



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de
basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e
carregamento hidrostático**

VINICIUS GOMES DE OLIVEIRA

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do
Grau de Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear – Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Leonardo Gondim de
Andrade e Silva**

**São Paulo
2022**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de
basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e
carregamento hidrostático**

Versão Corrigida

Versão Original disponível no IPEN

VINICIUS GOMES DE OLIVEIRA

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do
Grau de Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear – Materiais**

Orientador:

**Prof. Dr. Leonardo Gondim de
Andrade e Silva**

**São Paulo
2022**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

G.DE OLIVEIRA, V. . **"Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e carregamento hidrostático"**. 2022. 78 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN, São Paulo. Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br/>> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

G.de Oliveira, Vinicius
"Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e carregamento hidrostático" / Vinicius G.de Oliveira; orientador Leonardo Gondim de Andrade e Silva. -- São Paulo, 2022.
78 f.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2022.

1. Fluência. 2. Compósitos. 3. EPÓXI. 4. Fibra de Basalto. 5. Fibra de Vidro. I. Gondim de Andrade e Silva, Leonardo , orient. II. Título.

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

OLIVEIRA, Vinicius G. de. ***Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e carregamento hidrostático.*** 2022. 78 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN. São Paulo. Disponível em: <>. Acesso em: data.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: Vinicius Gomes de Oliveira

Título: Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e carregamento hidrostático.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Data: 24/05/2022

Banca examinadora:

Prof. Dr.: Leonardo Gondim de Andrade e Silva **Julgamento:** Aprovado

Instituição: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN

Prof. Dr.: Maria Cecília Conceição Evora **Julgamento:** Aprovado

Instituição: Instituto de Estudos Avançados – IEAv

Prof. Dr.: Hélio Wiebeck **Julgamento:** Aprovado

Instituição: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - EPUSP

DEDICATÓRIA

Este trabalho é dedicado às minhas amadas Daniele (esposa) e Helena (filha).

AGRADECIMENTO

Agradeço a Deus pelo dom da vida, pela saúde, disposição e entusiasmo diários que me possibilitam executar as mais variadas atividades como pai de família, militar e profissional da engenharia do nosso país.

Agradeço à Marinha do Brasil (MB) pela oportunidade e confiança em mim depositada mediante ato de designação para a realização do Mestrado em Tecnologia Nuclear no IPEN, possibilitando o aumento da minha capacitação técnica, pessoal e profissional.

Em especial, meu agradecimento aos Diretores, Oficiais, Servidores Civis e demais membros das tripulações do Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo (CTMSP), da Diretoria de Desenvolvimento Nuclear da Marinha (DDNM) e do Centro de Coordenação de Estudos da Marinha em São Paulo (CEMSP) por todo apoio que tenham prestado em contribuição à conclusão deste trabalho.

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Leonardo Gondim de Andrade e Silva, servidor do IPEN, por todo o apoio, dedicação e orientação acadêmica a mim prestada, sem as quais não seria possível concluir este trabalho.

Da mesma forma agradeço ao Prof. Dr. Gerson Marinucci, servidor do IPEN, pela orientação técnica, acadêmica, revisão e apoio a mim prestado durante todas as fases deste estudo.

Agradeço aos Professores, Servidores e Colegas Discentes do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN aos quais tive o privilégio de conhecer e conviver durante todo o período de estudos e pesquisa dedicados ao desenvolvimento deste trabalho de Mestrado.

RESUMO

OLIVEIRA, Vinicius G. de. **Análise do comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de basalto/epóxi e de vidro/epóxi submetidos a diferentes temperaturas e carregamento hidrostático.** 2022. 78 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN. São Paulo.

O presente estudo teve por objetivo avaliar o comportamento de fluência de compósitos cilíndricos de fibra de basalto e resina epóxi e de fibra de vidro e resina epóxi aplicando-se um carregamento hidrostático constante pelo período de 500 horas em duas diferentes temperaturas: 22 °C, considerada como temperatura ambiente, e 50 °C. Os cilindros foram manufacturados utilizando-se a técnica de enrolamento filamentar (*filament winding*), com a cura da matriz em estufa na temperatura final de 150 °C. As propriedades mecânicas foram determinadas por meio dos valores de pressão e deformação de ruptura, bem como as propriedades físico-químicas por meio de ensaios térmicos. As análises microestruturais foram feitas utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) e teve como um dos principais objetivos identificar o comportamento da interface fibra/matriz. As micrografias mostraram também uma excelente homogeneidade na impregnação das fibras pela matriz. Os resultados da temperatura de transição vítrea (T_g) apontaram valores entre 120 e 124 °C, para a fibra de basalto/epóxi e vidro/epóxi, respectivamente, indicando uma cura controlada das matrizes poliméricas. As frações volumétricas de fibra foram obtidas por análise TGA e resultaram em valores de 55% e 57%, respectivamente para os compósitos de basalto/epóxi e vidro epóxi, indicando também um elevado grau de ajuste nos parâmetros de fabricação dos cilindros. Os valores de deformação máximos na fluência medidos na superfície dos cilindros na temperatura ambiente e na temperatura de 50 °C foram respectivamente 1,2% e 1,25% para o compósito com fibra de basalto e 0,72% e 0,82% para os compósitos com fibra de vidro. Os resultados nominais de deformação na direção radial (tração) foram em média 4 vezes maiores que os valores registrados na direção longitudinal (compressão) para ambos os cilindros. Os cilindros de fibra de basalto/epóxi apresentaram maiores valores nominais de deformação em

fluência quando comparados com os cilindros de fibra de vidro/epóxi sob as mesmas condições de carregamento hidrostático e tempo de ensaio. Assim, foi possível conhecer de maneira adequada, as características mecânicas de deformação e fluência dos materiais compósitos de FB/epóxi e de FV/epóxi.

Palavras-chave: enrolamento filamentar; fluência; compósitos; epóxi; fibra de basalto; fibra de vidro.

ABSTRACT

OLIVEIRA, Vinicius G. de. **Creep behavior analysis of BFRP and GFRP cylinder subjected to hydrostatic pressure at different temperatures.** 2022. 78 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN. São Paulo.

The present study aimed to evaluate the creep behavior of cylindrical Basalt Fiber Reinforced Polymer made by epoxy resin and of Glass Fiber Reinforced Polymer made by epoxy resin, applied at constant hydrostatic pressure for a period of 500 h at two different temperatures: 22 °C, considered as room temperature, and 50 °C. The cylinders were manufactured using the filament winding technique, with the matrix curing in an oven at a final temperature of 150 °C. The mechanical properties were determined through the values of pressure and rupture deformation, as well as the physicochemical properties through thermal assays. The microstructural analyzes were performed using a scanning electron microscope (SEM) and one of the main objectives was to identify the behavior of the fiber/matrix interface. The micrographs also showed excellent homogeneity in the impregnation of the fibers by the matrix. Results of the glass transition temperature (T_g) showed values between 120 and 124 °C, for the BFRP and GFRP, respectively, indicating a well-controlled curing of the polymeric matrices. Volumetric fiber fractions were obtained by the TGA method and resulted in values of 55% and 57%, respectively, for the BFRP and GFRP, also indicating a high degree of adjustment in the cylinder manufacturing parameters. The maximum creep values measured on the surface of the cylinders at room temperature and at 50 °C were respectively 1.2% and 1.25% for the BFRP and 0.72% and 0.82% for GFRP. The deformation results in the radial direction (traction) were on average 4 times greater than the values recorded in the longitudinal direction (compression) for both cylinders. BFRP cylinders showed higher creep strain value than GFRP cylinders under the same conditions of hydrostatic loading and time experienced. Thus, it was possible to properly know the mechanical characteristics of deformation and creep of composite materials of FB/epoxy and FV/epoxy.

Key words: filament winding; fluency; composites; epoxy; basalt fiber; fiberglass.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química típica da fibra de vidro e da fibra de basalto	26
Tabela 2 – Comparação das propriedades mecânicas da fibra de basalto e fibra de vidro do tipo E	26
Tabela 3 – Comparação das propriedades mecânicas da fibra de basalto e outras fibras	26
Tabela 4 – Propriedades físicas de diversas classes de fibras de vidro	32
Tabela 5 – Propriedades físicas e mecânicas de fibras de vidro	32
Tabela 6 – Propriedades de matérias-primas de FV e de FB	40
Tabela 7 – Dados de processo de fabricação dos cilindros da matriz polimérica e das FB e das FV	41
Tabela 8 – Propriedades do sistema com resina epóxi.....	42
Tabela 9 – Frações volumétricas para cilindros de fibra de basalto/epóxi	54
Tabela 10 – Frações volumétricas para cilindros de fibra de vidro/epóxi.....	54
Tabela 11 – Temperatura de transição vítrea de FB/epóxi e de FV/epóxi	57
Tabela 12 – Valores de pressão de ruptura (MPa) dos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi	64

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Disponibilidade do basalto na Terra.....	21
Figura 2 – Fibra de basalto: a) fibras discretas; b) bobinas de filamento contínuo	22
Figura 3 – Esquema de equipamento para produção de fibra de basalto.....	23
Figura 4 – Esquema de equipamento para produção de fibra de basalto a partir do método Junkers.....	24
Figura 5 – Absorção de energia e força máxima de impacto em fibras basalto e de vidro E.....	27
Figura 6 – Diagrama de tensão versus deformação de fibra de basalto e de fibra de vidro	28
Figura 7 – Exemplo de gráfico com fluência e recuperação	29
Figura 8 – Estrutura básica da sílica: a) desordenada formando o vidro; b) estrutura ordenada cristalina.....	30
Figura 9 – Imagens de fibras de vidro: a) fibras de vidro desenroladas; b) fibra de vidro tecida.....	31
Figura 10 – Esquema do processo convencional de fabricação de fibra de vidro.....	34
Figura 11 – Exemplo de um gráfico gerado pela técnica de DSC (curva calorimétrica), mostrando a temperatura de transição vítrea (T_g), a temperatura de cristalização (T_c) e a temperatura de fusão (T_m).....	37
Figura 12 – Esquema da presença de fibras na formação de compósitos de fibra/matriz polimérica	38
Figura 13 – Sistema de cura em estufa	41
Figura 14 – Exemplar de uma máquina para processo de <i>filamento winding</i>	42
Figura 15 – Exemplo de enrolamento angular de filamentos contínuos: a) enrolamento helicoidal e b) enrolamento circunferencial	43
Figura 16 – Sistema de impregnação de resina.....	44
Figura 17 – Bobinamento helicoidal intermediário a -30° com reforço de FB.....	45
Figura 18 – Arranjo para a determinação da densidade por Arquimedes ou deslocamento de água.....	47
Figura 19 – Calorímetro Mettler-Toledo DSC-3 utilizado neste estudo para realização de DSC	48
Figura 20 – Equipamento de MEV FEI Inspect S50 utilizado no presente trabalho para análise de ruptura das fibras.....	49
Figura 21 – Fixação dos <i>strain gages</i> no cilindro a) FB/epóxi; b) FV/epóxi	50
Figura 22 – Dispositivo de ensaio hidrostático: a) desenho de projeto; b) cilindro montado para ensaio; c) bico de injeção de fluido	52
Figura 23 – Unidade de controle da máquina de pressão hidrostática com forno de aquecimento do cilindro	52
Figura 24 – Determinação de valores de T_g para as FB/epóxi e FV/epóxi por DSC.	56
Figura 25 – Imagens de danos na região de ruptura do cilindro: a) FB/epóxi; b) FV/epóxi.....	58

Figura 26 – Filamentos de FB/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura.....	59
Figura 27 – Filamentos de FB/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura.....	60
Figura 28 – Filamentos de FV/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura.....	61
Figura 29 – Filamentos de FV/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura.....	61
Figura 30 – Cilindro de FB/epóxi: a) no início do teste; b) após ruptura com a conclusão do teste de fluência.....	63
Figura 31 – Cilindro de FV/epóxi: a) no início do teste; b) após a ruptura com a conclusão do teste de fluência.....	63
Figura 32 – Fluência radial do cilindro de FB/epóxi em diferentes temperaturas.....	65
Figura 33 – Fluência total do cilindro de FB/epóxi em diferentes temperaturas.....	66
Figura 34 – Fluência longitudinal do cilindro de FB/epóxi em diferentes temperaturas.....	67
Figura 35 – Fluência radial do cilindro de FV/epóxi em diferentes temperaturas.....	68
Figura 36 – Fluência total do cilindro de FV/epóxi em diferentes temperaturas.....	69
Figura 37 – Fluência longitudinal do cilindro de FV/epóxi em diferentes temperaturas.....	70

LISTA DE ABREVIATURAS

- CNC – Comando numérico computadorizado
- dc – Densidade do compósito
- DSC – Calorimetria exploratória diferencial
- FB – Fibra de basalto
- FC – Fibra de carbono
- FV – Fibra de vidro
- FP – Forno pequeno
- IPEN – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
- MEV – Microscopia eletrônica de varredura
- M_f – Massa da fibra
- M_m – Massa da matriz
- T_g – Temperatura de transição vítrea
- TGA – Termogravimetria
- v_f – Frações volumétricas de fibra
- v_m – Frações volumétricas de matriz
- v_v – Frações volumétricas de vazios

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 OBJETIVOS	20
2.1 Objetivos gerais	20
2.2 Objetivos específicos	20
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
3.1 Fibra de basalto	21
3.1.1 Produção da FB	23
3.1.2 Comparação de propriedades físico-químicas, mecânicas e processo produtivo da FB com fibras tradicionalmente utilizadas	24
3.1.3 Desempenho dos compósitos baseados em fibra de basalto	28
3.2 Fibra de vidro	29
3.3 Fibras como material de reforço na fabricação de compósitos	34
3.4 Temperatura de transição vítrea	35
3.4.1 Determinação da T_g por meio da técnica calorimetria exploratória diferencial	36
3.5 Fração volumétrica	37
3.6 Microscopia eletrônica de varredura	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 Matérias-primas	39
4.2 Fabricação e preparação das amostras	42
4.3 Determinação das frações volumétricas e densidades	45
4.4 Determinação da T_g dos materiais compósitos	47
4.5 Avaliação da microestrutura da fibra após ruptura	48
4.6 Sensores do tipo extensômetros nas estruturas cilíndricas	49
4.7 Dispositivos e equipamento para ensaios hidrostáticos de pressão	50
4.8 Sistema de aquisição de dados	53
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	54
5.1 Frações volumétricas dos cilindros	54
5.2 Análise térmica dos materiais	56
5.3 Análise macroscópica do perfil de ruptura	57
5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras de FB/epóxi e de FV/epóxi	58
5.5 Ensaios de fluência nos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi	62

5.5.1 Fluência radial a diferentes temperaturas em cilindro de FB/epóxi.....	64
5.5.2 Fluência longitudinal a diferentes temperaturas em cilindro de FB/epóxi	66
5.5.3 Fluência radial a diferentes temperaturas em cilindro de FV/epóxi.....	67
5.5.4 Fluência longitudinal a diferentes temperaturas em cilindro de FV/epóxi	69
6 CONCLUSÕES	71
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	73
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	74

1 INTRODUÇÃO

A fibra de basalto (FB) pode ser considerada como um material ambientalmente correto de alta disponibilidade devido à sua origem mineral (rochas vulcânicas), apresentando excelente desempenho em diversas áreas da engenharia, como exemplo, produção de estruturas em concreto (HIGH et al., 2015), indústria automotiva (NA et al., 2018), indústria petroquímica (SALEEM; MEDINA e SKRIFVARS, 2020), transporte (LIU; SHAW e PARNAS, 2005) e energia nuclear (IPBÜKER et al., 2015). Seu uso tem sido investigado como reforço em materiais compósitos, devido às suas características de resistência mecânica e térmica, propriedades físico-químicas, boa durabilidade e boa capacidade para aplicação em processos contínuos em fios (MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019; WANG et al., 2019; BALAJI et al., 2020; YAN, 2020).

Além disso, seu módulo de elasticidade entre 93 e 115 GPa, apresenta valores maiores que as fibras provenientes de processamento químico como alguns tipos de fibra de vidro (FV), sua resistência à tração maior do que a FV e a tensão de ruptura e resistência à corrosão maiores que alguns tipos de fibra de carbono (FC). A FB apresenta, também, boa resistência ácido-alcalina e a solventes, excelentes propriedades elétricas não condutoras, ótimo isolamento acústico e menores custos que a FC e FV. A reação de basalto com ar e água não é tóxica e o material não é combustível (SOARES et al., 2016; MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019; WANG et al., 2019).

A produção de FB tem se desenvolvido nas últimas décadas com aumento dos processos de trituração e derretimento do mineral de basalto em alto fornos que possuem características de fabricação semelhantes à produção de FV (COLOMBO; VERGANI e BURMAN, 2012). Apesar da similaridade com o processo de fabricação da FV, a FB não exige a inserção de aditivos químicos prejudiciais ao meio ambiente e requer menores quantidades de energia. Por estes motivos, existem claros benefícios em termos econômicos e ambientais para manutenção e ampliação das plantas produtivas de FB (FIORE et al., 2015).

Outro fator diretamente associado à FB é sua utilização para fabricação de materiais compósitos, consistindo na formação de um material novo a partir de dois ou mais materiais reagentes, cujo produto detenha melhores propriedades

físico-químicas que os materiais originais constituintes. Para isso, pode-se utilizar resinas poliméricas termofixas ou termoplásticas como a epóxi ou plástico, respectivamente. As resinas de epóxi são materiais termofixos, curadas por tratamentos térmicos e/ou químicos, com excelente resistência química e propriedades mecânicas, sendo amplamente utilizados na indústria na fabricação de materiais compósitos nas últimas décadas (MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019; MA; SÁNCHEZ-RODRÍGUEZ e KAMO, 2021).

Para a definição do compósito é admitido que haja uma composição entre um material particulado e uma matriz, possibilitando a interação de diferentes propriedades físicas e químicas, apresentando uma interface entre a fibra e a matriz em escala macroscópica. O material obtido pela associação desses diferentes elementos constituintes apresenta na maioria das vezes melhores propriedades que a de seus elementos separadamente (MARINUCCI, 2011).

Esses materiais têm sido investigados pela engenharia por serem compósitos reforçados por fibra, cujas características podem ser influenciadas dependendo da fibra e matriz escolhida, variando conforme aplicação. Esta análise é necessária para determinar o desempenho do compósito (KHANDELWAL e RHEE, 2020).

As características do material final advêm do efeito sinérgico das características dos constituintes, que variam conforme a qualidade da fibra, da interação entre fibra e a resina, a fração volumétrica e a posição da fibra dentro do compósito (DHAND et al., 2015).

Um potencial dos materiais compósitos é apresentar propriedades que atendam a uma determinada demanda do produto de acordo com a correta seleção da fibra e da matriz, das frações volumétricas dos materiais constituintes e da orientação do elemento de reforço na estrutura. Neste contexto, a seleção e o desenvolvimento apropriado do compósito para aplicações em elementos de máquina utilizados no ciclo do combustível nuclear pode se mostrar vantajoso em relação ao uso de materiais tradicionais como aços e ligas metálicas.

Assim, podem-se identificar diversas vantagens no uso de FB, quando comparadas a outros reforços em fibras mais comuns, como FV e FC, bem como

o uso de compósitos baseados em FB para diversos usos. Dessa forma, a utilização da FB como reforço em materiais de compósitos para diversas aplicações industriais e sua possível utilização como elemento substituinte de fibras comumente utilizadas, como FV e FC, deve ser investigado. Assim, o presente trabalho teve como proposta avaliar, o comportamento de fluência do compósito baseado em FB/epóxi e comparar seus resultados com a FV/epóxi, em testes de carregamento hidrostático sob pressão e tempo constante sob diferentes temperaturas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

Avaliar o comportamento de cilindros de compósitos de fibra de basalto/epóxi e fibra de vidro/epóxi submetidos a carregamento hidrostático sob tensão constante em função da temperatura.

2.2 Objetivos específicos

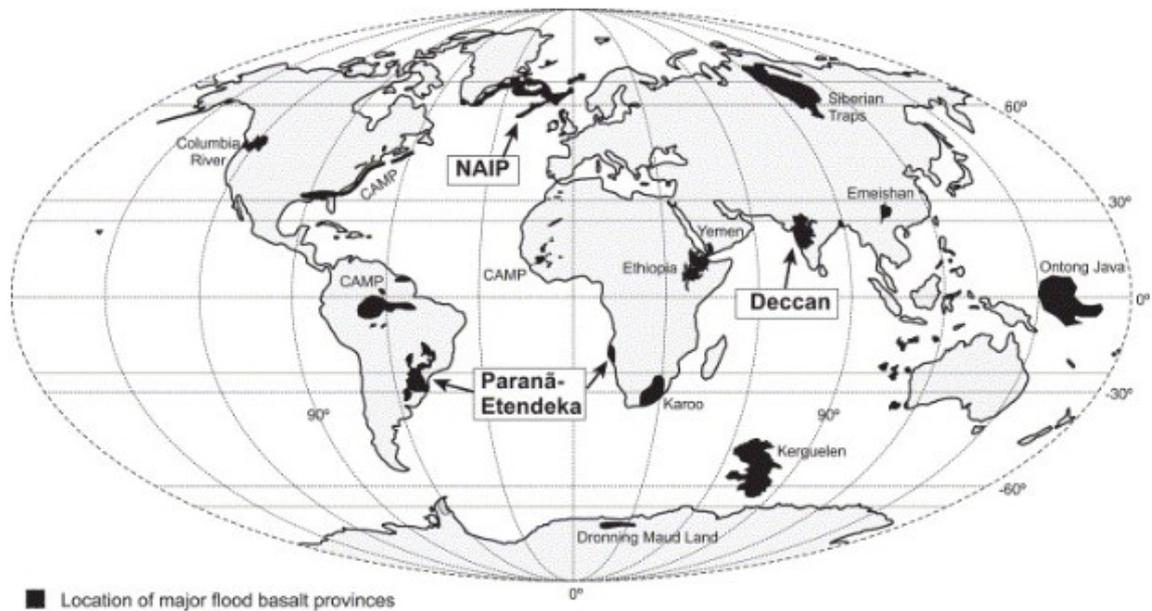
- ✓ Avaliar o desempenho operacional do cilindro de FB/epóxi e de FV/epóxi, quando submetido a carregamento hidrostático por meio de valores de tensão de ruptura obtidos na literatura;
- ✓ Determinar as propriedades físico-químicas e mecânicas das fibras de FB/epóxi e de FV/epóxi por meio de ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e densimetria;
- ✓ Analisar a microestrutura dos compósitos após o colapso dos cilindros nos ensaios hidrostáticos utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- ✓ Avaliar a FB como um reforço candidato a substituir as fibras mais tradicionais, como FV e FC, realizando uma análise comparativa de desempenho, por meio de ensaios hidrostáticos, para aplicação no ciclo do combustível nos laboratórios do IPEN.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Fibras de basalto

O basalto é um material natural, proveniente de fontes mineral, mundialmente encontrado em rochas vulcânicas, em aproximadamente 30% da crosta terrestre (Figura 1). É uma rocha dura, densa e inerte, escura, considerada segura, abundante, resistente e com alta durabilidade. O basalto é rico em óxidos de magnésio, cálcio, sódio, potássio, silício e ferro (DHAND et al., 2015; JAMSHAIID e MISHRA, 2015).

Figura 1 – Disponibilidade do basalto na Terra



Fonte: adaptado de JERRAM e WDDOWSON (2005).

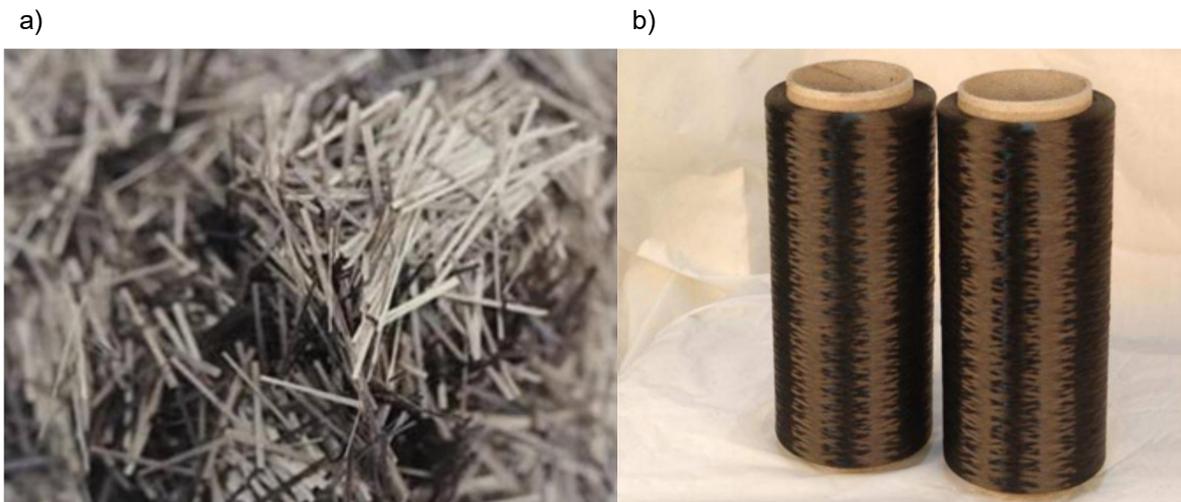
A primeira planta industrial de fabricação de FB foi registrada na Ucrânia em 1985 e por muitos anos esse material foi estudado pelo setor industrial militar (BALAJI et al., 2020). As diversas vantagens da FB tornaram o material atrativo em diversos setores industriais para aplicações em engenharia, como mecanismos de resistência corrosiva na indústria química, proteção contra o atrito na indústria automotiva, reforço em materiais para construção, isolamento térmico para temperatura alta, proteção contra o fogo e geração de materiais compósitos. Assim, mesmo não sendo um material novo, tem sido usado de forma inovadora atualmente (FIORE et al., 2015; YAN, 2020).

A FB é uma fibra inorgânica, de alto desempenho, “verde”, que pode ser considerada como um material de reforço para compósito não perigoso ou poluente e ambientalmente sustentável por sua característica natural e composição química. Essa fibra possui alta resistência à tração, corrosão e térmica, baixa absorção de umidade, boas propriedades mecânicas, estabilidade química, fácil processamento sem o uso de aditivos, solventes e pigmentos, tornando esse processo atrativo economicamente (WEI; CAO e SONG, 2010; JAMSHAID e MISHRA, 2015).

Além disso, esses materiais podem ser reciclados mesmo se estiverem sendo usados como material compósito, pois seu ponto de fusão é de 1400 °C. Esses materiais também não são combustíveis, cancerígenos ou tóxicos quando reagem com ar e água. Em relação a sua composição, nota-se maior presença de SiO_2 e Al_2O_3 . Já o teor de FeO e Fe_2O_3 determinam sua densidade, cor, condução de calor e estabilidade de temperatura (JAMSHAID e MISHRA, 2015).

Dessa forma, a produção de FB é vantajosa, já que o basalto é homogêneo, abundante, livre de impurezas e apresenta ótima afinidade com outros materiais, como o epóxi. Isso indica que ele pode ser combinado, durante sua produção, com diferentes materiais, gerando compósitos com melhores propriedades e características mecânicas. As FBs podem ser divididas em fibras discretas e contínuas, como mostrado na Figura 2 (JAMSHAID e MISHRA, 2015).

Figura 2 – Fibra de basalto: a) fibras discretas; b) bobinas de filamento contínuo



Fonte: adaptado de LI et al. (2018).

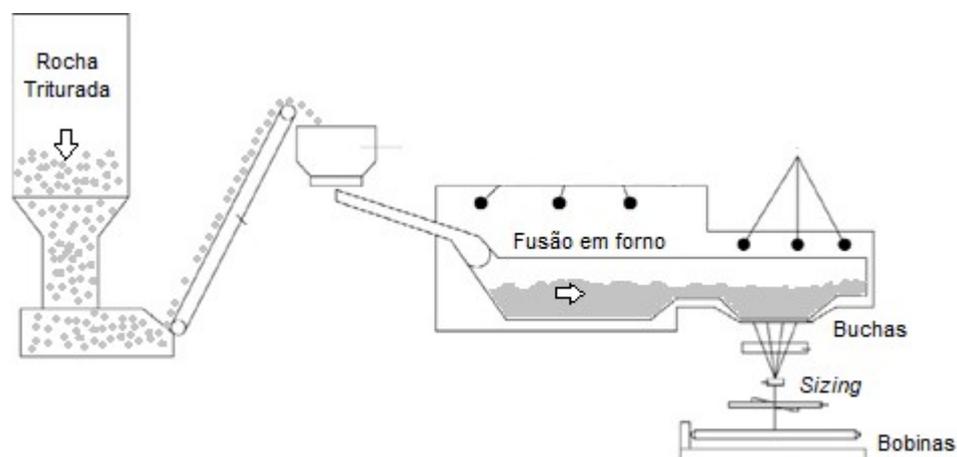
3.1.1 Produção da FB

De modo geral, o basalto pode ser usado para dar origem tanto às fibras discretas quanto as contínuas. Sendo que, o processo produtivo inclui o preparo da matéria-prima, o derretimento das rochas, homogeneização do fundido, trefilação e estiramento de filamentos elementares, aplicação de cola e enrolamento de bobinas (JAMSHAID e MISHRA, 2015; BALAJI et al., 2020).

As FBs podem ser produzidas por duas tecnologias: *Spinneret*, que é usada para produzir fibras contínuas e *Junkers*, para obtenção de fibras discretas ou fibras curtas ou fibras finas de basalto. Esse método de fiação é semelhante a FV, sendo que esses métodos produzem fibras baratas com comprimento variando de 60 a 100 mm e diâmetro de 6 a 10 μm (JAMSHAID e MISHRA, 2015; MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019).

Para a tecnologia de *Spinneret*, a rocha extraída é triturada, lavada e transferida para fornos de fusão de ar e gás ou elétrico. A fibra é então produzida por fundição e extrusão em temperaturas entre 1450 a 1500 $^{\circ}\text{C}$ onde a matéria-prima é submetida a grandes quantidades energéticas (energia elétrica ou a gás). Após a fusão, o basalto fundido é derramado em buchas de platina-ródio, e, após o esfriamento, os filamentos são esticados e os fios da fibra basáltica são enrolados (JAMSHAID e MISHRA, 2015; LI et al., 2018; MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019), conforme esquema mostrado na Figura 3.

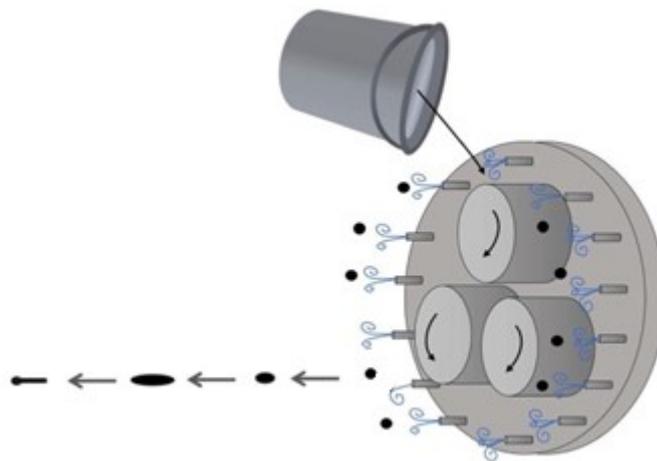
Figura 3 – Esquema de equipamento para produção de fibra de basalto



Fonte: adaptado de LI et al. (2018).

O método *Junkers* (Figura 4) é um processo de sopro por fusão, em que se utiliza uma máquina de fiação de fibra horizontal, formada por três cilindros rotativos com eixo horizontal e uma placa perpendicular a esse sistema. Nesse processo, o basalto é britado, fundido à 1500 °C e derramado no primeiro cilindro rotativo, posteriormente transportado para os cilindros seguintes. Os filamentos curtos de fibras são formados por jatos de ar comprimido vindo da parte de trás dos cilindros, que formam e esfriam as fibras (MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019; BALAJI et al., 2020).

Figura 4 – Esquema de equipamento para produção de fibra de basalto a partir do método *Junkers*



Fonte: adaptado de MONALDO; NERILLI e VAIRO (2019).

3.1.2 Comparação de propriedades físico-químicas, mecânicas e processo produtivo da FB com fibras tradicionalmente utilizadas

Os registros iniciais de ensaios com FB para aplicações na engenharia remetem ao início do século XX na Europa. Porém, a FB ainda é considerada como um produto de pouca exploração em escala mundial quando comparado à alta empregabilidade das demais fibras de resistência elevada utilizadas em materiais compósitos, como a FV e FC. Mas as diversas vantagens da FB como uma tecnologia “verde”, sustentável e sem potencial de danos ambientais seu uso em aplicações na indústria militar e civil tem crescido nas últimas décadas (SOARES et al., 2016; LI et al., 2018).

As FVs são os tipos mais comuns de fibras utilizadas como reforço de compósitos com base polimérica devido as boas combinações de resistência, rigidez e baixo custo destes produtos (PAPANICOLAOU e ZAOUTSOS, 2019). Porém, a FB apresenta maiores valores de módulo de elasticidade, maior resistência à temperatura, maior estabilidade química e maiores valores de resistência ao impacto do que a FV. Além disso, a resistência e rigidez da FB é compatível a FV (FIORE et al., 2015).

Apesar da similaridade com o processo de produção da FV, o basalto não obriga a inserção de aditivos químicos prejudiciais ao meio ambiente, é um processo mais simples e requer menores quantidades de energia. Além disso, a reciclagem ou reuso da FB é melhor que a FV (WEI; CAO e SONG, 2010; DHAND et al., 2015; JAMSHAIID e MISHRA, 2015; FIORE et al., 2015).

Em relação às FCs, o Japão possui o monopólio em termos de pesquisa e tecnologia enquanto Estados Unidos e China buscam os domínios de fibras de aramida, moleculares e ultraleves. Além disso, a FB tem maior deformação até a falha do que a FC e menores custos de produção (WEI; CAO e SONG, 2010; JAMSHAIID e MISHRA, 2015; LI et al., 2018).

Assim, a FB possui um método de produção mais simples e mais barato, com diversas vantagens sob os materiais mais tradicionalmente utilizados para os mesmos fins. Além disso, a FB é um material natural, com estabilidade hidrolítica e térmica, que pode ser devolvida ao solo, resistência ao fogo e desgaste, propriedade de barreira acústica, isolamento elétrico e a prova de explosão (BALAJI et al., 2020).

A comparação de composição química e propriedades mecânicas da FB e FV podem ser observadas nas Tabelas 1 e 2. Na Tabela 1 é apresentada a composição da FB que é semelhante à FV, exceto pelo teor de Fe_2O_3 , que caracteriza a cor da FB e sua resistência superior. A presença de sílica determina a preferência pela fiação contínua e a alumina também contribui com as características mecânicas da FB (BALAJI et al., 2020). Já na Tabela 3 é apresentada a comparação de propriedades mecânicas das FB e outras fibras.

Tabela 1 – Composição química típica da fibra de vidro e da fibra de basalto

Marca	Tipo de fibra		Fabricante		
FB	Fibra de basalto contínua		Kamenny Vek Co., Russia		
FV	Fibra de vidro do tipo E		Skoplast Ltd., Slovakia		
Elemento	Óxido	FB		FV	
		Elemento	Óxido	Elemento	Óxido
		m%	m%	m%	m%
Al	Al ₂ O ₃	8,20	15,44	6,30	11,86
Si	SiO ₂	26,04	55,69	27,24	58,25
Ca	CaO	5,31	7,43	15,05	21,09
Fe	Fe ₂ O ₃	7,55	10,80	0,21	0,30
K	K ₂ O	1,25	1,51	0,36	0,43
Mg	MgO	2,45	4,06	0,32	0,54
Na	Na ₂ O	1,78	2,40	0,22	0,30
Ti	TiO ₂	0,74	1,23	0,25	0,41

Fonte: adaptado de DEÁK e CZIGÁNY (2009).

Tabela 2 – Comparação das propriedades mecânicas da fibra de basalto e fibra de vidro do tipo E

Propriedade	FB	FV (tipo E)
Resistência à tração (MPa)	2600	2500
Diâmetro do filamento (µm)	13	12
Densidade linear (tex)	800	1200
Módulo de elasticidade (GPa)	90	75
Deformação de ruptura (%)	3,1	4,7
Quantidade Sizing (%)	0,1	0,2

Fonte: adaptado de WEI; CAO e SONG (2010).

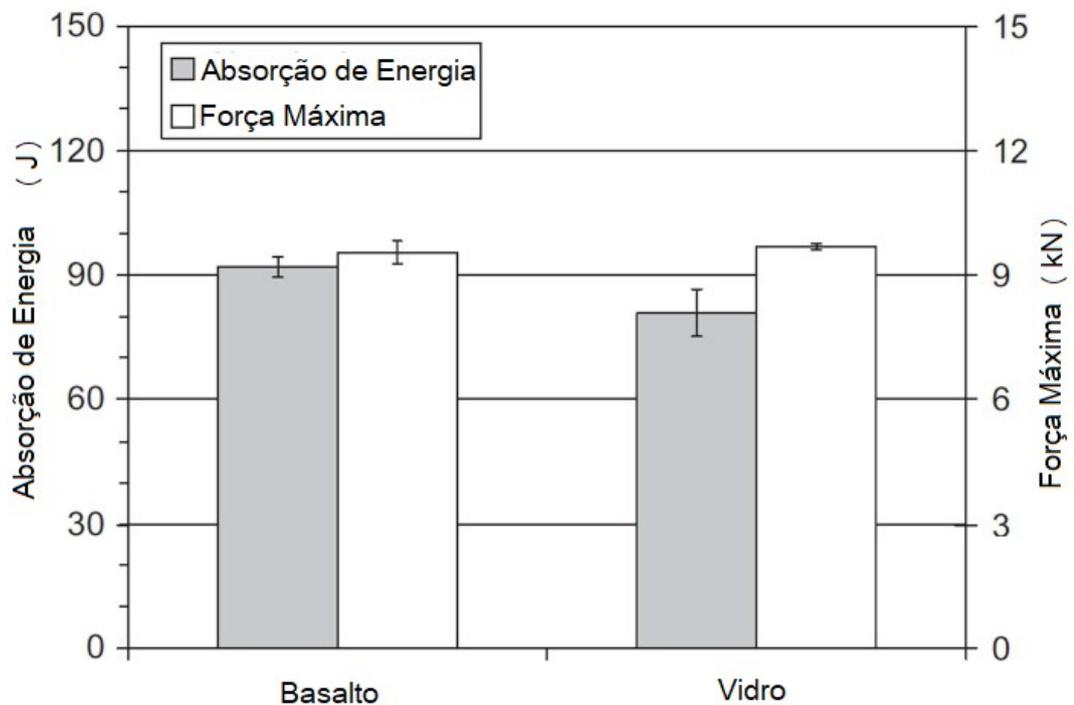
Tabela 3 – Comparação das propriedades mecânicas da fibra de basalto e outras fibras

Fibra	Densidade (g/cm ³)	Resistência à tração (GPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Deformação de ruptura (%)
FB	2,63-2,80	2,8	93-115	3,15
FV-tipo E	2,54-2,57	1,4-2,5	76	1,80-3,20
FV-tipo S	2,54	4,0-4,6	83-97	5,30
Aramida	1,45	2,9-3,4	70-140	2,80-3,60
FC	1,40	4,0	230-240	1,40-1,80
Juta	1,30	0,3-0,7	26,5	1,50-1,80
Linho	1,50	0,5-1,5	27,6	2,70-3,20
Sisal	1,50	0,5-0,7	9,4-22	4,00-6,00
Alumina	3,95	1,9	4-6	0,40
Coco	1,20	0,1-0,2	379	30

Fonte: adaptado de JAMSHAIID e MISHRA (2015); BALAJI et al. (2020); KHANDELWAL e RHEE (2020).

Na Figura 5 são mostradas as comparações de absorção de energia e força da FB e da FV, onde é possível observar maiores níveis de absorção de energia para a FB em relação à FV, o que demonstra maior rigidez desta fibra. Já na Figura 6 é mostrada a comparação da curva de tensão versus deformação de três tipos e de FB contínua com origem em diferentes fabricantes e de FV contínua, onde os resultados evidenciaram que as FB apresentaram maior resistência mecânica que a FV.

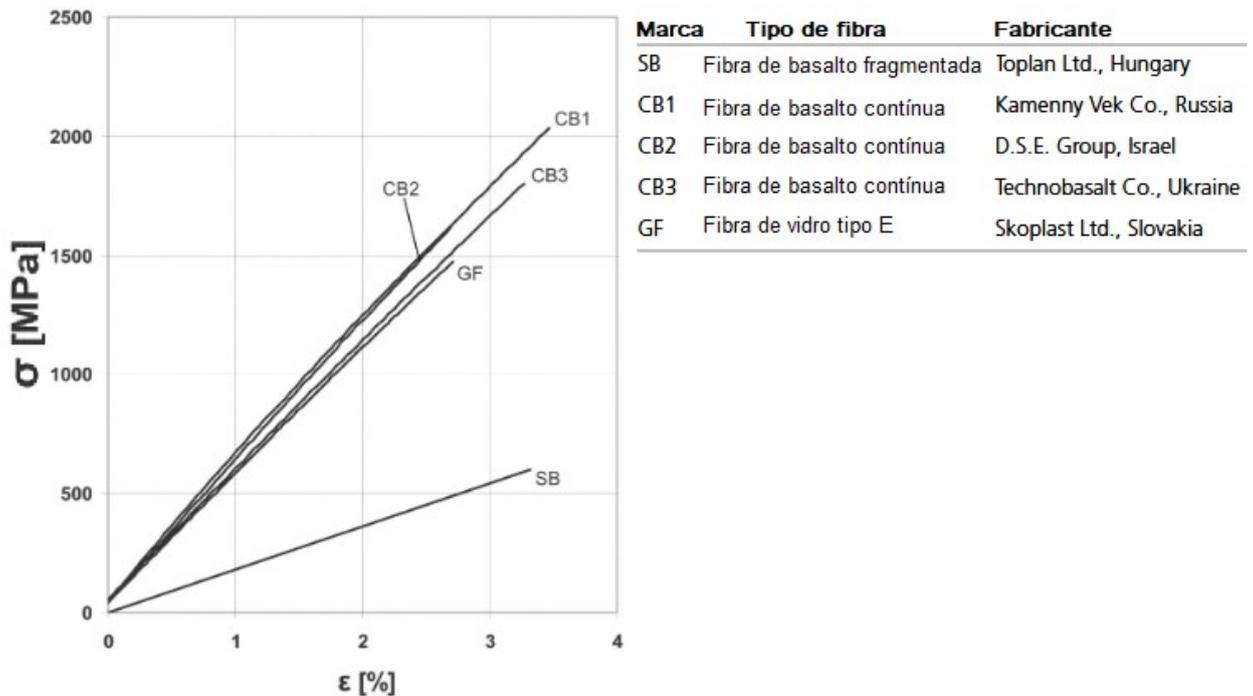
Figura 5 – Absorção de energia e força máxima de impacto em fibras de basalto e de vidro E



Fonte: adaptado de LOPRESTO; LEONE e DE IORIO (2011).

Já na Figura 6 é mostrada a comparação da curva de tensão versus deformação de três tipos de FB contínua com origem em diferentes fabricantes e FV contínua. Onde os resultados evidenciaram que as FB apresentaram maior resistência mecânica que a FV.

Figura 6 – Diagrama de tensão versus deformação de fibra de basalto e de fibra de vidro



Fonte: adaptado de DE K e CZIG NY (2009).

3.1.3 Desempenho dos comp sitos baseados em fibra de basalto

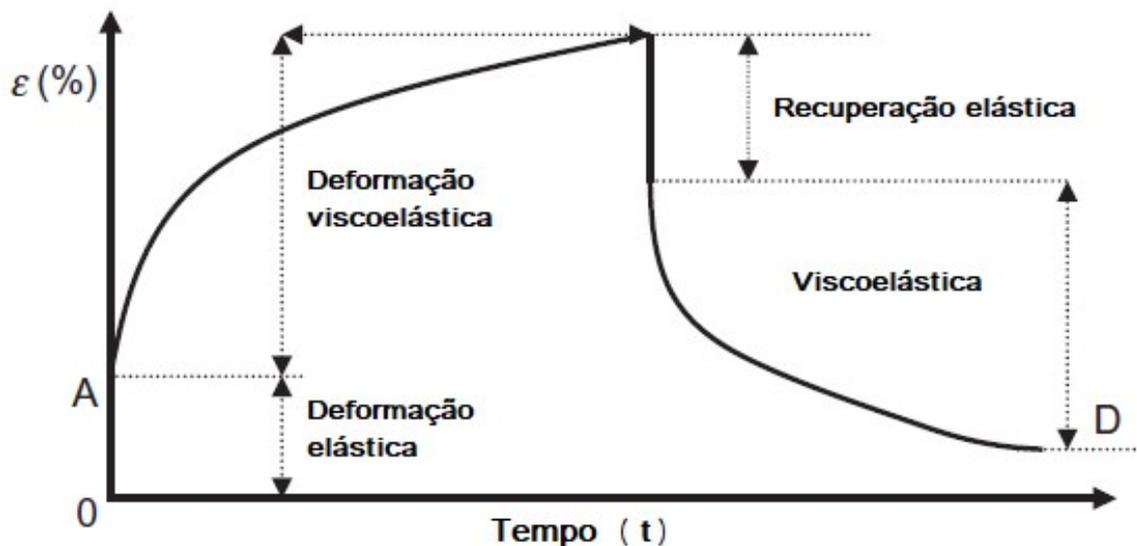
O comportamento e desempenho de engenharia dos comp sitos com matrizes polim ricas s o diretamente influenciados pelas caracter sticas do carregamento, alongamento, pelas taxas de tens o/deforma o, temperatura, umidade e o tempo de aplica o. As respostas associadas a estas caracter sticas s o denominadas de comportamento viscoel stico do material. Sendo viscoel stico uma refer ncia as rea oes simult neas de viscosidade e elasticidade, que se apresentam com maiores respostas durante a flu ncia, relaxa o ou carregamentos din micos submetidos aos materiais (PAPANICOLAOU e ZAOUTSOS, 2019).

O comportamento viscoel stico manifesta-se de diferentes formas, o que inclui flu ncia, recupera o, relaxa o sob deforma o constante, recupera o com tempo ap s extin o do carregamento, ruptura por flu ncia e resist ncia   fadiga em rela o a frequ ncia (FARINA, 2009).

A flu ncia   definida como o fen meno ao qual   registrado um aumento da deforma o de um material quando o mesmo   submetido a um carregamento constante por um per odo de tempo sob temperatura e umidade constante. Da mesma forma, a redu o instant nea deste carregamento

constante é seguida por uma redução da deformação no tempo, sendo este fenômeno chamado de recuperação, conforme mostrado na Figura 7 (PAPANICOLAOU e ZAOUTSOS, 2019).

Figura 7 – Exemplo de gráfico com fluência e recuperação



Fonte: adaptado de PAPANICOLAOU e ZAOUTSOS (2019).

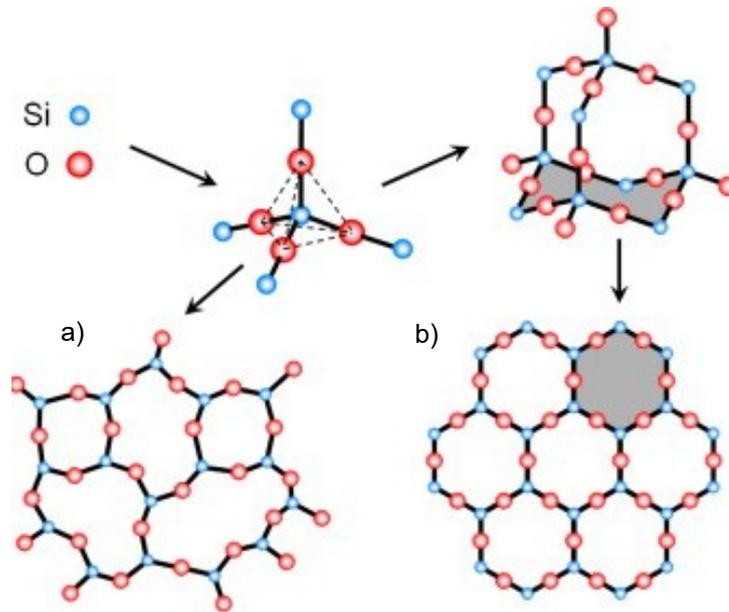
Algumas abordagens matemáticas para a previsão de falhas do material em relação ao tempo podem fornecer equações explícitas para prever a vida útil destes materiais. Uma análise comparativa dos resultados experimentais obtidos em laboratório com estes modelos disponíveis na literatura pode ser gerada como base comparativa, para a obtenção das curvas *master* de fluência em materiais com comportamento viscoelásticos, conforme apresentados por GUEDES (2010).

3.2 Fibra de vidro

O vidro é um sólido amorfo, sem ordem estrutural, cuja composição básica é a sílica (SiO_2), derivada da areia comum, e vários óxidos de metais em diferentes proporções. Assim, todos os tipos de vidro têm estrutura desordenada atômica, são isotrópicos, não têm temperatura de fusão e solidificação definida (MARTYNOVA e CEBULLA, 2018). Na Figura 8 é mostrada a estrutura

básica da sílica de forma desordenada formando o vidro e estrutura com ordenamento cristalino.

Figura 8 – Estrutura básica da sílica: a) desordenada formando o vidro; b) estrutura ordenada cristalina



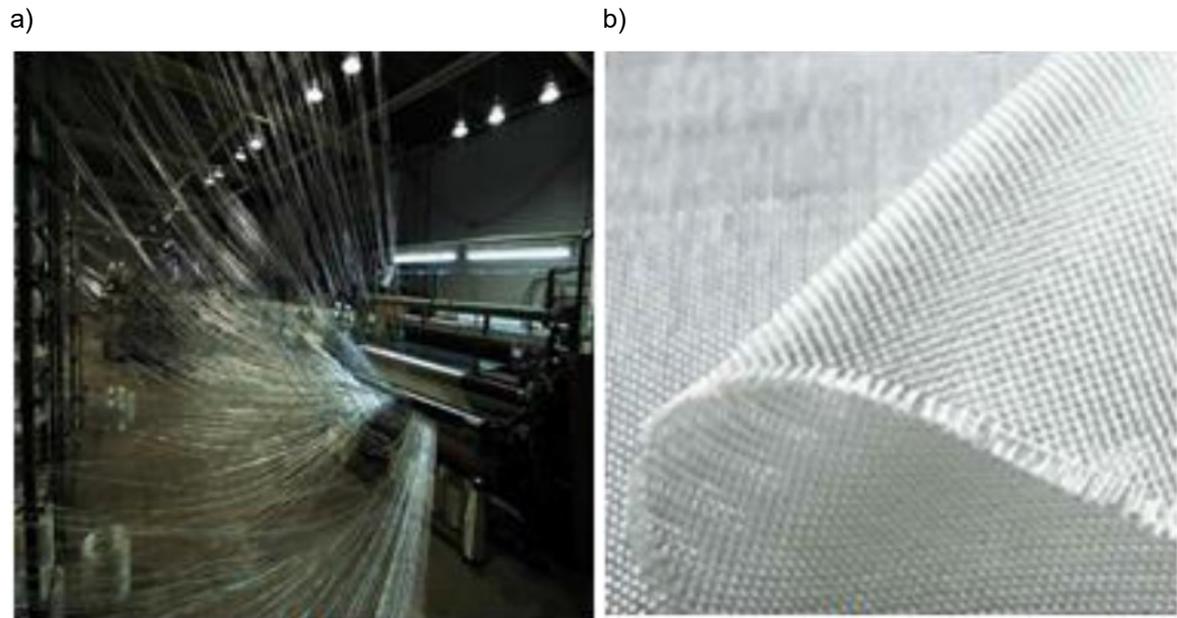
Fonte: adaptado de SHIOYA e KIKUTANI (2015).

As tecnologias empregadas nos processos de fabricação de materiais compósitos poliméricos de FV são bastante difundidas. As FVs contínuas foram fabricadas pela primeira vez na década de 1930 para uso em componentes elétricos com aplicações à alta temperatura, mas atualmente, seus usos incluem os campos da eletrônica, aviação, aplicações automotivas, naval, e lazer, por exemplo. As FVs apresentam excelentes propriedades mecânicas e únicas, dependendo do tipo de FV utilizada. Elas podem ser produzidas em diferentes formas geométricas como manta tecida do tipo *mech*, fibra ou manta picadas, fios contínuos, tecidos e tapetes (SATHISHKUMAR et al., 2014).

As FVs (Figura 9) estão disponíveis em várias formas, sendo elas, contínuas, descontínuas, mechas ou picadas. Elas são inorgânicas, com alta temperatura de fusão (1225 a 1360 °C) e com uma matriz sílica, cuja composição e propriedades físicas e mecânicas podem variar conforme seu tipo. As FVs podem ser do tipo A, C, D, E, M, S e AR, sendo que o tipo E e S são os principais usados em aplicações de engenharia. Além disso, as fibras contínuas e picadas são mais comuns para misturas com resinas na formação de compósitos (FEI,

2018; MARTYNOVA e CEBULLA, 2018; SHRIVASTAVA, 2018; TANZI; FARE' e CANDIANI, 2019).

Figura 9 – Imagens de fibras de vidro: a) fibras de vidro desenroladas; b) fibra de vidro tecida



Fonte: adaptado de PRASHANTH et al. (2017).

O tipo A (álcali) indica a presença de um alto teor de metais alcalinos, o C (químico) indica resistência química, o D (dielétrico) indica baixa constante dielétrica, o E (elétrico) indica baixa condutividade elétrica, o M (módulo) mostra alta elasticidade, já o S (força) mostra alta resistência e o AR (resistência a álcalis) indica resistência alcalina. As fibras do tipo E são mais baratas e usadas para propósitos gerais, em que é necessário resistência e resistividade elétrica, já o tipo S foi desenvolvido para uso militar, em mísseis e aeronaves e o tipo S-2 tem aplicações civis. O tipo C tem maior resistência a corrosão ácida e o tipo AR é usado em cimentos e concretos (DERRADJI; WANG e LIU, 2018; MARTYNOVA e CEBULLA, 2018).

A forma mais antiga e popular de produção da FV é a do tipo vidro E ou vidro de grau elétrico. Outros tipos de fibras de vidro conhecidos são o vidro A ou vidro alcalino, vidro C ou vidro resistente a produtos químicos e o vidro R e/ou S de alta resistência mecânica. Ensaios experimentais mostraram que as fibras de vidro podem resistir a tensões de tração de cerca de 7.000 N/mm^2 , enquanto as

fibras de vidro comerciais atingem 2.800 a 4.800 N/mm² (PRASHANTH et al., 2017).

Além disso, as FVs têm uma alta relação entre massa e resistência, baixo módulo de elasticidade, baixa densidade se comparada à outras fibras inorgânicas, grande rigidez e alta resistência térmica e à produtos químicos. Porém, a umidade pode interferir na resistência dessas fibras, inclusive à longo prazo, indicando que a FV é suscetível à fadiga estática (CHAWLA, 2001; SHRIVASTAVA, 2018). As principais propriedades físicas e mecânicas dos diferentes tipos de FV estão resumidamente apresentadas nas Tabelas 4 e 5.

Tabela 4 – Propriedades físicas de diversas classes de fibras de vidro

Classe das fibras de vidro	Propriedades físicas
A-glass	Alta durabilidade, resistência e resistividade elétrica
C-glass	Alta resistência à corrosão
D-glass	Baixa constante dielétrica
E-glass	Maior resistência e resistividade elétrica
AR-glass	Resistência alcalina
R-glass	Maior resistência e resistência à corrosão ácida
S-glass	Maior resistência à tração

Fonte: adaptado de PRASHANTH et al. (2017).

Tabela 5 – Propriedades físicas e mecânicas de fibras de vidro

Tipo	Densidade (g/cm ³)	Resistência à tração (GPa)	Módulo de Young (GPa)	Deformação (%)	Coefficiente de expansão térmico (10 ⁻⁷ /°C)	Razão de Poisson	Índice de refração
E-glass	2,58	3,445	72,3	4,8	54	0,20	1,558
C-glass	2,52	3,310	68,9	4,8	63	-	1,533
S-glass	2,46	4,890	86,9	5,7	16	0,22	1,521
A-glass	2,44	3,310	68,9	4,8	73	-	1,538
R-glass	2,54	4,135	85,5	4,8	33	-	1,546
EC-glass	2,72	3,445	85,5	4,8	59	-	1,579
AR-glass	2,70	3,241	73,1	4,4	65	-	1,562

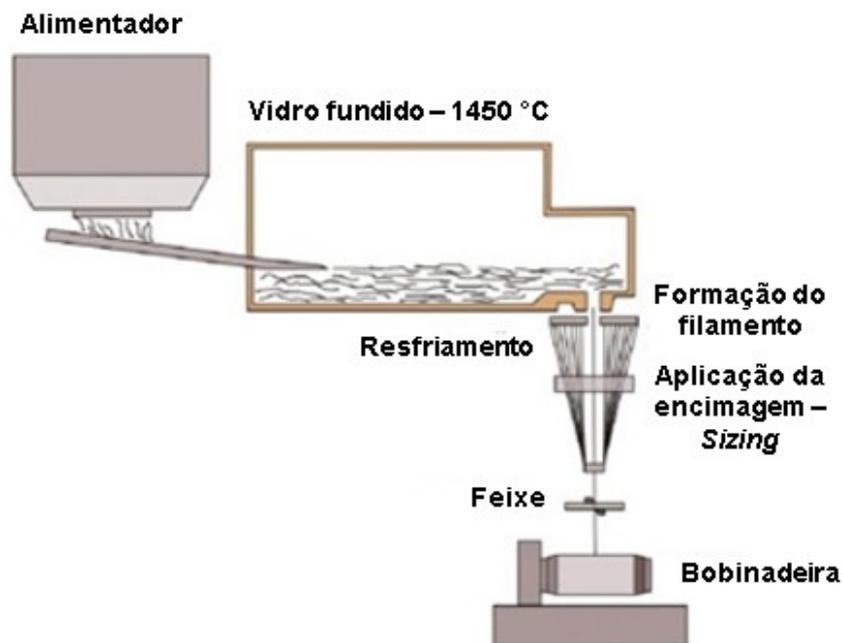
Fonte: adaptado de PRASHANTH et al. (2017).

Ademais, as FVs têm capacidade de serem trefiladas, devido à sua natureza viscoelástica. A viscosidade é um dado importante para a fabricação de fibras, bem como as FVs são bastante flexíveis. Outro fator é que a taxa na qual a fibra se torna mais fina é proporcional a tensão aplicada, indicando que o afinamento da fibra é uniforme e estável (CHAWLA, 2001).

As matérias-primas envolvidas no processo são divididas em básicas e auxiliares, sendo alguns dos materiais o quartzo, o anidrido bórico, soda, sulfato de sódio, potassa, calcário, magnesita, alumina e o óxido de chumbo. A areia de quartzo é o principal material usado, com 99% de sílica e 1% de óxidos. O anidrido bórico aumenta a estabilidade térmica e química, e as propriedades mecânicas. Já a soda é usada para obtenção de óxido de sódio e o sulfato de sódio é usado para clarificação do vidro. A potassa, o calcário, a dolomita e a magnesita são usadas para obtenção de óxidos de potássio, cálcio e magnésio. Já a alumina é usada para aumento da viscosidade e da resistência ao calor, mecânica e química. Os materiais secundários incluem clarificantes, descolorantes, corantes, silenciadores ou impulsionadores de ebulição (MARTYNOVA e CEBULLA, 2018).

No processo produtivo da FV, as matérias-primas são misturadas à seco no *batch house* e transportadas para serem fundidas à 1400 °C no forno. O forno pode ser aquecido por energia elétrica ou a base de combustível fóssil ou ambos. O fundido alimenta as buchas de platina-ródio aquecidas, que flui pelos furos da bucha por meio da ação da gravidade, formando filamento de 5 a 20 µm de diâmetro dependendo do tamanho do furo da bucha. Em seguida, os filamentos são revestidos por uma camada formada de lubrificantes, agentes antiestáticos e ligantes. Os filamentos são reunidos em torno de uma pinça de rotação rápida. Em seguida, o vidro passa por um estiramento na velocidade de 1 a 2 km/min, conforme mostrado na Figura 10 (CHAWLA, 2001; DERRADJI; WANG e LIU, 2018).

Figura 10 – Esquema do processo convencional de fabricação de fibra de vidro



Fonte: adaptado de MARTYNOVA e CEBULLA (2018).

3.3 Fibras como material de reforço na fabricação de compósitos

As fibras, como a FB, FV e FC têm sido usadas na fabricação de materiais compósitos híbridos, como reforço de polímeros. Os materiais compósitos de fibra são a mistura de dois ou mais materiais reagentes que quando combinados podem, por efeito sinérgico, ter propriedades finais melhores que os materiais originais (DHAND et al., 2015).

Esses reforços são materiais que dentro da matriz polimérica irão melhorar as propriedades, como resistência térmica e à corrosão, rigidez e condutividade. Assim, as fibras têm função de fortalecer o compósito, sendo que as características finais irão depender da fibra usada, conforme a qualidade mecânica da fibra, interação entre a fibra e a resina, fração volumétrica, posição da fibra dentro do compósito e reciclagem da fibra. Dessa forma, a escolha da fibra e da matriz polimérica irá depender do uso final deste compósito, bem como das propriedades desejadas (DHAND et al., 2015; KHANDELWAL e RHEE, 2020).

Em relação a FV, o comportamento mecânico dos compósitos está diretamente ligado às suas propriedades inerentes, dependendo, também, da

orientação das fibras depositadas durante os processos de preparação e fabricação do compósito. As FVs são usadas como reforço para aumentar a resistência à tração, impacto e fluência, módulo de flexão e estabilidade térmica e química. Já a FB ganhou atenção nos últimos anos por suas características ecologicamente corretas, economia e facilidade de processo. Além disso, a FB tem mostrado melhores propriedades mecânicas do que a FV quando formado compósitos com matrizes poliméricas de epóxi e vinil-éster (PRASHANTH et al., 2017; SHRIVASTAVA, 2018; BALAJI et al., 2020).

As matrizes poliméricas termofixas são as que têm maior utilização na fabricação de compósitos. A FB, por exemplo, é compatível com a resina de epóxi, poliéster e vinil-éster, com função de melhorar a resistência ao impacto, compressão e flexão, bem como o módulo de Young (SHRIVASTAVA, 2018).

DORIGATO e PEGORETTI (2012) produziram compósitos de FB/epóxi, FV/epóxi e FC/epóxi, com densidade de 200 g/m². Os compósitos de FB/epóxi apresentaram módulo de elasticidade semelhante aos de FV/epóxi, porém a rigidez e a resistência à tração eram superiores aos de FV/epóxi, e semelhantes ou até superiores aos de FC/epóxi.

LOPRESTO; LEONE e DE IORIO (2011) avaliaram a substituição da FV do tipo E por FB, na formação de compósitos com epóxi. O compósito de FB/epóxi apresentou melhores resultado que o de FV/epóxi, em termos de módulo de elasticidade (*Young*), tensão à flexão e compressão, bem como melhor interface matriz/fibra.

De modo geral é mostrado que o compósito de FB tem melhores resultados de resistência (tração, compressão e flexão) e modulo de elasticidade do que o compósito de FV, sob as mesmas condições de teor de fibra e resina utilizada (LOPRESTO; LEONE e DE IORIO, 2011; DORIGATO e PEGORETTI, 2012; CHAIRMAN e KUMARESH BABU, 2013; MONALDO; NERILLI e VAIRO, 2019).

3.4 Temperatura de transição vítrea

A temperatura de transição vítrea (T_g) é um parâmetro físico que provê uma alteração nas características do polímero de um estado sólido para um estado “maleável” e como resultado é observado uma mudança do calor

específico do material. A T_g é a temperatura limite na qual é permitida a utilização de uma matriz polimérica com certo grau de segurança, pois abaixo dela, as propriedades de engenharia do material não são comprometidas de maneira crítica para sua utilização (MARINUCCI, 2011).

A parte amorfa do material (na qual existe um desordenamento das cadeias moleculares) é a responsável pela determinação da T_g . Abaixo da T_g , o material não tem energia interna suficiente para causar um deslocamento de cadeias por alterações conformacionais. Portanto, quanto maior a cristalinidade do material, menor será a consequência atribuída a transição vítrea. Por tratar-se de uma transição termodinâmica de segunda ordem, algumas propriedades do material sofrem mudanças quando o limite da T_g é alcançado, portanto, a observação destas mudanças pode ser utilizada para a determinação da T_g (CANEVALORO JUNIOR, 2003).

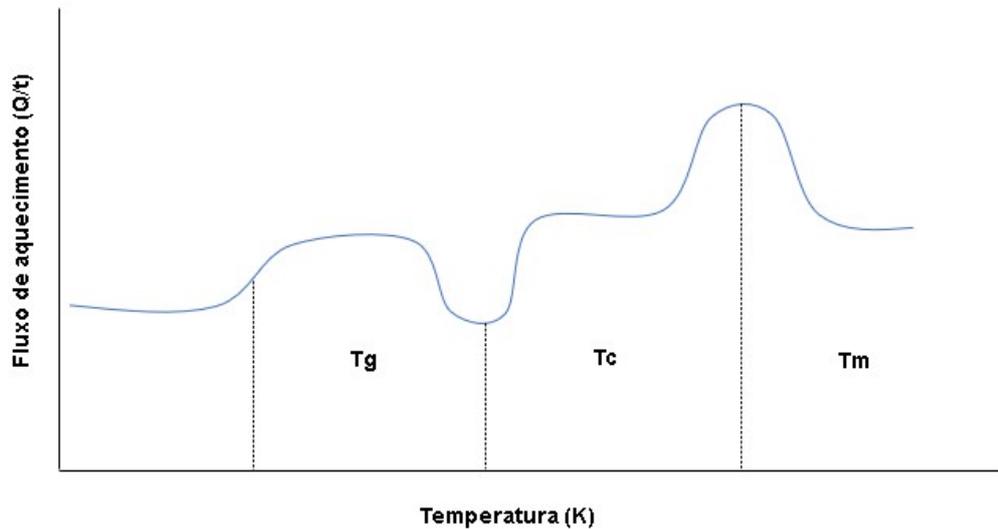
3.4.1 Determinação da T_g por meio da técnica calorimetria exploratória diferencial

A T_g pode ser calculada pela técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC¹), que é a análise térmica mais comum, de fácil operação e usada para caracterizar a termodinâmica de transição de fase de materiais. A DSC é uma técnica térmica, cuja propriedade das amostras analisadas é monitorada em relação à temperatura. As amostras aquecidas podem absorver ou liberar calor, e, assim, por meio dos picos do gráfico pode-se inferir a temperatura de transição, mudanças que acompanham a entalpia e efeitos exotérmicos (FORTUNATO e TOLEDO, 2013; GIATRELLIS e NOUNESIS, 2013).

O procedimento de DSC envolve dois cadinhos de alumínio mantidos em cima de aquecedores, um fica vazio (referência) e no outro se coloca a amostra. O aquecimento é controlado e a técnica mede a diferença de quantidade de calor para aumentar a temperatura da amostra em relação a referência. O gráfico de fluxo de calor (curva calorimétrica) gerado é representado pela taxa de aquecimento (eixo y) e pela temperatura (eixo x) (Figura 11) (STILLWELL, 2013; BASU, 2018).

¹ DSC vem da abreviação do nome em inglês *differential scanning calorimetry*.

Figura 11 – Exemplo de um gráfico gerado pela técnica de DSC (curva calorimétrica), mostrando a temperatura de transição vítrea (T_g), a temperatura de cristalização (T_c) e a temperatura de fusão (T_m)

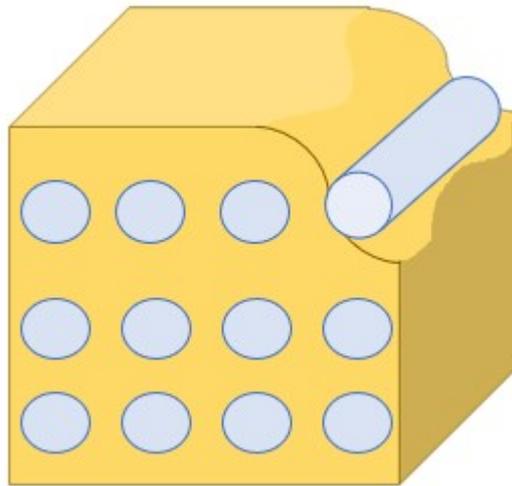


Fonte: autor do trabalho.

3.5 Fração volumétrica

A fração volumétrica da fibra no compósito e a orientação da fibra tem importante papel nas propriedades mecânicas finais do material. Para fibras de alto desempenho esse valor varia de 50-60%, enquanto que para aplicações menos exigentes esse valor pode ser de 20%, dependendo da pressão de cura. Em frações volumétricas baixas, as quebras de uma fibra não interagem, mas em altos valores de fração, a interação de fibras deve ser considerada (MILEIKO, 1997; MESSIRY, 2013; TEMPELMAN; SHERCLIFF e EYBEN, 2014; CHUNG, 2017). Na Figura 12 é mostrado um exemplo de presença de fibras, na formação de compósitos fibra/matriz polimérica.

Figura 12 – Esquema da presença de fibras na formação de compósitos de fibra/matriz polimérica



Fonte: autor do trabalho.

3.6 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica utilizada para analisar a superfície das amostras, rugosidade e corrosão. Além disso, essa técnica é a mais importante para determinar características morfológicas, como tamanho e formato das amostras estudadas, bem como topografia e composição da superfície. Essa técnica exige um preparo de amostra simples, sendo mais indicado para amostras condutoras, de fácil manuseio, que possui grande ampliação (até 300.000 vezes), profundidade de foco, resolução alta (10 nm) e facilidade de observação (STACHOWIAK; BATCHELOR e STACHOWIAK, 2004; ALTAWELL, 2022; RANI; KESHU e SHANKER, 2022).

A análise é feita por meio da varredura com um feixe de elétrons focalizado sob vácuo. Assim, a coluna do microscópio é formada por uma fonte de elétrons (tungstênio) e lentes eletromagnéticas, que têm função de focalizar o feixe de elétrons sob a amostra. A tensão de aceleração é geralmente de 30 keV e as imagens são coletadas por um detector de elétrons secundários ou retroespalhados (CANEVALORO JUNIOR, 2003; GARBACZ e KRÓLIKOWSKI, 2019).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Matérias-primas

Para a seleção da matéria-prima utilizada neste trabalho foram considerados os seguintes requisitos: a aplicabilidade deste produto em diferentes componentes na indústria nuclear, as características estruturais e geométricas dos corpos de prova, a disponibilidade do material em estoque (economia) e os requisitos específicos para a aplicação do método de bobinagem filamentar (*filament winding*) dos corpos de prova de FB e de FV.

A FB foi fornecida na forma de filamento contínuos em pacotes com geometria de rolos, com densidade linear de 1200 tex (g/km), constituída de fios com diâmetro de 13 μm , com *sizing* de agente silano, compatíveis com as resinas fenólica e epóxi. A bobina de FB foi fornecida pelo fabricante russo Kamenny Vek ao IPEN. Ressalta-se que o fornecimento de FB por fabricante nacional foi impossibilitado pois, até a data de realização deste estudo, não havia nenhuma planta de produção de FB no Brasil.

A FV foi fabricada por meio da bobinagem de filamentos contínuos de vidro sem torção, em forma cilíndrica, apresentando densidade linear de 2000 tex (g/km) e denominada comercialmente como CPIC vidro-E sem boro e igualmente constituída de fios com diâmetro de 13 μm . O exemplar foi disponibilizado ao IPEN pela empresa CPIC BRASIL Fibras de Vidro Ltda. Este material também possui um agente de ligação à base de silano possibilitando uma excelente compatibilidade com o sistema epóxi – amina. Na Tabela 6 são apresentadas as propriedades físicas da FB e da FV utilizadas neste estudo.

Para melhor interpretação dos dados apresentados na Tabela 6, tex é uma unidade que representa a massa da fibra em 1000 metros. Assim, tex 2000 representa que a fibra possui 2000 gramas por 1000 metros. O termo *Sizing* significa que um tipo de acabamento superficial foi aplicado na fibra. Este tratamento tem grande importância pois deve ter compatibilidade com a matriz polimérica a ser utilizada na fabricação do compósito.

Tabela 6 – Propriedades de matérias-primas de FV e de FB

	FV	FB
Diâmetro do monofilamento (μm)	13	13
Densidade linear (tex)	2000	1200
Tipo de <i>sizing</i>	Agente silano	Agente silano
Fração de <i>sizing</i> (% em massa)	-	$\geq 0,40$
Massa específica (g/cm^3)	2,60	2,66

Fonte: adaptado de CPIC (2021); KAMENNY VEK (2021).

A matriz polimérica selecionada para fabricação dos compósitos foi um sistema de tricomponente constituído pela resina epóxi líquida, um endurecedor à base de anidrido, cuja função é permitir a formação das ligações cruzadas na resina, e um acelerador de amina que ativa o endurecedor. A matriz polimérica formada atingiu a temperatura de transição vítrea (T_g) em torno de 120 °C, apresentando um tempo de trabalho (*potlife*) de 2 horas e viscosidade recomendada para à manufatura de corpos cilíndricos pela técnica de enrolamento filamental. As peças foram posteriormente submetidas ao processo de cura em estufa à pressão atmosférica com temperatura final de 150 °C e posterior resfriamento lento dentro do próprio equipamento. Após o resfriamento as peças foram desmoldadas e cortadas utilizando um torno mecânico convencional com disco de corte diamantado. Na Figura 13 é mostrado o sistema de cura em estufa com mancais rotativos.

Figura 13 – Sistema de cura em estufa



Fonte: adaptado de CARVALHO (2006).

A matriz polimérica, para os compósitos com FB e com FV, foi formulada com a resina epóxi líquida do tipo éter diglicídico de bisfenol A (GY260), endurecedor à base de anidrido metiltetrahidroftálico (HY2918) e acelerador de amina terciária benzildimetilamina (DY062), todos da empresa Huntsman. As proporções foram respectivamente 100:88:0,5 em massa (Tabela 7). Além disso, na Tabela 8 estão apresentadas as principais propriedades mecânicas e características de uma matriz polimérica semelhante a utilizada neste trabalho conforme informações fornecidas pelo fabricante.

Tabela 7 – Dados de processo de fabricação dos cilindros da matriz polimérica e das FB e das FV

Dados da matriz polimérica			
	Resina	Endurecedor	Acelerador
Fabricante	Huntsman	Huntsman	Huntsman
Tipo/Lote	GY260-CH/2013091500571	HY2918/ALD0059300	DY062/AC644/12
Proporção	100 PP	88 PP	0,5 PP
Dados das fibras			
	FB	FV	
Fabricante	Kamenny Vek	CPIC BRASIL F. VIDRO	
Tipo	BFC 13-1200-KV12	RD 2000 468BR QB00	

Fone: autor do trabalho.

Tabela 8 – Propriedades do sistema com resina epóxi (estava na outra página)

Propriedades da matriz polimérica	GY260/HY905/DY062
Módulo de elasticidade (GPa)	3,3
Limite de resistência à tração (MPa)	85,0
Alongamento até a ruptura (%)	4,8
Massa específica (g/cm ³)	1,22

Fonte: adaptado de CARVALHO (2006).

4.2 Fabricação e preparação das amostras

A manufatura dos corpos de prova foi realizada utilizando-se um equipamento de enrolamento filamentar de comando numérico computadorizado (CNC) de 4 eixos (*filament winding*) acoplado a um mandril de alumínio. Foi mantido o aquecimento interno por circulação de óleo hidráulico, para manter a viscosidade da matriz polimérica. Essa técnica de fabricação utiliza um equipamento com um eixo de rotação do molde (mandril), uma mesa com deslocamento paralelo ao eixo de rotação contendo o sistema tensionador e de impregnação da fibra e um porta-bobinas. Na Figura 14 é mostrado um equipamento de *filament winding* que apresenta características similares ao utilizado para produção dos corpos de prova deste estudo.

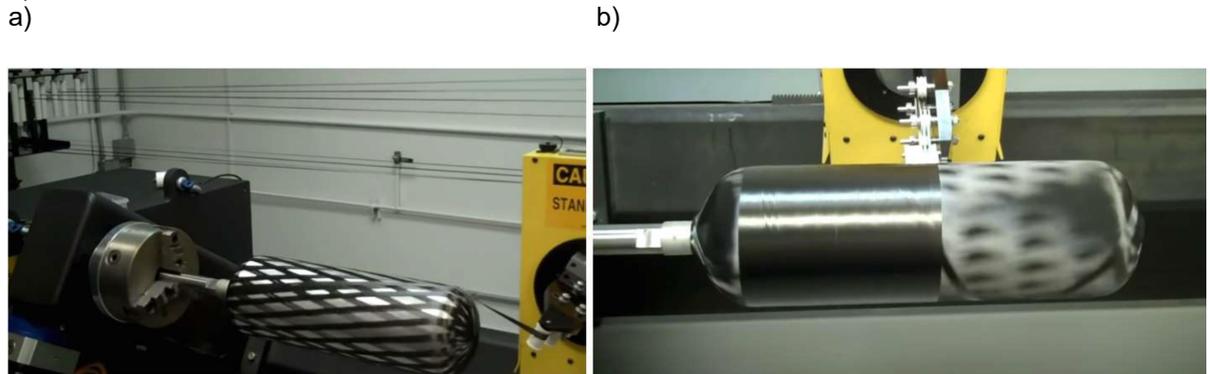
Figura 14 – Exemplar de uma máquina para processo de *filament winding*



Fonte: ROTH COMPOSITE MACHINERY: <<https://www.roth-composite-machinery.com/de/>>.

Os cilindros de compósitos foram fabricados por meio de movimento rotativo do mandril de alumínio e deslocamentos sincronizados e simultâneos ao longo do eixo do mandril com a porta fita pré-tensionada com a fita de fibra (movimento de translação). A coordenação desses movimentos introduz um ângulo da fibra sobre o mandril. Durante os sucessivos movimentos, ocorre a deposição de um determinado número de camadas do elemento de reforço impregnado sobre o mandril e em diferentes ângulos. Na Figura 15 é mostrado um exemplo de aplicação do processo de enrolamento filamentar onde ocorrem os processos de enrolamento helicoidal e enrolamento circunferencial.

Figura 15 – Exemplo de enrolamento angular de filamentos contínuos: a) enrolamento helicoidal e b) enrolamento circunferencial



Fonte: BASALT TODAY: <<https://basalt.today/2015/12/1676/>>.

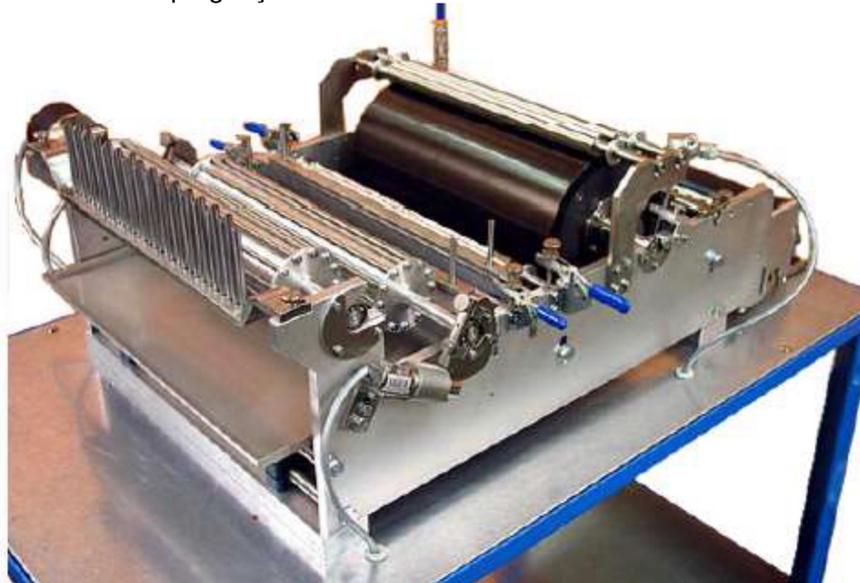
No processo de bobinagem filamentar (*filament winding*), no qual filamentos contínuos de reforço impregnados pela matriz foram bobinados sobre a superfície de um molde em rotação, utilizou-se o *software* CAD/CAM SolidWorks e Sprit. Esse procedimento foi necessário para que a manufatura destes componentes com elevada precisão de deposição das fibras nos ângulos predeterminados fosse viável, garantindo elevada resistência mecânica e massa baixa. Este tipo de equipamento é bastante utilizado na indústria para a produção de componentes mecânicos com perfis geométricos cilíndricos e esféricos.

Foi utilizado um molde de alumínio com aquecimento interno com domos pinados para suporte dos filamentos enrolados na direção helicoidal. Os parâmetros de tensão no filamento, velocidade angular do molde e passo longitudinal foram controlados pelo CNC da máquina.

Inicialmente o molde passa por processo de limpeza com aplicação de tetracloreto de carbono. Após essa etapa foi realizado um recobrimento de toda a superfície do molde com um agente desmoldante para impedir que a resina

tivesse aderência permanente ao metal, evitando danos durante a desmoldagem do compósito (MARINUCCI, 2011). A impregnação das FB e FV foram feitas utilizando-se um dispositivo contendo um reservatório com controle de temperatura e sistema de roletes para manter a tensão na fibra. Na Figura 16 é mostrado o sistema de impregnação de resina.

Figura 16 – Sistema de impregnação de resina



Fonte: ROTH COMPOSITE MACHINERY: <<https://www.roth-composite-machinery.com/de/>>.

A sequência da deposição de camadas de fibra sobre a superfície do mandril foi executada seguindo-se uma programação computacional cujo movimento foi simultaneamente controlado pelo CNC. Os parâmetros de manufatura foram definidos com base nos estudos de MARINUCCI (2011), CARVALHO (2006) e LAPENA (2017). Apesar de tais trabalhos utilizarem outros parâmetros e diferentes compósitos, como FC/epóxi, os dados e conhecimentos obtidos foram utilizados como comparação com os resultados deste presente trabalho. Dessa forma, optou-se pela produção dos corpos de prova cilíndricos, pela técnica de enrolamento filamental, apresentando suas extremidades abertas.

Além da bobinagem circunferencial nas camadas intermediárias foi feito um enrolamento helicoidal com ângulos de -30° e $+30^\circ$, utilizando pinos fixos posicionados nas extremidades do molde. Na Figura 17 é mostrado o processo de fabricação de um cilindro reforçado com FB durante a deposição de uma camada helicoidal a -30° .

Figura 17 – Bobinamento helicoidal intermediário a -30° com reforço de FB



Fonte: adaptado de LAPENA (2017).

Foram produzidos um total de quatro cilindros; sendo dois de FB/epóxi e dois de FV/epóxi, obedecendo uma configuração de projeto constituída de seis camadas consecutivas depositadas com a configuração de bobinagem, conforme $[90_2/-30/+30/90_2]_T$, onde o subscrito T indica o total de camadas representadas entre colchetes.

Após o processo de desmoldagem, que consiste na retirada do cilindro após a finalização do enrolamento no mandril e cura, foi realizada a separação das seções dos cilindros por meio de cortes nas laterais com uso de discos rotativos diamantados.

Na fabricação, além do equipamento de enrolamento filamentar, foram utilizados também uma estufa de cura com mancais rotativos e um torno convencional universal equipado com retificadora de alta rotação e disco de corte diamantado, para o corte e usinagem das extremidades dos cilindros.

4.3 Determinação das frações volumétricas e densidades

Para a determinação das frações volumétricas, inicialmente devem ser obtidas as frações mássicas de fibra e de matriz. Para isso, foi utilizado o método termogravimétrico que requer o corte de uma pequena amostra retangular do compósito, retiradas do corpo de prova em formato retangular com massa de 1 g.

A massa de cada um dos materiais constituintes do compósito foi obtida com a utilização da técnica de termogravimetria (TGA). O equipamento utilizado foi o TGA 2 – Analisador Termogravimétrico com forno pequeno (FP) da

marca Mettler Toledo. A TGA é uma técnica que mede a perda de massa de uma amostra conforme aquecimento, resfriamento ou sob temperatura constante. As medições foram realizadas com amostras de aproximadamente 0,2 g retiradas dos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi.

Os valores das frações volumétricas de fibra (v_f), de matriz (v_m) e de vazios (v_v) são obtidos como função das frações de massa, por meio das Equações 1 a 3. Este procedimento teve como base para execução o preconizado na norma ASTM D3171-15 (2015).

$$v_f = F_{mf} \cdot (d_c/d_f) \quad (1)$$

$$v_m = F_{mm} \cdot (d_c/d_m) \quad (2)$$

$$v_v = 100 - d_c \left\{ \frac{F_{mm}}{d_m} + \frac{F_{mf}}{d_f} \right\} \quad (3)$$

em que: F_{mf} é a fração em massa de fibra, F_{mm} é a fração em massa da matriz, d_f e d_m são, respectivamente, as densidades da fibra e da matriz e d_c a densidade do compósito.

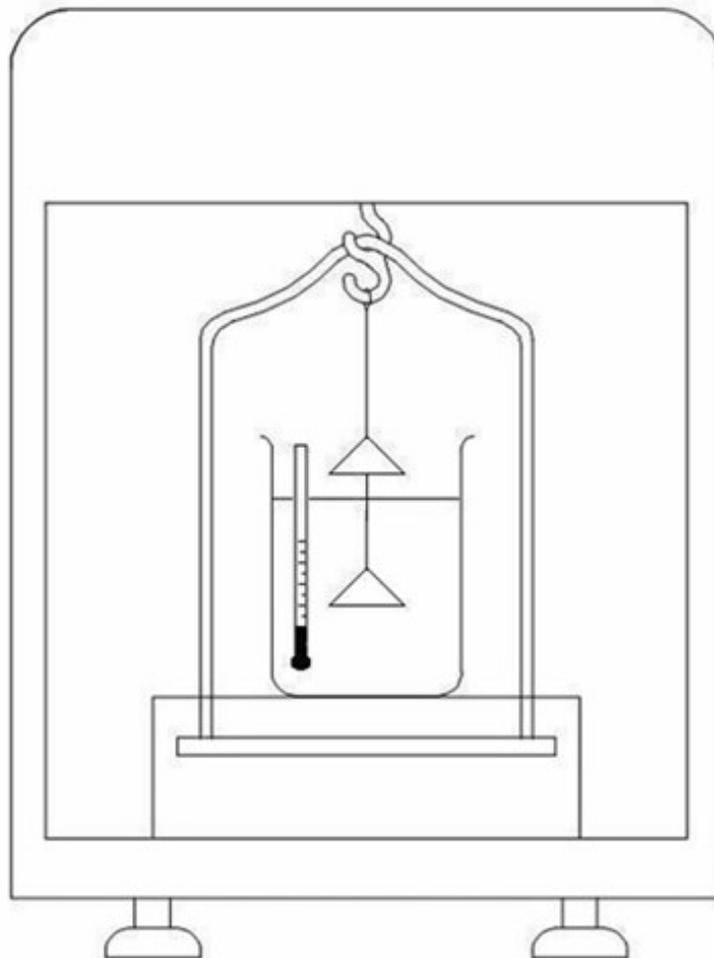
Para a obtenção dos valores de densidade dos materiais compósitos, foi utilizado um dispositivo que apresenta dois pratos, sendo um submerso e outro ao ar, conforme ilustrado na Figura 18 além de uma balança analítica Mettler-Toledo XP6e. Este procedimento foi realizado conforme a norma ASTM D792-20 (2020). Três amostras de cada cilindro, com geometria retangular, com massa aproximada de 0,5 g. Para a determinação das densidades primeiramente, foram realizadas as pesagens das amostras ao ar, onde foram registrados os valores de referência (ponto de tara). Na sequência, foram efetuadas as pesagens das amostras submersas e foram removidas as possíveis bolhas de ar formadas na superfície do suporte. Posteriormente um termômetro foi posicionado no interior do béquer com água para aferição da temperatura.

Os valores da densidade do compósito (d_c) foram então calculados usando a Equação 4.

$$d_c = [(Ma / (Ma - Ms))]. Dl \quad (4)$$

em que: Ma é a massa da amostra na condição seca (ao ar), Ms é a massa da amostra submersa (em água) e Dl é a densidade da água durante o procedimento de pesagem, de acordo com a temperatura medida.

Figura 18 – Arranjo para a determinação da densidade por Arquimedes ou deslocamento de água



Fonte: adaptado de MARINUCCI (2011).

4.4 Determinação da T_g dos materiais compósitos

O método de DSC é a mais conhecida das técnicas de análise térmica. A técnica de DSC é uma ferramenta bastante utilizada para a obtenção da T_g (CANEVALORO JUNIOR, 2003). Neste trabalho a T_g foi obtida com o uso do calorímetro Mettler-Toledo DSC-3 (Figura 19), pelo método de fluxo de calor. O

equipamento de DSC é utilizado para medir as variações de entalpia registradas por conta de alterações nas propriedades físicas e químicas de determinado material em função do tempo ou da temperatura. O método permite identificar e caracterizar materiais. Foi utilizada uma razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e as amostras foram submetidas a uma atmosfera controlada com nitrogênio ultrapuro em uma vazão de $50\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. Os resultados foram obtidos pela média entre dois ensaios para cada amostra retirada dos cilindros dos materiais compósitos de FB/epóxi e de FV/epóxi.

Figura 19 – Calorímetro Mettler-Toledo DSC-3 utilizado neste estudo para realização de DSC



Fonte: autor do trabalho.

4.5 Avaliação da microestrutura da fibra após ruptura

A análise na microestrutura de um material mostra importantes informações sobre a previsão do desempenho de engenharia dos componentes durante seu período de serviço. Alguns fatores críticos, como variações do volume de fibras, presença de vazios, alterações de ângulo entre as fibras, presença de impurezas ou objetos estranhos podem provocar alterações no desempenho destes compósitos comprometendo sua aplicação de maneira adequada (HAYES e GAMMON, 2010).

As análises de amostras dos compósitos com uso de MEV foram realizadas com intuito de verificar a qualidade da impregnação nos materiais compósitos, sendo que as amostras foram retiradas da região circunferencial dos cilindros após a finalização dos testes de ruptura. O equipamento utilizado foi o FEI Inspect S50 (Figura 20) sob vácuo.

Figura 20 – Equipamento de MEV FEI Inspect S50 utilizado no presente trabalho para análise de ruptura das fibras



Fonte: THERMOFISHER SCIENTIFIC: <<https://www.directindustry.com/pt/prod/thermo-fisher-scientific-materials-science/product-123345-1401063.html>>.

4.6 Sensores do tipo extensômetros nas estruturas cilíndricas

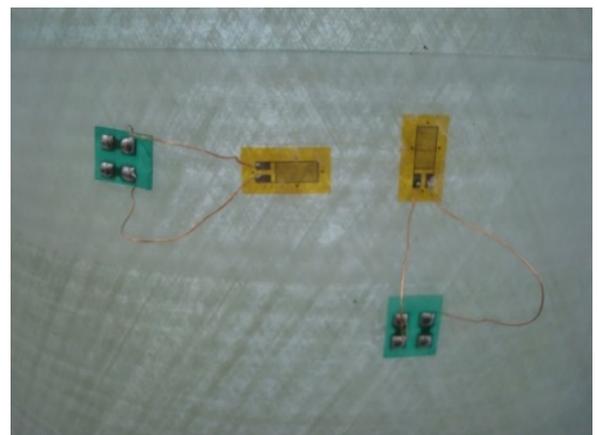
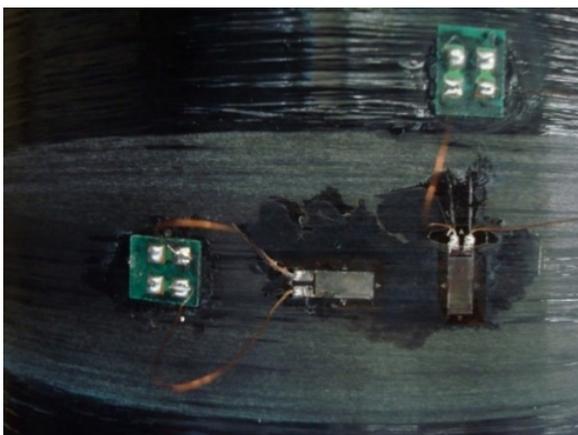
Os extensômetros elétricos do tipo *strain gages* são utilizados há quase 80 anos e são considerados acessórios fundamentais para medições de acompanhamento do desempenho de componentes de engenharia. Esse acompanhamento é feito nas fases experimentais e de projeto, e, também, para avaliação da vida útil destes componentes durante períodos de operação de modo a otimizar as condições dos materiais por motivos de produtividade e segurança (HBK COMPANY, 2021).

O extensômetro mais comum é conhecido como *strain gage* metálico que é formado por um segmento de fio muito fino ou uma folha metálica disposta em forma de uma grade padrão. Esta grade padronizada otimiza a dimensão do material metálico utilizado que geralmente é submetido à deformação no sentido paralelo à força aplicada. As partes metálicas do extensor são depositadas na superfície de um revestimento protetor fino chamado portador, que posteriormente é colado diretamente ao corpo de prova a que se deseja realizar o teste.

A deformação (ϵ) é definida como a mudança relativa no comprimento de um material, que pode ser registrada tanto no sentido positivo (tração) quanto negativo (compressão) e é expressa em unidade internacional, como mm/mm. No geral, grande parte dos materiais possuem medidas de deformação pequenas. Desta forma, tais valores são comumente expressos em unidades de *microstrain* ($\mu\epsilon$), que são equivalentes a (ϵ) vezes 10^{-6} , sendo 1000 $\mu\epsilon$ igual a uma deformação de 0,1%.

Nas Figuras 21a e 21b são mostradas as configurações de fixação dos pares de extensômetros utilizados nos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi para os testes experimentais deste trabalho.

Figura 21 – Fixação dos *strain gages* no cilindro a) FB/epóxi; b) FV/epóxi
a) b)



Fonte: autor do trabalho.

4.7 Dispositivos e equipamento para ensaios hidrostáticos de pressão

Os cilindros de compósitos de FB/epóxi e de FV/epóxi fabricados com as extremidades abertas foram submetidos a ensaios onde a pressão hidrostática foi aplicada na parte interna dos cilindros por meio da injeção de fluido (mistura)

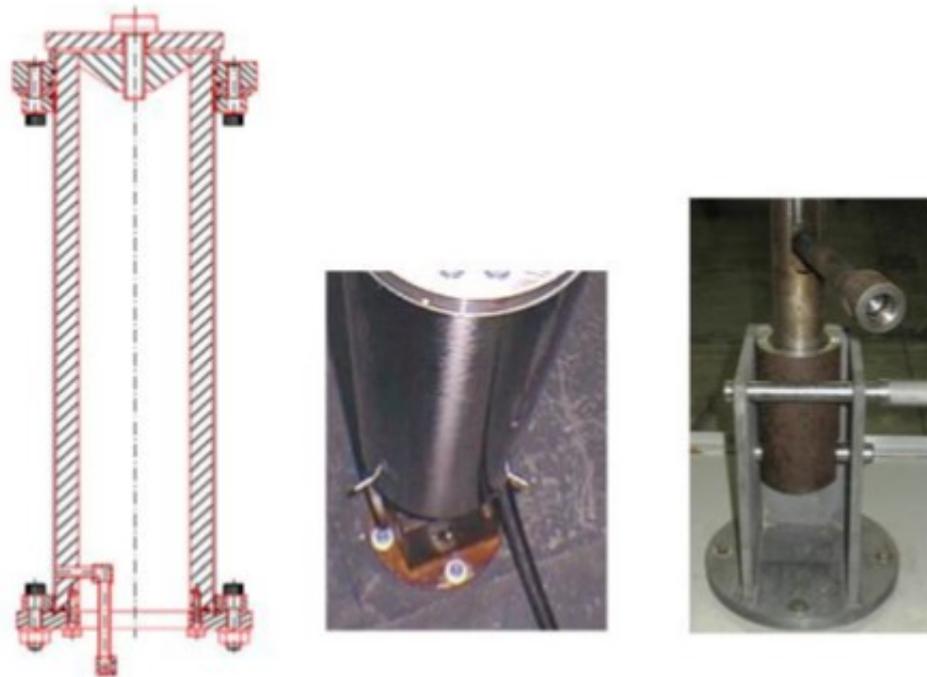
com concentração aproximada de 90% de água e 10% de óleo de corte para usinagem (comercialmente conhecido como óleo solúvel). O fechamento de suas extremidades com tampas metálicas e um dispositivo especial de vedação garantiram o confinamento do líquido a altas pressões no interior das peças.

O dispositivo utilizado neste ensaio foi projetado para que as solicitações de carregamento ocorressem somente na direção circunferencial (carregamento uniaxial), não ocasionando carregamento longitudinal. Desta forma, o cilindro permaneceu livre de restrições quanto aos movimentos associados à deformação na direção longitudinal.

O dispositivo de injeção de fluido é composto por uma tubulação de entrada na base onde é liberado o óleo bombeado para o volume interno do cilindro. O dispositivo também apresenta em tubo central metálico, anéis de vedação superior e inferior (gaxetas), parafusos de fixação e base móvel. O ensaio foi realizado com aplicação de carga monotônica (aumento constante da pressão em relação do tempo) de 1 em 1 MPa/min até os limites de 7 MPa para o primeiro teste com cilindro de FB/epóxi e até 5 MPa para os testes com FV/epóxi e segundo teste com FB/epóxi. A unidade de pressurização do equipamento possui uma bomba hidráulica, com acionamento pneumático e acumulador de pressão, podendo operar com capacidade de até 30 MPa.

Os ensaios de fluência foram realizados em duas condições de temperatura: a temperatura ambiente (22 °C) e aquecidos à 50 °C. Para os ensaios com aquecimento foi utilizado um forno do tipo coleira especialmente desenvolvido para funcionar como um invólucro ao redor do cilindro de forma a proporcionar um aquecimento constante em todo o cilindro. Na Figura 22 é mostrado o desenho do dispositivo de ensaio, o cilindro montado no dispositivo e o bico de injeção do fluido, enquanto na Figura 23 é mostrada a unidade de controle do equipamento de pressão hidrostática com o forno de aquecimento em segundo plano.

Figura 22 – Dispositivo de ensaio hidrostático: a) desenho de projeto; b) cilindro montado para ensaio; c) bico de injeção de fluido



Fonte: adaptado de MARINUCCI (2001).

Figura 23 – Unidade de controle da máquina de pressão hidrostática com forno de aquecimento do cilindro



Fonte: autor do trabalho.

Os ensaios de fluência foram realizados em cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi, obedecendo a um planejamento inicial de duração de 500 horas para cada ensaio com temperatura ambiente e com aquecimento de 50 °C. Os corpos cilíndricos foram submetidos a um carregamento hidrostático, fazendo-se a injeção controlada de um fluido, em seu interior, até que se atingiu a pressão interna constante definida como de 5 MPa. A pressão foi configurada por meio da liberação da válvula de controle de pressão e com o auxílio de instrumentação por manômetro de indicação visual.

4.8 Sistema de aquisição de dados

A monitoração da deformação foi realizada pela captação e posterior processamento dos sinais elétricos obtidos pelos pares de *strain gages* ligados na superfície dos cilindros durante cada ensaio. Para a obtenção dos registros dessas medições os extensômetros elétricos foram colados na direção longitudinal e radial de um mesmo lado, realizando a gravação dos dados em computador. A aquisição de dados de pressão foi registrada manualmente e acompanhadas durante o período de teste. Algumas pequenas variações nos valores de pressão foram anotadas e fotografadas para avaliação futura na influência dos resultados dos testes.

Com o uso do sistema de aquisição de dados: sensores (*strain gages*), cabos e conectores, condicionador, conversor, programa de aquisição de dados, e programa de análise e processamento dos sinais foi possível a geração, elaboração e apresentação dos resultados propostos nesta dissertação de mestrado.

Os experimentos foram realizados nos laboratórios da Diretoria de Desenvolvimento Nuclear da Marinha localizados em áreas anexas às instalações do IPEN/CNEN na cidade de São Paulo. Os experimentos foram executados de maneira padronizada obedecendo as melhores práticas laboratoriais bem como as normas técnicas quando aplicáveis.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme métodos descritos na seção 4 foram realizadas análises de DSC, TGA e densimetria nas amostras dos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi para a determinação das frações de massa das fibras e das matrizes poliméricas. Os resultados dos testes e a comparação com valores anteriormente obtidos e disponíveis na literatura estão descritos a seguir.

5.1 Frações volumétricas dos cilindros

Nas Tabelas 9 e 10 são apresentados os dados de densidade do compósito d_c (g/cm^3), frações volumétricas de fibra v_f (%), frações volumétricas de matriz v_m (%) e frações volumétricas de vazios v_v (%) dos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi, respectivamente. Os dados obtidos neste estudo foram comparados com valores médios anteriormente obtidos por LAPENA (2017) para o mesmo tipo de matriz polimérica. Adicionalmente, são apresentados nas Tabelas 9 e 10 valores de massa da fibra M_f (%) e massa da matriz M_m (%) para o material compósito utilizado neste trabalho.

Tabela 9 – Frações volumétricas para cilindros de fibra de basalto/epóxi

Cilindro FB/epóxi	d_c (g/cm^3)	v_f (%)	v_m (%)	v_v (%)	M_f (%)	M_m (%)
FB/epóxi (este estudo)	1,96	55,0	44,0	1,0	73	27
FB*	1,98	54,7	42,5	2,8	-	-
Desvio*	0,02	1,1	1,2	0,5	-	-

* Informações obtidas no trabalho de LAPENA (2017).

Fonte: autor do trabalho.

Tabela 10 – Frações volumétricas para cilindros de fibra de vidro/epóxi

Cilindro FV/epóxi	d_c (g/cm^3)	v_f (%)	v_m (%)	v_v (%)	M_f (%)	M_m (%)
FV/epóxi (este estudo)	1,95	57	41	2	75	25
FV*	1,95	55,4	41,4	3,2	-	-
Desvio*	0,02	0,9	0,8	0,6	-	-

* Informações obtidas no trabalho de LAPENA (2017).

Fonte: autor do trabalho.

Observa-se que os valores de frações volumétricas (Tabelas 9 e 10) relativos ao material compósito deste estudo são semelhantes aos valores disponíveis na literatura (LAPENA, 2017), levando-se em consideração o desvio do ensaio. Para o compósito de FB o valor de v_m deste estudo apresentou-se ligeiramente superior (3,52%) ao da literatura já o de v_v foi 56,5% menor que o estudo anterior, considerando-se o desvio padrão.

Valores de fração volumétrica de vazios abaixo de 2% são esperados para esta classe de compósitos. Esse resultado pode indicar que alguns parâmetros de fabricação desses cilindros tais como tensão no filamento, distância do passo de enrolamento, temperatura do molde e do banho foram bem executados. Porém, valores entre 60 e 75% de fração volumétrica de fibra já foram obtidos pela técnica de *filament winding* (CAUCHOIS, 2009) o que pode indicar que melhorias nos parâmetros destes processos poderiam ser implementadas.

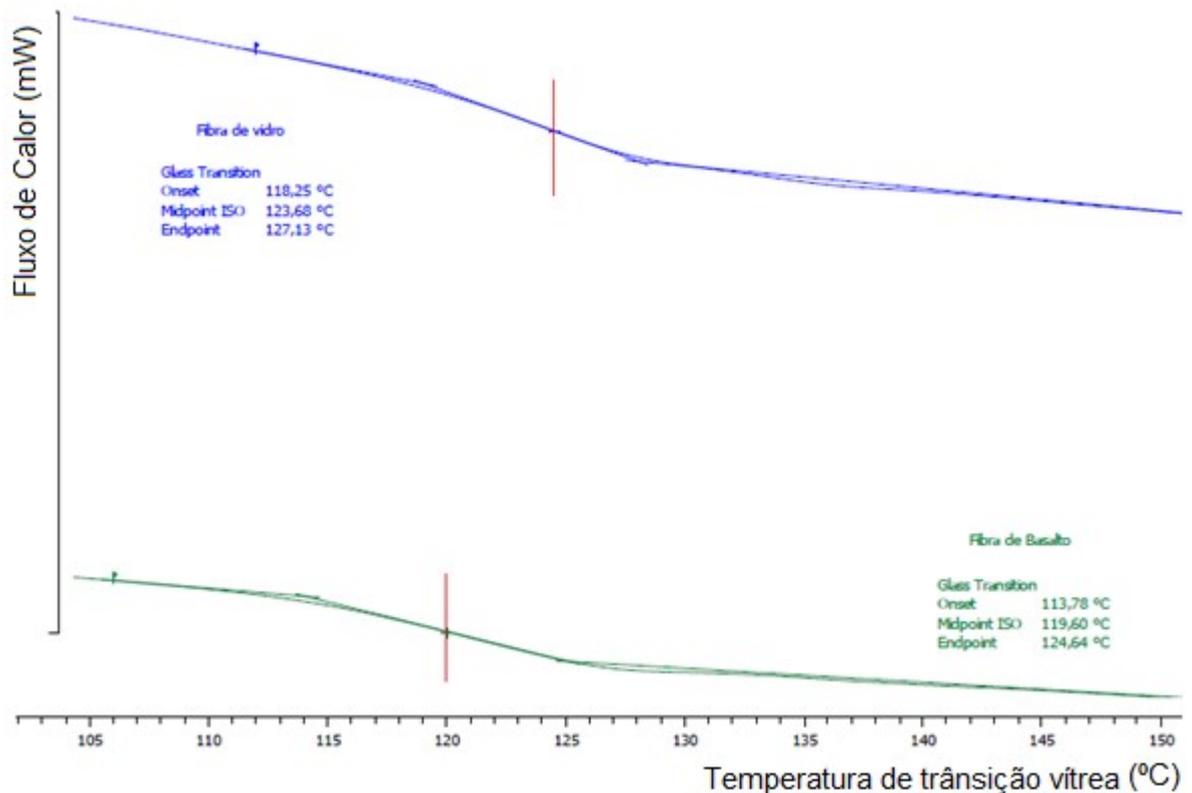
Os resultados de frações volumétricas dos dois tipos de materiais compósitos ensaiados (FB/epóxi e FV/epóxi) foram semelhantes (em termos proporcionais), provavelmente devido à aplicação de parâmetros semelhantes da técnica de *filament winding* utilizada no presente estudo. Este resultado, garante maior segurança para a realização de comparações entre propriedades de engenharia dos distintos materiais de reforços utilizados (FV e FB), pois existiu uma proporcionalidade nos valores de frações volumétricas nos cilindros utilizados para os testes de fluência. Deste modo, possíveis diferenças de desempenho entre os compósitos ensaiados possivelmente estão relacionadas as propriedades físicas de cada fibra e não aos parâmetros do processo de produção destes compósitos.

Estudos realizados por SOKAIRGE et al. (2020) indicaram que as frações constituintes de fibra têm um efeito significativo na fluência de longo prazo em barras de compósitos com reforço de basalto. Dessa forma, a razão entre a deformação de fluência e a deformação inicial e os níveis de tensão de ruptura por fluência são proporcionais a fração de volume da fibra (reforço). Demonstrase, então, a importância da determinação dos valores de fração volumétrica para possíveis ajustes nas concepções dos projetos e parâmetros de fabricação de peças e componentes mecânicos críticos com origem nestes materiais compósitos.

5.2 Análise térmica dos materiais

A T_g foi caracterizada pela região onde ocorre uma mudança na inclinação da curva obtida pela técnica de DSC, conforme descrito na seção 4.4. Na Figura 24 são mostrados os valores de determinação das T_g obtidas pelo método de DSC dos materiais compósitos de FB/epóxi e de FV/epóxi. Os valores de T_g obtidos para ambos os materiais se encontram dentro de uma faixa de temperatura próxima e são apresentados na Tabela 11. Os resultados obtidos são um indicativo de que os parâmetros do processo de manufatura destes compósitos tais como: tempo, temperatura e umidade do processo de cura em estufa foram executados de maneira adequada. Uma vez que, tais parâmetros poderiam influenciar diretamente nos resultados obtidos durante a determinação dos valores de T_g posteriormente medidos nos materiais compósitos.

Figura 24 – Determinação de valores de T_g para as FB/epóxi e FV/epóxi por DSC



Fonte: autor do trabalho.

Tabela 11 – Temperatura de transição vítrea de FB/epóxi e de FV/epóxi

	FV/epóxi	FB/epóxi
Temperatura de Transição Vítrea – T_g	124 °C (± 3 °C)	120 °C (± 3 °C)

Fonte: autor do trabalho.

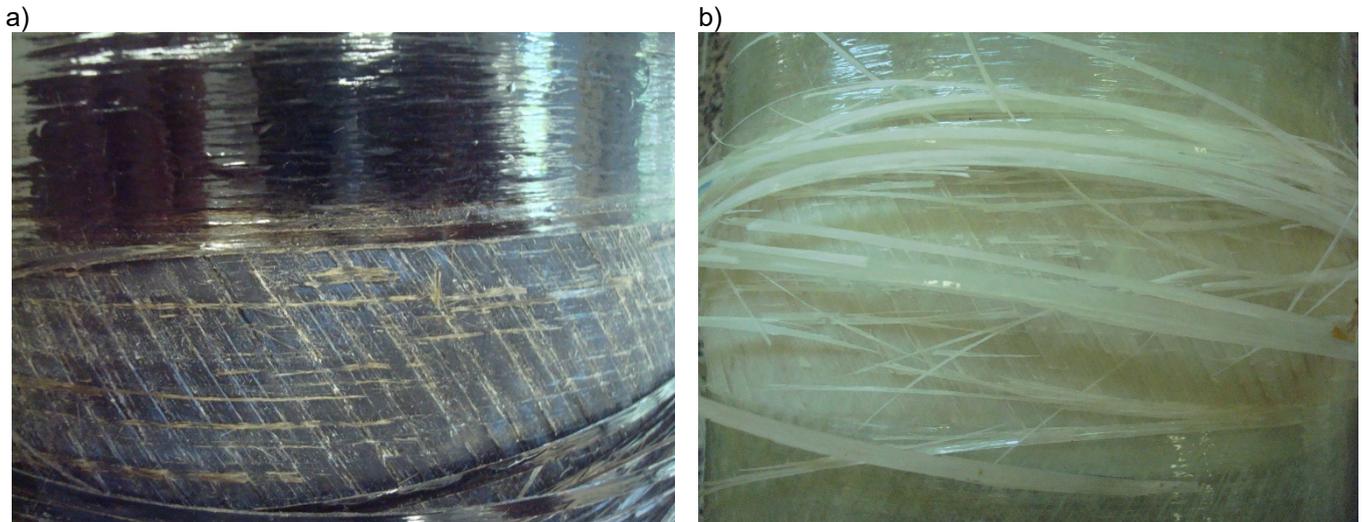
5.3 Análise macroscópica do perfil de ruptura

A fratura do cilindro ocorreu na região de superfície onde houve a colagem dos sensores/extensômetros. Desta forma, foi necessário mudanças no planejamento inicial de realização dos testes de fluência. Assim, foram definidos novos valores para aplicação do carregamento interno, utilizando um fator de redução para pressão interna que o inicialmente previsto foi determinado. A previsão inicial era para o uso de um fator de redução de 40% da pressão de ruptura estática dos cilindros, conforme anteriormente estudados por LAPENA (2017), os quais indicaram uma pressão média de 13,7 MPa de ruptura dos cilindros de FB/epóxi.

O padrão de ruptura dos cilindros do presente estudo apresentou características típicas de ruptura das camadas circunferenciais externas, originárias dos parâmetros definidos durante o processo de enrolamento. Além disso, também apresentaram trincas intralaminares nas camadas internas de reforço helicoidais (-30° e 30°) provenientes, do mesmo modo, dos parâmetros aplicados durante o enrolamento filamentar.

Os danos de ruptura mostraram-se evidentes principalmente em uma mesma área da superfície circunferencial do cilindro, conforme mostrado na Figura 25. Esta área onde ocorreu a ruptura está diretamente associada a mesma região onde foi realizado um processo de desbaste superficial para diminuição de rugosidade superficial que permitisse a fixação adequada (colagem) dos *strain gages*. Este processo induziu uma região preferencial para a fratura dos cilindros, pois, a retirada, mesmo que mínima, de uma camada de resina na parede externa do cilindro gerou uma região com diferença de espessura de material em relação a superfície original, induzindo a ocorrência da falha nesta região.

Figura 25 – Imagens de danos na região de ruptura do cilindro: a) FB/epóxi; b) FV/epóxi



Fonte: autor do trabalho.

Na literatura em estudos realizados por CARVALHO (2006) outros tipos de experimentos com ruptura de cilindros, com características de fabricação semelhantes, encontraram não somente trincas longitudinais e helicoidais, mas também regiões de colapso completo nas paredes do laminado ao longo de todo o comprimento dos cilindros compósitos para uso de reforços em fibra de carbono.

Foi observado que, por outro lado, com emprego de reforços semelhantes aos utilizados neste trabalho os danos de fragmentação do material e dos componentes mecânicos ensaiados foram menores quando comparados aos de fibra de carbono. Este fato, indica que para a utilização deste material compósito em aplicações específicas da indústria nuclear, tais como elementos de máquinas, os reforços de FB/epóxi ou de FV/epóxi em matrizes epoxílicas podem trazer vantagem em termos de segurança operacional.

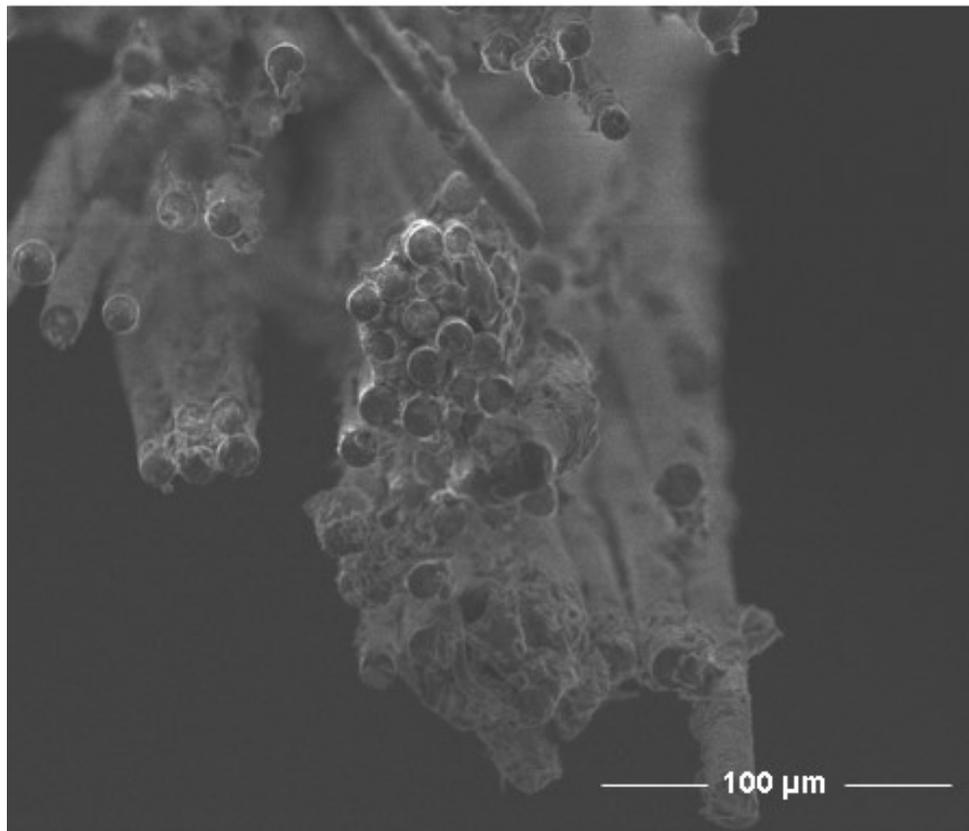
5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras de FB/epóxi e de FV/epóxi

As análises de amostras dos compósitos avaliados neste estudo foram realizadas com uso de MEV com intuito de se verificar a qualidade da impregnação da resina nos produtos testados. Os resultados dos ensaios com MEV apresentaram uma excelente qualidade de impregnação entre as fibras e a

resina do tipo epóxi. Além disso, as análises também permitiram evidenciar a conformidade dos parâmetros do processo de fabricação por enrolamento filamentar aplicados nos corpos cilíndricos utilizados.

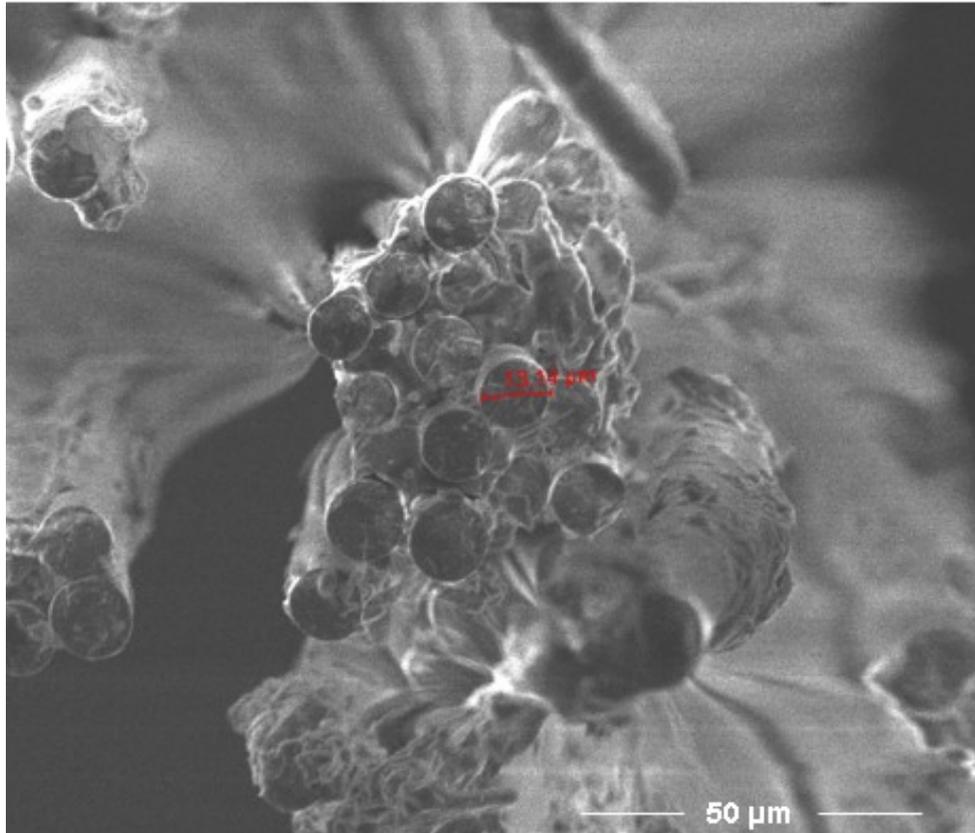
Na Figura 26 é mostrada a união dos filamentos de FB/epóxi com boa qualidade de impregnação na matriz epoxídica indicando elevado grau de assertividade dos parâmetros de durante o processo de enrolamento do reforço e cura controlada. Na Figura 27 é mostrado em detalhe o tipo de falha promovida no filamento de FB/epóxi, onde a seção de ruptura do filamento apresenta-se preferencialmente perpendicular a direção de enrolamento da fibra. Foi constatado boa aderência entre a fibra e a matriz na superfície do reforço de fibra com perfil de seção de ruptura perpendicular a direção do filamento.

Figura 26 – Filamentos de FB/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura



Fonte: autor do trabalho.

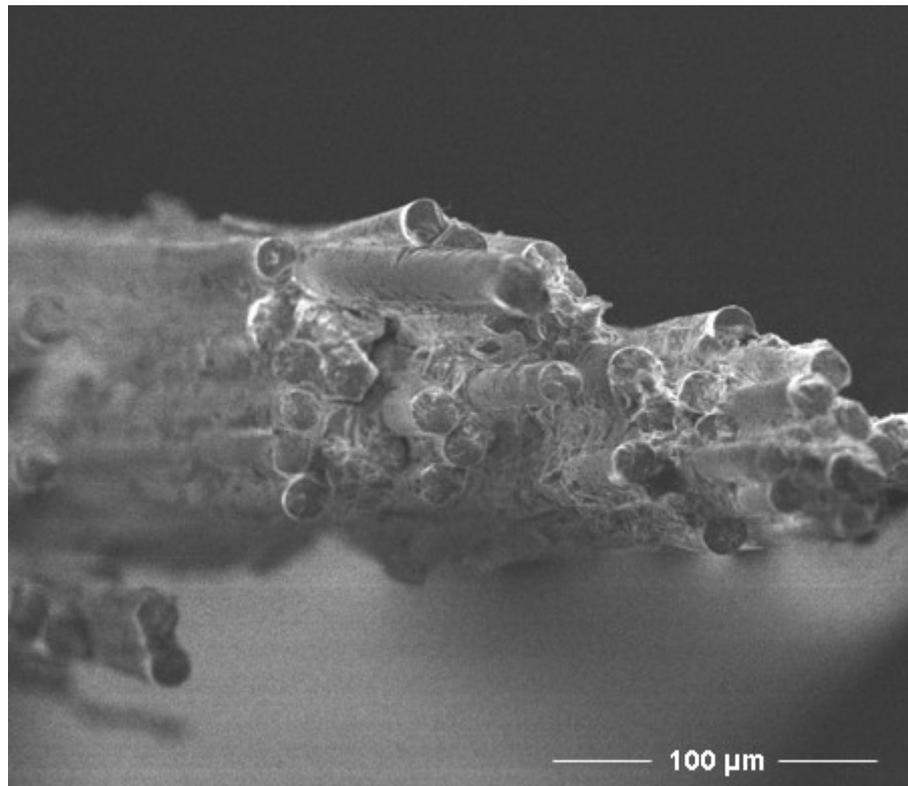
Figura 27 – Filamentos de FB/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura



Fonte: autor do trabalho.

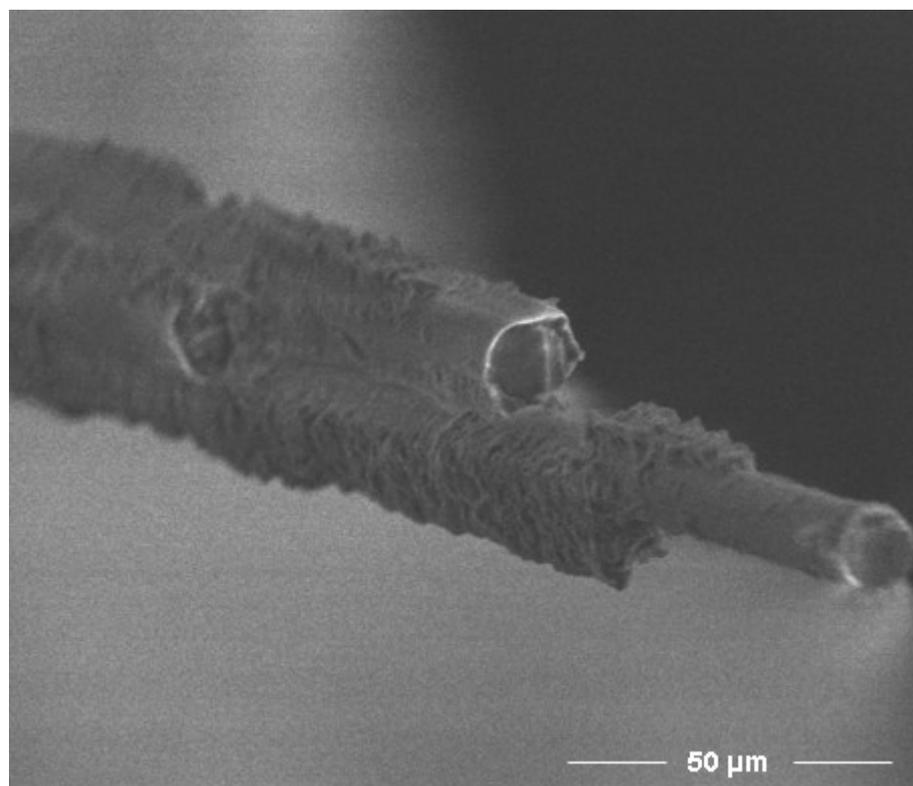
Da mesma forma, as Figuras 28 e 29 foram geradas com uso de uma amostra da região radial do material composto após a ruptura do cilindro de FV/epóxi. Na Figura 28 é mostrada também a união de vários filamentos de FV/epóxi com boa qualidade de impregnação o que pode indicar assertividade dos parâmetros de fabricação durante o processo de enrolamento do reforço de FV. As imagens também indicaram uma uniformidade no tipo de seção de ruptura promovida por altos níveis de tensão radial durante o ensaio. Na Figura 29 é mostrado em detalhe o tipo de falha promovida no filamento de FV/epóxi, onde a seção de ruptura do filamento apresenta-se à aproximadamente 90° do ângulo de enrolamento. É possível também observar uma boa aderência entre a fibra e a matriz na superfície do filamento de fibra e o perfil de ruptura perpendicular a direção do filamento.

Figura 28 – Filamentos de FV/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura



Fonte: autor do trabalho.

Figura 29 – Filamentos de FV/epóxi, impregnação da resina epóxi e seção de ruptura



Fonte: autor do trabalho.

5.5 Ensaio de fluência nos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi

Para o cilindro de compósito de FB/epóxi no primeiro ensaio de fluência deste estudo, com pressão hidrostática previamente definida em 7 MPa, a ruptura ocorreu após um período de aproximadamente 62 horas, sendo a previsão inicial de duração de 500 horas. Este evento não esperado resultou na implementação de modificações nos parâmetros de teste hidrostáticos para devida conclusão do trabalho.

Para a realização do teste de fluência em 500 horas foi então redefinida a aplicação da pressão para valores nominais de *setup* de 5 MPa (50 bar) ou 37,32% da pressão de ruptura estática previamente obtida no trabalho de LAPENA (2017). Desta forma, também foi possível garantir uma maior segurança para a realização dos testes de fluência com o aumento de temperatura de 22 °C para 50 °C, também com 500 horas de duração, para ambos os materiais compósitos de FV/epóxi e de FB/epóxi.

Após a finalização dos testes de fluência os mesmos cilindros utilizados foram submetidos a aumentos graduais de pressão até atingir a ruptura. Na Figura 30 são mostrados os cilindros de FB/epóxi na configuração inicial de teste e após a ruptura, cuja pressão foi de 9,5 MPa. No cilindro compósito de FV/epóxi a ruptura do material ocorreu em aproximadamente 12 MPa de pressão hidráulica. Na Figura 31 são mostrados os cilindros de FV/epóxi em sua configuração inicial e após a ruptura. Na Tabela 12 são apresentados os resultados dos ensaios de ruptura (*burst test*).

Figura 30 – Cilindro de FB/epóxi: a) no início do teste; b) após ruptura com a conclusão do teste de fluência

a)



b)



Fonte: autor do trabalho.

Figura 31 – Cilindro de FV/epóxi: a) no início do teste; b) após a ruptura com a conclusão do teste de fluência

a)



b)



Fonte: autor do trabalho.

Tabela 12 – Valores de pressão de ruptura (MPa) dos cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi

	FB/epóxi	FV/epóxi
Pressão de ruptura (MPa)	9,5	12

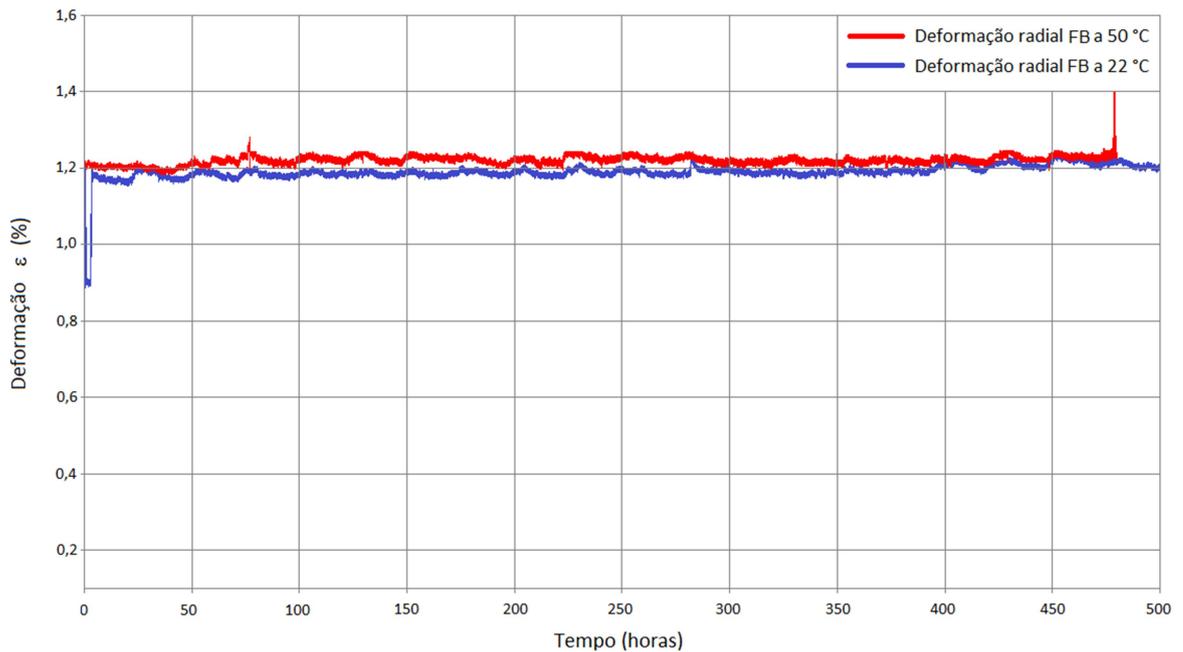
Fonte: autor do trabalho.

A realização do segundo ensaio de fluência em cilindro de FB/epóxi com tempo total em 500 horas foi executado nas mesmas condições dos ensaios com cilindros de FV/epóxi. A consolidação dos dados coletados e a análise comparativa dos resultados dos ensaios de fluência entre os materiais compósitos são apresentados na próxima seção.

5.5.1 Fluência radial a diferentes temperaturas em cilindro de FB/epóxi

Para as medições de deformação relativas à componente de força na direção radial do cilindro de FB/epóxi (carregamento de tração) mostrados na Figura 32, foi possível identificar também que os níveis de deformação apresentados pelo cilindro de FB a 50 °C foram maiores que os níveis obtidos à temperatura ambiente (22 °C), com os mesmos níveis de carregamento (5 MPa) de ensaio. A condição total de fluência para este ensaio foi medida após 478 horas, pois durante a realização do ensaio com aquecimento à 50 °C foi registrado uma falha em um dos sensores *strain gage* radial (no instante de tempo de 478,92 horas), causando curto de voltagem e interrupção dos registros deste sensor, conforme mostrado na Figura 32. Desta forma, os valores de fluência comparativos entre os ensaios frio e quente da FB/epóxi foram tomados com tempo de 478 horas e apresentaram valores de 11,9% superior sob aquecimento. Sendo, os valores de deformação radiais máximos na fluência medidos na superfície dos cilindros na temperatura ambiente e na temperatura de 50 °C, respectivamente 1,2% e 1,25% para o compósito com FB/epóxi.

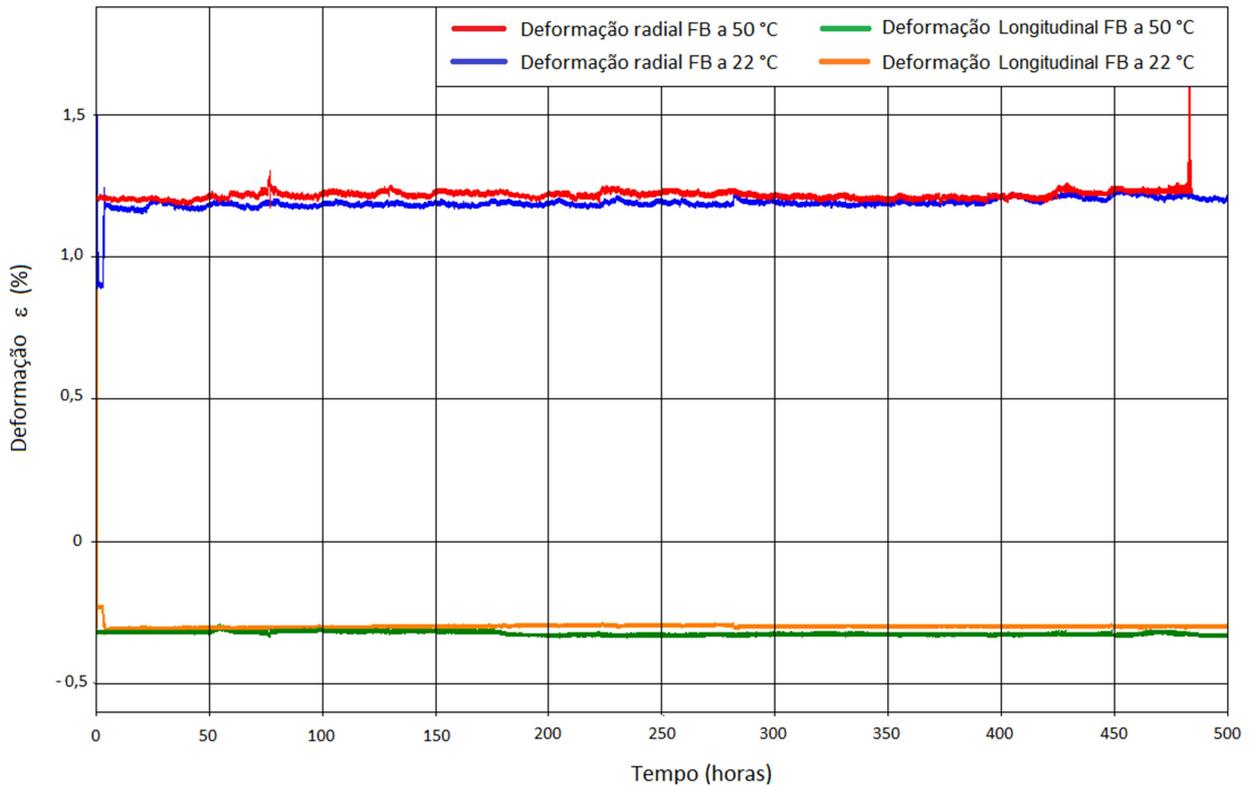
Figura 32 – Fluência radial do cilindro de FB/epóxi em diferentes temperaturas



Fonte: autor do trabalho.

Na Figura 33 é mostrada uma visão geral das deformações totais atingidas pelo cilindro de FB/epóxi quando submetido as condições de pressão constante de 5 MPa e temperaturas de 22 °C e 50 °C. Foi possível observar que as variações nominais de deformação em fluência na direção radial apresentaram valores maiores quando comparados aos valores apresentados na direção longitudinal, sendo cerca de 4 vezes maiores para o compósito de FB. Este mesmo comportamento também foi observado em ambos os cilindros de FB/epóxi e de FV/epóxi quando submetidos ao aquecimento.

Figura 33 – Fluência total do cilindro de FB/epóxi em diferentes temperaturas

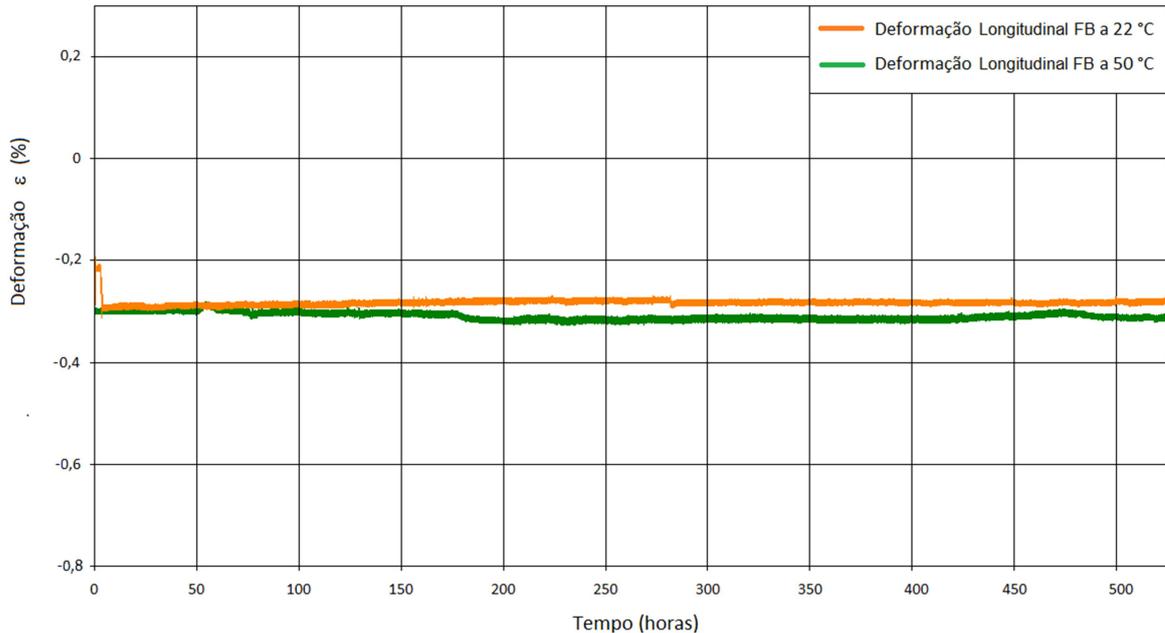


Fonte: autor do trabalho.

5.5.2 Fluência longitudinal a diferentes temperaturas em cilindro de FB/epóxi

Os registros de deformação, relativos à componente de força na direção longitudinal, do cilindro de FB/epóxi (carregamento de compressão) estão mostrados na Figura 34. Da mesma forma, o comportamento de deformação registrado no cilindro de FB a 50 °C foram maiores quando comparados aos valores à temperatura ambiente (22 °C), quando submetidos ao mesmo carregamento (5 MPa). Porém, a condição total de fluência medida após 500 horas foi cerca de 38% superior quando o cilindro foi submetido ao aquecimento de 50 °C, evidenciando maior fluência do compósito de FB/epóxi em relação ao de FV/epóxi.

Figura 34 – Fluência longitudinal do cilindro de FB/epóxi em diferentes temperaturas



Fonte: autor do trabalho.

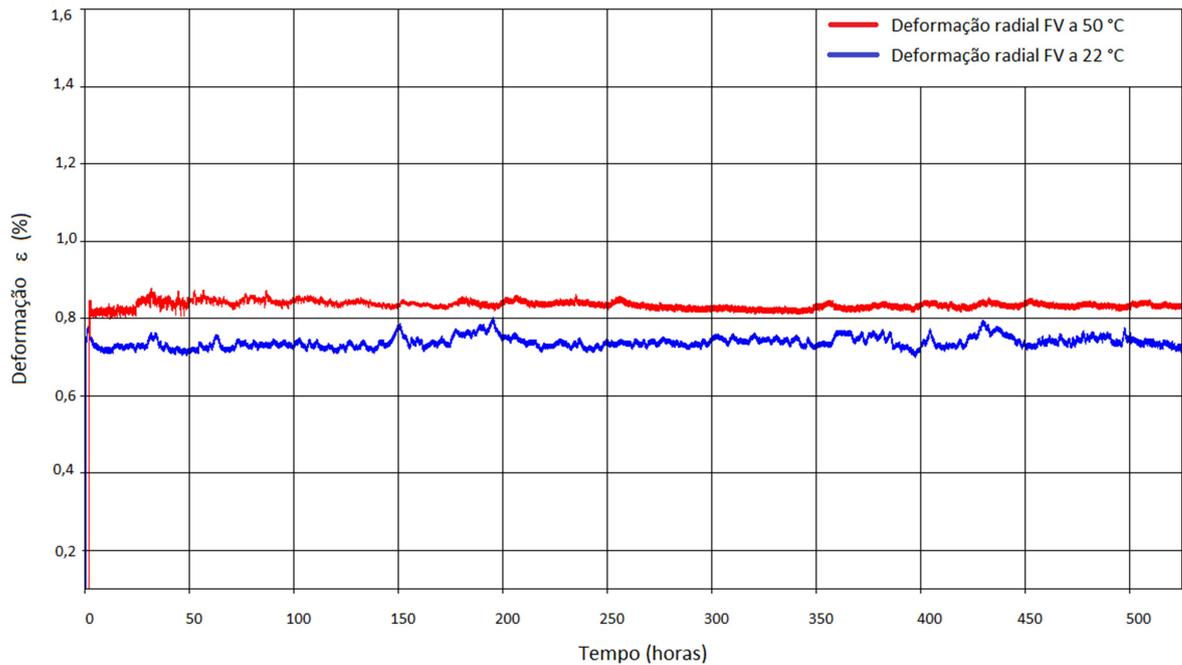
5.5.3 Fluência radial a diferentes temperaturas em cilindro de FV/epóxi

Para as medições de deformação relativas à componente de força na direção radial do cilindro de FV/epóxi (carregamento de tração) mostradas na Figura 35, foi possível identificar que os níveis de deformação apresentados pelo cilindro de FV/epóxi a 50 °C também foram maiores que os níveis obtidos à temperatura ambiente (22 °C), com os mesmos níveis de carregamento (5 MPa). A condição total de fluência medida após 500 horas foi de 10,1% superior sob aquecimento e os valores nominais de deformação para o carregamento na direção radial (tração) foram cerca de 4 vezes maiores.

Os resultados também evidenciaram que para o cilindro na condição de aquecimento houve uma maior estabilidade nos registros dos dados de deformação quando comparados aos valores registrados a temperatura ambiente. Este fenômeno pode estar relacionado com uma maior estabilidade da temperatura na superfície dos sensores (extensômetros) devido ao enclausuramento do forno no cilindro para aquecimento, causando menor variação durante a aquisição dos valores quando comparados ao controle de temperatura ambiente a 22 °C com uso de ar-condicionado no laboratório. Outro fator que pode ter contribuído para as oscilações registradas dos níveis de deformação durante o experimento é o mecanismo de recuperação da pressão

interna da máquina de ensaios hidrostáticos. Considerando que a máquina mantém a pressão do fluido utilizando um acumulador hidráulico que periodicamente precisa ter sua pressão reestabelecida por bombeamento pneumático do sistema.

Figura 35 – Fluência radial do cilindro de FV/epóxi em diferentes temperaturas

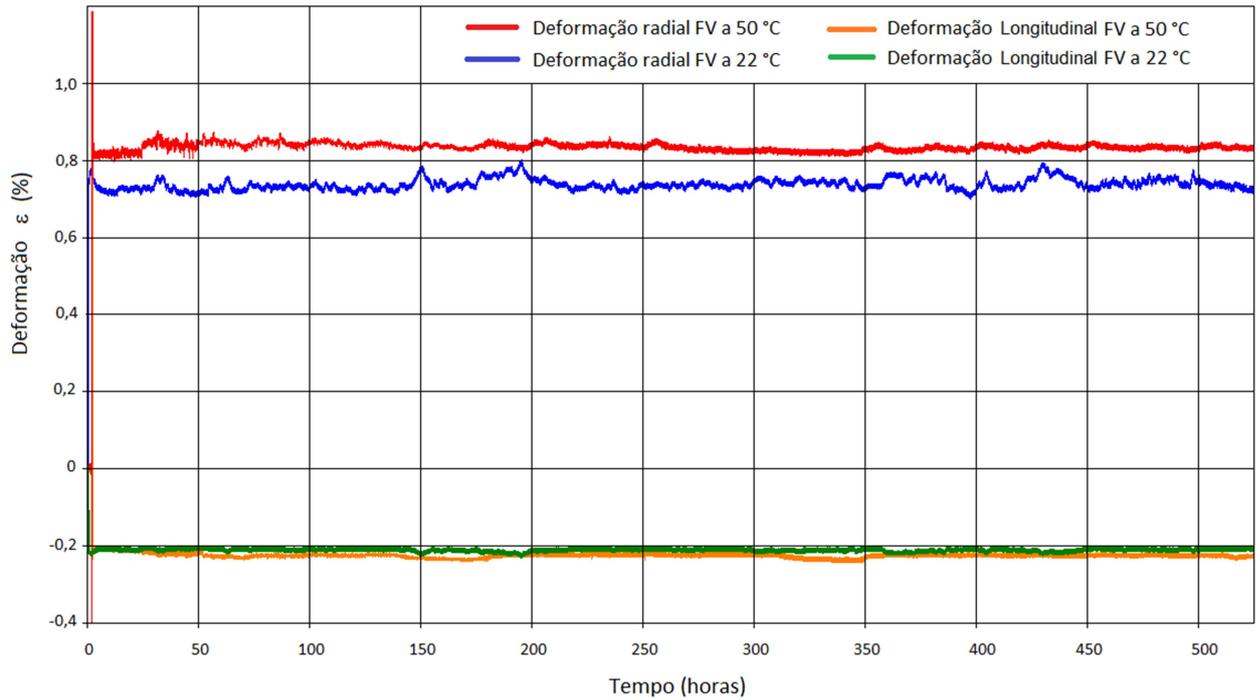


Fonte: autor do trabalho.

Na Figura 36 é mostrada uma visão geral das deformações totais atingidas pelos cilindros de FV/epóxi quando submetidos as condições de pressão constante de 5 MPa e temperaturas de 22 °C e 50 °C. Foi possível notar que as variações nominais de deformação em fluência na direção radial apresentaram valores maiores quando comparados aos valores apresentados na direção longitudinal. Este mesmo comportamento foi observado para os cilindros quando submetidos ao aquecimento.

A deformação devida à fluência e a deformação inicial mostraram uma relação de proporcionalidade com o nível de carregamento inicial. De acordo com estudos recentes (SOKAIRGE et al., 2020), esta relação é atribuída a danos e deslocamento da estrutura de partículas internas durante seu rearranjo em um nível de solitação de força mais altos.

Figura 36 – Fluência total do cilindro de FV/epóxi em diferentes temperaturas

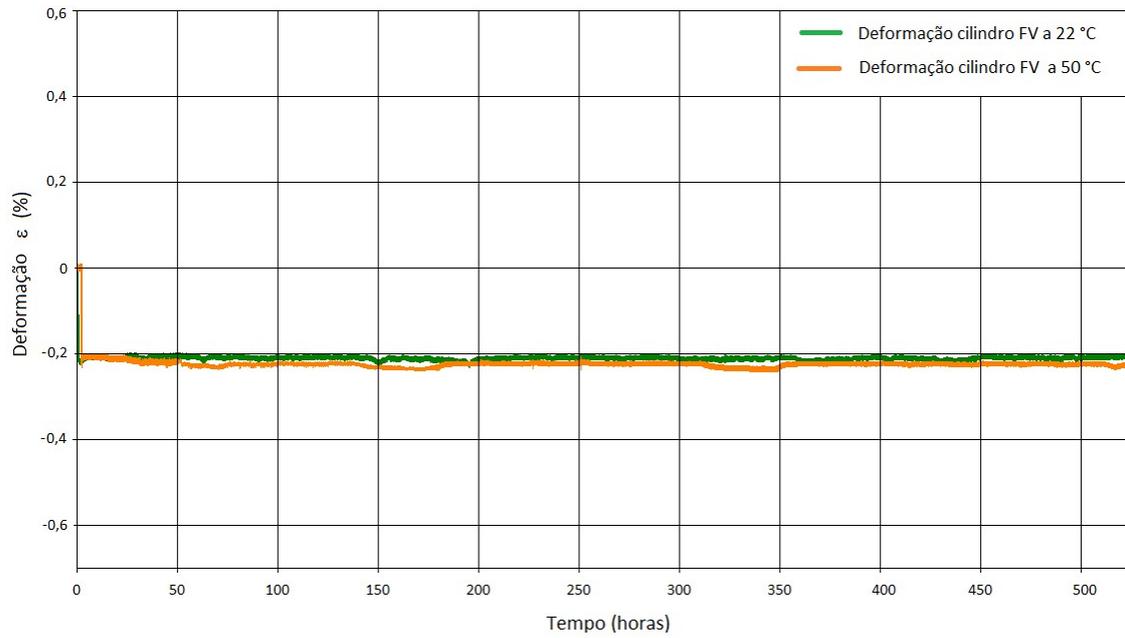


Fonte: autor do trabalho.

5.5.4 Fluência longitudinal a diferentes temperaturas em cilindro de FV/epóxi

Os registros de deformação, relativos à componente de força na direção longitudinal, do cilindro de FV/epóxi (carregamento de compressão) estão mostrados na Figura 37. Nota-se que os níveis de deformação apresentados pelo cilindro de FV/epóxi à 50 °C também foram maiores que à temperatura ambiente (22 °C), quando submetidos ao mesmo carregamento (5 MPa). Além disso, a condição total de fluência medida após 500 horas foi cerca de 12% superior quando o cilindro foi submetido ao aquecimento de 50 °C.

Figura 37 – Fluência longitudinal do cilindro de FV/epóxi em diferentes temperaturas



Fonte: autor do trabalho.

6 CONCLUSÕES

No presente trabalho foram fabricados cilindros com extremidades abertas de fibra de basalto e resina epóxi, bem como cilindros de fibra de vidro e resina epóxi pelo método de enrolamento filamental (*filament winding*). Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de pressão hidrostática e os resultados mostraram que os valores de deformação em ambos os compósitos foram maiores quando os experimentos foram submetidos a temperatura de 50 °C. Este resultado pode estar relacionado aos deslocamentos estruturais de partículas internas, durante seu rearranjo, devido ao aumento dos níveis energéticos sofrido pelo material sob aquecimento. Além disso, esta característica de deformação observada em ambos os cilindros foi consequência dos parâmetros de fabricação adotados, tais como, configuração de bobinagem e processo de cura dos cilindros.

A deformação radial (tração) foi superior a deformação longitudinal (compressão), tendo resultados nominais de deformação em média 4 vezes maiores para a direção radial que os valores registrados na direção longitudinal. Isto, se deve ao fato de as extremidades do cilindro estarem livres para movimentação nesta direção enquanto as paredes radiais absorveram maiores reações de força originárias do carregamento hidrostático imposto. Sendo que, os valores de deformação radial e longitudinal registrado ao longo dos ensaios apresentaram relação estrita com a deformação inicial do corpo de prova, mostrando que existe uma relação proporcional com os níveis de carregamento inicial aplicado.

O cilindro de FB/epóxi apresentou maiores valores nominal de deformação que o cilindro de FV/epóxi sob mesmas condições de carregamento hidrostático, o que indica que para as mesmas condições de fabricação o material compósito de FB/epóxi registrou maior alongamento à ruptura, em consonância com dados obtidos na literatura.

As micrografias de MEV mostraram uma excelente impregnação da resina do tipo epóxi sob as fibras (FB e FV), por meio da observação da adesão dos filamentos de FB e de FV à matriz. Além disso, evidenciou a conformidade do processo de fabricação por enrolamento filamental dos corpos cilíndricos utilizados, onde foi possível notar uma característica típica de fratura na direção

transversal dos fios. O que indica um bom resultado na adesão dos filamentos à matriz, o que proporcionou a transferência do carregamento (tensão) de maneira mais eficiente para os elementos de reforços.

Por outro lado, não houve deformação de fluência significativa nos materiais compósitos de FB/epóxi e de FV/epóxi dentro das condições experimentais impostas neste trabalho (500 horas de carregamento e pressão de 5 MPa). Já que, os valores de fluência sob estas condições experimentais foram baixas. Sendo, os valores de deformação máximos na fluência medidos na superfície dos cilindros na temperatura ambiente e na temperatura de 50 °C respectivamente de 1,2% e 1,25% para os compósitos de FB e 0,72% e 0,82% para os compósitos de FV.

Assim, foi possível conhecer de maneira adequada, as características mecânicas de deformação e fluência dos materiais compósitos de FB/epóxi e de FV/epóxi. Este conhecimento adquirido irá permitir a obtenção de subsídios para a elaboração de projetos e manufatura de elementos de máquinas concebidos para aplicações em atividades relacionadas ao ciclo do combustível nuclear.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realização de ensaios de fluência com uso de sensores a laser para registro das medidas de deformação e variação dimensional dos cilindros e fabricação de materiais compósitos com reforços híbridos (vidro + carbono) e (basalto + carbono) com diferentes configurações angulares de bobinagem e com diferentes níveis de carregamento hidrostático.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALTAWELL, N. Machine olfaction device nanostructure coating. *Introduction to Machine Olfaction Devices*, p. 139–157, 2022.

ASTM D3171-15, *Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials*. ASTM International, 2015. Disponível em: <<http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D3171-15>>. Acesso em: 20 jul. 2020.

ASTM D792-20, *Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement*. ASTM International, 2020. Disponível em: <<https://www.astm.org/Standards/D792.htm>>. Acesso em: 20 jul. 2020.

BALAJI, K. V.; SHIRVANIMOGHADDAM, K.; RAJAN, G. S.; ELLIS, A. V.; NAEBE, M. Surface treatment of Basalt fiber for use in automotive composites. *Materials Today Chemistry*, v. 17, p. 100334, 2020.

BASALT TODAY. Disponível em: <<https://basalt.today/2015/12/1676/>>. Acesso em: 16 out. 2021.

BASU, P. Analytical Techniques. In: *Biomass Gasification, Pyrolysis and Torrefaction: Practical Design and Theory*. Academic Press, p. 479–495, 2018.

CANEVALORO JUNIOR, S. V. *Ciências dos polímeros*. Editora Artliber. 2003. 282p.

CANEVALORO JUNIOR, S. V. *Técnicas de Caracterização de Polímeros*. 3. ed. São Paulo: Artliber Editora, 2003.

CARVALHO, O. De. *Influência da configuração de bobinagem no comportamento mecânico de cilindros de compósito polimérico*. 2006. 83 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear – Materiais) Universidade de São Paulo, São Paulo.

CAUCHOIS, J. P. Processos em compósitos. In: *ABMACO. Compósitos I, materiais, processos, aplicações, desempenhos e tendências*. Associação Latino Americana de Materiais Compósitos, p. 450-452, 2009.

CHAIRMAN, C. A.; KUMARESH BABU, S. P. Mechanical and abrasive wear behavior of glass and basalt fabric-reinforced epoxy composites. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 130, n. 1, p. 120–130, 2013.

CHAWLA, K. K. Glass Fibers. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, p. 3541–3545, 2001.

CHUNG, D. D. L. Polymer-Matrix Composites: Structure and Processing. In: *Carbon Composites*. 2. ed. Butterworth-Heinemann, 2017. p. 161–217.

COLOMBO, C.; VERGANI, L.; BURMAN, M. Static and fatigue characteristics of new basalt fiber reinforced composites. **Composite Structures**, v. 94, p. 1165-1174, 2012.

DEÁK, T.; CZIGÁNY, T. Chemical composition and mechanical properties of basalt and glass fibers: a comparison. **Textile Research Journal**, v. 7, n. 645, 2009.

DERRADJI, M.; WANG, J.; LIU, W. Fiber-Reinforced Phthalonitrile Composites. **Phthalonitrile Resins and Composites**, p. 241–294, 2018.

DHAND, V.; MITTAL, G.; RHEE, K. Y.; PARK, S. J.; HUI, D. I. A short review on basalt fiber reinforced polymer composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 73, p. 166–180, 2015.

DORIGATO, A.; PEGORETTI, A. Fatigue resistance of basalt fibers-reinforced laminates. **Journal of Composite Materials**, v. 46, n. 15, p. 1773–1785, 2012.

FARINA, L. C. **Caracterização viscoelástica por meio de ensaios de fluência e ruptura por fluência de compósitos poliméricos de matriz de resina epoxídica e fibra de carbono**. 2009. 114 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear – Materiais) Universidade de São Paulo, São Paulo.

FEI, B. High-performance fibers for textiles. In: **Engineering of High-Performance Textiles**. Cambridge: Elsevier, 2018. p. 27–58.

FICHA TÉCNICA DE PRODUTO: ROVING DIRETO 468G – ENROLAMENTO FILAMENTAR, PULTRUSÃO E TECIDOS. **CPIC FIBERGLASS**. Campinas: CPIC Fiberglass, 2021.

IORE, V.; SCALICI, T.; DI BELLA, G.; VALENZA, A. A review on basalt fiber and its composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 74, p. 74–94, 2015.

FORTUNATO, A.; TOLEDO, M. DSC: history, instruments and devices. In: **Drug-Biomembrane Interaction Studies: The Application of Calorimetric Techniques**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2013. p. 169–212.

GARBACZ, H.; KRÓLIKOWSKI, A. Corrosion resistance of nanocrystalline titanium. In: **Nanocrystalline Titanium**. Elsevier, 2019. p. 145–173.

GIATRELLIS, S.; NOUNESIS, G. DSC applications: nucleic acids and membrane interactions. In: **Drug-Biomembrane Interaction Studies: The Application of Calorimetric Techniques**. Woodhead Publishing, 2013. p. 265–280.

GUEDES, R. M. Review article: Time-dependent failure criteria for polymer matrix composites: a review. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 29, n. 20, p. 3041–3047, 2010.

HAYES, B. S.; GAMMON, L. M. **Optical microscopy of fiber-reinforced composites**. ASM International, 2010.

HIGH, C.; SELIEM H. M., SAMI A. E.; RIZKALLA H. I. Use of basalt fibers for concrete structures. ***Construction and Building Materials***, v. 96, p. 37–46, 2015.

HBK COMPANY. Fundamentos sobre strain gauges. Disponível em: <<https://www.hbm.com/pt/7074/fundamentos-sobre-strain-gauges/>>. Acesso em: 15 set. 2021.

IPBÜKER, C.; NULK H.; GULIK V.; BILAND A.; TKACZYK A. H. Radiation shielding properties of a novel cement–basalt mixture for nuclear energy applications. ***Nuclear Engineering and Design***, v. 284, p. 27–37, 2015.

JAMSHAD, H.; MISHRA, R. A green material from rock: basalt fiber - a review. ***The Journal of the Textile Institute***, v. 107, n. 7, 2015.

JERRAM, D. A.; WIDDOWSON, M. The anatomy of Continental Flood Basalt Provinces: geological constraints on the processes and products of flood volcanism. ***Lithos***, v. 79, n. 3–4, p. 385–405, 2005.

KAMENNY VEK. Basfibersr. Disponível em: <https://basfiber.com/system/storage/download/Basalt_fiber_products_KV_SI.pdf>. Acesso em: 16 set. 2021.

KHANDELWAL, S.; RHEE, K. Y. Recent advances in basalt-fiber-reinforced composites: Tailoring the fiber-matrix interface. ***Composites Part B: Engineering***, v. 192, p. 108011, 2020.

LAPENA, M. H. ***Estudo do comportamento mecânico de cilindros de compósitos epóxi/fibra de basalto em ensaios hidrostáticos***. 2017. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais) Universidade de São Paulo, São Paulo.

LI, Z.; MA, J.; MA, H.; XU, X. Properties and applications of basalt fiber and its composites. ***IOP Conference Series: Earth and Environmental Science***, v. 186, p. 012052, 2018.

LIU, Q.; SHAW, M. T.; PARNAS, R. S. Investigation of Basalt Fiber Composite Mechanical Properties for Applications in Transportation. ***Polymer Composites***, v. 27, n. 1, p.41-48, 2005.

LOPRESTO, V.; LEONE, C.; DE IORIO, I. Mechanical characterisation of basalt fibre reinforced plastic. ***Composites Part B: Engineering***, v. 42, n. 4, p. 717–723, 2011.

MA, C.; SÁNCHEZ-RODRÍGUEZ, D.; KAMO, T. A comprehensive study on the oxidative pyrolysis of epoxy resin from fiber/epoxy composites: Product characteristics and kinetics. ***Journal of Hazardous Materials***, v. 412, p. 125329, 2021.

- MARINUCCI, G. **Desenvolvimento, fabricação e análise de falha e fratura de cilindros de fibra de carbono colapsados por pressão interna**. 2001. 171 p. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais) Universidade de São Paulo, São Paulo.
- MARINUCCI, G. **Materiais compósitos poliméricos**. São Paulo: Artliber Editora, 2011.
- MARTYNOVA, E.; CEBULLA, H. Glass Fibers. In: **Inorganic and Composite Fibers: Production, Properties, and Applications**. Woodhead Publishing, 2018. p. 131–163.
- MESSIRY, M. EL. Theoretical analysis of natural fiber volume fraction of reinforced composites. **Alexandria Engineering Journal**, v. 52, n. 3, p. 301–306, 2013.
- MILEIKO, S. T. Strength and Fracture Toughness. In: **Composite Materials Series**. Elsevier, 1997. p. 233–305.
- MONALDO, E.; NERILLI, F.; VAIRO, G. Basalt-based fiber-reinforced materials and structural applications in civil engineering. **Composite Structures**, v. 214, p. 246–263, 2019.
- NA, J.; WENLONG, M.; GUOFENG, Q.; WEI, T.; LEIXIN, P. Effect of temperature on the mechanical properties of adhesively bonded basalt FRP-aluminum alloy joints in the automotive industry. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v. 85, p. 138–148, 2018.
- PAPANICOLAOU, G. C.; ZAOUTSOS, S. P. Viscoelastic constitutive modeling of creep and stress relaxation in polymers and polymer matrix composites. **Creep and Fatigue in Polymer Matrix Composites**. Elsevier, 2019. p. 3–59.
- PRASHANTH, S.; SUBBAYA, K. M.; NITHIN, K.; SACHHIDANANDA, S. Fiber Reinforced Composites – A Review. **Journal Material Science Engineering**, v. 6, n. 3, 2017.
- RANI, M.; KESHU; SHANKER, U. Green nanomaterials: An overview. **Green Functionalized Nanomaterials for Environmental Applications**, p. 43–80, 2022.
- ROTH COMPOSITE MACHINERY. Disponível em: <<https://www.roth-composite-machinery.com/de/>>. Acesso em: 16 set. 2021.
- SALEEM, A.; MEDINA, L.; SKRIFVARS, M. Mechanical performance of hybrid bast and basalt fibers reinforced polymer composites. **Journal of Polymer Research**, v. 27, p. 61, 2020.
- SATHISHKUMAR, T. P.; SATHEESHKUMAR, S.; NAVEEN, J. Glass fiber-reinforced polymer composites – a review. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 33, n. 13, p. 1258–1275, 2014.

- SHIOYA, M.; KIKUTANI, T. Synthetic Textile Fibres: Non-polymer Fibres. In: ***Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology***. Woodhead Publishing, 2015. p. 139–155.
- SHRIVASTAVA, A. Additives for Plastics. In: ***Introduction to Plastics Engineering***. William Andrew Publishing, 2018. p. 241–294.
- SOARES, B.; PRETO, R.; SOUSA, L.; REIS, L. Mechanical behavior of basalt fibers in a basalt-UP composite. ***Procedia Structural Integrity***, XV Portuguese Conference on Fracture, PCF 2016, 2016, Paco de Arcos, Portugal. v. 1, p. 82–89, 2016.
- SOKAIRGE, H; ELGABBAS, F.; RASHAD A., ELSHAFIE H. Long-term creep behavior of basalt fiber reinforced polymers bars. ***Construction and Building Materials***, v.260, p.120437, 2020.
- STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W.; STACHOWIAK, G. B. Characterization of Test Specimens. In: ***Tribology Series***. Elsevier, 2004. v. 44, p. 115–150.
- STILLWELL, W. Basic Membrane Properties of the Fluid Mosaic Model OUTLINE. In: ***Drug-Biomembrane Interaction Studies: The Application of Calorimetric Techniques***. Cambridge: Woodhead Publishing, 2013. p. 131–174.
- TANZI, M. C.; FARÈ, S.; CANDIANI, G. Organization, Structure, and Properties of Materials. In: ***Foundations of Biomaterials Engineering***. Academic Press, 2019. p. 3–103.
- TEMPELMAN, E.; SHERCLIFF, H.; EYBEN, B. N. Resin transfer molding. In: ***Manufacturing and Design: Understanding the principles of how things are made***. Butterworth-Heinemann, 2014. p. 171–186.
- THERMOFISHER SCIENTIFIC <<https://www.directindustry.com/pt/prod/thermo-fisher-scientific-materials-science/product-123345-1401063.html>>. Acesso em: 6 nov. 2021.
- WANG, D.; JU, Y.; SHEN H.; XU, L. Mechanical properties of high performance concrete reinforced with basalt fiber and polypropylene fiber. ***Construction and Building Materials***, v. 197, p. 464–473, 2019.
- WEI, B.; CAO, H.; SONG, S. Tensile behavior contrast of basalt and glass fibers after chemical treatment. ***Materials and Design***, v. 31, n. 9, p. 4244–4250, 2010.
- YAN, L.; CHU, F.; TUO, W. Review of research on basalt fibers and basalt fibers-reinforced composites in China (I): Physicochemical and mechanical properties. ***Polymer and Polymer Composites***, 2020.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax (0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.
