

TENACIDADE À FRACTURA INTERLAMINAR DE MATERIAIS COMPÓSITOS AVANÇADOS

Alfredo B. de Morais*
Carlos A. C. C. Rebelo**
Fernando Martins de Brito***
António Torres Marques*
Paulo Tavares de Castro*

*DEMEGI - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto,

** Instituto Politécnico de Coimbra,

*** LNEC - Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Lisboa
Portugal

Resumo. Esta comunicação apresenta resultados de medições de tenacidade à fractura interlaminar de materiais compósitos avançados, obtidas no contexto do *Technical Committee 4 - Polymers and Composites Task Group* da ESIS - European Structural Integrity Society (anteriormente designada por European Group on Fracture), de que os autores asseguram a participação Portuguesa. São descritos os procedimentos utilizados, os resultados obtidos, e é feita referência à variabilidade encontrada nas medições realizadas.

Foram estudados vários sistemas compósitos, como carbono/epóxico, vidro/poliamida e vidro/epóxico, em ensaios de modo I e modo II. São descritos os métodos de análise dos dados experimentais utilizados e as dificuldades encontradas durante a realização dos ensaios, designadamente as decorrentes do tipo de defeito inicial existente nos provetes, e da medição do comprimento corrente da fissura durante o seu carregamento. Finalmente são apresentadas recomendações relativas à realização deste tipo de ensaios mecânicos, à luz da experiência obtida durante a participação nos trabalhos do referido *Technical Committee*.

1. INTRODUÇÃO

Os Ensaios DCB (Double Contilever Beam) e ENF (End Notched Flexure) permitem obter as taxas críticas de libertação de energia (critical strain energy release rates) em modo I e modo II respectivamente, isto é G_{Ic} e G_{IIc} . Os provetes têm de conter uma delaminação inicial que é criada colocando um filme a meio da espessura quando do fabrico. Nos ensaios é aplicado um carregamento (Fig. 1) que gera uma situação de modo I ou modo II na frente da delaminação. Através das curvas carga - deslocamento (P-d) e do comprimento da delaminação, cujo crescimento é seguido durante o ensaio por meio dum microscópio móvel, são obtidos os valores dos G_c . Para tal recorre-se a métodos de processamento de dados baseados na teoria das vigas, expressões empíricas e dados experimentais obtidos do próprio ensaio ou de outros previamente realizados (por exemplo, a calibração da *compliance*).

Para mais detalhes é recomendada a consulta dos Protocols for Interlaminar Fracture Toughness Testing

of Composites, cuja última edição data de Maio de 1992, ref. [1], publicados pelo Task Group on Polymers and Composites da ESIS (European Structural Integrity Society), anteriormente designada por EGF (European Group on Fracture). O presente artigo actualiza e amplia resultados apresentados na ref. [2].

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 - Materiais

Nas três séries de ensaios de determinação ou tenacidade à fractura interlaminar realizados, foram estudados os seguintes materiais compósitos, todos processados sob a forma de laminados unidireccionais:

1ª série

- **fibra de carbono/resina de epóxico**, com uma percentagem volúmica de fibras de 60% e uma espessura nominal de 4 mm.

- **Fibra de vidro/poliamida 6.6**, com uma percentagem volúmica de fibras de 30% e uma espessura nominal de 3 mm.

2ª série

- **fibra de carbono/resina de epóxico**, com uma percentagem volúmica de fibras de 60% e uma espessura nominal de 3 mm.

- **fibra de carbono/poli (eter-eter-cetona) (PEEK)**, com uma percentagem volúmica de fibras de 60% e espessuras nominais de 1,5; 3 e 5 mm.

3ª série

- **fibra de vidro/resina de epóxico**, com uma percentagem volúmica de fibras de 60% e espessuras nominais de 4 mm.

O fornecimento destes materiais já processados, foi assegurado pela Ciba-Geigy (Suíça), no caso dos compósitos carbono/epóxico, e pela ICI - Imperial Chemical Industries (Inglaterra), nos restantes ensaios da 1ª e 2ª séries, e pela Shell no caso da 3ª série.

2.2 - Provetes

De cada um dos materiais foram recebidos provetes em forma de barras de secção rectangular e de bordos paralelos à direcção das fibras, contendo numa das extremidades, a meia espessura, uma fenda interlaminar artificialmente introduzida durante a operação de moldagem. Nos compósitos carbono/epóxico, este defeito iniciador de delaminação foi obtido por inserção de um filme de PTFE entre as camadas centrais do laminado. Nos outros compósitos das 1ª e 2ª séries, a fenda artificial foi produzida por um processo idêntico, mas utilizando folha de alumínio. A espessura do filme de PTFE era de 60 μm , nos provetes da 1ª série, e de 20 μm nos provetes da segunda série. A espessura da folha de alumínio era de 50 μm nos provetes de vidro/poliamida e de 20 μm nos provetes de carbono/PEEK. Na generalidade dos provetes, o comprimento do defeito interlaminar era de cerca de 50 mm. Todos os provetes tinham uma largura

nominal de 20 mm e comprimentos variáveis entre 110 e 220 mm.

2.3 - Ensaís realizados

Em todos as séries de ensaios foi usada a geometria de carregamento DCB para determinação de valores de G_{IC} e a geometria ENF para determinação de valores de G_{IIC} . Estas geometrias estão representadas esquematicamente na figura 1.

Para o primeiro grupo de provetes foi definido um programa experimental visando estudar a influência do tipo de defeito promotor de delaminação nos valores de G_{IC} e G_{IIC} associados ao instante de início de fractura. Nesse sentido executaram-se ensaios de fractura interlaminar directamente a partir da fenda artificial e a partir de fissuras naturais geradas por propagação deste defeito em modo I e modo II de carregamento.

Com a segunda série de provetes, foram realizados ensaios de fractura interlaminares em modo I em ambos os materiais, e ensaios de fractura interlaminar em modo II apenas no compósito carbono/PEEK. Nos ensaios em modo I efectuados com este material, foram usados provetes de diferentes espessuras (1,5; 3 e 5 mm), a fim de se analisar o efeito desse parâmetro nos valores de G_{IC} . De referir que os ensaios em modo I foram sempre realizados a partir de fenda artificial, enquanto que para os ensaios em modo II se procedeu à prévia abertura de uma fissura natural com cerca de 2 mm de comprimento, mediante a aplicação de um carregamento em modo I.

Todos os provetes da 1ª e 2ª séries foram sujeitos a carregamento monotónico contínuo numa máquina de ensaios INSTRON 1195 equipada com uma célula de carga de 5 kN, usando uma velocidade de deslocamento de 2 mm/min nos ensaios em modo I e de 1 mm/min nos ensaios em modo II. Todos os provetes da 3ª série, para os DCB e ENF foram ensaiados à velocidade de 1 mm/min.

Por forma a possibilitar o acompanhamento visual da progressão da fenda interlaminar durante o ensaio, uma das faces laterais de cada provete foi antecipadamente coberta com uma fina camada de fluído corrector de máquina de escrever, sobre a qual foram colocadas marcas de referência com intervalos de 5 mm. Para observar com maior rigor a localização da extremidade da fenda, usou-se uma lupa com uma ampliação de 15 x.

De cada ensaio obteve-se um registo de variação da carga em função do deslocamento do travessão da máquina, com indicação dos momentos em que foram atingidos os vários comprimentos de fenda assinalados no provete.

Os ensaios decorreram sempre em ambiente normal de laboratório, uma temperatura de $23 \pm 1^\circ\text{C}$ e com uma humidade relativa de $50 \pm 5\%$.

3. ANÁLISE DE DADOS

As técnicas de análise de dados conduzem geralmente à determinação da taxa crítica de libertação de energia (strain energy release rate) através de processos baseados quer na teoria das vigas, com maior ou menor refinamento (inclusão ou não de referência à energia associada ao corte), a procedimentos empíricos (incluindo os que se baseiam na utilização de um valor "corrigido" de comprimento da fenda), e finalmente de procedimento baseado na determinação experimental da compliance. Todos estes procedimentos são discutidos em promenor, por exemplo, na ref. [3], motivo pelo qual não serão aqui transcritas quaisquer relações matemáticas.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da 1ª série de ensaios de fractura interlaminar, encontram-se sintetizados na Tabela I, onde os valores apresentados para as energias de fractura em modo I e modo II no momento de iniciação de delaminação, $G_{Ic}(\text{inic})$ e $G_{IIc}(\text{inic})$, foram determinados para o ponto em que se verificou desvio de linearidade no registo de variação da carga em função do deslocamento.

Como se observa, os ensaios realizados directamente a partir de defeitos artificiais, conduzem a valores de $G_{Ic}(\text{inic})$ inferiores aos obtidos em ensaios sobre provetes previamente dotados de uma fissura natural produzida por solicitação em modo I. Deve-se notar que, num compósito reforçado com fibras unidireccionais, a propagação de uma fenda interlaminar em modo I de carregamento é frequentemente acompanhada de fenómenos de multifissuração bem como da formação de pontes de fibras ligando as duas faces da fenda - *fibre bridging*. Qualquer destes fenómenos se traduz num aumento da resistência à delaminação, o que poderá justificar o

facto de se encontrarem valores superiores de $G_{Ic}(\text{inic})$ nos provetes pré-fissurados.

Com o compósito carbono/epóxico, procedeu-se ainda à medição de $G_{Ic}(\text{inic})$ a partir de uma fissura produzida em modo II de carregamento e, contrariamente ao que seria de esperar, o valor encontrado é pouco menor que o obtido quando se parte de uma fissura natural gerada em modo I. Na realidade, a propagação de uma fenda interlaminar por solicitação em modo II, desenvolve-se sempre no mesmo plano, sem que se lhe associe a ocorrência de *fibre bridging*, o que necessariamente deveria proporcionar um valor de $G_{Ic}(\text{inic})$ semelhante ou inferior ao determinado a partir da fenda artificial. Na origem deste resultado contraditório estará porventura uma eventual danificação do compósito na extremidade da fenda, causada por excessivo carregamento no processo de pré-fissuração.

A comparação dos valores de $G_{Ic}(\text{inic})$ obtidos nos diferentes laboratórios participantes nos trabalhos do Task Group do ESIS, com provetes não pré-fissurados, revelou a existência de notáveis discrepâncias. Pensa-se, no entanto, que a principal causa dessa discrepância terá sido a utilização de filmes demasiadamente espessos para produzir as fendas artificiais no laminado. Davies et al [4] efectuaram medições de $G_{Ic}(\text{inic})$ num compósito carbono/PEEK usando filmes com espessuras de 12,5; 25 e 50 μm e verificar que o filme mais fino não só conduzia a menores valores de $G_{Ic}(\text{inic})$, como a uma mais baixa dispersão de resultados.

Assim, parece poder-se concluir que a determinação de valores de $G_{Ic}(\text{inic})$ deve ser realizada sem que se proceda à pré-fissuração dos provetes, mas impõe-se o uso de um filme iniciador de delaminação que seja o mais possível.

Durante a fase de propagação, o comportamento evidenciado pelos dois materiais foi manifestamente distinto. Enquanto que no compósito carbono/epoxido se assistiu a uma propagação estável e lenta do defeito interlaminar pré-existente, no compósito vidro/poliamida verificou-se uma propagação do tipo descontínuo, com alternância de crescimento estável e instável. Este fenómeno surge frequentemente associado a compósitos de matriz termoplástica, sendo a sua ocorrência tanto mais provável quanto menor é a temperatura [4].

Os resultados que se apresentam na Tabela I para a energia de fractura de propagação em modo I,

$G_{Ic}(\text{prop})$, são médias de valores de G_{Ic} calculados para diferentes comprimentos de fenda. No caso do sistema vidro/poliamida, esses resultados foram obtidos com base em medições de G_{Ic} efectuadas em momentos de propagação estável e de início de propagação instável. No sistema carbono/PEEK, os valores de $G_{Ic}(\text{prop})$ determinados, excluem os primeiros 20 mm de crescimento de fenda, por se tratar de uma etapa transitória em que se verificou haver um aumento progressivo de G_{Ic} até se atingir um patamar de estabilização. Este efeito de curva de resistência - «curva R» - Tem sido observado em diferentes materiais compósitos, sendo fundamentalmente atribuído à presença de *fibre bridging* [5, 6, 7].

Ainda no que diz respeito aos resultados dos ensaios de fractura interlaminar em modo I de carregamento, importa notar que os valores de G_{Ic} calculados através da teoria simples das vigas, são sistematicamente mais elevados que os obtidos pelos outros métodos de análise de dados. É igualmente notório que a teoria das vigas corrigidas e o método de Berry, conduzem a valores muito semelhantes.

Os resultados dos ensaios de fractura interlaminar em modo II, mostram que o uso de provetes previamente fissurados em modo I dá origem à determinação de valores de $G_{Ic}(\text{inic})$ acentuadamente inferiores aos que se obtêm em ensaios directamente efectuados a partir de fendas artificiais. A pré-fissuração dos provetes é, pois, um procedimento imprescindível na avaliação experimental da resistência de um material compósito à fractura por delaminação em modo II de carregamento.

Os ensaios realizados provaram também que a geometria ENF não é mais adequada para a medição de valores de $G_{Ic}(\text{prop})$, dado que raramente proporciona uma propagação de tipo estável.

A Tabela 2 reúne todos os resultados relativos à 2ª série de ensaios. Tal como na Tabela 1, os valores indicados para $G_{Ic}(\text{inic})$ e $G_{IIc}(\text{inic})$, correspondem ao ponto de desvio de linearidade nas curvas carga-deslocamento. O facto de não se apresentarem valores de $G_{Ic}(\text{inic})$ para para os provetes de carbono/PEEK com 1,5 mm de espessura, decorre da impossibilidade de se identificarem regiões de comportamento linear nos respectivos diagramas de carregamento, por haver alteração de geometria impostas pela presença de grandes deslocamentos. De referir ainda que no cálculo de $G_{Ic}(\text{prop})$ estas alterações de geometria foram tidas em consideração recorrendo para isso, ao uso de correcções apropriadas [8, 9].

Contrariamente ao que sucedeu na 1ª série de testes, em nenhum dos materiais foram detectadas instabilidades de propagação, quando ensaiados em modo I. Contudo, nos ensaios em modo II nunca foi observado um crescimento de fenda suficientemente estável para permitir a medição de valores da energia de fractura durante a propagação.

A variação de G_{Ic} em função do comprimento de fenda está representada na Figura 2 para um provete de carbono/epóxico e na Figura 3 para um provete de carbono/PEEK. Como se pode constatar, enquanto que no compósito carbono/epóxico os primeiros 20 mm de propagação se caracterizam uma vez mais por um progressivo aumento da energia de fractura, no sistema carbono/PEEK a estabilização de G_{Ic} é atingida logo após um curto período de extensão da fenda (<5 mm).

Os resultados dos ensaios em modo I realizados sobre provetes de carbono/PEEK com diferentes espessuras, são indicadores de que este parâmetro afecta de forma distinta os valores de $G_{Ic}(\text{inic})$ e $G_{Ic}(\text{prop})$. Enquanto que $G_{Ic}(\text{inic})$ diminui consideravelmente quando se aumenta a espessura de 3 para 5 mm, $G_{Ic}(\text{prop})$ adquire valores superiores em provetes mais espessos. Note-se que a ocorrência de *fibre bridging* foi significativamente mais evidente nos provetes de maior espessura, o que em parte poderá explicar a evolução crescente de $G_{Ic}(\text{prop})$. Fica no entanto por esclarecer o motivo da diminuição de $G_{Ic}(\text{inic})$, sendo por isso prematuro retirar ilações quanto ao significado destas tendências contraditórias.

De salientar, finalmente, a boa concordância que de novo se verifica entre os valores de G_{Ic} determinados por aplicação da teoria das vigas corrigida e os que se obtêm pelo método de Berry.

Quanto à 3ª série de ensaios irregularidades verificadas nos ensaios DCB devidas a deficiências nos provetes impediram a validação dos resultados.

Nos ensaios ENF não se verificaram estes problemas. Os ensaios foram realizados a partir do filme, isto, é, sem pre-cracking, outra das modalidades previstas no protocolo (ref. [1]). Os resultados estão resumidos nas Figs. 4 e 5.

Na reunião do ESIS Technical Committee 4-Polymers and Composites, em 14-16/10/92, pode verificar-se que outros grupos se tinham deparado com os mesmos problemas, obtendo por vezes resultados completamente irrealistas. Os resultados dos ensaios ENF estavam porém dentro dos valores previstos.

CONCLUSÕES

Da participação nos trabalhos do Technical Committee 4- Polymers and Composites do ESIS, até agora, foi possível extrair algumas conclusões e recomendações relativas a ensaios de determinação de tenacidade à fractura interlaminar:

- A geometria de ensaio BCB (Double Cantilever Beam) é eficaz para a determinação de valores de G_{IC} na iniciação e durante a propagação de fissuras interlaminares.

- A geometria de ensaio ENF (End Notched Flexure) é eficaz para a determinação de valores de G_{IIC} na iniciação, mas raramente permite a medição de valores de propagação.

- A determinação de valores de iniciação de G_{IC} deve ser efectuada sem que se proceda à pré-fissuração dos provetes. Impõe-se no entanto que o filme usado para produzir o defeito artificial iniciador de delaminação, seja o mais fino possível ($< 20 \mu\text{m}$), por forma a obter valores mínimos de G_{IC} e assegurar uma boa reprodutibilidade de resultados.

- A determinação de valores de iniciação de G_{IIC} , exige o uso de provetes pré-fissurados.

- A análise de dados através da teoria simples das vigas conduz à determinação de valores de G_{IC} artificialmente elevados. São idênticos os valores de G_{IC} calculados por aplicação da teoria das vigas corrigida ou pelo método de Berry.

REFERÊNCIAS

- [1] Protocols for Interlaminar Fracture Testing of Composites. ESIS, Polymers & Composites Task Group.
- [2] Rebelo C. A. C. C. "Avaliação da Tenacidade à Fractura Interlaminar de Materiais Compósitos" *Ciência e Tecnologia dos Materiais*, ano 1, (3/4), 1989 PP. 5-13.
- [3] Friederich, K, ed. "Applications of Fracture Mechanics to Composite Materials", Elsevier, 1989.
- [4] P. Davies, F. X. de Charentenay, "The Effect to Temperature on the Interlaminar Fracture of Tough Composites", in "Proceedings of the Sixth International Conference on Composite Materials/SEcond European Conference on Composite Materials", London, vol. 3, F. L. Matthews et al, eds., 1987, pp. 284-294.
- [5] A. J. Russel, K. N. Street, "Factors Affecting the Interlaminar Energy of Graphite/Epoxy Laminates", in "Progress in Science and Engineering of Composites", ICCM-IV, Tokyo, vol. 1, T. Hayashi et al, eds., Japan Society for Composite Materials, 1982 pp. 279-286.
- [6] D. Guédra, D. Lang, L. Rouchon, C. Marais, P. Sigety, "Fracture Toughness in Mode I: a Comparison Exercise of various Test Methods", *ibid*, pp. 346-357.
- [7] H. Chai, "On the Correlation Between the Mode I Failure of Adhesive Joints and Laminated Composites". *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 24, (3), 1986, pp. 413-431.
- [8] J. G. Williams, "The Fracture Mechanics of Delamination Tests", *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 24, (4), 1988, pp. 207-214.
- [9] European Group on Fracture - Task Group on Polymers and Composites, "A Protocol for Interlaminar fracture Testing", November 1988.

Tabela 1 - Resultados da 1ª série de ensaios de fractura interlaminar modo I e modo II de carregamento

COMPÓSITO CARBONO/EPOXI						
Tipo de defeito	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J/m ²)		
	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry
Filme PTFE	149	132	136	200	183	181
Fenda modo I	182	164	168	223	207	206
Fenda modo II	173	160	161	232	217	216
Tipo de defeito	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J / m ²)		
	Teoria das vigas	a ₀ / L = 0.5 2 L = 80 mm				
Filme PTFE	1551			Propagação instável		
Fenda modo I	393			Propagação rápida		
COMPÓSITO VITRO/POLIAMIDA 6.6						
Tipo de defeito	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J/m ²)		
	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry
Filme alumínio	906	859	866	2019	1949	1929
Fenda modo I	1065	984	1003	1974	1858	1858
Tipo de defeito	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J / m ²)		
	Teoria das vigas	a ₀ / L = 0.5 2 L = 80 mm		a / L = 0.625	a / L = 0.75	a / L = 0.625
Fenda modo I	2479			6123	7681	8649

Tabela 2 - Resultados da 2ª série de ensaios de fractura interlaminar modo I e modo II de carregamento

COMPÓSITO CARBONO/EPOXI						
Espessura dos provetes (mm)	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J/m ²)		
	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry
3	149	131	137	213	198	197
COMPÓSITO CARBONO/PEEK						
Espessura dos provetes (mm)	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J/m ²)		
	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry	Teoria das vigas	T. vigas corrigida	Método Berry
1,5	—	—	—	1723	1626	1624
3	1230	1118	1151	1903	1785	1779
5	924	790	833	2078	1885	1873
Espessura dos provetes	G _{IIC} (inic.) (J/m ²)			G _{IIC} (prop.) (J / m ²)		
	Teoria das vigas	a ₀ / L = 0.5 2 L = 100 mm				
3	821			Propagação rápida		

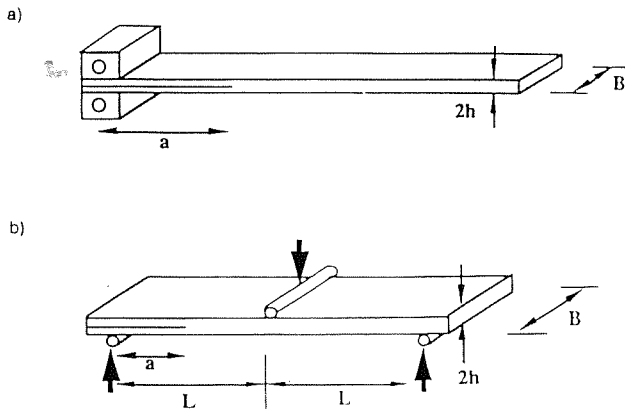


Fig. 1: Provetes a) DCB; b) ENF

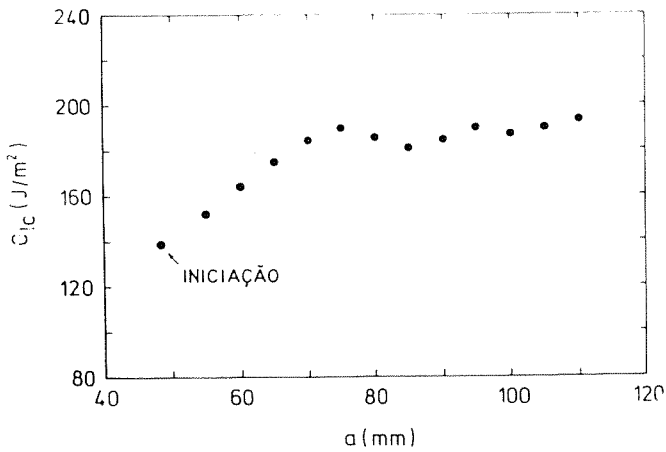


Fig. 2 : Variação da energia de fractura interlaminar em modo I em função do comprimento de fenda, para o compósito carbono/epóxico (valores de G_{IC} calculados pela teoria das vigas corrigida)

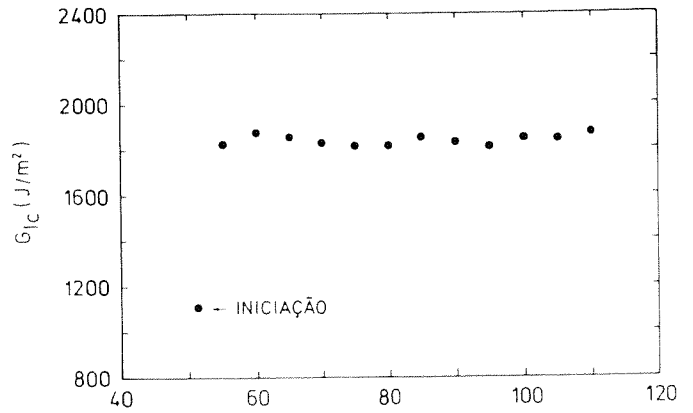


Fig. 3 : Variação da energia de fractura interlaminar em modo I em função do comprimento de fenda, para o compósito carbono/PEEK (valores de G_{IC} calculados pela teoria das vigas corrigida).

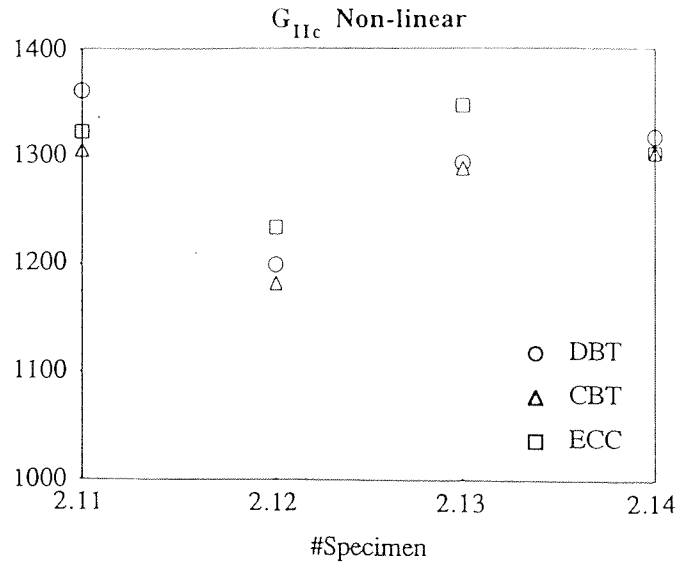


Fig. 4 : G_{IIc} obtido dos ensaios ENF segundo o critério de desvio da linearidade e usando vários métodos de processamento de dados: DBT - aplicação directa da teoria das vigas; CBT - teoria das vigas corrigida; ECC - calibração da compliance.

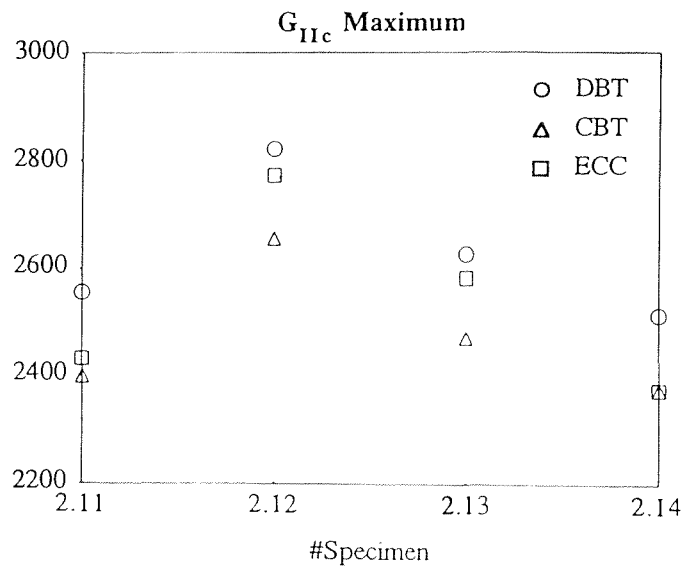


Fig. 5 : G_{IIc} obtido dos ensaios ENF segundo o critério de carga máxima e usando vários métodos de processamento de dados: DBT - aplicação directa da teoria das vigas; CBT - teoria das vigas corrigida; ECC - calibração da compliance