativas, com regiões onde a resina se descolou da superfície da fibra. Isso indica que a adesão na interface fibra-matriz não foi ideal, resultando em menores tensões de cisalhamento nas amostras soldadas. A interface não conseguiu suportar a carga aplicada, resultando em falhas na adesão, o que é crítico para esse tipo de aplicação.

Nas amostras de carbono, foi observado que maiores pressões aplicadas na etapa de consolidação resultaram em um vazamento de resina (Figura 58a), o que compromete a qualidade e a adesão entre as partes unidas, uma vez que a presença adequada de resina é essencial para a eficácia da ligação.

Os resultados de tensão de cisalhamento (*lap shear stress*) confirmam essa observação, indicando maiores valores de resistência ao cisalhamento para amostras prensadas a 0,4 MPa. Segundo Gebhardt (2021) a falha de compósitos utilizando a resina acrílica ocorrem devido ao deslizamento das cadeias poliméricas do polímero [103].

Figura 58: a) Imagem macroscópica e micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações b) 200X, c) 50X e d) 1000X.

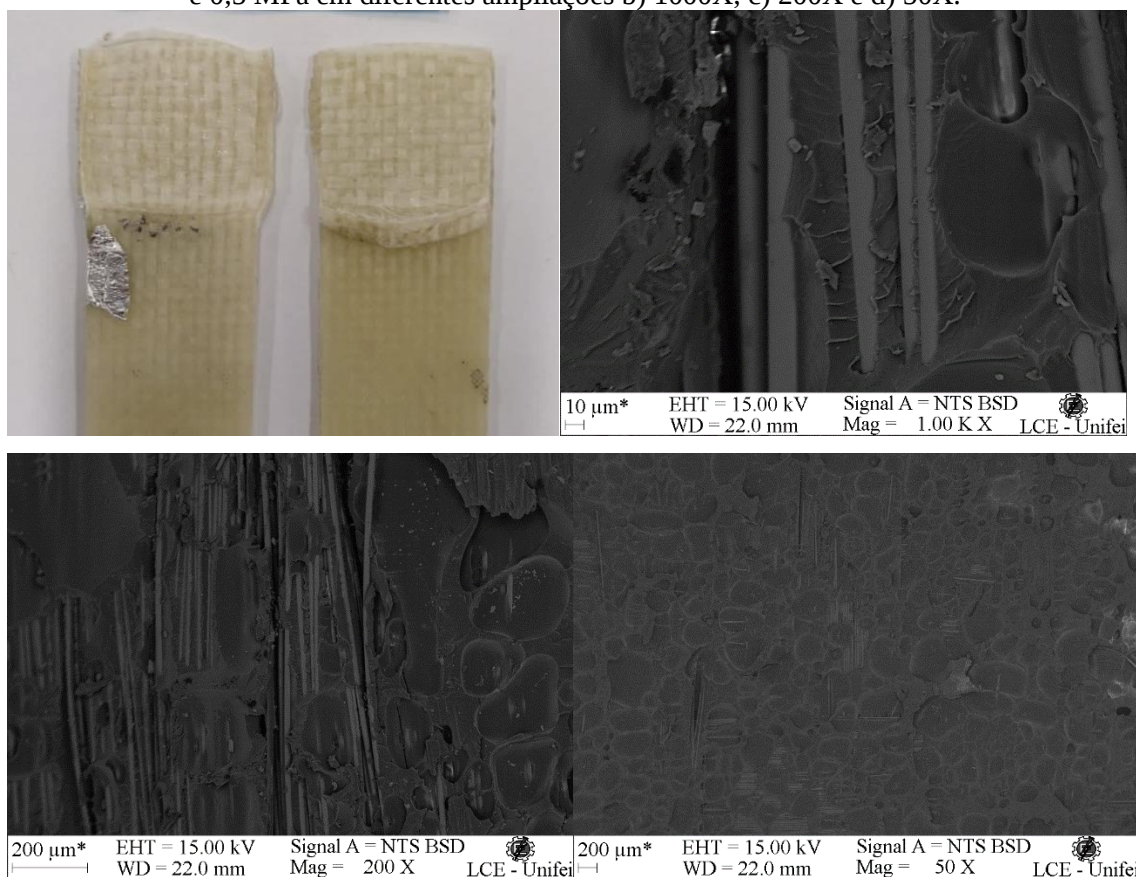


Fonte: Dados do autor

As Figura 58 b) e c) mostram grande presença de fibras rompidas e fibras soltas, sugerindo a ocorrência de falha do compósito durante o ensaio *lap shear*, com ruptura do reforço caracterizando uma fratura frágil típica. Além disso, observa-se uma região com acúmulo de resina, evidenciando uma característica de deformação plástica, onde o alongamento da matriz polimérica indica que essa deformação provavelmente ocorreu durante o ensaio de tração. Observou-se também uma falha na adesão entre a resina e a matriz, sugerindo que diferentes tratamentos de superfície poderiam aprimorar a interação entre as superfícies aderentes e a resina acrílica. Em 2019, Shanmugam e colaboradores utilizaram a deposição de poli dopamina (PDA) e melhoraram a adesão entre a matriz e fibra de até 42,5% [23].

A Figura 59 apresenta a região fraturada de amostras de fibra de vidro/Elium® 150, unidas por aquecimento infravermelho à 175°C e 5 bar (0,5 MPa), com uma tensão máxima de cisalhamento de 11,86 MPa. Note-se a deformação da e impressão da matriz, o que foi atribuído à baixa adesão entre a matriz e a fibra durante o processo de consolidação do material.

Figura 59: a) Imagem macroscópica e micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações b) 1000X, c) 200X e d) 50X.



Fonte Dados do autor

6.4.2.2. Rigidez da Matriz e Influência nas Tensões de Cisalhamento

Os resultados de DMA indicaram que a T_g da resina está entre 60-80°C, e que a matriz perde rapidamente sua rigidez acima dessa faixa, estabilizando em valores muito baixos de E' após 130°C. Esse comportamento viscoelástico é consistente com as observações fractográficas, que mostram deformação plástica e falhas coesivas.

Durante o processo de soldagem por infravermelho, a temperatura utilizada foi de 150°C, 175°C e 200°C, todas acima da T_g da resina. Esse aquecimento fez com que a resina perdesse sua rigidez e entrasse em um estado mole, o que foi observado nos resultados fractográficos na forma de deformações plásticas e deslizamento das cadeias poliméricas. Nos ensaios de cisalhamento, observou-se uma queda na resistência ao cisalhamento conforme a temperatura de soldagem aumentava. Isso é coerente com o que foi observado no DMA, pois, ao atingir 150°C e acima, a resina perde sua capacidade de

suportar carga, resultando em falhas coesivas, em que a falha se inicia no interior da matriz já mole.

Analisando os resultados de TMA para o material compósito contendo reforço de fibra de carbono e para a fibra de vidro, observa-se que os dois materiais apresentaram inicialmente uma expansão térmica com o aumento da temperatura (61-78°C para reforços de fibra de carbono e 65-93°C para a fibra de vidro) e transições térmicas críticas na faixa de temperatura entre 140 e 160°C conforme as curvas de DTMA. Por TGA observou-se uma perda de massa de cerca de 1,25% em massa a partir de 204°C, o que provavelmente influenciou negativamente no processo de soldagem em corpos de prova submetidos a 200°C durante a etapa de aquecimento, visto que o perfil de aquecimento da amostra não é um processo distribuído igualmente por toda a extensão da amostra, podendo em certos pontos atingir temperaturas superiores e ocasionar o processo de degradação e dificultar a integração entre as duas superfícies aderentes, de acordo com o estudo de distribuição do calor feito por Cao (2023) para o estudo de juntas adesivas de compósitos reforçados com fibra de carbono.

6.4.2.3. Influência da Pressão no processo de Soldagem e Colagem

Durante os ensaios de cisalhamento das amostras soldadas, observou-se que pressões mais altas (por exemplo, 0,5 MPa em comparação a 0,4 MPa) resultaram, na maioria dos casos, em uma diminuição da resistência ao cisalhamento. Isso pode ser explicado pelos resultados de fractografia, que mostraram falhas coesivas em áreas com baixo conteúdo de resina ou escoamento excessivo. A pressão mais alta durante a soldagem pode ter causado a extrusão de parte da resina para fora da junta, reduzindo a quantidade de matriz disponível para suportar a carga, o que consequentemente aumentou as falhas na interface.

Essa observação é consistente com os resultados de DMA, que indicam que a matriz, ao ser submetida a altas temperaturas e em um estado viscoelástico, torna-se suscetível a deformação e escoamento. A aplicação de pressão pode ter exacerbado esse escoamento, resultando em uma qualidade de soldagem inferior aos colados.

Gohel *et al.* (2020) encontraram resultados semelhantes de análise fractográfica de compósitos contendo a resina acrílica Elium® e atribuíram a maior resistência das juntas

soldadas à presença de falhas coesivas parciais devido a interação entre a matriz e o reforço.

6.4.2.4. Impressões de Fibra e Fratura Frágil

Para as amostras que apresentaram impressões das fibras na resina , verificou-se que, no caso da fibra de vidro, a matriz acrílica ancorou de forma mais eficaz, mantendo uma interação visível na região de fratura. Esse comportamento foi refletido nos resultados de cisalhamento, que foram superiores nas amostras de fibra de vidro em comparação às de carbono.

Em algumas amostras de fibra de carbono, observa-se aspectos coerentes com a ocorrência de uma fratura frágil das fibras (presença de fibras soltas). Sugerindo a incapacidade da matriz em suportar a carga, resultando na falha das fibras. Esse tipo de fratura está em consonância com a perda de rigidez da matriz, conforme observado na DMA da resina pura, que mostrou uma queda acentuada de E' acima da T_g .

A análise fractográfica desempenha grande importância na análise de materiais compósitos, complementando os resultados de desempenho mecânico. Visando otimizar o desempenho mecânico de materiais compósitos, faz-se necessário uma ligação robusta entre a fibra e a matriz. Quando compósitos termoplásticos ou termofixos são submetidos a algum tipo de estresse mecânico, a matriz se deforma, gerando tensões na superfície da fibra, o que está diretamente ligado as diferenças nas propriedades elásticas entre a fibra e a matriz polimérica [15].

Em 2024, Oliveira e colaboradores investigaram os diferentes tipos de reforço 3D e por meio de análise observaram que o reforço com fibra de vidro, composto por microfibras, atenuou tensões e manteve uma distribuição uniforme de tensões. Em contraste, o reforço com poliamida interrompeu a orientação das fibras, atuando como um concentrador de tensões e enfraquecendo a integridade do compósito devido à pobre adesão com a matriz termofixa.

7. CONCLUSÃO

Baseado nos resultados obtidos, podemos concluir que o uso da resina acrílica Elium 150® em compósitos reforçados com fibras de carbono e vidro demonstrou uma efetiva aplicação em técnicas de união através de colagem e soldagem. Utilizando técnicas de caracterização térmica e mecânica foi possível estabelecer uma janela de processamento para ser utilizada para trabalhos futuros. A análise de DSC permitiu calcular a transição vítrea (T_g) da resina em $94,16^\circ\text{C}$, conforme a norma ASTM D3418, um valor próximo aos relatados na literatura. Este dado é crucial para definir os parâmetros de processamento e condições de uso final dos compósitos pois indica a temperatura acima da qual a resina passa a ter um comportamento mais flexível e abaixo da qual ela permanece rígida. Além disso, o pico exotérmico identificado na análise de DSC, com entalpia de reação de $216,63 \text{ J.g}^{-1}$, evidencia a energia liberada durante a cura da resina, confirmando a natureza exotérmica do processo e a necessidade de controle térmico durante a fabricação dos compósitos.

Além disso, os testes reológicos mostraram que a resina Elium® 150 apresenta comportamento similar às resinas epóxis, com o módulo elástico mantendo valores superiores ao módulo viscoso ao longo de toda a varredura de temperatura. Entretanto, devido ao comportamento exotérmico durante a reação de polimerização, observou-se presença de bolhas, atribuída à liberação significativa de calor durante a cura da resina, indicando a necessidade de otimização do processo de cura para evitar tais interferências e garantir a homogeneidade do material.

Os resultados da análise DMA mostram que a resina pura Elium®150 e seus compósitos apresentam diferenças significativas no comportamento de rigidez e dissipação de energia. A resina pura tem uma T_g em torno de $50\text{-}80^\circ\text{C}$ e perde sua rigidez de maneira gradual, enquanto o compósito com fibra de vidro retém sua rigidez por mais tempo e dissipa mais energia, o que contribui para uma melhor estabilidade estrutural em temperaturas elevadas.

A colagem apresentou melhores resultados de tensão de cisalhamento e menores deslocamentos quando comparada com laminados contendo o mesmo tipo de reforço e submetidos ao processo de soldagem. Essa diferença é explicada pelos dados de DMA da resina pura, que indicam uma perda significativa de rigidez em temperaturas superiores à

tg (acima de 60-80°C). A colagem foi realizada em condições mais favoráveis para manter a matriz rígida e garantir uma boa adesão.

As amostras de fibra de vidro apresentaram melhor adesão e maior resistência ao cisalhamento do que as de fibra de carbono, tanto para colagem quanto para soldagem. No DMA, o compósito de fibra de vidro manteve maior rigidez em uma faixa mais ampla de temperaturas, o que favoreceu a estabilidade das juntas. A melhor compatibilidade da matriz com a fibra de vidro também contribuiu para a melhor adesão.

Durante a soldagem por infravermelho, observou-se uma queda significativa na resistência ao cisalhamento com o aumento da temperatura de 150°C para 200°C. Essa queda é consistente com o comportamento da matriz de resina visto no DMA, onde a matriz perde rigidez e entra em um estado borrachoso acima de 100-130°C. As pressões mais altas também resultaram em menor resistência, provavelmente devido ao escoamento excessivo da resina.

O processo de colagem, realizado em uma faixa de temperatura abaixo da Tg, apresentou uma melhor qualidade de adesão do que a soldagem por infravermelho, que foi realizada em temperaturas mais altas, comprometendo a rigidez da matriz.

Embora o fabricante indique uma temperatura de 25°C para a cura da resina Elium® 150, os resultados mostram que essa temperatura representa uma cura parcial, pois resinas completamente curadas não apresentariam picos exotérmicos significativos acima da temperatura de cura. Isso sugere a necessidade de ajustes no processo de cura para alcançar a completa reticulação da resina. O perfil de aquecimento dos compósitos sob luz infravermelha mostrou-se viável para alcançar temperaturas acima da Tg, porém deve-se ficar atento a distância entre a fonte de luz e a superfícies da amostra a ser aquecida, visto que o aquecimento pode atingir temperaturas acima da temperatura determinada como temperatura de degradação e, portanto, atrapalhar o processo de união de materiais.

Foram soldados eficientemente compósitos contendo tecido de fibra de carbono e tecido de fibra de vidro foram produzidos por meio da técnica de aquecimento com luz infravermelha. Os corpos de prova fabricados com tecido de manta de vidro nas mesmas condições do tecido de carbono apresentaram maior adesividade no teste de cisalhamento, apesar da teoria indicar que a resina termoplástica seria responsável pela adesividade entre as partes, observou-se que o tipo de tecido apresentou influência na adesividade do material. Fato que pode ser explicado por vários fatores práticos, tais como a superfície das fibras de vidro pode ter proporcionado uma melhor ancoragem para a resina, a compatibilidade química entre a resina Elium® 150 e as fibras de vidro pode ser mais

favorável, e a menor rigidez das fibras de vidro pode ter permitido uma distribuição mais uniforme da resina durante o processo de colagem.

As análises de fraturas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) revelaram tanto falhas adesivas quanto coesivas. Observou-se que a baixa concentração de resina na região de adesão foi a principal causa dos baixos valores de adesividade, especialmente em amostras com tecido de carbono. As fraturas coesivas na matriz e a presença de áreas com resina inadequadamente distribuída indicam que a interface entre a matriz e o reforço não estava completamente preenchida, o que comprometeu a resistência da colagem. Esses resultados ressaltam a importância do controle rigoroso da quantidade de resina aplicada durante o processo de fabricação para garantir uma adesão eficaz e melhorar a performance dos compósitos. As amostras coladas apresentaram uma adesão mais forte e mais consistente, resultando em maiores tensões de cisalhamento e menores deslocamentos. As amostras de fibra de vidro apresentaram tensões de cisalhamento superiores em comparação às de fibra de carbono. Isso se deve à melhor compatibilidade da matriz acrílica com a fibra de vidro, como evidenciado pelas impressões das fibras na matriz observadas nas fractografias. Pressões mais altas durante a soldagem resultaram em menor resistência ao cisalhamento devido ao escoamento excessivo da resina. DMA mostrou que, acima da T_g , a matriz se tornou suscetível ao escoamento, sob pressão o comportamento foi intensificado, prejudicando a formação de uma interface adesiva adequada.

8. TRABALHOS FUTUROS

- Explorar experimentalmente diferentes parâmetros de radiação infravermelha, como intensidade, tempo de exposição e temperatura de processamento, para otimizar a qualidade das junções em compósitos termoplásticos reforçados.
- Estudar a aplicação de técnicas de soldagem/colagem com radiação infravermelha em uma variedade de compósitos, incluindo diferentes tipos de fibras e resinas, para identificar as combinações mais eficazes e ampliar as possibilidades de aplicação.
- Desenvolver e implementar técnicas avançadas de monitoramento em tempo real durante o processo de soldagem/colagem com radiação infravermelha, utilizando sensores de temperatura, câmeras termográficas e ultrassom, para assegurar a qualidade e uniformidade das junções dos compósitos.
- Investigar os efeitos a longo prazo da exposição à radiação infravermelha em compósitos, incluindo possíveis degradações e mudanças nas propriedades mecânicas, para avaliar a durabilidade dos materiais.
- Realizar estudos comparativos de custos e eficiência energética entre processos de soldagem/colagem tradicionais e a técnica de radiação infravermelha, para determinar a viabilidade econômica e ambiental do novo método.
- Explorar a aplicação da radiação infravermelha em compósitos híbridos, que combinam diferentes tipos de fibras e resinas, para desenvolver materiais com propriedades otimizadas para aplicações específicas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] G. Gohel, S. K. Bhudolia, J. Kantipudi, K. F. Leong, e R. J. Barsotti, “Ultrasonic welding of novel Carbon/Elum® with carbon/epoxy composites”, *Compos. Commun.*, vol. 22, nº August, p. 100463, 2020.
- [2] D. K. Rajak, D. D. Pagar, R. Kumar, e C. I. Pruncu, “Recent progress of reinforcement materials: A comprehensive overview of composite materials”, *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, nº 6, p. 6354–6374, 2019.
- [3] A. Siddique, Z. Iqbal, Y. Nawab, e K. Shaker, “A review of joining techniques for thermoplastic composite materials”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 0, nº 0, p. 1–38, 2022.
- [4] N. Han *et al.*, “Experimental and computational analysis of the polymerization overheating in thick glass/Elum® acrylic thermoplastic resin composites”, *Compos. Part B Eng.*, vol. 202, nº September, p. 108430, 2020.
- [5] R. Muthuraj, Y. Grohens, e B. Seantier, “Mechanical and thermal insulation properties of elum acrylic resin/cellulose nanofiber based composite aerogels”, *Nano-Structures and Nano-Objects*, vol. 12, p. 68–76, 2017.
- [6] S. K. Bhudolia, G. Gohel, K. F. Leong, e A. Islam, “Advances in ultrasonic welding of thermoplastic composites: A review”, *Materials (Basel)*, vol. 13, nº 6, 2020.
- [7] S. Prashanth, S. Km, K. Nithin, e S. Sachhidananda, “Journal of Material Sciences & Engineering Fiber Reinforced Composites - A Review”, *J. Mater. Sci. Eng.*, vol. 6, nº 3, 2017.
- [8] I. L. A. da S. Silva, “Propriedades e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas de juta”, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2014.
- [9] F. de A. A. Pereira, “Compósitos poliméricos híbridos reforçados com fibras de pet recicladas e partículas de sílica”, Universidade Federal de São João del Rei, 2016.
- [10] V. R. Tamakuwala, “Manufacturing of fiber reinforced polymer by using VARTM process: A review”, *Mater. Today Proc.*, vol. 44, p. 987–993, 2021.
- [11] W. Callister e D. G. Rethwisch, *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução*, 9ª. Rio de Janeiro: LTC, 2016.
- [12] R. Akkerman, M. Bouwman, e S. Wijskamp, “Analysis of the Thermoplastic Composite Overmolding Process : Interface Strength”, vol. 7, nº February, p. 1–16, 2020.
- [13] A. Zaami, I. Baran, T. C. Bor, e R. Akkerman, “Optical characterization of fiber-reinforced thermoplastic tapes for laser-based composite manufacturing”, *Compos. Part A*, vol. 146, nº April, p. 106402, 2021.
- [14] R. Fleming, L. C. Pardini, e N. Granado, “Obtenção e caracterização de copolímeros de Poliacrilonitrila (PAN) para uso em processos de fiação em extrusora”, *Matéria (Rio Janeiro)*, vol. 24, nº 3, 2019.
- [15] T. L. L. Oliveira, D. B. Bortoluzzi, L. C. M. Barbosa, e A. C. Ancelotti, “Acoustic Emission Analysis of Mode II Interlaminar Fracture Toughness of 3D Reinforced CFRP”, *Ndt*, vol. 2, nº 1, p. 32–52, 2024.
- [16] M. A. Yalcinkaya, E. M. Sozer, e M. C. Altan, “Effect of external pressure and resin flushing on reduction of process-induced voids and enhancement of laminate quality in

- heated-VARTM”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 121, n° December 2018, p. 353–364, 2019.
- [17] Y. Li, Q. Wang, e S. Wang, “A review on enhancement of mechanical and tribological properties of polymer composites reinforced by carbon nanotubes and graphene sheet : Molecular dynamics simulations”, *Compos. Part B*, vol. 160, n° December 2018, p. 348–361, 2019.
 - [18] J. Garofalo e D. Walczyk, “In situ impregnation of continuous thermoplastic composite prepreg for additive manufacturing and automated fiber placement”, *Compos. Part A*, vol. 147, n° April, p. 106446, 2021.
 - [19] M. C. C. B. Gomes, “Caracterização de Propriedades mecânicas de compósitos unidirecionais nanoestruturados”, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, 2019.
 - [20] M. E. Kazemi, L. Shanmugam, D. Lu, X. Wang, B. Wang, e J. Yang, “Mechanical properties and failure modes of hybrid fiber reinforced polymer composites with a novel liquid thermoplastic resin, Elium®”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 125, n° June, p. 105523, 2019.
 - [21] M. C. Alguacil, “Substitution of thermosets by thermoplastic resins in electrical insulation applications”, Luleå Tekniska Universitet, 2017.
 - [22] A. Van Grootel, J. Chang, B. L. Wardle, e E. Olivetti, “Manufacturing variability drives significant environmental and economic impact : The case of carbon fiber reinforced polymer composites in the aerospace industry”, *J. Clean. Prod.*, vol. 261, p. 121087, 2020.
 - [23] L. Shanmugam *et al.*, “Enhanced Mode I fracture toughness of UHMWPE fabric / thermoplastic laminates with combined surface treatments of polydopamine and functionalized carbon nanotubes”, *Compos. Part B*, vol. 178, n° May, p. 107450, 2019.
 - [24] J. Holmes, G. Vlandis, Z. Stachurski, R. Das, e P. Compston, “Failure behaviour in woven thermoplastic composites subjected to various deformation modes”, *Compos. Part A*, vol. 146, p. 106410, 2021.
 - [25] M. A. Valverde *et al.*, “Influence of component design on features and properties in thermoplastic overmoulded composites”, *Compos. Part A*, vol. 132, n° September 2019, p. 105823, 2020.
 - [26] F. Dave, M. M. Ali, R. Sherlock, A. Kandasami, e D. Tormey, “Laser transmission welding of semi-crystalline polymers and their composites: A critical review”, *Polymers (Basel)*, vol. 13, n° 5, p. 1–52, 2021.
 - [27] V. Zinnecker, C. M. Stokes-gri, A. Khudiakova, M. Wolfahrt, e P. Compston, “A comparative study for shear testing of thermoplastic-based composites and metal-composite hybrids”, *Compos. Part A*, vol. 137, n° April, p. 5, 2020.
 - [28] V. Wippo, Y. Winter, P. Jaeschke, O. Suttman, e L. Overmeyer, “The influence of laser welding processes on the weld seam quality of thermoplastic composites with high moisture content”, *Phys. Procedia*, vol. 83, p. 1064–1072, 2016.
 - [29] A. R. Chadwick, K. Kotzur, e S. Nowotny, “Moderation of thermoplastic composite crystallinity and mechanical properties through in situ manufacturing and post-manufacturing tempering : Part I – Mechanical characterisation”, *Compos. Part A*, vol. 143, n° April 2020, p. 106286, 2021.
 - [30] J. Chen, K. Fu, e Y. Li, “Understanding processing parameter effects for carbon fibre reinforced thermoplastic composites manufactured by laser-assisted automated fibre placement (AFP)”, *Compos. Part A*, vol. 140, n° June 2020, p. 106160, 2021.

- [31] J. Avenet, A. Levy, J. Bailleul, S. Le Corre, e J. Delmas, “Adhesion of high performance thermoplastic composites : Development of a bench and procedure for kinetics identification”, *Compos. Part A*, vol. 138, n° April, p. 1–10, 2020.
- [32] O. A. Raponi, B. R. Souza, L. C. M. Barbosa, e A. C. Ancelotti Junior, “Thermal, rheological, and dielectric analyses of the polymerization reaction of a liquid thermoplastic resin for infusion manufacturing of composite materials”, *Polym. Test.*, vol. 71, n° August, p. 32–37, 2018.
- [33] O. A. Raponi, L. C. M. Barbosa, B. R. De Souza, e A. C. Ancelotti Junior, “Study of the influence of initiator content in the polymerization reaction of a thermoplastic liquid resin for advanced composite manufacturing”, *Adv. Polym. Technol.*, vol. 37, p. 3579–3587, 2018.
- [34] M. Bodaghi, C. H. Park, e P. Krawczak, “Reactive Processing of Acrylic-Based Thermoplastic Composites: A Mini-Review”, *Front. Mater.*, vol. 9, n° June, p. 1–8, 2022.
- [35] W. Obande, D. Ray, e C. M. Ó. Brádaigh, “Viscoelastic and drop-weight impact properties of an acrylic-matrix composite and a conventional thermoset composite – A comparative study”, *Mater. Lett.*, vol. 238, p. 38–41, 2019.
- [36] S. S. Bamane, P. P. Deshpande, S. U. Patil, M. Maiaru, e G. M. Odegard, “Evolution of Physical, Thermal, and Mechanical Properties of Poly(methyl Methacrylate)-Based Elium Thermoplastic Polymer During Polymerization”, *J. Phys. Chem. C*, vol. 128, 2024.
- [37] G. K. Dossou *et al.*, “A mesoscale modelling approach of glass fibre/Elium acrylic woven laminates for low velocity impact simulation”, *Compos. Struct.*, vol. 252, n° June, p. 112671, 2020.
- [38] A. Monti, A. El Mahi, L. Guillaumat, e Z. Jendli, “Analyse de l ’ endommagement d ’ un composite à matrice thermoplastique renforcée de fibres de lin par émission acoustique”, in *22 Congrès Français de Mécanique*, 2015.
- [39] Q. Charlier, F. Lortie, P. Gerard, e J. Gerard, “INTERFACIAL ADHESION BETWEEN GLASS FIBERS AND ACRYLIC-BASED MATRICES AS STUDIED BY MICROMECHANICAL TESTING”, in *20th International Conference on Composite Materials*, 2015, n° July.
- [40] A. Aronica e D. Fossati, “Effects of resin and processing on mechanical properties of carbon fiber composites”, *Politécnico di Milano*, 2015.
- [41] J. Beguinell, G. Jean- François, L. Frédéric, G. Pierres, e M. Jérôme, “New Continuous Fiber Reinforced Thermoplastic Composites : An analysis of Interfacial Adhesion from the micro scale to the macro scale”, in *20th International Conference on Composite Materials*, 2015, n° July.
- [42] S. Jeon, S. Spencer, e P. Joiner, “Practical Lightweight Polymer Material for Heavy Duty Truck Application with Cost-Effective Surface Treatment for Paint Adhesion Performance - A Case Study”, 2015.
- [43] P. Davies, “Environmental degradation of composites for marine structures : new materials and new applications”, *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 374, n° 2071, 2016.
- [44] L. Shanmugam, M. E. Kazemi, Z. Rao, L. Yang, e J. Yang, “On the metal thermoplastic composite interface of Ti alloy/UHMWPE-Elium ® laminates”, *Compos. Part B*, vol. 181, n° November 2019, 2020.

- [45] N. Nash, C. Bachour-Sirerol, I. Manolakis, e A. J. Comer, “Thermoplastic infusible resin systems: Candidates for marine sector?”, in *ECCM18 - 18th European Conference on Composite Materials*, 2018, n° June, p. 1–7.
- [46] N. H. Nash, A. Portela, C. I. Banchour-Sirerol, I. Manolakis, e A. J. Comer, “Effect of environmental conditioning on the properties of thermosetting- and thermoplastic-matrix composite materials by resin infusion for marine applications”, *Compos. Part B*, vol. 177, n° August, p. 107271, 2019.
- [47] J. Bair, “Investigation of resin infusion consumable effect on fusion bond strenght in the manufacture of a thermoplastic vertical axis wind turbine prototype”, Universidade Estadual do Colorado (Colorado State University), 2020.
- [48] J. Lee e F. Zhao, “Global Wind Report 2021”, Belgium, 2021.
- [49] R. E. Murray *et al.*, “Structural validation of a thermoplastic composite wind turbine blade with comparison to a thermoset composite blade”, *Renew. Energy*, p. 18, 2020.
- [50] S. K. Bhudolia, G. Gohel, K. Fai, S. C. Joshi, K. F. Leong, e S. C. Joshi, “Damping, impact and flexural performance of novel carbon/Elum® thermoplastic tubular composites”, *Compos. Part B Eng.*, vol. 203, n° October, p. 108480, 2020.
- [51] R. S. Burgula, T. S. J. Basri, e K. C. Moha, “Elum composite resin -exuberant innovation which is easily processed by RTM , infusion and pultrusion”, *Int. J. Adv. Res. Eng. Technol.*, vol. 12, n° 1, p. 7, 2021.
- [52] S. van Oosterom, T. Allen, M. Battley, e S. Bickerton, “An objective comparison of common vacuum assisted resin infusion processes”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 125, n° July, p. 105528, 2019.
- [53] A. Hindersmann, “Confusion about infusion: An overview of infusion processes”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 126, n° August, p. 105583, 2019.
- [54] T. Gajjar, D. B. Shah, S. J. Joshi, e K. M. Patel, “Carbon fiber permeability characterization using VARTM process”, *Mater. Today Proc.*, vol. 44, p. 1560–1563, 2021.
- [55] R. Seba Joemon, J. Tojo, P. G. Abraham, S. S. Nair, N. George, e T. R. Rathish, “Numerical investigation of VARTM process using finite volume method”, *Mater. Today Proc.*, 2020.
- [56] X. Zeng, P. Schubel, e J. Lorrillard, “Modelling VARTM process induced variations on bending performance of composite Omega beams”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 90, p. 371–379, 2016.
- [57] R. Matsuzaki, M. Morikawa, Y. Oikawa, e K. Ushiyama, “Predicting thickness impregnation in a VaRTM resin flow simulation using machine learning”, *Compos. Part C Open Access*, vol. 5, n° May, p. 100158, 2021.
- [58] S. D. B. de Souza, “Avaliação dos parâmetros de soldagem para compósitos de PPS/fibras contínuas com aplicações aeronáuticas”, Universidade Estadual Paulista, 2013.
- [59] W. Li, H. Frederick, e G. Palardy, “Multifunctional films for thermoplastic composite joints: Ultrasonic welding and damage detection under tension loading”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 141, 2021.
- [60] R. E. Murray, J. Roadman, e R. Beach, “Fusion joining of thermoplastic composite wind turbine blades : Lap-shear bond characterization”, *Renew. Energy*, vol. 140, p. 501–512, 2019.

- [61] A. Pramanik *et al.*, “Composites : Part A Joining of carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites and aluminium alloys – A review”, *Compos. Part A*, vol. 101, p. 1–29, 2017.
- [62] L. C. M. Barbosa, “Estudo fractográfico de juntas soldadas de compósitos de PSS reforçado com fibras de carbono e de vidro ensaiadas em lap shear”, Universidade Federal de São Paulo, 2016.
- [63] S. K. Bhudolia, G. Gohel, L. Kah Fai, e R. J. Barsotti, “Fatigue response of ultrasonically welded carbon/Elum® thermoplastic composites”, *Mater. Lett.*, vol. 264, p. 127362, 2020.
- [64] W. Obande, C. M. Ó. Brádaigh, e D. Ray, “Continuous fibre-reinforced thermoplastic acrylic-matrix composites prepared by liquid resin infusion – A review”, *Compos. Part B*, vol. 215, 2021.
- [65] L. C. M. Barbosa, D. B. Bortoluzzi, e A. C. Ancelotti Junior, “Analysis of fracture toughness in mode II and fractographic study of composites based on Elum® 150 thermoplastic matrix”, *Compos. Part B Eng.*, vol. 175, n° June, p. 107082, 2019.
- [66] D. Brassard, M. Dubé, e J. R. Tavares, “Resistance welding of thermoplastic composites with a nanocomposite heating element”, *Compos. Part B Eng.*, vol. 165, n° February, p. 779–784, 2019.
- [67] W. Minkina, “Theoretical basics of radiant heat transfer – practical examples of calculation for the infrared (IR) used in infrared thermography measurements”, *Quant. Infrared Thermogr. J.*, vol. 18, n° 4, p. 269–282, 2021.
- [68] H. Xuan, Q. Guan, L. Zhang, e Z. You, “Thermoplastic Photoheating Polymer Enables 3D-Printed Self-Healing Light-Propelled Smart Devices”, vol. 2009568, p. 1–11, 2021.
- [69] S. Boztepe, O. De Almeida, R. Gilblas, Y. Le, F. Schmidt, e C. Gerlach, “International Journal of Thermal Sciences A combined experimental and numerical approach for radiation heat transfer in semi-crystalline thermoplastics”, vol. 142, n° March, p. 142–155, 2019.
- [70] J. Popp e D. Drummer, “Joining of continuous fiber reinforced thermoplastic/steel hybrid parts via undercutting pin structures and infrared heating”, *J. Adv. Join. Process.*, vol. 5, n° December 2021, p. 100084, 2022.
- [71] K. Stankiewicz, A. Lipkowski, P. Kowalczyk, M. Giżyński, e B. Waśniewski, “Resistance Welding of Thermoplastic Composites, Including Welding to Thermosets and Metals: A Review”, *Materials (Basel)*, vol. 17, n° 19, 2024.
- [72] M. Wagner, *Thermal Analysis in Practice: Fundamental Aspects*. Ohio: Hanser Publications, 2018.
- [73] M. Danek, M. Lutomski, W. Maniukiewicz, e M. Kozanecki, “The crystallinity of poly (butylene terephthalate) in mass-scale extrusion products as seen by differential scanning calorimetry”, *Polym. Adv. Technol.*, n° September, p. 1–16, 2020.
- [74] B. H. Soudmand, K. S. Nezhad, e Y. Salimi, “A combined differential scanning calorimetry-dynamic mechanical thermal analysis approach for the estimation of constrained phases in thermoplastic polymer nanocomposites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, n° February, p. 1–17, 2020.
- [75] D. C. Silveira, T. T. da Silva Braga, L. dos Santos Conejo, A. C. Ancelotti Junior, M. L. Costa, e E. C. Botelho, “Kinetic and viscoelastic study of liquid thermoplastic matrix based on methyl methacrylate copolymers”, *Mater. Res.*, vol. 26, 2023.

- [76] M. A. Bashir, “Use of Dynamic Mechanical Analysis (DMA) for Characterizing Interfacial Interactions in Filled Polymers”, *Solids*, vol. 2, p. 108–120, 2021.
- [77] T. G. Mezger, *The Rheology Handbook*, 4^a. Vincentz Network, 2014.
- [78] A. Zoller, P. Escalé, e P. Gérard, “Pultrusion of Bendable Continuous Fibers Reinforced Composites With Reactive Acrylic Thermoplastic ELIUM® Resin”, *Front. Mater.*, vol. 6, n° December, p. 1–9, 2019.
- [79] L. C. M. Barbosa, G. R. V. Duque, e A. C. Ancelotti Junior, “Temperature-frequency-dependent properties analysis of a bio-composite based on a new liquid thermoplastic resin reinforced with jute fibers”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 35, n° 11, p. 2125–2145, 2022.
- [80] L. C. Naatz, “Literature Review of Thermomechanical Analysis, Its Instrument Components and Applications”, Los Alamos, 2020.
- [81] M. Gizynski e B. R. Baishya, “Investigation of carbon fiber – reinforced thermoplastic polymers using thermogravimetric analysis”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, p. 1–15, 2019.
- [82] W. Obande *et al.*, “Thermal reshaping as a route for reuse of end-of-life glass fibre-reinforced acrylic composites”, *Compos. Part B Eng.*, vol. 257, n° December 2022, p. 110662, 2023.
- [83] A. Fernández, A. Redondo, J. Martín-de-León, e D. Cantero, “PMMA stability under hydrothermal conditions”, *J. Supercrit. Fluids*, vol. 198, n° April, p. 1–12, 2023.
- [84] X. Wang, J. He, W. Guo, e X. Guan, “Three-dimensional damage quantification of low velocity impact damage in thin composite plates using phased-array ultrasound”, *Ultrasonics*, vol. 110, n° September 2020, p. 106264, 2021.
- [85] N. Bouhamed *et al.*, “Ultrasound evaluation of the mechanical properties as an investigation tool for the wood-polymer composites including olive wood flour”, *Mech. Mater.*, vol. 148, n° June 2019, p. 103445, 2020.
- [86] S. K. Bhudolia, G. Gohel, J. Kantipudi, K. F. Leong, e P. Gerard, “Manufacturing and investigating the load, energy and failure attributes of thin ply carbon/Elidium® thermoplastic hollow composites under low-velocity impact”, *Mater. Des.*, vol. 206, n° 109814, p. 1–19, 2021.
- [87] H. S. Mansur, R. L. Orefice, e M. de M. Pereira, “Capítulo 7. Técnicas de Caracterização de Materiais”, *Biomateriais - Fundam. e Apl.*, n° Capítulo 17, p. 44, 2012.
- [88] J. J. Murray, C. Robert, K. Gleich, E. D. McCarthy, e C. M. Ó Brádaigh, “Manufacturing of unidirectional stitched glass fabric reinforced polyamide 6 by thermoplastic resin transfer moulding”, *Mater. Des.*, vol. 189, 2020.
- [89] “ASTM D3528 - 96: Standard Test Method for Strength Properties of Double Lap Shear Adhesive Joints by Tension Loading”, West Conshohocken, PA, 2016.
- [90] “ASTM D5868-01: Standard Test Method for Lap Shear Adhesion for Fiber Reinforced Plastic (FRP) Bonding”, West Conshohocken, PA, 2014.
- [91] “ASTM D3418-15: Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry”, West Conshohocken, PA, 2005.
- [92] “ASTM E2041-13: Standard Test Method for Estimating Kinetic Parameters by Differential Scanning Calorimeter Using the Borchardt and Daniels Method”, West Conshohocken, PA, 2018.

- [93] “ASTM E2160 - 04: Standard Test Method for Heat of Reaction of Thermally Reactive Materials by Differential Scanning Calorimetry”, West Conshohocken, PA, 2018.
- [94] S. Z. H. Shah *et al.*, “Compression and buckling after impact response of resin-infused thermoplastic and thermoset 3D woven composites”, *Compos. Part B*, vol. 207, 2021.
- [95] N. Phan-Thien e N. Mai-Duy, *Understanding viscoelasticity: an introduction to rheology*, 3^a. Springer International Publishing, 2017.
- [96] A. Deshpande, M. J. Krishnan, e P. B. S. Kumar, *Rheology of Complex Fluids*. London: Springer, 2010.
- [97] S. Demska *et al.*, “Mechanical recycling of CFRPs based on thermoplastic acrylic resin with the addition of carbon nanotubes”, *Sci. Rep.*, vol. 14, n° 1, p. 1–11, 2024.
- [98] K. T. L. Trinh, D. A. Thai, e N. Y. Lee, “Bonding Strategies for Thermoplastics Applicable for Bioanalysis and Diagnostics”, *Micromachines*, vol. 13, n° 9, p. 1–20, 2022.
- [99] J. Chen, J. Li, L. Xu, W. Hong, Y. Yang, e X. Chen, “The glass-transition temperature of supported PMMA thin films with hydrogen bond/plasmonic interface”, *Polymers (Basel)*, vol. 11, n° 4, 2019.
- [100] Y. Song *et al.*, “Enhanced Interfacial Properties of Carbon Nanomaterial-Coated Glass Fiber-Reinforced Epoxy Composite: A Molecular Dynamics Study”, *Front. Mater.*, vol. 8, n° January, p. 1–10, 2022.
- [101] W. Wu, “Mechanical Performance/Cost Ratio Analysis of Carbon/Glass Interlayer and Intralayer Hybrid Composites”, *Coatings*, vol. 14, n° 7, 2024.
- [102] R. Krueger e A. Bergan, “Advances in Thermoplastic Composites Over Three Decades- A Literature Review”, n° May, 2024.
- [103] M. Gebhardt *et al.*, “Reducing the raw material usage for room temperature infusible and polymerisable thermoplastic CFRPs through reuse of recycled waste matrix material”, *Compos. Part B Eng.*, vol. 216, n° March, p. 108877, 2021.
- [104] A. B. R. M. Abrahão, “Otimização do processo de soldagem por resistência elétrica em compósitos PEI/fibras contínuas para aplicações aeronáuticas”, Universidade Estadual Paulista, 2015.
- [105] T. Khan, F. Hafeez, e R. Umer, “Repair of Aerospace Composite Structures Using Liquid Thermoplastic Resin”, *Polymers (Basel)*, vol. 15, n° 6, 2023.
- [106] N. Han, I. Baran, J. Seyyed, M. Zanjani, O. Yuksel, e L. An, “Experimental and computational analysis of the polymerization overheating in thick glass / Elium® acrylic thermoplastic resin composites”, *Compos. Part B*, vol. 202, n° September, p. 108430, 2020.
- [107] D. Cao, “Fusion joining of thermoplastic composites with a carbon fabric heating element modified by multiwalled carbon nanotube sheets”, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 128, n° 9–10, p. 4443–4453, 2023.
- [108] P. Dobrzański, “Bonding of High Temperature Thermoplastic Carbon Composites with Resistance Welding Technique”, *Trans. Aerosp. Res.*, vol. 2018, n° 3, p. 1–13, 2018.
- [109] N. Han, O. Yuksel, J. S. M. Zanjani, L. L. An, R. Akkerman, e I. Baran, “Experimental Investigation of the Interlaminar Failure of Glass/Elium® Thermoplastic Composites Manufactured With Different Processing Temperatures”, *Appl. Compos. Mater.*, vol. 29, n° 3, p. 1061–1082, 2022.

- [110] A. Matta, V. R. Yadavalli, L. Manas, M. Kadleckova, V. Pavlinek, e T. Sedlacek, “Surface Treatments’ Influence on the Interfacial Bonding between Glass Fibre Reinforced Elixir® Composite and Polybutylene Terephthalate”, *Materials (Basel)*., vol. 17, n° 13, 2024.
- [111] A. E. Alajmi, T. Alsaeed, J. G. Alotaibi, J. K. Srelam, e B. F. Yousif, “Investigating the lap shear adhesion of coir and glass-fibre reinforced epoxy bonding to mild steel with varying volume fractions”, *Front. Mech. Eng.*, vol. 9, n° July, p. 1–9, 2023.
- [112] X. Li, S. Kumar, e Y. H. Kim, “Lap shear properties of CF/PEKK composites through nanoparticle-enhanced adhesive joints”, *Int. J. Mod. Phys. B*, vol. 38, n° 12–13, p. 1–10, 2024.
- [113] C. Brauner, S. Nakouzi, L. Zweifel, e J. Tresch, “Co-curing behaviour of thermoset composites with a thermoplastic boundary layer for welding purposes”, *Adv. Compos. Lett.*, vol. 29, p. 1–9, 2020.
- [114] Y. M. Hwang, H. S. Yoon, e M. Kim, “Ultraviolet Irradiation Surface Treatment to Enhance the Bonding Strength of Polyamide-Based Carbon Fiber Reinforced Thermoplastic Polymers”, *Polymers (Basel)*., vol. 16, n° 20, 2024.
- [115] A. P. Pisharody e D. E. Smith, “Effect of interlayer adherend inclusions on strength of composite bonded joints”, *Compos. Struct.*, vol. 291, n° March, p. 115531, 2022.
- [116] G. Han, B. Tan, F. Cheng, B. Wang, Y. K. Leong, e X. Hu, “CNT toughened aluminium and CFRP interface for strong adhesive bonding”, *Nano Mater. Sci.*, vol. 4, n° 3, p. 266–275, 2022.
- [117] D. Mamalis, W. Obande, V. Koutsos, J. R. Blackford, C. M. Ó Brádaigh, e D. Ray, “Novel thermoplastic fibre-metal laminates manufactured by vacuum resin infusion: The effect of surface treatments on interfacial bonding”, *Mater. Des.*, vol. 162, p. 331–344, 2019.

ANEXO A

Micrografias de amostras soldadas e coladas

As micrografias abaixo representam as superfícies fraturadas com maiores valores absolutos de tensão máxima de cisalhamento para cada uma das configurações. Devido à natureza termoplástica da resina acrílica, a realização destas micrografias foi extremamente desafiadora, visto que o feixe de elétrons aquecia a amostra e influenciava na qualidade das imagens obtidas.

Figura 60 – ~Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 150°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X

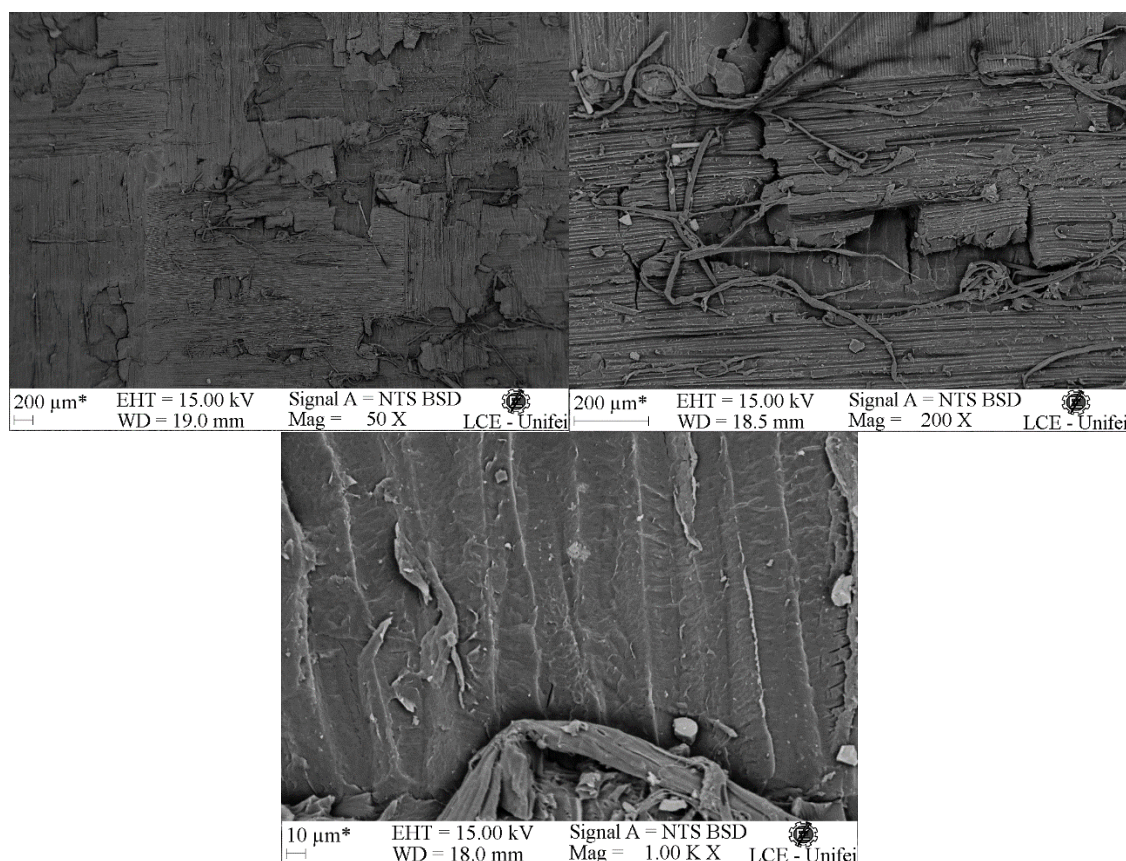


Figura 61: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 150°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X

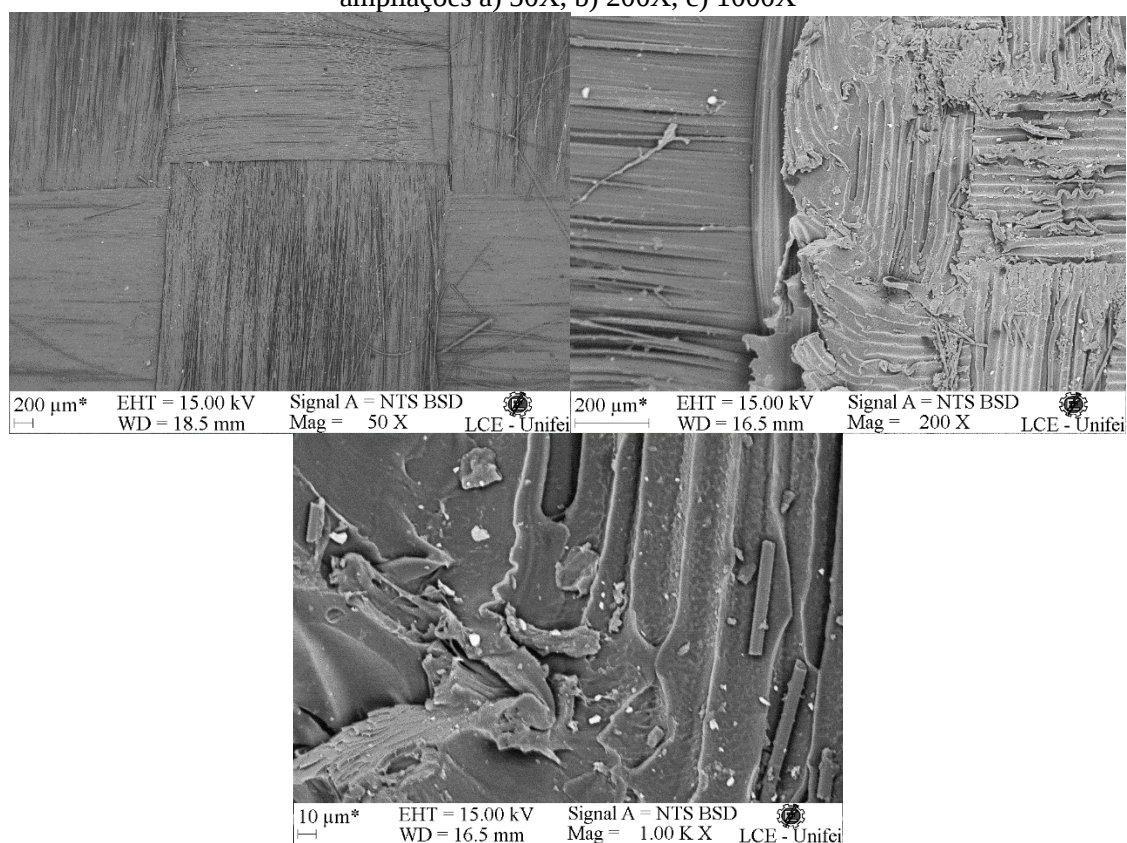


Figura 62: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 175°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X.

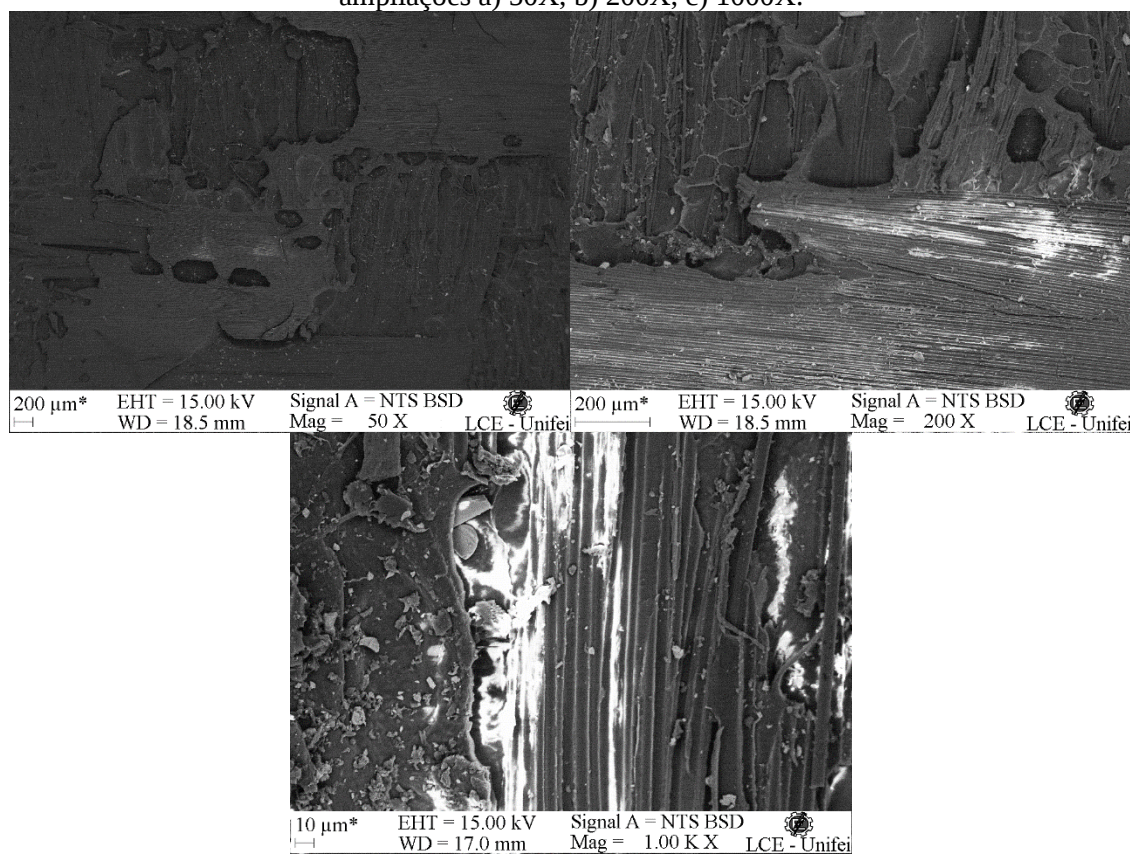


Figura 63: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

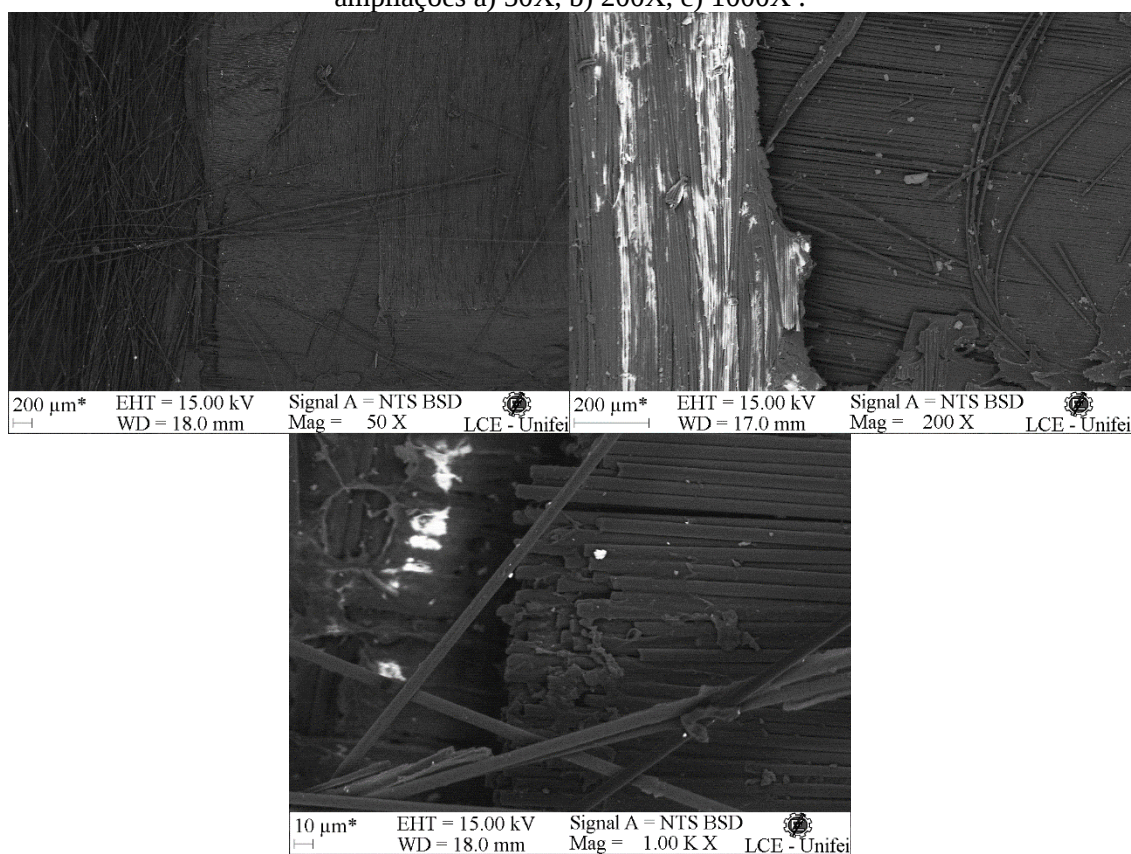


Figura 64: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 200°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

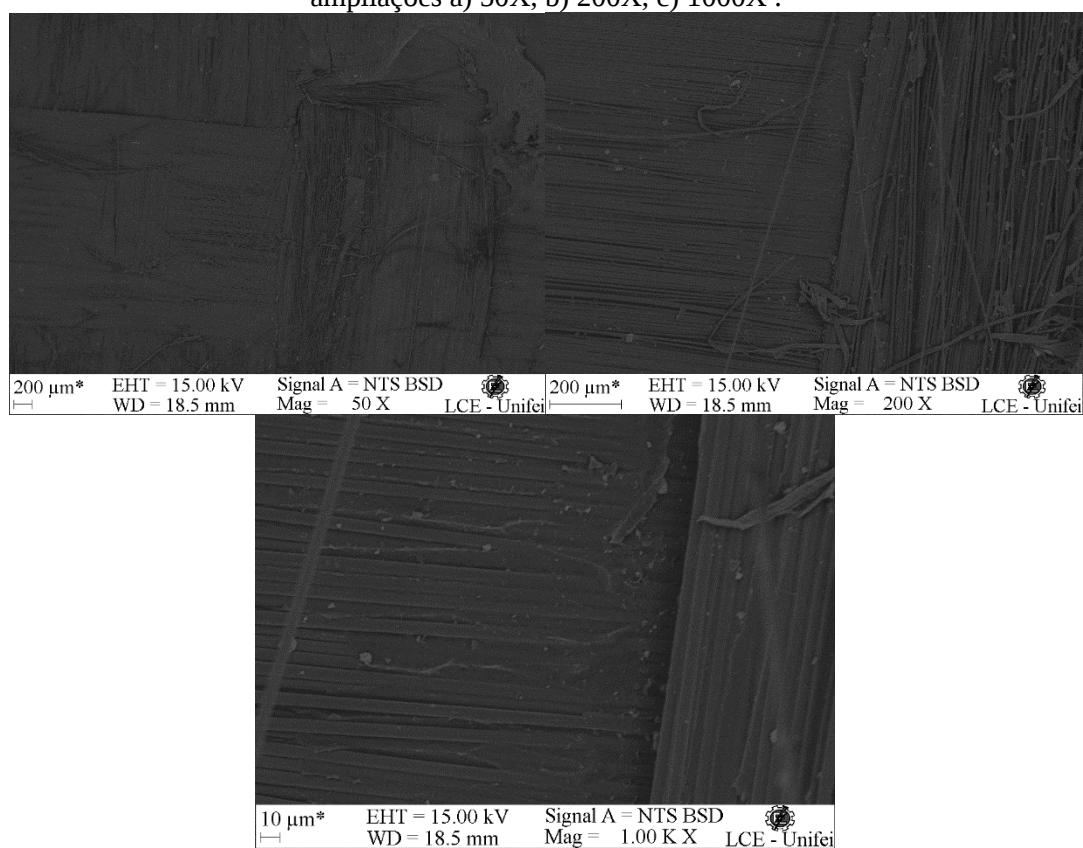


Figura 65: Micrografias de juntas soldadas de fibra de carbono a 200°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

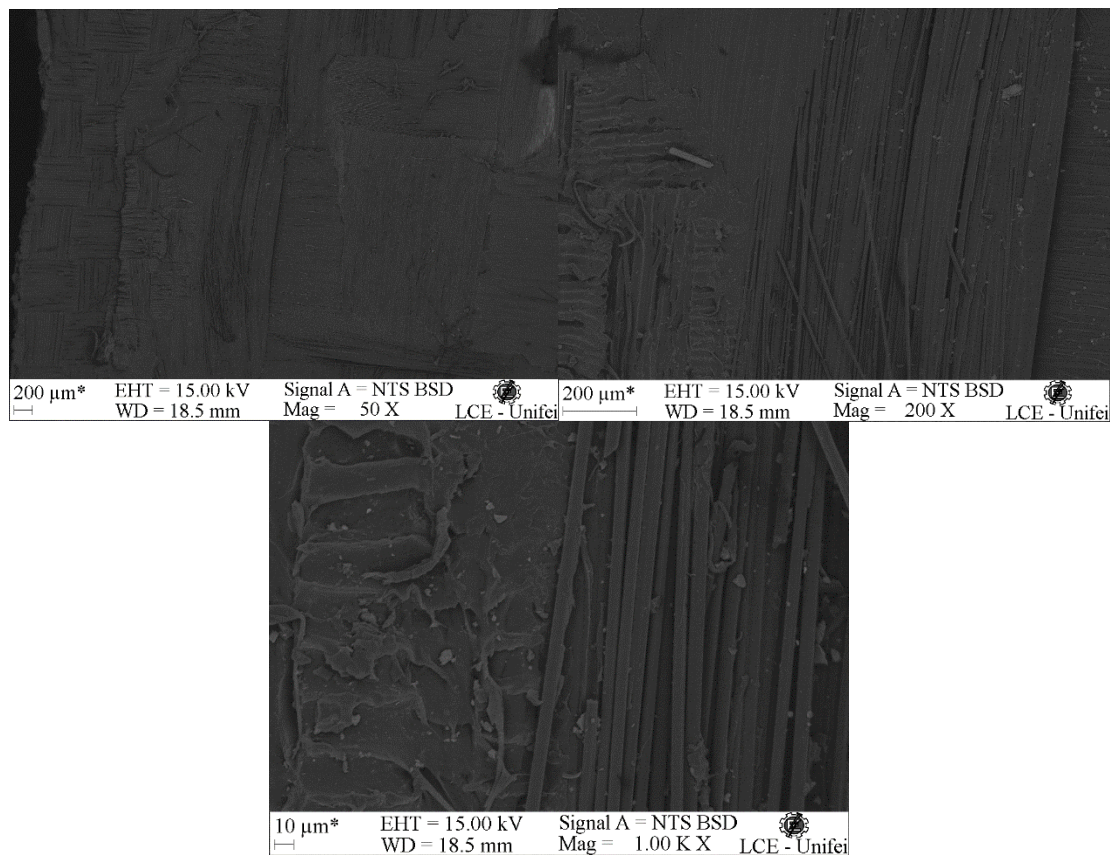


Figura 66: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 150°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

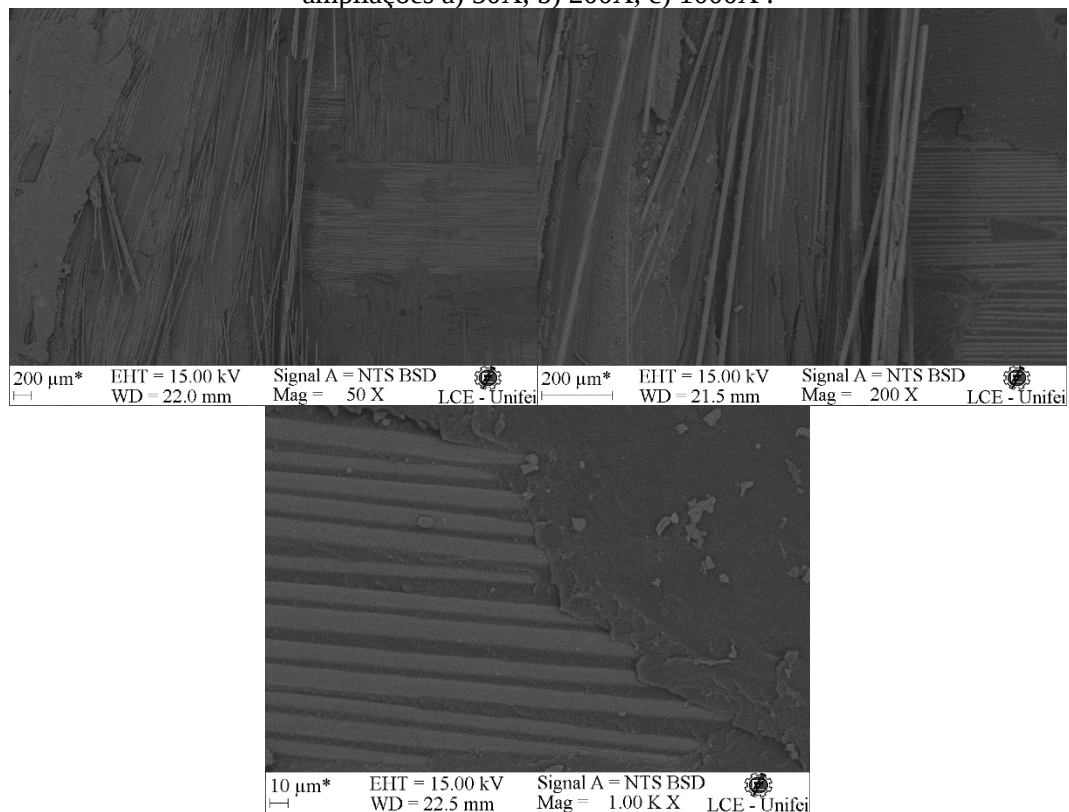


Figura 67: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 150°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

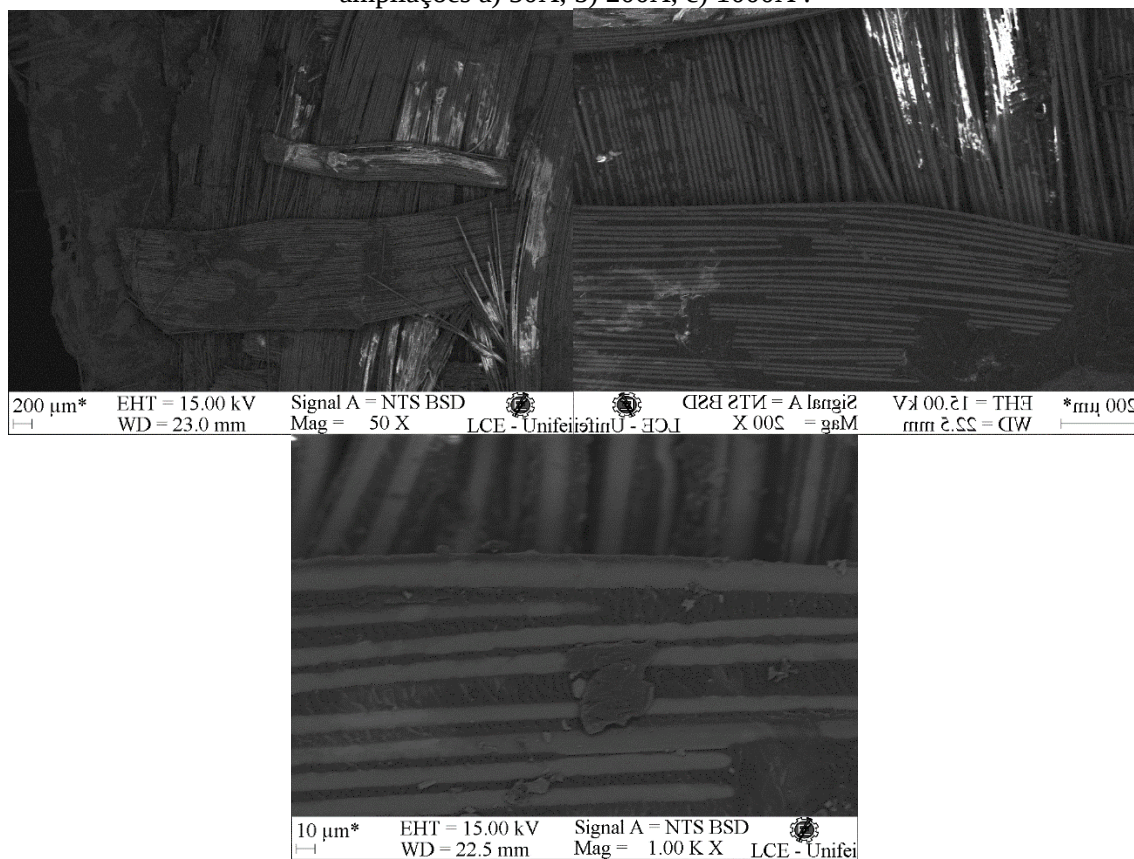


Figura 68: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 175°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

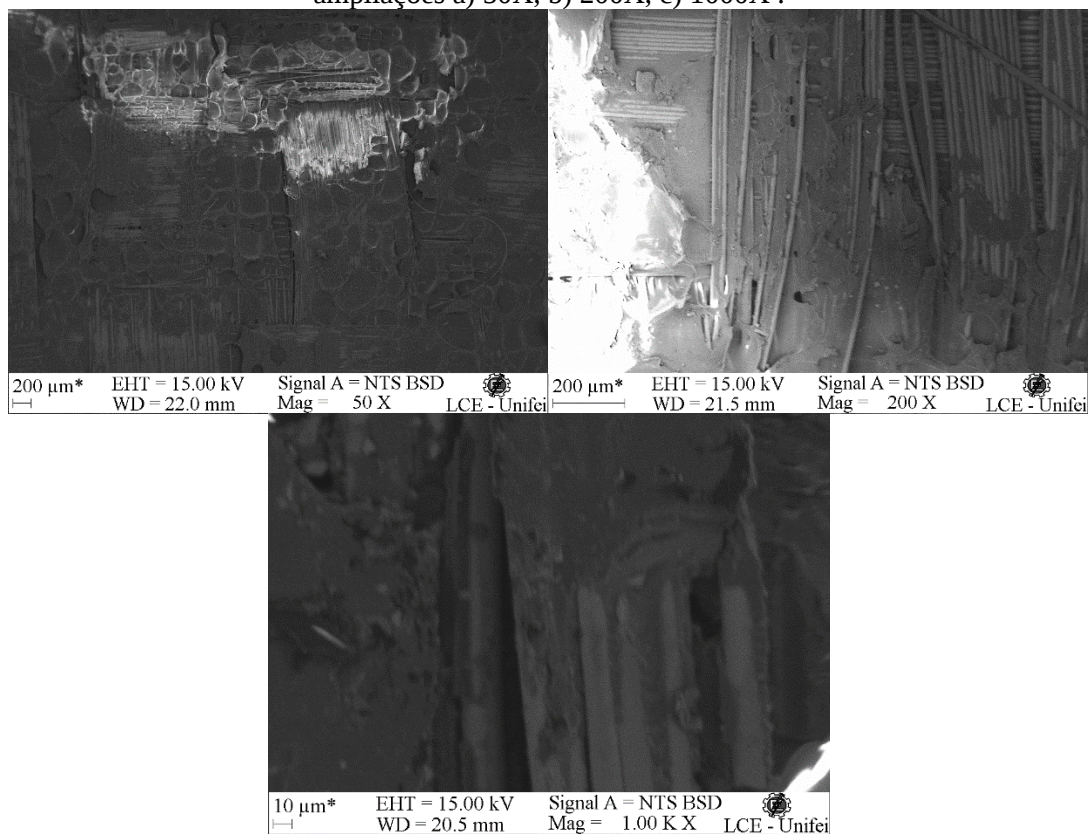


Figura 69: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 175°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X .

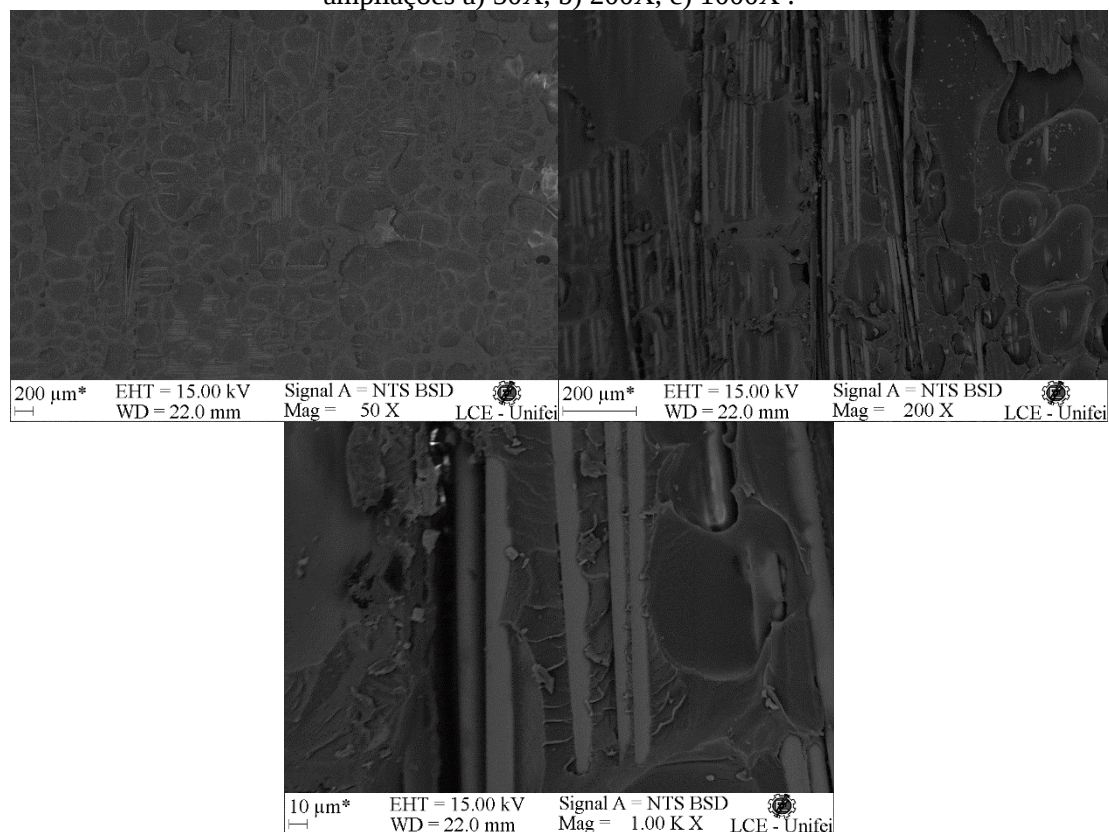


Figura 70: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 200°C e 0,4 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X

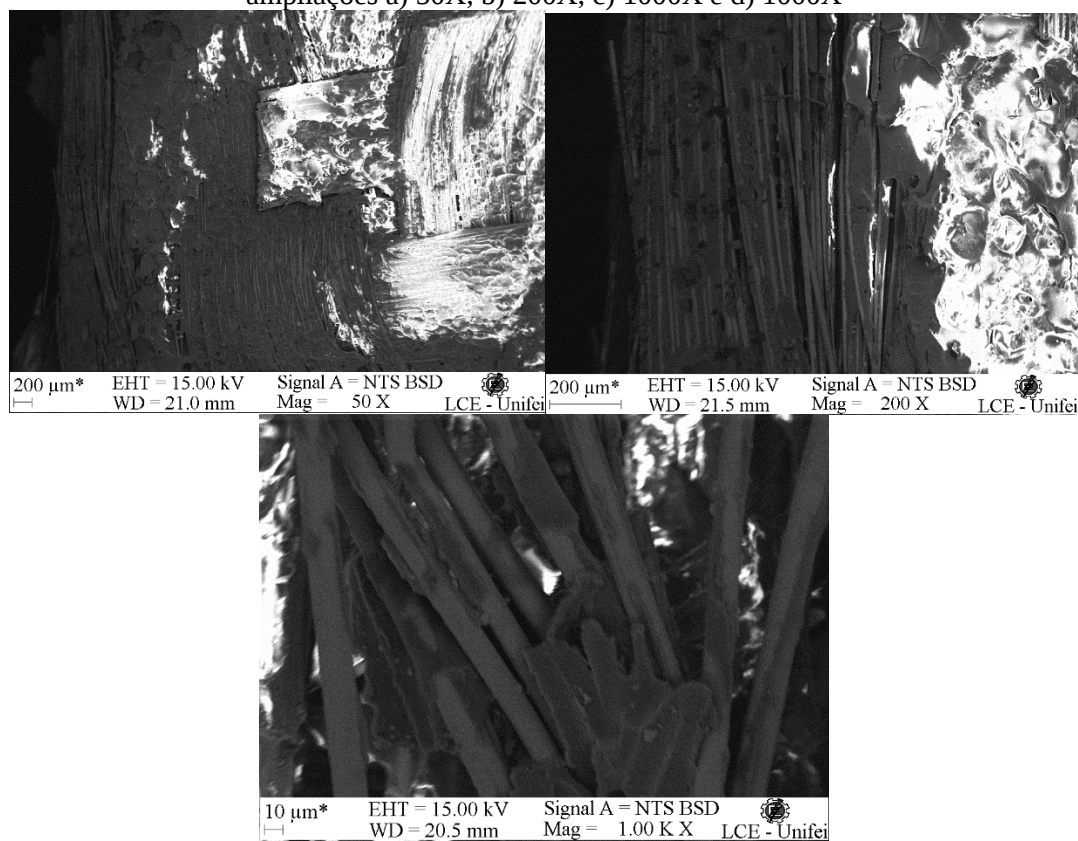


Figura 71: Micrografias de juntas soldadas de fibra de vidro a 200°C e 0,5 MPa em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X

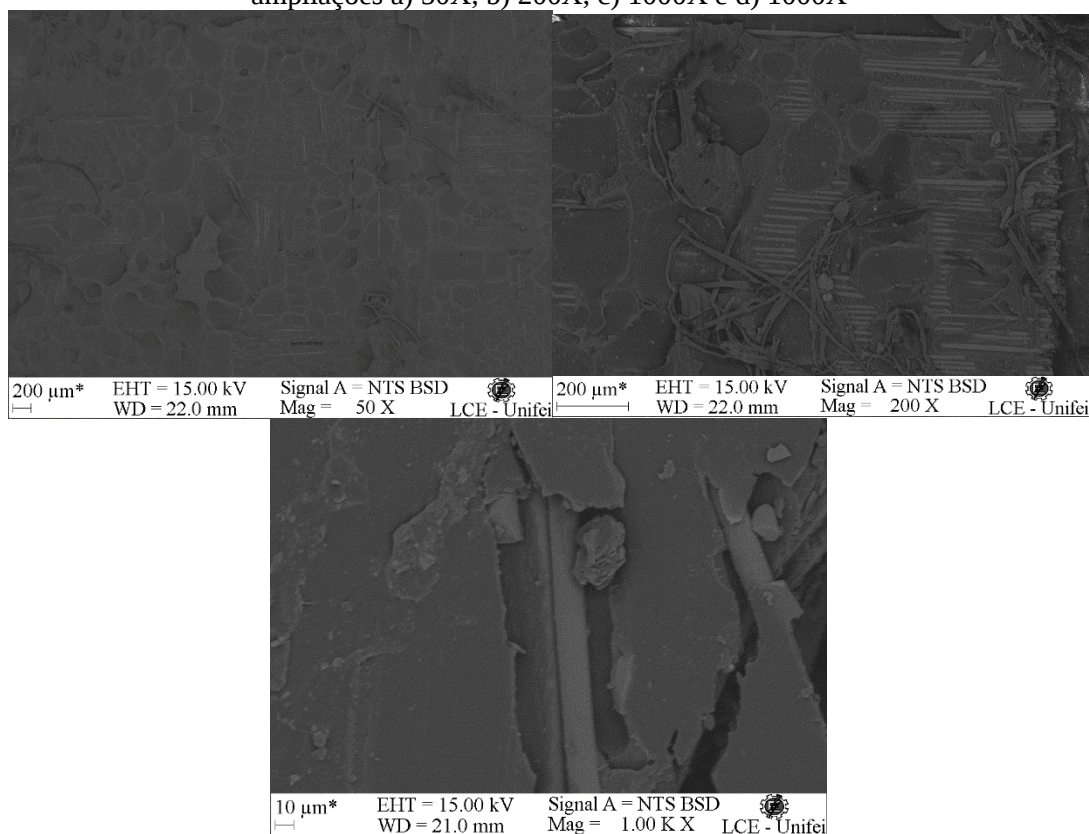


Figura 72: Micrografias de juntas coladas de fibra de carbono em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X

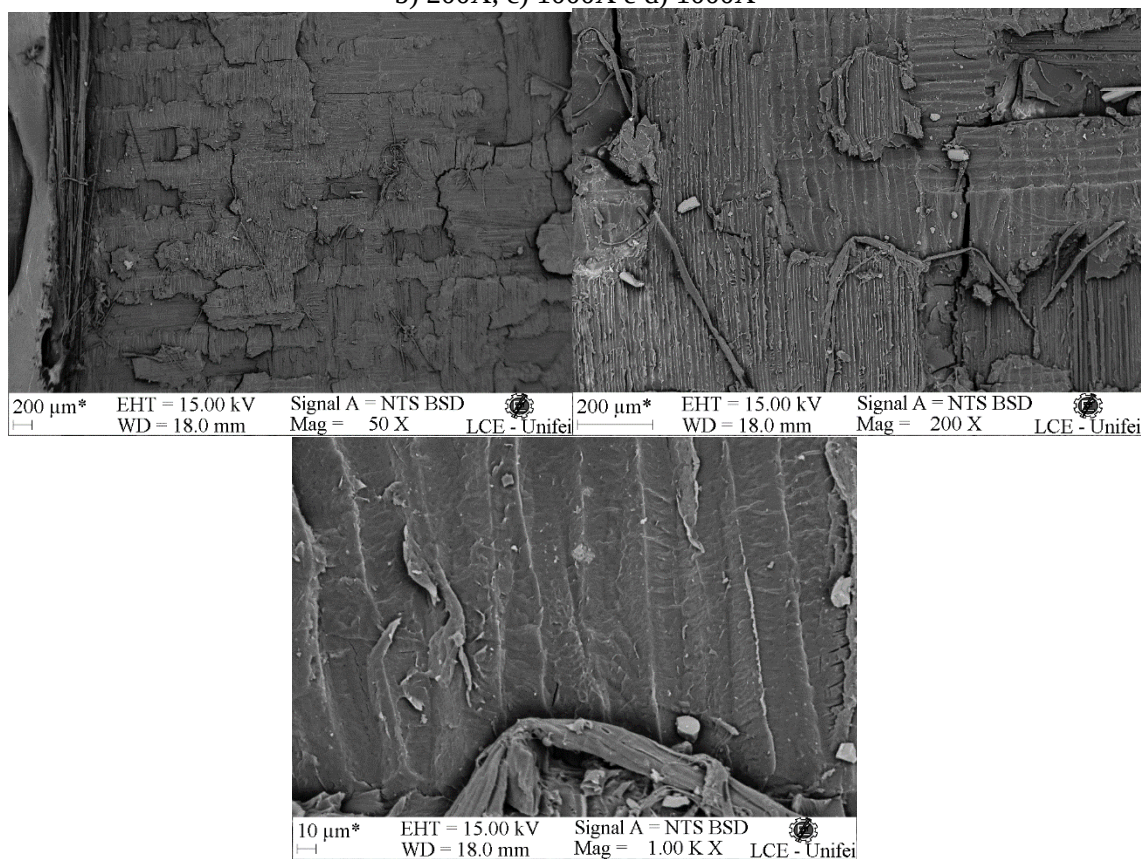
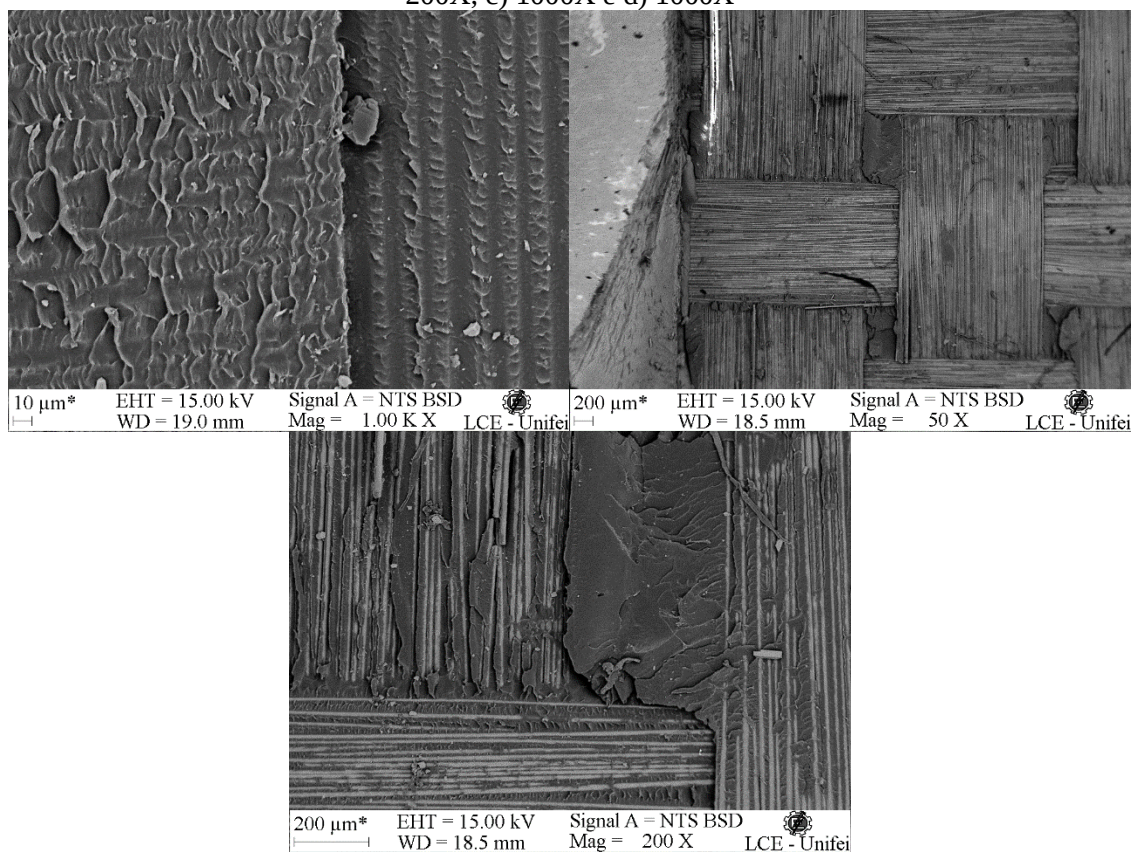


Figura 73: Micrografias de juntas coladas de fibra de vidro em diferentes ampliações a) 50X, b) 200X, c) 1000X e d) 1000X



ANEXO B

Ficha técnica da resina Elium® 150.

ELIUM® 150

Technical Datasheet

LIQUID THERMOPLASTIC RESIN FOR GLASS-REINFORCED COMPOSITE

The ELIUM® 150 is a low viscosity liquid, thermoplastic resin for infusion and RTM processes.

Through the use of the same low pressure processes and equipments used today to produce thermoset composite parts, these formulations lead to the production of thermoplastic composites reinforced by continuous glass, carbon or natural fibers. The resulting thermoplastic composite parts show mechanical properties similar to those of parts made of epoxy resins while presenting the major advantages of being post-thermoformable and recyclable and of offering new possibilities for composite/composite or composite/metal assemblies.

APPLICATIONS AND USE	ELIUM® 150 resin can be used to produce aesthetic or structural composites reinforced by glass, carbon, or other continuous fibers. This resin can be used for RTM (Resin Transfer Molding), VARI (Vacuum Assisted Resin Infusion) and other closed mold processes.																
TYPICAL LIQUID RESIN PROPERTIES	<table><tr><th colspan="2">Property⁽¹⁾ at 25 °C</th></tr><tr><td colspan="2">Colorless Limpid Liquid</td></tr><tr><td>Liquid Specific Gravity</td><td>1.01 g/cm³</td></tr><tr><td>Viscosity Brookfield LVF #2, 60 rpm</td><td>100 mPa.s</td></tr></table> (1) Properties are typical values based on material tested in our laboratories. Typical values should not be construed as a guaranteed analysis of any specific lot or as specification items.	Property ⁽¹⁾ at 25 °C		Colorless Limpid Liquid		Liquid Specific Gravity	1.01 g/cm ³	Viscosity Brookfield LVF #2, 60 rpm	100 mPa.s								
Property ⁽¹⁾ at 25 °C																	
Colorless Limpid Liquid																	
Liquid Specific Gravity	1.01 g/cm ³																
Viscosity Brookfield LVF #2, 60 rpm	100 mPa.s																
TYPICAL CURING CHARACTERISTICS	The ELIUM® resins are 2K based formulations that undergo radical polymerization to produce thermoplastic composite matrices. The polymerization is initiated by Peroxide compounds (Luperox®). Typical open time and peak time with 3% Luperox® EZ-FLO are: <table><tr><th>Reactivity⁽²⁾ (200 grams)</th><th>Infusion open time</th><th>Injection open time</th><th>Peak time</th></tr><tr><td>15 °C</td><td>30 min.</td><td>35 min.</td><td>50 min.</td></tr><tr><td>20 °C</td><td>25 min.</td><td>30 min.</td><td>40 min.</td></tr><tr><td>25 °C</td><td>20 min.</td><td>25 min.</td><td>33 min.</td></tr></table> (2) If a lower reactivity infusion resin is needed, we recommend to use the Elium® 180. Please contact your Arkema representative for more information. The demolding can take place 5-10 minutes after reaching the peak exotherm. Open time is the amount of time during which the viscosity of the resin is low enough to inject the resin. Temperature and peroxide ratio will affect the open and peak times. The recommended peroxide ratio is from 1,5% (slow reactivity) to 3% (higher reactivity). Out of this range the resin will not polymerize properly. Room temperature polymerization leads to high conversion rate, so post-curing is generally not needed. If maximum mechanical properties are desired, post-curing at 80 °C for 4 hours is beneficial. Vinyl ester or epoxy molds with a glass transition of 100-120 °C are recommended.	Reactivity ⁽²⁾ (200 grams)	Infusion open time	Injection open time	Peak time	15 °C	30 min.	35 min.	50 min.	20 °C	25 min.	30 min.	40 min.	25 °C	20 min.	25 min.	33 min.
Reactivity ⁽²⁾ (200 grams)	Infusion open time	Injection open time	Peak time														
15 °C	30 min.	35 min.	50 min.														
20 °C	25 min.	30 min.	40 min.														
25 °C	20 min.	25 min.	33 min.														

ELIUM® 150

**INFUSION
PROCESSING**

Processing by infusion can be carried out at a vacuum ranging from 100 mbar to 500 mbar, due to the good fiber impregnation behavior of the resin. Before introducing the peroxide into the resin, firmly close the container and shake vigorously. If using BPO pastes, skip the shaking step. Resin and peroxide must be mixed carefully for two minutes, to reach a homogeneous color and no particles, especially at the bottom and on the sides of the mixing pot. It is recommended to position a perforated plastic film or a cap on top of the pot during infusion, to reduce the smell in the workshop and prevent curing inhibition caused by air. The low viscosity of Elium® 150 allows a quick and complete fiber wetting with infusion distance up to 500 mm. Processing by infusion can be carried out at a vacuum pressure ranging from 100 mbar to 500 mbar, due to the good fiber impregnation behavior of the resin. The flow mesh length and break length between the resin inlet(s) and vacuum tube(s) have to be dimensioned to allow a full impregnation of the laminate in 10-15 minutes at 25 °C, with an additional 5-10 cm of break material before the vacuum tube, to avoid resin entering into the vacuum tubes. Following impregnation speeds can be used to dimension flow mesh and brake lengths:

- resin impregnation speed into a laminate with flow mesh: 10 cm/min on average (15 cm for the first minute)
- resin impregnation speed into a laminate without flow mesh: 1 cm/min in average

The remaining resin in the pot will generally foaming and change color during the peak exotherm.

If this resin is be used in combination with a pump system (for mixing and/or infusing), the machine has to be cleaned daily with acetone for the resin circuit and with water for the peroxide circuit.

**INJECTION
PROCESSING**

Light RTM processing of Elium® 150 can be done under similar conditions than standard polyester resins. Specific injection machines are required to pump the Luperon® EZ FLO, so standard machines designed for MEKP should not be used. Contact your representative to have the details on the machine type. The machine has to be cleaned daily with acetone for the resin circuit and with water for the peroxide circuit.

**TYPICAL MECHANICAL
PROPERTIES**

Properties of a 4 mm unfilled resin casting	Value	ISO method
Rockwell Hardness (M)	100	2039
Shore D Hardness	85-90	868
Tensile Strength	76 MPa	527
Tensile Modulus	3.300 MPa	527
Tensile Deformation	6 %	527
Flexural Strength	130 MPa	178
Flexural Modulus	3.250 MPa	178
Compression Strength	130 MPa	684
Specific Gravity	1,19	1183
Heat Deflection Temperature	109 °C	75/A
Maximum Continuous Temperature Service	85 °C	-
Water Uptake (8 days)	0,5%	62
Coefficient of Linear Expansion	0,065 mm/m/°C	2155-1
Fracture Toughness Stress Intensity, K_{Ic}	1,2 MPa.m ^{0.5}	13586

Properties of a composite aesthetic part ⁽³⁾	Value	ISO method
Flexural Strength	270 MPa	14125
Flexural Modulus	9.600 MPa	14125
In-plane Shear Modulus	2.500 MPa	14129

Properties of a composite structural part ⁽⁴⁾	Value	ISO method
--	-------	------------

Arkema
89 boulevard National
F-92257 La Garenne-Colombes Cedex – France
Tel.: +33 (0)1 78 66 23 00
Fax: +33 (0)1 78 66 23 97
elium-composites.com

ARKEMA
INNOVATIVE CHEMISTRY

Arkema, Luperon, and Elium are registered trademarks of Arkema. © 2015 Arkema. All rights reserved.
 - Decree 01/02/03 - Decree - Ordonnance - Arrêté - Décret - Arrêté - Décret - Arrêté - Décret - Arrêté - Décret

ELIUM® 150

	Tensile Strength	557 MPa	527
	Tensile Modulus	27 GPa	527
	Flexural Strength	700 MPa	14125
	Flexural Modulus	27 GPa	14125
	Compressive Strength	347 MPa	14126
	Compressive Modulus	28 GPa	14126
	In-plane Shear Modulus	5.600 MPa	14129
	Charpy Impact Strength (un-notched)	206 kJ/m ²	179/2D
	Properties of a UD composite part⁽⁵⁾		
	Tensile Strength 0°	1.005 MPa	527
	Tensile Modulus 0°	47 GPa	527
	Tensile Strength 90°	53 MPa	527
	Tensile Modulus 90°	12 GPa	527
	Flexural Strength	1.230 MPa	14125
	Flexural Modulus	45 GPa	14125
Compression Strength	900 MPa	14126	
Lap shear Strength	22 MPa	4587	
Interlaminar Fracture Toughness Energy, G _{IC}	1.370 J/m ²	15024	
	(3) Molded by RTM with Rovcore™ 450/B5/450(16) from Chomarat, fiber volume content: 11%		
	(4) Molded by RTM with a plain weave fabric from Chomarat, fiber volume content: 53%		
	(5) Molded by infusion, with UD from Chomarat, fiber volume content: 58%		
THERMOFORMING	Fiber-reinforced Elium® parts can be thermoformed with heat and pressure. The use of a water-free peroxide for the Elium® polymerization is recommended when composite parts need to be thermoformed. This process requires the heating of the consolidated part at 180-200 °C for a few minutes, and the compression at a pressure between 5 and 20 bars depending on the reinforcement type and the thickness of the part.		
ADHESIVE ASSEMBLY	Fiber-reinforced composites made with ELIUM® resins can be assembled with adhesives. The SAF® 30 adhesive, from AEC Polymers, is recommended for structural bonding. A cohesive rupture is obtained with tensile lap shear strength at 17,5 MPa, according to the EN-1465. This adhesive is also recommended to bond metals, with lap-shear strength ranging from 18 to 21 MPa (aluminum 1050A, 6060 and 6061, stainless steel, steel).		
STANDARD PACKAGES	These resins are supplied in non-returnable drums with net weight of 200 kg.		
STORAGE	The shelf life of the resin in original sealed container is 6 months at a temperature not higher than 25 °C.		
	For further information we advise you to read carefully the current Safety Data Sheet.		

The statements, technical information and recommendations contained herein are believed to be accurate as of the date hereof. Since the conditions and methods of use of the product and of the information referred to herein are beyond our control, ARKEMA expressly disclaims any and all liability as to any results obtained or arising from any use of the product or reliance on such information; NO WARRANTY OF FITNESS FOR ANY PARTICULAR PURPOSE, WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR ANY OTHER WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, IS MADE CONCERNING THE GOODS DESCRIBED OR THE INFORMATION PROVIDED HEREIN. The information provided herein relates only to the specific product designated and may not be applicable when such product is used in combination with other materials or in any process. The user should thoroughly test any application before commercialization. Nothing contained herein constitutes a license to practice under any patent and it should not be construed as an inducement to infringe any patent and the user is advised to take appropriate steps to be sure that any proposed use of the product will not result in patent infringement.

See MSDS for Health & Safety Considerations
Date: September 2016

Arkema
89 boulevard National
F-92257 La Garenne-Colombes Cedex - France
Tel.: +33 (0)1 78 66 23 00
Fax: +33 (0)1 78 66 23 97
elium-composites.com

ARKEMA
INNOVATIVE CHEMISTRY

Arkema - Société anonyme au capital de 630 296 930 euros - 445 071 685 RCS Nanterre
- Dirigeant : M. Jean-Louis Baudry - Directeur Général : M. Jean-Louis Baudry - Arkema, ARCC