

ASPECTOS FRACTOGRÁFICOS DO COMPÓSITO CARBONO IM7/EPÓXI M21 SUBMETIDO À SOLICITAÇÃO ESTÁTICA DE DELAMINAÇÃO EM MODO I

Geraldo Maurício Cândido, geraldo.candido@pq.cnpq.br¹

Maurício Vicente Donadon, donadon@ita.br²

Sérgio Frascino Müller de Almeida, frascino@ita.br²

Mirabel Cerqueira Rezende, mirabel@iae.cta.br¹

¹Divisão de Materiais/Instituto de Aeronáutica e Espaço, AMR/IAE/CTA - Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial - São José dos Campos-SP

²Instituto Tecnológico da Aeronáutica - ITA - São José dos Campos-SP

RESUMO: A fractografia é uma técnica que permite o estudo cuidadoso de superfícies de fratura de materiais e indica como esses falham. O uso desta técnica consiste no exame detalhado da superfície de fratura de amostras devidamente preparadas para a captura de imagens, usualmente pela microscopia eletrônica de varredura. As imagens obtidas revelam importantes informações que propiciam a identificação da origem da fratura, direção de propagação de trinca, mecanismos de dano, defeitos do material, influências ambientais e natureza das tensões. A correlação dessas informações permite estabelecer analogia entre estrutura, propriedade e processamento do material com a propagação da falha. Neste trabalho, a análise fractográfica foi utilizada para investigar os aspectos que caracterizaram a delaminação em Modo I de espécimes Double Cantilever Beam (DCB). Os espécimes foram preparados a partir de um laminado de carbono IM7/epóxi M21, com reforço bidirecional no estilo plain weave, curado em autoclave. A preparação envolveu o posicionamento intencional de um inserto de teflon[®], no plano médio de uma das extremidades do espécime, para simular o início da falha por delaminação. A superfície de fratura foi produzida por solicitação estática para abertura e propagação da delaminação por cargas de tração perpendicular às duas metades separadas pelo filme de teflon[®], em temperatura ambiente. Os resultados do estudo revelaram que significativas variações ocorreram na morfologia da superfície de fratura do laminado de tecido plain weave e que a delaminação, iniciada nas bolsas de resina formadas após o inserto, se propagou ao longo das regiões ricas em resina posicionadas nos interstícios de entrelaçamento das mechas da trama e urdidura. Aspectos fractográficos característicos da delaminação em Modo I, como marcas de linhas de rios e modelos de plumas, presentes em diferentes níveis de elevação da fratura da resina, podem ser empregados como indicativos da direção de propagação da falha no compósito.

Palavras-chave: Aspectos fractográficos, superfície de fratura, fractografia, delaminação, Modo I.

1. INTRODUÇÃO

A delaminação, ou modo de fratura interlaminar, é uma descontinuidade típica dos compósitos poliméricos, que quando se manifesta com maior potencial passa a ser o limitativo da vida útil de um componente aeronáutico. Este tipo de dano pode ser produzido a partir de fontes como entalhes, concentrações de tensões causadas por mudanças em detalhes estruturais, defeitos introduzidos durante o processo de fabricação ou ocorrer durante a vida em serviço do componente, por eventos acidentais de impacto. Muitas vezes está presente na maior parte dos processos de falhas em compósitos, porém é mais crítico sob tensões compressivas, quer seja por carregamento direto em compressão ou induzido por cargas de dobramento. Normalmente, a formação da delaminação é influenciada pelo excessivo estado tridimensional de tensões interlaminares que se desenvolve na interface entre camadas adjacentes na borda livre do laminado ou produzida por carregamento acidental de impacto de baixa velocidade na superfície do componente. Foi extensamente pesquisada nas três últimas décadas do século passado e, a maioria dos trabalhos publicados foi dedicada ao conhecimento do mecanismo de início e propagação do dano a partir da borda livre de laminados estruturais (Pipes et al, 1970; Puppo et al, 1970; Pagano, 1974; Wang et al, 1983; Kim, 1984; Lagace, 1986 e Almeida, 1993).

Entretanto, a capacidade de um laminado estrutural resistir ao início e à propagação da falha por delaminação é evidenciada pela propriedade de tenacidade à fratura interlaminar do compósito. A abordagem analítica da delaminação é apresentada em três modos puros de fratura denominados de Modo I, Modo II e Modo III. Na prática, a discussão da

delaminação em estruturas ocorre em termos dos aspectos de fratura associados ao Modo I, Modo II e Modo Misto I/II. Em sendo assim, vários métodos de testes padronizados com diferentes modos de carregamento, estático e dinâmico, são empregados na caracterização experimental da delaminação de laminados planos de fibras contínuas. Os laminados são fabricados com a inserção de um filme não adesivo entre as duas camadas que demarcam o plano médio, próximo à extremidade de carregamento, para simular o início da delaminação. A maioria dos procedimentos de testes utiliza os espécimes na forma de uma viga retangular de espessura fina. O *Double Cantilever Beam (DCB)* é o modelo mais comum utilizado na caracterização experimental da tenacidade à fratura interlaminar em Modo I. O carregamento de tração transversal aplicado na extremidade do espécime, para iniciar a abertura interfacial entre as duas metades das superfícies parcialmente descoladas pelo inserto, proporciona a propagação contínua de uma frente de delaminação ao longo do plano médio do laminado, caracterizando a topologia da superfície de fratura (Bascom et al, 1980; Whitney et al, 1982 e Wilkins et al, 1982).

Uma das ferramentas essenciais utilizada para obter informações e compreender como ocorre o processo de falha nos compósitos é a fractografia. O método consiste em identificar os aspectos fractográficos impressos na topologia da superfície de fratura e determinar as relações entre a presença, ou ausência desses aspectos, com a seqüência de eventos da fratura, podendo levar à determinação do carregamento e das condições dos esforços no momento da falha. O exame fractográfico de uma falha por delaminação é orientado pela fratura da matriz e, em alguns casos, pela fratura da interface fibra/matriz. Informações sobre o modo de falha e as direções de crescimento de trincas podem ser extraídas da análise morfológica da falha da matriz. A fractografia confirma ou remove as suspeitas que possam recair sobre os modos de falha ocorridos (Purslow, 1981; Purslow, 1986; Roulin-Moloney, 1989; Hull, 1999 e Stumpff, 2001).

As técnicas fractográficas podem ser empregadas no estudo sistemático de micromecanismos da fratura de espécimes padronizados, submetidos à caracterização experimental, de falhas de subcomponentes estruturais testados em laboratórios e na análise *post-mortem* de componentes ou estruturas que falham em serviço, especificamente na investigação de acidentes aeronáuticos. O procedimento da análise utiliza a inspeção visual inicial e a óptica macroscópica, seguida de análises por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e, em alguns casos, microscopia eletrônica de transmissão. A análise deve atentar não somente para a identificação e documentação dos aspectos ocorridos na superfície de fratura, mas também para as informações que ajudam a determinar as causas da falha e possibilitam o avanço no domínio do entendimento do comportamento estrutural do sistema compósito (Franco, 2003; Rezende, 2007 e Greenhalg, 2009).

Em vista da importância dos compósitos poliméricos nas aplicações aeronáuticas de elevado desempenho estrutural, o presente trabalho apresenta um estudo dos aspectos fractográficos indicativos do crescimento da delaminação de um laminado específico de configuração bidirecional de carbono/epóxi, após solicitação estática de delaminação em Modo I, à temperatura ambiente. O experimento de fratura utilizou um espécime DCB convencional e as imagens das faces opostas da topologia da superfície de fratura foram analisadas por estereomicroscopia e microscopia eletrônica de varredura. O principal objetivo do estudo é identificar e documentar as peculiaridades dos diversos micromecanismos que influenciaram na ruptura do sistema epóxi modificado M21 e na resistência à propagação da delaminação.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Seleção do Material

O material selecionado para fabricar o compósito foi o carbono/epóxi comercialmente identificado como HEXPLY®M21/40%/196 PW/IM7-6K/1250 MM produzido pela empresa *Hexcel Composites*, na forma de tecido bidirecional (0,90) estilo *plain weave*, previamente impregnado com matriz polimérica para cura a 180°C. Este pré-impregnado, desenvolvido e qualificado para atender aos requisitos de especificação aeronáutica de elevado desempenho estrutural, foi fornecido pela EMBRAER. A matriz polimérica de designação de HexPly® M21 é um sistema de matriz epóxi modificada pela adição parcial de matriz termoplástica de elevada tenacidade à fratura, pelo uso da tecnologia *interleaves*. O sistema epóxi M21 assegura maior tolerância a dano, particularmente em casos de carregamento por impacto de elevada energia, sem comprometer as propriedades mecânicas do compósito, além de apresentar boas propriedades higrotérmicas em ambientes com temperaturas de até 150°C. Por outro lado, os reforços fibrosos são provenientes da carbonização do poliácridonitrila (PAN) e designados de fibras de carbono HexTow™ IM7 (HS-CP-5000). São fibras contínuas fornecidas em mechas de até 12.000 filamentos (12 K), seção transversal circular e classificada como fibra de carbono de módulo intermediário, ou seja, em torno de 270 GPa. As fibras de carbono HexTow™ IM7 (HS-CP-5000) apresentam propriedades excepcionais de elevada resistência à tração e módulo, como também boa resistência ao cisalhamento, o que permite o desenvolvimento de projetos estruturais para aplicações críticas com margens de segurança mais elevadas nas propriedades de rigidez e resistência (Ortiz, 2008).

2.2. Fabricação do Compósito

A fabricação do compósito foi realizada na empresa EMBRAER em conformidade com as normas aplicadas na produção de componentes estruturais de compósitos poliméricos curados em autoclave (Cândido et al, 2000). Desta forma, um painel com dimensões aproximadas de (600 mm X 400 mm) foi moldado com dezoito camadas de material pré-impregnado, empilhadas na direção (0,90) sobre a superfície plana e adequadamente limpa de uma placa de alumínio. Durante o procedimento de moldagem foi inserida na interface entre a nona e a décima camada do painel um

filme de teflon[®], com espessura variando entre 0,070 mm e 0,085 mm, para simular o início da falha por delaminação em uma das extremidades do plano médio do painel. Em seguida, foi preparada a bolsa de vácuo e iniciado o procedimento de cura em autoclave. O ciclo de cura foi realizado a $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$ com 0,70 MPa de pressão e vácuo atuando a 0,083 MPa, com razão de aquecimento alternando de 0,5 a $2,7^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e a razão máxima de resfriamento de $2,7^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Concluída a operação de cura, o painel foi desmoldado e inspecionado por técnica de varredura ultra-sônica de transmissão por coluna de água. Nesta análise nenhum tipo de descontinuidade foi observado no interior do painel, que compromettesse o padrão da qualidade exigido na aplicação final do compósito.

2.3. Preparação dos Espécimes

A preparação dos espécimes DCB, usados na sollicitação estática de delaminação em Modo I, seguiu o modelo especificado pela norma ASTM D5528-94a. Em sendo assim, com um disco diamantado refrigerado a água, cinco espécimes foram recortados do painel, nas dimensões nominais ilustradas no esquema da Fig. (1). Igualmente, esta figura ilustra o início da delaminação simulada pela camada de inserto de comprimento (a_0), localizado no plano médio da extremidade de carregamento e a direção principal de carregamento paralela às mechas de fibras a (0°), na urdidura do tecido bidirecional *plain weave*. Em seguida, as bordas livres dos espécimes foram aplanadas por polimento manual executado com lixa fina para conferir melhor qualidade no acabamento e assegurar maior precisão nas aferições das dimensões. Medidas da largura e espessura foram realizadas em cinco pontos diferentes (1/4, centro, 3/4 e nas duas extremidades) ao longo de cada espécime. A variação na espessura e os valores médios da largura e espessura foram registrados para os cinco espécimes. Além disso, os espécimes foram avaliados individualmente pela técnica de inspeção ultra-sônica de acoplamento manual por pulso-eco para atestar a inexistência de delaminação na borda livre. Após a realização destas atividades, as bordas dos espécimes foram recobertas com uma fina camada de tinta branca à base de água para facilitar a percepção visual da evolução da delaminação no tempo de aplicação da carga. Para o teste, blocos de alumínio introdutórios de carga na mesma largura dos espécimes e com um pino giratório centralizado foram alinhados e colados nas superfícies da extremidade com inserto de teflon[®] com adesivo de elevada resistência. Para medir com exatidão a extensão da delaminação resultante foi esboçada uma escala de 80 mm com divisões em intervalos de 5 mm e fixada ao longo de uma das bordas de cada espécime. Os 30 mm iniciais foram delineados em intervalos de 1 mm e a marca zero da linha graduada foi fixada a 10 mm do inserto de teflon[®] para facilitar a localização do limite deste filme no plano médio do espécime. A fração volumétrica de fibras verificada é da ordem de 60,5% e foi obtida pelo método de digestão química da resina epóxi.

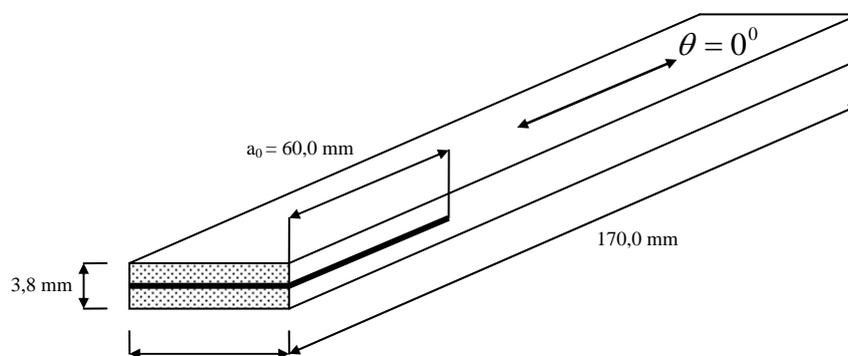


Figura 1. Geometria do espécime *Double Cantilever Beam* (DCB) com a indicação das dimensões nominais, posicionamento do inserto de teflon[®] no plano médio de uma das extremidades e a indicação de alinhamento das fibras da urdidura (0°).

2.4. Obtenção da Superfície de Fratura

A superfície de fratura foi obtida por meio de sollicitação estática de tração aplicada na extremidade previamente delaminada do espécime DCB, para determinar o modo de abertura de tenacidade à fratura interlaminar (G_I) do compósito. O espécime foi montado nas garras de uma máquina de ensaio mecânico *INSTRON 5500R*, calibrada e equipada com célula de carga de 20 kN. O teste foi realizado em ambiente sob condições normais de temperatura e umidade relativa do ar ($23 \pm 2^{\circ}\text{C}$, $50\% \pm 5\% \text{UR}$). As cargas foram aplicadas através dos pinos centralizados nos blocos de alumínio colados sobre as extremidades das superfícies de teste. O movimento rotacional desses pinos promoveu a abertura do espécime a partir do final do inserto de teflon[®], produzindo estados de tensões interlaminares que causaram o início e a propagação de uma frente de delaminação em toda extensão do plano médio do espécime. O espécime foi submetido ao carregamento contínuo sob deslocamento controlado até que a frente de delaminação alcançasse o seu limite. Os valores do carregamento, os sinais de deslocamento e o nível de tensão de saída revelado no marcador de

falha, associado a cada par carregamento/deslocamento que ocorreu no tempo de propagação da frente de delaminação, foram registrados eletronicamente durante o desenvolvimento do teste, incluindo o ciclo de descarregamento. A extensão da frente de delaminação em função dos valores de carregamento e deslocamento foi monitorada pelo marcador de falha posicionado sobre a borda do espécime e acompanhada por uma câmera digital com sensor CCD (*charge coupled device*). A utilização deste aparelho tornou possível a visualização do movimento da frente de delaminação ampliada na tela de um monitor.

2.5. Preparação da Amostra da Superfície de Fratura

Inicialmente foi realizada a inspeção visual macroscópica da superfície de fratura, seguida da observação por estereomicroscopia, para definir as regiões de análise posterior por microscopia eletrônica de varredura. Um dos fatores limitantes no uso do microscópio eletrônico de varredura na análise de falha em compósitos é a preparação da superfície de fratura da amostra. Essa amostra deve ser condutiva, limpa e suficientemente pequena para facilitar a montagem e a manobra no interior da câmara do microscópio. Neste estudo, três regiões foram selecionadas na superfície de fratura do espécime e seccionadas em pares de amostras para ser mais representativo o exame das faces delaminadas. O processo de corte foi cuidadosamente executado com disco diamantado refrigerado à água, de modo que as faces superior e inferior da delaminação se mantivessem inalteradas. Para a remoção das partículas de pó proveniente do corte, as amostras foram imersas em uma solução preparada com álcool isopropílico diluído em proporção igual de água destilada e submetidas à limpeza ultra-sônica durante cinco minutos. Limpas e livres de contaminações, as amostras foram secas com sopros de ar comprimido direcionados sobre a superfície de fratura e fixadas em suportes de alumínio com adesivo de carbono. Em seguida, as bordas das amostras foram assinaladas com tinta condutora de prata para estabelecer caminhos de contato elétrico com o microscópio. Como os compósitos de carbono/epóxi são materiais não-condutores, as amostras foram recobertas com um fino filme de carbono adicional por evaporação a vácuo. O carbono vaporizado condensou na amostra formando uma camada muito fina, contínua e plana sobre a superfície de fratura.

3. RESULTADOS

3.1. Análise Fractográfica por Estereomicroscopia

Apesar dos baixos aumentos nominais, a estereomicroscopia é uma técnica muito valiosa para ser aplicada especialmente na observação de amostras com grandes superfícies de fratura de topologia irregular. É um exame microscópico óptico relativamente rápido que, na maioria dos casos, proporciona ao observador informações indispensáveis para uma análise fractográfica aprimorada, pelo uso da técnica de microscopia eletrônica de varredura. Neste trabalho, a estereomicroscopia foi empregada na análise da superfície de fratura do espécime originário do ensaio DCB. Para isto, foi utilizado um equipamento modelo Stemi SV11 da ZEISS, com sistema de iluminação de intensidade variável e uma câmera fotográfica Nikon acoplada, para a captura de imagens em arquivos digitais. As imagens documentadas da morfologia da fratura revelaram a existência de inúmeras áreas ricas em resina dispostas na estrutura do laminado (0/90) de fibras de carbono IM7/epóxi M21. Essas áreas ricas em resina foram naturalmente consolidadas durante o desenvolvimento progressivo do ciclo de cura em autoclave e se fixaram na região da extremidade da falha, originalmente simulada pelo inserto de teflon® e nos interstícios de entrelaçamento das mechas de fibras no tecido *plain weave*, conforme elucidam as Figs. (2 e 3).

Em sendo assim, a Fig. (2) mostra com clareza uma imagem representativa das áreas ricas em resina, aqui denominadas de bolsas de resina, que se localizaram na região de transição entre o limite da falha simulada e o início da fratura interlaminar, causada pela solicitação estática de abertura do espécime. As dimensões dessas bolsas estão diretamente associadas às condições de processamento do laminado e, principalmente, da espessura do inserto de teflon®. Além disso, deve ser considerado que o conteúdo de resina das bolsas foi acrescido com a porção distribuída ao longo das regiões interlaminares entre camadas adjacentes, devido aos parâmetros de temperatura, pressão e vácuo atuantes no tempo de cura, mais a parte retida nos pequenos interstícios formados nos entrelaçamentos das mechas de fibras posicionadas próximas à extremidade do inserto.

A Figura 3 mostra outra imagem representativa da superfície de fratura interlaminar em estudo, onde as mechas de fibras de carbono da urdidura passam alternadamente sob e sobre as mechas de fibras de carbono da trama no tecido *plain weave*. Nesses pontos de entrelaçamento das mechas ocorre a ondulação das fibras e a formação de inúmeros e pequenos intervalos entre as camadas adjacentes. Porém, durante a execução da cura esses intervalos foram completamente ocupados pelo fluxo de resina, formando regiões interlaminares ricas em resina e organizadas umas próximas às outras nos interstícios de entrelaçamento das mechas. Dependendo da espessura consolidada, essas regiões ricas em resina podem exercer alguma influência desfavorável nas propriedades mecânicas do laminado e, por uma eventualidade, ocasionar a falha interlaminar. Uma delaminação pode facilmente ter o seu início e propagação a partir de uma região rica em resina, quer essa esteja localizada entre as camadas adjacentes ou na borda livre do laminado. Embora possam servir de locais iniciadores de falhas, as áreas ricas em resina são importantes fontes de informação sobre o processo de fratura interlaminar. Muitas vezes, o exame microscópico revela a presença de aspectos ópticos conhecidos como marcas de linhas de rio, marcas de pluma ou microfluxos texturizados na resina, que podem ser utilizados para deduzir as direções da fratura.

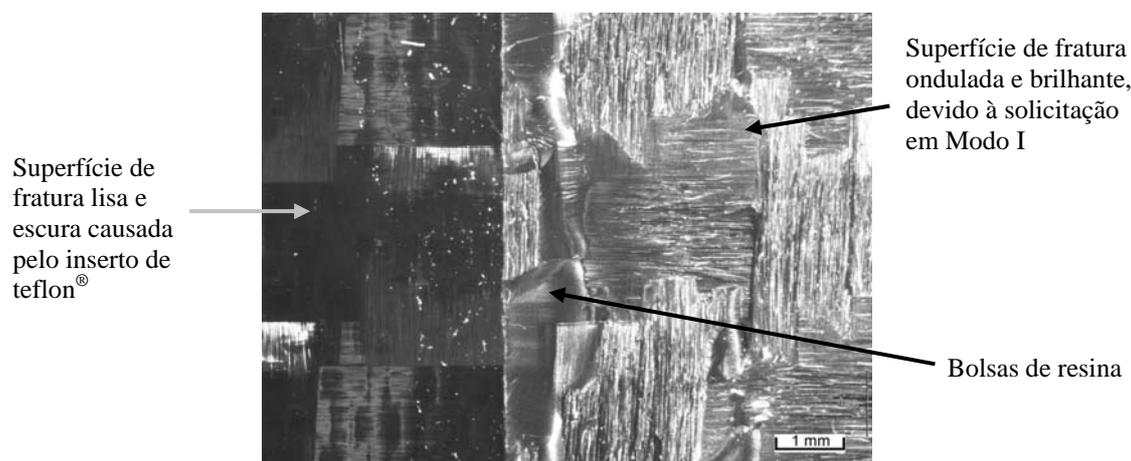


Figura 2. Detalhe da região de transição entre o limite da fratura simulada pelo inserto de teflon® e o início da delaminação causada pela solicitação de abertura do espécime com a indicação das bolsas de resina.

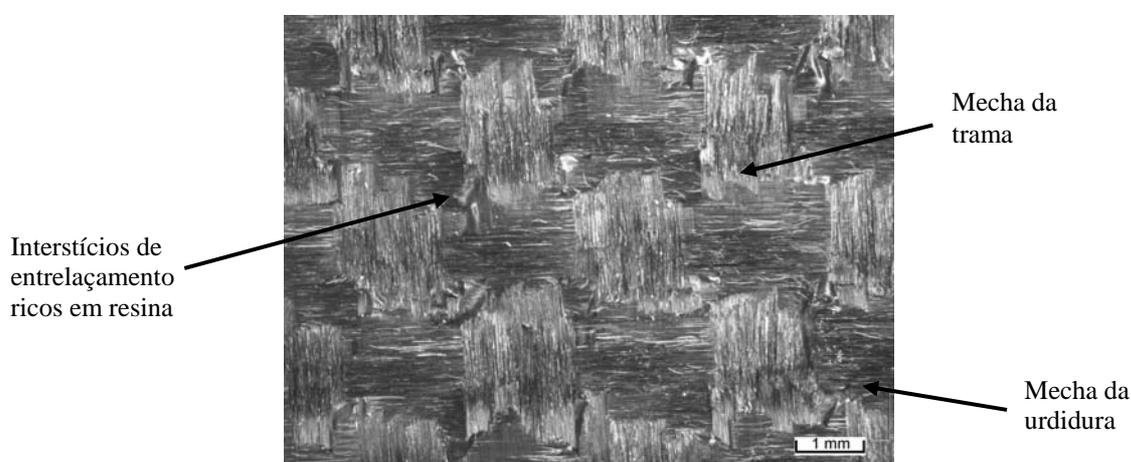


Figura 3. Detalhe da superfície delaminada ilustrando o entrelaçamento das mechas de fibras da urdidura e trama, interstícios de entrelaçamento ricos em resina e o aspecto ondulado da fratura em Modo I no laminado de tecido *plain weave*.

3.2 Análise Fractográfica por Microscopia Eletrônica de Varredura

É o método mais usado na análise estrutural de superfícies de fratura de compósitos poliméricos, devido às vantagens apresentadas de ampla variação no poder de resolução da imagem, obtenção de boa profundidade de campo e foco, preparação de amostras sem complexidade e facilidade na operação do equipamento. As informações reveladas pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) têm proporcionado aos observadores um melhor entendimento dos eventos que ocorrem na falha de componentes aeronáuticos, pois muitas vezes a escala de estudo de uma superfície de fratura está fundamentada no diâmetro de uma fibra, que é da ordem de 7 μm . Neste trabalho, amostras retiradas das faces opostas de algumas regiões selecionadas na superfície de fratura do espécime DCB foram adequadamente preparadas para análises fractográficas em um microscópio eletrônico de varredura ZEISS modelo DSM 950, com plataforma Scandium acoplada para a digitalização de imagens. Nas análises realizadas foram capturadas imagens reveladoras da constituição da superfície de fratura do espécime, com o registro de significativos aspectos fractográficos, que se manifestaram na ruptura do sistema epóxi HexPly® M21 pela resistência imposta ao crescimento da falha por delaminação. Da mesma forma, não foi detectada a presença de qualquer elemento estranho à microestrutura do laminado, que às vezes pode ser confundido como parte integrante do aspecto fractográfico.

A Figura 4 mostra o início do processo de fratura do espécime a partir da região de bolsas de resina que se formaram na extremidade do inserto. Nesta imagem observa-se que a direção de crescimento e propagação da falha foi horizontal e paralela às mechas de fibras da urdidura do tecido *plain weave*. Na referida imagem pode ser visualizada a presença de marcas de linhas de rio estampadas na bolsa de resina, fibras quebradas principalmente nas mechas da trama e regiões ricas em resina situadas nos interstícios de entrelaçamento das mechas de fibras. Igualmente, esta figura mostra os indícios da deformação plástica ocorrida na resina com o deslocamento da falha, devido à matriz epóxi ser modificada com a adição de agentes tenacificantes de matriz termoplástica, para melhorar a resistência à delaminação do compósito.

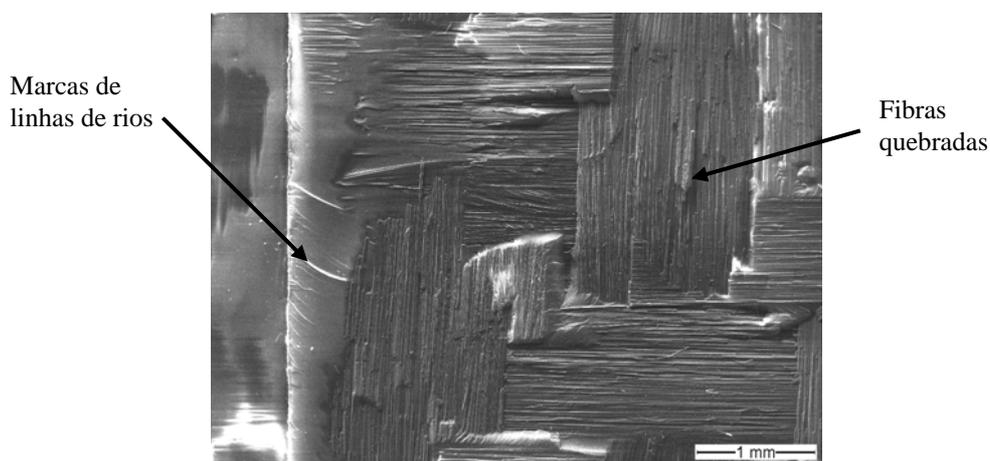


Figura 4. Superfície de fratura típica do Modo I com exemplos de marcas de linhas de rios nas bolsas de resina, fibras quebradas e deformação plástica da resina.

Os aspectos fractográficos denominados de marcas de linhas de rios são arestas de fratura desenvolvidas pela unificação progressiva e em ângulo de diversos pares de planos, muito pequenos e desordenados, que ocorrem na propagação da falha na forma de afluentes de rios e, finalmente, convergindo em uma trinca (Purslow, 1986 e Greenhalgh, 2009). Exemplos de início múltiplo e crescimento de marcas de linhas de rios podem ser observados na imagem apresentada na Fig. (5). Nesta imagem, início e reinício de várias marcas de linhas de rios ocorrem a partir de impressões de fibras paralelas, posicionadas em sentido longitudinal à superfície da amostra e interligadas por pequenos segmentos de linhas inclinadas orientadas em diferentes ângulos. Cada segmento de linha inclinada representa a pequena distância entre dois planos vizinhos, separados pela propagação da frente de delaminação. Assim, a direção de propagação da falha pode ser determinada pela representação das pequenas ramificações de rios que afluem para um grande rio. Simbolicamente, a direção de confluência dos rios ocorre do lado esquerdo para o lado direito da figura que é o sentido induzido no teste para a propagação da frente de delaminação.

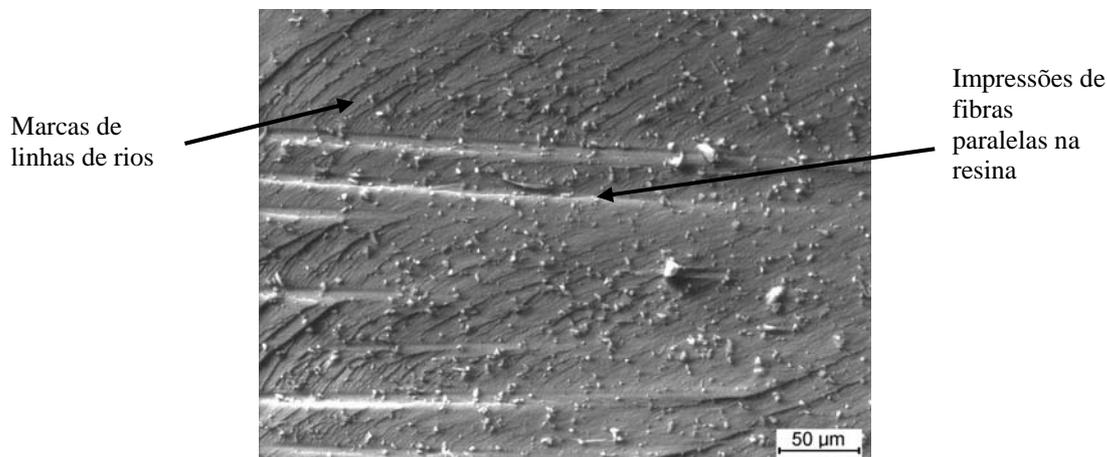


Figura 5. Início múltiplo e crescimento de marcas de linhas de rios a partir de impressões de fibras paralelas na resina.

Mais aspectos característicos da superfície de fratura do espécime DCB podem ser visualizados na morfologia ilustrada na Fig. (6), onde a direção de crescimento e propagação da frente de delaminação está indicada da direita para a esquerda, devido ao posicionamento da amostra na captura de imagens. Em sendo assim, esta imagem revela a mecha da urdidura mostrando aspectos de extensas marcas de linhas de rios e escarpas, enquanto que a mecha da trama apresenta os aspectos de cúspides. As marcas de linhas de rios se desenvolveram naturalmente a partir das escarpas e da convergência de planos de trinca ao passo que, as escarpas são originárias do processo de fratura da resina. Na formação das escarpas, múltiplas fraturas foram iniciadas ao longo da frente da trinca e se propagaram em vários planos levemente diferentes e na seqüência convergiram em um único plano. Este tipo de aspecto fractográfico tem tendência a iniciar e interromper o próprio crescimento na superfície de dois planos de fibras adjacentes, formando uma fase afiada na resina entre esses planos. Este tipo de aspecto é observado com predominância na superfície de fratura de laminado submetido a cargas em Modo I, porém o seu alinhamento não fornece informações consistentes sobre a direção de crescimento da falha, conforme menciona a literatura (Purslow, 1986 e Greenhalgh, 2009).

Também podem ser visualizadas na morfologia apresentada na Fig. (6), lamelas inclinadas de resina em uma direção constante na mecha da trama, denominadas de cúspides. A presença de cúspides ao longo da trama é causada por impulsos das cargas aplicadas na superfície das fibras durante o processo de abertura do espécime, induzindo ao cisalhamento interlaminar transversal na interface fibra/resina. A formação parcial de cúspides na trama, onde a resistência ao crescimento da delaminação é consideravelmente maior, justifica o aumento da tenacidade à fratura observada nos laminados de tecidos. A ausência total de cúspides e a presença de marcas de linhas de rios na direção da urdidura, são características típicas da fratura em Modo I. A diferença na morfologia entre as mechas da urdidura e trama proporciona meios para a dedução da direção de crescimento da falha total do compósito (Purslow, 1986 e Greenhalgh, 2009).

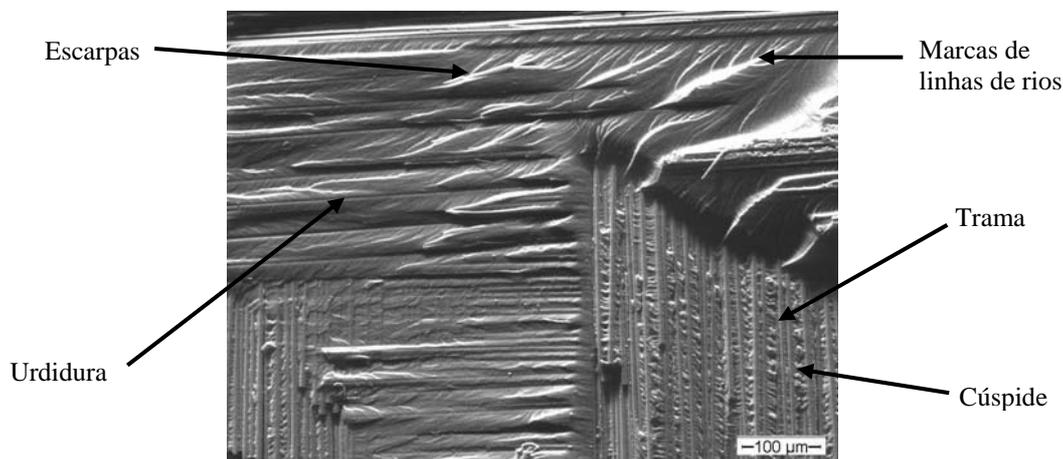


Figura 6. Detalhe da fratura em Modo I na fronteira entre as mechas da urdidura e trama mostrando os aspectos de escarpas e marcas de linhas de rios na urdidura e a formação de cúspides na trama.

Outro aspecto fundamental observado na superfície de fratura analisada são as marcas de plumas ou microfluxos texturizados, mostrado na Fig. (7). O exame dessa morfologia revela que próximo às impressões de fibras da trama, ocorre o início e a propagação de uma textura plana e muito fina, formando sucessivas linhas de fluxo, que se curvam. Essas linhas de fluxo têm a origem em uma linha de centro imaginária, quando diversas microtrincas caminham para frente em planos levemente diferentes, formando um modelo com aspecto de pluma ou microfluxo texturizado. Tem sido postulado que esse modelo indica que a fratura progride em forma de ponta de dedo nas diversas frentes de trincas curvas que se manifestam. Porém, o progresso destas frentes de trincas pode causar pequenas perturbações no plano de fratura, necessárias para a convergência em marcas de linhas de rios. Enquanto a fratura avança, os planos mais distantes convergem para a direção de confluência das marcas de linhas de rio, dando uma clara indicação da direção de propagação da trinca local (Purslow, 1986 e Greenhalgh, 2009). Deve ser notado que o crescimento da trinca local inferido como marcas de pluma ou microfluxo texturizado, acontece a partir das marcas de fibras retidas na resina e a direção de crescimento da frente de delaminação ocorre da esquerda para a direita da imagem.

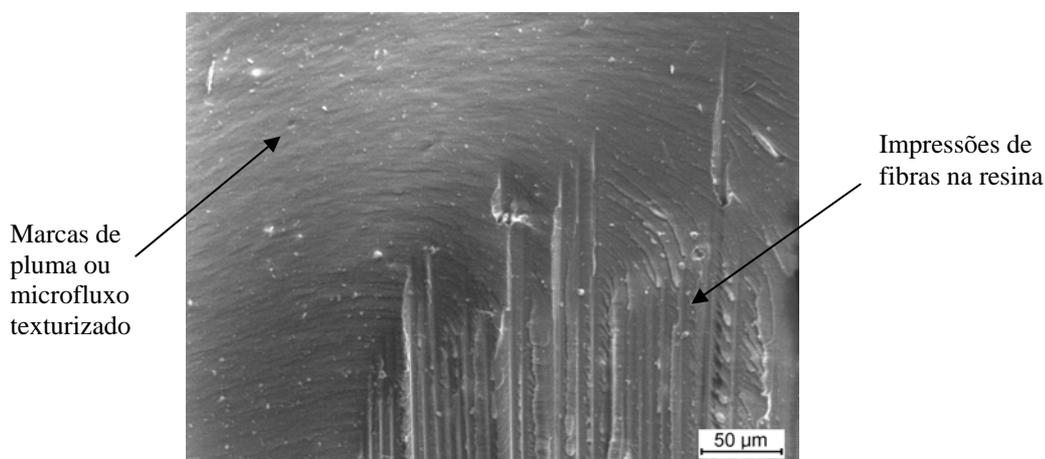


Figura 7. Detalhe da fratura de uma grande bolsa de resina com modelo de pluma ou microfluxo texturizado entre as impressões de fibras paralelas.

4. CONCLUSÕES

O processo de fratura dos compósitos poliméricos de elevado desempenho estrutural é muito complexo, pois envolve a manifestação de mecanismo de dano intralaminar, como trinca na resina e ruptura de fibras e/ou mecanismo de dano interlaminar, comumente denominado de delaminação. A identificação de aspectos observados na topologia da superfície de fratura, para revelar informações sobre o modo de falha, direção de propagação da falha e possível influência das condições ambientais, dependendo da condição em que a fratura foi produzida, é igualmente difícil podendo conduzir a interpretações equivocadas. Além disso, as características da topologia da superfície de fratura dos compósitos dependem de vários e diferentes fatores, tais como a condição do meio em que foi produzida, configuração do material utilizado na fabricação do laminado, plano de falha atuante na microestrutura do material, tipo e natureza da sollicitação mecânica aplicado ao compósito.

A superfície de fratura analisada neste trabalho foi produzida em um laminado de material pré-impregnado de tecido bidirecional no estilo *plain weave*, testado em um ambiente de laboratório sob condições muito bem controladas. A propagação da frente de delaminação foi dominada pela fratura da resina sob sollicitação pura em Modo I. A análise fractográfica mostrou a ocorrência de significativas variações na topologia da falha do laminado (0/90), onde a superfície de fratura resultante apresenta aspecto ondulado, inibindo a formação de pontes de fibras na abertura do espécime, normalmente desenvolvidas nos laminados unidirecionais. O plano de fratura é caracterizado por extensas áreas ricas em resina, localizadas nos interstícios de entrelaçamento das mechas. Observa-se ainda que a propagação da falha tendeu a ocorrer com a combinação de deformação induzida por trinca na resina e descolamento próximo à região interfacial fibra/resina. Durante a propagação da delaminação são observadas regiões com deformação plástica da resina na extremidade das áreas ricas neste componente. Este comportamento é atribuído ao fato do sistema epóxi M21 ser modificado com a adição parcial de matriz termoplástica para melhorar a tenacidade à fratura do compósito.

Aspectos fractográficos como marcas de linhas de rios e modelos de plumas foram encontrados nas elevações da fratura, localizadas nas bolsas de resina. Ambos os aspectos observados são considerados importantes na análise fractográfica, em apoio à determinação da direção de propagação da falha. Ainda podem ser observados na topologia da fratura outros aspectos, como escarpas, cúspides de cisalhamento e o mínimo de fibras quebradas, visto que a fratura de fibras é pouco frequente neste modo.

Em todos os estágios da vida de um compósito, o estudo sistemático da superfície de fratura por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura proporciona informações essenciais sobre qualidade do material, processo de fabricação, micromecanismos de propagação de dano, causas de falhas em espécimes, subcomponentes ou componentes, em apoio a processos de qualificação, certificação e desenvolvimento de modelos analíticos e análise de falhas de componentes em serviço. Em sendo assim, a análise fractográfica é reconhecida como uma ferramenta de fundamental importância nas interpretações de aspectos de fratura de compósitos estruturais utilizados em aeronaves.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores expressam seus agradecimentos ao CNPq (Processos 151839/2008-5 e 305478/09-5) e à FAPESP (Processo 2006/06808-6) pelo apoio financeiro concedido e à Divisão de Materiais/IAE/CTA pelo suporte na realização da atividade de análise de falhas.

6. REFERÊNCIAS

- Almeida, S.F.M. and Cândido, G.M., 1993, "Effect of the Free Edge Finishing on the Tensile Strength of Carbon/Epoxy Laminates", *Composite Structures*, Vol. 25, pp. 287-293.
- Bascom, W.D., Bitner, R.J., Moulton, R.J. and Siebert, A.R., 1980, "The Interlaminar Fracture of Organic-Matrix Woven Reinforced Composites", *Composites*, Vol. 11, pp. 9-18.
- Cândido, G.M., Almeida, S.F.M. e Rezende, M.C., 2000, "Processamento de Laminados de Compósitos Poliméricos Avançados com Bordas Moldadas", *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, Vol. 10, p. 31-41.
- Franco, L.A.L., 2003, "Análise Fractográfica de Compósitos Poliméricos Estruturais", Tese de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP.
- Greenhalgh, E.S., 2009, "Failure Analysis and Fractography of Polymer Composites", Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, 595 p.
- Hull, D., 1999, "Fractography: Observing, Measuring and Interpreting Fracture Structure Topography", Cambridge University Press, Cambridge, UK, 366 p.
- Lagace, P. A., 1986, "Delamination in Composites: is Toughness the Key?", *SAMPE Journal*, Vol. 22, pp. 53-60.
- Ortiz, E.C., 2008, "Avaliação do Comportamento Dinâmico-Mecânico de Compósito Carbono/Epóxi/Termoplástico em Espectro Amplo de Freqüências", Tese de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP.
- Pagano, N.J., 1974, "On the Calculation of Interlaminar Normal Stresses in Composite Laminates", *Journal of Composite Materials*, Vol. 8, pp. 65-81.
- Pipes, R.B. and Pagano, N.J., 1970, "Interlaminar Stresses in Composite Laminates under Uniform Axial Extension", *Journal of Composite Materials*, Vol. 4, pp. 538-548.

- Puppo, A.H. and Evensen, H.A., 1970, "Interlaminar Shear in Laminated Composites under Generalized Plane Stress", *Journal of Composite Materials*, Vol. 4, pp. 204-220.
- Kim, R.Y. and Soni, S.R., 1984, "Experimental and Analytical Studies on the Onset of Delamination in Laminated Composites", *Journal of Composite Materials*, Vol. 18, pp. 70-80.
- Purslow, D., 1981, "Some Fundamental Aspects of Composites Fractography", *Composites*, Vol. 12, pp. 241-247.
- Purslow, D., 1986, "Matrix Fractography of Fibre-Reinforced Epoxy Composites", *Composites*, Vol. 17, pp. 289-303.
- Rezende, M.C., 2007, "Fractografia de Compósitos Estruturais", *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, Vol. 17, p. E4-E11.
- Roulin-Moloney, A.C., 1989, "Fractography and Failure Mechanisms of Polymers and Composites", Elsevier Applied Science, London, 540 p.
- Stumpff, P.L., 2001, "Composites", *ASM Handbook*, ASM, Materials Park, Ohio, 1201 p.
- Wang, A.S.D. and Crossman F.W., 1983, "Edge Effects on Thermally Induced Stress in Composite Laminates", *Journal of Composite Materials*, Vol. 11, pp. 300-312.
- Whitney, J.M., Browning, C.E. and Hoogsteden, W., 1982, "A Double Cantilever Beam Test for Characterizing Mode I Delamination of Composite Materials", *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Oct, pp. 297-313.
- Wilkins, D.J., Eisenmann, J.R., Camin, R.A., Margolis, W.S. and Benson, R.A., 1982, "Characterizing Delamination Growth in Graphite-Epoxy", *ASTM STP 775 Damage in Composite Materials*, pp. 168-183.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído neste trabalho.

FRACTOGRAFIC ASPECTS OF CARBON IM7/EPOXY M21 COMPOSITE SUBMITTED TO MODE I DELAMINATION UNDER STATIC LOAD

Geraldo Maurício Cândido, geraldo.candido@pq.cnpq.br¹

Maurício Vicente Donadon, donadon@ita.br²

Sérgio Frascino Müller de Almeida, frascino@ita.br²

Mirabel Cerqueira Rezende, mirabel@iae.cta.br¹

¹Divisão de Materiais/Instituto de Aeronáutica e Espaço, AMR/IAE/CTA - Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial - São José dos Campos-SP

²Instituto Tecnológico da Aeronáutica - ITA - São José dos Campos-SP

Abstract. *Fractography is a technique that allows the careful study of materials fractured surfaces. The result of the analyses could indicate how the fracture originated and progressed. The use of this technique consists in the detailed examination of samples of the fractured surfaces properly prepared for the image capturing typically by Scanning Electron Microscopy (SEM). The obtained images may reveal important information that allow the identification of the origin of the fracture, direction of propagation, damage mechanisms, material defects, environmental effects and stress state. This information establishes the correlation between the structure, material properties e material processing and the fracture propagation. In this work, the fractographical analysis is used to investigate the factors that characterize the Mode I delamination of Double Cantilever Beam (DCB) specimens. The specimens were prepared with a pre-impregnated plain weave fabric of carbon IM7/epoxy M21. The cure was performed in an autoclave. A teflon® film was introduced at the mid-plane to induce a delamination failure. The fracture surface was generated by a static transverse traction load at room temperature. The results indicate that there are significant variations in the morphology of the fracture surface. Also, the delamination initiated at the resin pockets propagated along the resin rich areas at the crossings between the fill and weft tows. Fractographical aspects characteristic of Mode I, such as rive lines and feathering, existing in different elevation levels of the fractured resin are indications of the direction of fracture propagation in the composite.*

Keywords: *Fractographical aspects, fracture surface, fractography, delamination, Mode I.*