DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE TUBOS COMPÓSITOS PARA APLICAÇÃO EM *RISERS* RÍGIDOS

Carolina Gonçalves Coelho Laurindo Leite

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D. Sc.

Prof^a. Verônica Maria de Araújo Calado, D. Sc.

Prof^a. Ledjane Lima Sobrinho, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL JUNHO DE 2011 Leite, Carolina Gonçalves Coelho Laurindo

Desenvolvimento e Caracterização de Tubos Compósitos para Aplicação em *Risers* Rígidos/ Carolina Gonçalves Coelho Laurindo Leite. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2011.

XVIII, 115 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Dissertação (mestrado) - UFRJ/ COPPE/ Programa de

Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2011.

Referencias Bibliográficas: p. 107-111.

 Tubos Compósitos. 2. Enrolamento Filamentar. 3. *Risers*. I. Bastian, Fernando Luiz. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Titulo.

"Porque Deus amou o mundo de tal maneira que deu seu filho unigênito, para que todo aquele que nele crer não pereça, mas tenha a vida eterna."

João 3:16

Dedico este trabalho ao meu marido Jorge por todo amor e cumplicidade.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a DEUS por me capacitar e me dar forças. A Ele, por Ele e para Ele são todas as coisas. Obrigada Senhor!

Ao meu marido Jorge, por ser sempre presente na minha vida e partilhar cada sonho. Obrigada por toda força, apoio, incentivo e amor, nos bons e maus momentos.

Ao meu pai Victor e à minha mãe Conceição e aos meus irmãos Isabel e Gustavo.

A meu sogro, minha sogra, meus cunhados, cunhadas e aos meus sobrinhos.

A todos os meus amigos que me apoiaram e acreditaram em mais este sonho, em especial à Ana Paula e Vinicius. À Ligia e Rodrigo, companheiros de mais esta jornada de estudos.

A meu orientador, professor Bastian, por todo o suporte e orientação neste trabalho.

À minha sempre orientadora e amiga Ledjane.

Aos professores Enrique e Verônica.

A todos os colegas do Laboratório de Compósitos, em especial à Ana Angélica, Luiz Antônio ,Victor Parreira, Camila Lorenção, Daniel Barboza, Rafael Cidade e Sânia Marques.

Aos técnicos do Metalmat, em especial ao Laércio, João e Robson, e aos técnicos da mecânica, em especial ao Sr. Manoel. Ao técnico da Física, Flávio.

A CAPPES pelo apoio financeiro.

A Owens Corning pela doação das fibras de vidro.

A todos que de alguma forma contribuíram para o sucesso deste trabalho, muito obrigada!

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE TUBOS COMPÓSITOS PARA APLICAÇÃO EM *RISERS* RÍGIDOS

Carolina Gonçalves Coelho Laurindo Leite

Junho/2011

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A aplicação de materiais compósitos na indústria do petróleo está aumentando continuamente. Eles são bons materiais alternativos para risers devido às suas excelentes razões resistência-peso. Portanto, muitas pesquisas estão sendo desenvolvidas com o intuito de se obter materiais com melhores propriedades. O objetivo deste trabalho é caracterizar microestruturalmente e mecanicamente laminados e tubos compósitos. Primeiro, laminados compósitos de fibra de vidro tipo-E/epóxi e carbono/epóxi foram produzidos pelo processo de laminação manual, enquanto tubos compósitos foram produzidos pela técnica de enrolamento filamentar. A caracterização microestrutural foi feita utilizando microscópios óptico, estereoscópico e eletrônico de varredura. A caracterização mecânica foi feita de acordo com procedimentos de normas ASTM, ensaio de tração (D3039) para laminados e ensaio de tração de anel (D2290) para tubos. Ensaio de pressão hidrostática interna foi conduzido segundo recomendação DNV (RP-F202). Os laminados compósitos foram envelhecidos por imersão em água salina a 60°C por períodos de 30 e 60 dias para avaliar a absorção, difusão e perda de resistência mecânica. A influência dos ângulos de enrolamento helicoidais $(\pm 30^{\circ}, \pm 45^{\circ})$ ou ±60°) e do tipo de fibra nas propriedades mecânicas de tubos compósitos são avaliadas.

vii

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF COMPOSITE TUBES FOR APPLICATION IN RIGID RISERS

Carolina Gonçalves Coelho Laurindo Leite

June/2011

Advisor: Fernando Luiz Bastian

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The use of composite materials in petroleum industry is increasing continuously. They are a very good alternative material for risers because of their excellent strength to weight ratio. So, many researches are being developed in order to obtain materials with better properties. The objective of this work is to characterize microstructurally and mechanically composites laminates and pipes. First, fiber glass type-E/epoxy and carbon/epoxy composite laminates were produced by hand lay up process, while fiber glass type-E /epoxy and glass type-E/carbon/epoxy composite pipes were manufactured by filament winding technique. The microstructural characterization was made using optic, stereoscopic and scanning electron microscope. A hydrostatic pressure test was conducted according to recommendation DNV (RP-F202). The mechanical characterization was made in accordance with ASTM standard procedures, tensile test (D3039) for laminates e split disk test (D2290) for tubes. The composite laminates were aged by immersion in salt water at 60°C for periods of 30 and 60 days to evaluate the absorption, diffusion and the loss of mechanical strength. The influences of helical ply angles $(\pm 30^\circ, \pm 45^\circ \text{or } \pm 60)$ and the kind of fiber on the mechanical properties in composites tubes were evaluated.

SUMÁRIO:

| ÍNDICE DE FIGURAS | xi |
|---|------|
| ÍNDICE DE TABELAS | xvii |
| 1 - INTRODUÇÃO | 1 |
| 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 3 |
| 2.1 - MATERIAIS COMPÓSITOS | 3 |
| 2.1.1 - Matriz | 4 |
| 2.1.1.1 - Resina epoxídica | 6 |
| 2.1.2 - Reforço | 7 |
| 2.1.2.1 - Fibra de vidro | 9 |
| 2.1.2.2 - Fibra de carbono | 11 |
| 2.2 - PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DE MATERIAIS COMPÓSITOS | 12 |
| 2.2.1 - Laminação manual | 12 |
| 2.2.2 - Enrolamento filamentar | 13 |
| 2.3 - FALHAS EM COMPÓSITOS | 18 |
| 2.3.1 - Falhas de laminados | 18 |
| 2.3.2 - Falhas de tubos | 20 |
| 2.4 - ENVELHECIMENTO HIGROTÉRMICO | 21 |
| 2.5 - LAMINADOS COMPÓSITOS | 26 |
| 2.6 - RISERS | 27 |
| 2.6.1 - Risers compósitos | 29 |
| 3 - MATERIAIS E MÉTODOS | 33 |
| 3.1 - MATERIAIS | 33 |
| 3.1.1 - Sistema polimérico | 33 |
| 3.1.2 - Reforço | 34 |
| 3.2 - MÉTODOS | 36 |
| 3.2.1 - Produção de laminados | 36 |
| 3.2.2 - Produção de tubos | 38 |
| 3.2.3 - Microscopia Óptica | 44 |
| 3.2.4 - Massa específica e fração volumétrica de fibras | 45 |

| 3.2.5 - Envelhecimento higrotérmico | 48 |
|--|-----|
| 3.2.6 - Ensaio de tração de laminados | 49 |
| 3.2.7 - Ensaio de tração de anel | 52 |
| 3.2.8 - Ensaio de pressão hidrostática interna | 53 |
| 3.2.8.1 - Tubos com 8 camadas de fibras | 55 |
| 3.2.8.2 - Tubos com 4 camadas de fibras | 56 |
| 3.2.9 - Análise Fractográfica | 58 |
| 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO | 59 |
| 4.1 - LAMINADOS | 59 |
| 4.1.1 - Microscopia Óptica | 59 |
| 4.1.2 - Massa específica e fração volumétrica de fibras | 60 |
| 4.1.3 - Absorção de umidade | 61 |
| 4.1.4 - Coeficiente de difusão | 64 |
| 4.1.5 - Ensaio de tração | 65 |
| 4.1.6 - Análise da superfície de fratura | 70 |
| 4.2 - TUBOS | 76 |
| 4.2.1 - Microscopia Óptica | 76 |
| 4.2.2 - Massa específica e fração volumétrica de fibras | 81 |
| 4.2.3 - Ensaio de tração de anel | 82 |
| 4.2.4 - Análise fractográfica de anéis ensaiados em tração | 86 |
| 4.2.5 - Ensaio de Pressão Hidrostática Interna | 92 |
| 4.2.6 - Etapa de testes para avaliação da funcionalidade do aparato de | |
| ensaio hidrostático | 93 |
| 4.2.7 - Ensaio de pressão hidrostática interna em tubos com 8 camadas | 95 |
| 4.2.8 - Ensaio de pressão hidrostática interna em tubos com 4 camadas | 98 |
| 4.2.9 - Análise fractográfica de tubos após ensaio hidrostático | 100 |
| 5 - CONCLUSÕES | 104 |
| 6 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 106 |
| 7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 107 |
| 8 - ANEXO | 112 |

ÍNDICE DE FIGURAS:

| FIGURA 2.1 - GRUPO EPOXÍDICO | 6 |
|--|----|
| FIGURA 2.2 - ESTRUTURA QUÍMICA DA RESINA EPÓXI DGEBA | 6 |
| FIGURA 2.3 - ESQUEMA DE ENROLAMENTO FILAMENTAR | 13 |
| FIGURA 2.4 - PADRÕES DE ENROLAMENTO DA FIBRA SOBRE O MANDRIL: | |
| a) POLAR, b) HELICOIDAL, c) CIRCUNFERENCIAL | 14 |
| FIGURA 2.5 - DETALHES GEOMÉTRICOS DO PROCESSO DE ENROLAMENTO | |
| FILAMENTAR | 15 |
| FIGURA 2.6 - MODOS DE MICRO FRATURA EM LAMINADOS COM | |
| CARREGAMENTO LONGITUDINAL À ORIENTAÇÃO DAS FIBRAS: a) | |
| QUEBRA DA FIBRA, b) INICIAÇÃO DE TRINCA NA MATRIZ, c) FRATURA DE | |
| OUTRAS FIBRAS, d) DESCOLAMENTO NA INTERFACE FIBRA- | |
| MATRIZ | 19 |
| FIGURA 2.7 - TIPOS DE CONFIGURAÇÕES PARA <i>RISERS</i> | 28 |
| FIGURA 3.1 - ROVINGS: a) FIBRA DE VIDRO DO TIPO E, b) FIBRA DE | |
| CARBONO | 35 |
| FIGURA 3.2 - LAMINADOS: a) FIBRA DE VIDRO, b) FIBRA DE CARBONO | 38 |
| FIGURA 3.3 - CONFIGURAÇÕES DOS TUBOS COMPÓSITOS FABRICADOS | 39 |
| FIGURA 3.4 - SEQUÊNCIA DE PASSOS NA FABRICAÇÃO DOS TUBOS | |
| COMPÓSITOS: a) MANDRIL COM DESMOLDANTE, b) MANDRIL COM | |
| TEFLON, c) MANDRIL COM TECIDO DE POLIÉSTER, d) PRIMEIRA CAMADA | |
| CIRCUNFERENCIAL | 40 |
| FIGURA 3.5 - SEQUÊNCIA DE ENROLAMENTO DE CAMADAS: a) CAMADA | |
| HELICOIDAL DE FIBRA DE VIDRO 45°, b) CAMADA HELICOIDAL DE FIBRA | |
| DE CARBONO 60°, c) CAMADA CIRCUNFERENCIAL EXTERNA NO TUBO DE | |
| FIBRA DE VIDRO, d) CAMADA CIRCUNFERENCIAL EXTERNA NO TUBO | |
| HÍBRIDO | 41 |
| FIGURA 3.6 - TUBOS COMPÓSITOS FABRICADOS: a) FIBRA DE VIDRO, b) | |
| HÍBRIDO | 43 |

| FIGURA 3.7 - AMOSTRAS PARA MICROSCOPIA ÓPTICA RETIRADAS DOS | |
|---|----|
| LAMINADOS: a) FIBRA DE VIDRO, b) FIBRA DE CARBONO | 44 |
| FIGURA 3.8 - AMOSTRAS PARA MICROSCOPIA ÓPTICA RETIRADAS DOS | |
| TUBOS: a) TUBOS DE FIBRA DE VIDRO, b) TUBOS HÍBRIDOS | 44 |
| FIGURA 3.9 - AMOSTRAS PARA DETERMINAÇÃO DE MASSA ESPECÍFICA: a) | |
| FIBRA DE VIDRO, b) FIBRA DE VIDRO E DE CARBONO | 45 |
| FIGURA 3.10 - PICNÔMETRO COM ÁGUA DESTILADA | 46 |
| FIGURA 3.11 - AMOSTRAS PARA DETERMINAÇÃO DE FRAÇÃO | |
| VOLUMÉTRICA DE FIBRAS, ANTES DA QUEIMA: a) FIBRAS DE VIDRO, b) | |
| FIBRAS DE VIDRO E DE CARBONO | 46 |
| FIGURA 3.12 - AMOSTRAS PARA DETERMINAÇÃO DE FRAÇÃO | |
| VOLUMÉTRICA DE FIBRAS, APÓS QUEIMA: a) FIBRAS DE VIDRO, b) FIBRAS | |
| DE VIDRO E DE CARBONO | 47 |
| FIGURA 3.13 - BANHO-MARIA UTILIZADO PARA ENVELHECIMENTO | |
| HIGROTÉRMICO: a) VISTA EXTERNA, b) VISTA INTERNA | 48 |
| FIGURA 3.14 - DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA PARA ENSAIO DE | |
| TRAÇÃO | 50 |
| FIGURA 3.15 - CORPOS DE PROVA PARA ENSAIO DE TRAÇÃO: a) FIBRA DE | |
| VIDRO NÃO ENVELHECIDO, b) FIBRA DE VIDRO ENVELHECIDO, c) FIBRA | |
| DE CARBONO NÃO ENVELHECIDO, d) FIBRA DE CARBONO | |
| ENVELHECIDO | 50 |
| FIGURA 3.16 - ANEL PARA ENSAIO DE TRAÇÃO | 53 |
| FIGURA 3.17 - EQUIPAMENTO PARA ENSAIO DE PRESSÃO HIDROSTÁTICA | |
| INTERNA: a) SISTEMA DE AQUISIÇÃO DE DADOS, b) BOMBA HIDRÁULICA, | |
| c) CÂMARA PARA TESTES | 53 |
| FIGURA 3.18 - CABEÇA DE VEDAÇÃO | 54 |
| FIGURA 3.19 - TUBOS PREPARADOS PARA ENSAIO DE PRESSÃO | |
| HIDROSTÁTICA INTERNA: a) TUBOS DE FIBRA DE VIDRO, b) TUBOS | |
| HÍBRIDOS | 56 |
| FIGURA 3.20 - TUBOS DE FIBRA DE VIDRO 30° COM 4 CAMADAS: a) COM | |
| LINER, b) SEM LINER | 57 |

| FIGURA 4.1 - ANÁLISE MICROSCÓPICA DOS LAMINADOS: a) FIBRA DE | |
|--|----|
| VIDRO CORTE TRANVERSAL, b) FIBRA DE VIDRO CORTE LONGITUDINAL, | |
| c) FIBRA DE CARBONO CORTE TRANSVERSAL, d) FIBRA DE CARBONO | |
| CORTE LONGITUDINAL | 65 |
| FIGURA 4.2 - ABSORÇÃO DE ÁGUA VERSUS TEMPO PARA LAMINADO DE | |
| FIBRA DE VIDRO | 62 |
| FIGURA 4.3 - ABSORÇÃO DE ÁGUA <i>VERSUS</i> TEMPO PARA LAMINADO DE | |
| FIBRA DE CARBONO | 62 |
| FIGURA 4.4 - CURVAS DE TENSÃO <i>VERSUS</i> DEFORMAÇÃO PARA O | |
| PRIMEIRO ENSAIO DE TRAÇÃO DE LAMINADOS COMPÓSITOS | 65 |
| FIGURA 4.5 - CURVAS DE TENSÃO <i>VERSUS</i> DEFORMAÇÃO PARA O | |
| SEGUNDO ENSAIO DE TRAÇÃO DE LAMINADOS COMPÓSITOS | 68 |
| FIGURA 4.6 - CURVAS TENSÃO <i>VERSUS</i> DEFORMAÇÃO COMPARATIVAS | |
| ENTRE DIFERENTES PERÍODOS DE ENVELHECIMENTO | 69 |
| FIGURA 4.7 - CORPOS DE PROVA FRATURADOS APÓS ENSAIO DE TRAÇÃO: | |
| a) FIBRA DE VIDRO NÃO ENVELHECIDO, b) FIBRA DE VIDRO | |
| ENVELHECIDO, c) FIBRA DE CARBONO NÃO ENVELHECIDO, d) FIBRA DE | |
| CARBONO ENVELHECIDO | 70 |
| FIGURA 4.8 - IMAGEM AMPLIADA DOS CORPOS DE PROVA ENSAIADOS EM | |
| TRAÇÃO: a) FIBRA DE VIDRO NÃO ENVELHECIDO, b) FIBRA DE VIDRO | |
| ENVELHECIDO, c) FIBRA DE CARBONO NÃO ENVELHECIDO, d) FIBRA DE | |
| CARBONO ENVELHECIDO | 71 |
| FIGURA 4.9 - IMAGENS OBTIDAS EM MEV PARA AMOSTRAS RETIRADAS | |
| DE CORPOS DE PROVA FRATURADOS EM ENSAIO DE TRAÇÃO DO | |
| LAMINADO DE FIBRA DE VIDRO: a) NÃO ENVELHECIDO, AUMENTO DE | |
| 2300 VEZES, b) NÃO ENVELHECIDO, AUMENTO DE 6000 VEZES, c) | |
| ENVELHECIDO, AUMENTO DE 1500 VEZES, d) ENVELHECIDO, AUMENTO | |
| DE 7000 VEZES | 73 |

| FIGURA 4.10 - IMAGENS OBTIDAS EM MEV PARA AMOSTRAS RETIRADAS | |
|--|----|
| DE CORPOS DE PROVA FRATURADOS EM ENSAIO DE TRAÇÃO DO | |
| LAMINADO DE FIBRA DE CARBONO: a) NÃO ENVELHECIDO, AUMENTO DE | |
| 1000 VEZES, b) NÃO ENVELHECIDO, AUMENTO DE 7000 VEZES, c) | |
| ENVELHECIDO, AUMENTO DE 1000 VEZES, d) ENVELHECIDO, AUMENTO | |
| DE 7000 VEZES | 74 |
| FIGURA 4.11 - IMAGENS DE MICROSCÓPIO ÓPTICO PARA TUBOS DE FIBRA | |
| DE VIDRO SUBMETIDOS A ENSAIO DE ANEL: a) 30° LONGITUDINAL, b) 30° | |
| TRANSVERSAL, c) 45° LONGITUDINAL, d) 45° TRANSVERSAL, e) 60° | |
| LONGITUDINAL, f) 60° TRANSVERSAL | 76 |
| FIGURA 4.12 - IMAGENS DE MICROSCÓPIO ÓPTICO PARA TUBOS HÍBRIDOS | |
| SUBMETIDOS A ENSAIO DE ANEL a) 30° LONGITUDINAL, b) 30° | |
| TRANSVERSAL, c) 45° LONGITUDINAL, d) 45° TRANSVERSAL, e) 60° | |
| LONGITUDINAL, f) 60° TRANSVERSAL | 77 |
| FIGURA 4.13 - IMAGENS DE MICROSCÓPIO ÓPTICO PARA TUBOS DE FIBRA | |
| DE VIDRO SUBMETIDOS A ENSAIO DE PRESSÃO HIDROSTÁTICA INTERNA: | |
| a) 30° LONGITUDINAL, b) 30° TRANSVERSAL, c) 45° LONGITUDINAL, d) 45° | |
| TRANSVERSAL, e) 60° LONGITUDINAL, f) 60° TRANSVERSAL | 78 |
| FIGURA 4.14 - IMAGENS DE MICROSCÓPIO ÓPTICO PARA TUBOS HÍBRIDOS | |
| SUBMETIDOS A ENSAIO DE PRESSÃO HIDROSTÁTICA INTERNA: a) 30° | |
| LONGITUDINAL, b) 30° TRANSVERSAL, c) 45° LONGITUDINAL, d) 45° | |
| TRANSVERSAL, e) 60° LONGITUDINAL, f) 60° TRANSVERSAL | 79 |
| FIGURA 4.15 - CURVAS TENSÃO <i>VERSUS</i> DESLOCAMENTO PARA ENSAIO | |
| DE TRAÇÃO DE ANEL DE TUBOS DE FIBRA DE VIDRO | 84 |
| FIGURA 4.16 - CURVAS TENSÃO <i>VERSUS</i> DESLOCAMENTO PARA ENSAIO | |
| DE TRAÇÃO DE ANEL DE TUBOS HÍBRIDOS | 84 |
| FIGURA 4.17 - ANÉIS 30° FRATURADOS APÓS ENSAIO DE TRAÇÃO: a) | |
| FIBRA DE VIDRO, b) FIBRA DE VIDRO COM ESTEREOSCÓPIO, c) HÍBRIDO, d) | |
| HÍBRIDO COM ESTEREOSCÓPIO | 87 |

| FIGURA 4.18 - ANÉIS 45° FRATURADOS APÓS ENSAIO DE TRAÇÃO: a) | |
|---|----|
| FIBRA DE VIDRO, b) FIBRA DE VIDRO COM ESTEREOSCÓPIO, c) HÍBRIDO, d) | |
| HÍBRIDO COM ESTEREOSCÓPIO | 88 |
| FIGURA 4.19 - ANÉIS 60° FRATURADOS APÓS ENSAIO DE TRAÇÃO: a) | |
| FIBRA DE VIDRO, b) FIBRA DE VIDRO COM ESTEREOSCÓPIO, c) HÍBRIDO, d) | |
| HÍBRIDO COM ESTEREOSCÓPIO | 89 |
| FIGURA 4.20 - IMAGENS DE SUPERFÍCIE DE FRATURA DE ANEL HÍBRIDO | |
| DE 30° OBTIDAS POR MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA: a) | |
| AUMENTO DE 300 VEZES b) AUMENTO DE 1000 VEZES c) AUMENTO DE 2000 | |
| VEZES, d) AUMENTO DE 4000 VEZES | 90 |
| FIGURA 4.21 - IMAGENS DE SUPERFÍCIE DE FRATURA DE ANÉIS OBTIDAS | |
| POR MEIO DE MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA: a) VIDRO 45°, | |
| AUMENTO DE 400 VEZES, b) VIDRO 60°, AUMENTO DE 300 VEZES, c) | |
| HÍBRIDO 45°, AUMENTO DE 16 VEZES, d) VIDRO 60°, AUMENTO DE 17 | |
| VEZES | 91 |
| FIGURA 4.22 - CABEÇA DE VEDAÇÃO EXPELIDA DURANTE ENSAIO | |
| HIDROSTÁTICO | 93 |
| FIGURA 4.23 - CABEÇAS DE VEDAÇÃO E BRAÇADEIRAS EXPULSAS | |
| DURANTE ENSAIO HIDROSTÁTICO | 94 |
| FIGURA 4.24 - TUBO TESTE PARA ENSAIO DE PRESSÃO HIDROSTÁTICA | |
| INTERNA | 95 |
| FIGURA 4.25 - CURVAS PRESSÃO <i>VERSUS</i> TEMPO PARA TUBOS COM 8 | |
| CAMADAS ENSAIADOS POR PRESSÃO HIDROSTÁTICA INTERNA | 97 |
| FIGURA 4.26 - CURVAS PRESSÃO <i>VERSUS</i> TEMPO PARA TUBOS COM 4 | |
| CAMADAS ENSAIADOS POR PRESSÃO HIDROSTÁTICA INTERNA | 98 |
| FIGURA 4.27 - TUBOS DE 8 CAMADAS APÓS ENSAIO DE PRESSÃO | |
| HIDROSTÁTICA INTERNA: a) VIDRO 30°, b) VIDRO 45°, VIDRO 60°, d) | |
| | |

| FIGURA 4.28 - TUBOS 4 CAMADAS APÓS ENSAIO HIDROSTÁTICO: a) VIDRO | |
|---|-----|
| 30° COM LINER PARTE 1, b) VIDRO 30° COM LINER PARTE 2, c) VIDRO 30° | |
| SEM LINER, d) VIDRO 45° COM LINER PARTE 1, e) VIDRO 45° COM LINER | |
| PARTE 2, f) VIDRO 60° COM LINER, g) VIDRO 60° SEM LINER | 101 |
| FIGURA 8.1 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE | |
| FIBRAS PARA AMBOS OS TIPOS DE LAMINADOS | 112 |
| FIGURA 8.2 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO TIPO DE FIBRA E | |
| DO ENVELHECIMENTO SOBRE A RESISTÊNCIA EM TRAÇÃO PARA | |
| PRIMEIRO GRUPO DE CORPOS DE PROVA | 112 |
| FIGURA 8.3 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO TIPO DE FIBRA E | |
| DO ENVELHECIMENTO SOBRE A RESISTÊNCIA EM TRAÇÃO PARA | |
| SEGUNDO GRUPO DE CORPOS DE PROVA | 113 |
| FIGURA 8.4 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO TIPO DE FIBRA | |
| SOBRE A ABSORÇÃO DE UMIDADE | 113 |
| FIGURA 8.5 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO ÂNGULO DE | |
| ENROLAMENTO PARA ANÉIS DE FIBRA DE VIDRO | 114 |
| FIGURA 8.6 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO ÂNGULO DE | |
| ENROLAMENTO PARA ANÉIS HÍBRIDOS | 114 |
| FIGURA 8.7 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO TIPO DE FIBRA | |
| SOBRE A RESISTÊNCIA MECÂNICA DE ANÉIS COM ÂNGULO DE 30° | 115 |
| FIGURA 8.8 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO TIPO DE FIBRA | |
| SOBRE A RESISTÊNCIA MECÂNICA DE ANÉIS COM ÂNGULO DE 45° | 115 |
| FIGURA 8.9 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA INFLUÊNCIA DO TIPO DE FIBRA | |
| SOBRE A RESISTÊNCIA MECÂNICA DE ANÉIS COM ÂNGULO DE 60° | 115 |

ÍNDICE DE TABELAS:

| TABELA 2.1 - COMPOSIÇÃO DE FIBRAS DE VIDRO E/S | 10 |
|---|----|
| TABELA 3.1 - PROPORÇÃO DOS COMPONENTES DO SISTEMA | |
| POLIMÉRICO | 33 |
| TABELA 3.2 - PROPRIEDADES MECÂNICAS DO SISTEMA | |
| POLIMÉRICO | 34 |
| TABELA 3.3 - PROPRIEDADES DA FIBRA DE VIDRO TIPO E | 35 |
| TABELA 3.4 - PROPRIEDADES DA FIBRA DE CARBONO | 36 |
| TABELA 3.5 - COMPOSIÇÃO DA ÁGUA SALINA UTILIZADA | 49 |
| TABELA 4.1 - MASSA ESPECÍFICA E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE | |
| FIBRAS DOS LAMINADOS | 60 |
| TABELA 4.2 - ABSORÇÃO DE ÁGUA SALINA PARA LAMINADOS DE | |
| FIBRA DE VIDRO E DE FIBRA DE CARBONO | 63 |
| TABELA 4.3 - COEFICIENTE DE DIFUSÃO NA ÁGUA | 64 |
| TABELA 4.4 - VALORES MÉDIOS PARA ENSAIO DE TRAÇÃO DOS | |
| LAMINADOS PARA PRIMEIRO GRUPO DE CORPOS DE PROVA | 66 |
| TABELA 4.5 - VALORES MÉDIOS PARA ENSAIO DE TRAÇÃO DOS | |
| LAMINADOS PARA SEGUNDO GRUPO DE CORPOS DE PROVA | 68 |
| TABELA 4.6 - MASSA ESPECÍFICA E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE | |
| FIBRAS DOS TUBOS DESTINADOS A ENSAIO DE TRAÇÃO DE ANEL | 81 |
| TABELA 4.7 - MASSA ESPECÍFICA E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE | |
| FIBRAS DOS TUBOS DESTINADOS A ENSAIO DE PRESSÃO | |
| HIDROSTÁTICA INTERNA | 82 |
| TABELA 4.8 - TENSÕES E DESLOCAMENTOS DE RUPTURA MÉDIOS DE | |
| ANÉIS PARA DIFERENTES ÂNGULOS DE ENROLAMENTO DAS | |
| FIBRAS | 83 |
| TABELA 4.9 - PRESSÃO DE FALHA DE TUBOS ENSAIADOS POR | |
| PRESSÃO HIDROSTÁTICA INTERNA | 96 |

1 - Introdução

É indiscutível no cenário mundial atual a importância do petróleo como fonte energética, que desperta múltiplos interesses e exige, portanto, constantes soluções para otimizar sua extração e seu uso. Sendo assim, fazem-se necessários estudos de novos materiais e equipamentos que aprimorem sua extração e refino, minimizando custos e aperfeiçoando a produção.

Com a grande demanda de exploração *offshore* de petróleo e aumento da profundidade de exploração, em águas cada vez mais profundas, é vital a busca por novos equipamentos e materiais que suportem as situações adversas às quais são submetidos no fundo do mar. As reservas de petróleo no Brasil encontram-se principalmente em regiões de águas profundas (400 a 1000 m) e ultraprofundas (mais de 1000 m de profundidade) (LOPES, 2004).

Um dos equipamentos normalmente utilizado na exploração do petróleo e que tem sido submetido a solicitações mecânicas cada vez mais intensas, com o aumento de profundidade, é o *riser*, tubo que conecta a plataforma de petróleo na superfície marinha até o poço no fundo do mar. Ele tradicionalmente é feito de aço, porém já existem diversos estudos sobre a viabilidade da substituição do aço por material compósito (SALAMA *et al.*, 2002 e JOHNSON *et al.*, 2001), mais leve e mais resistente à fadiga (SOUSA *et al.*, 2007). Um *riser* pode estar sujeito a tensões trativas em função de seu próprio peso e fletoras devido às oscilações do mar, além de terem que resistir à pressão interna devido à passagem de fluido em seu interior e pressão externa devido à porfundidade. Compósitos de matriz polimérica oferecem muitas propriedades superiores a outros materiais, entre elas pode-se citar a alta razão resistência-peso, superior resistência à corrosão e capacidade de serem projetados para atender uma determinada solicitação mecânica (ELLYN e MASER, 2004), características estas muito atrativas para responder aos esforços mecânicos aos quais os *risers* são submetidos.

O objetivo do presente trabalho é, portanto, fabricar e estudar tubos compósitos produzidos por enrolamento filamentar para possíveis aplicações como *risers*, bem como avaliar a influência do ângulo de enrolamento das fibras utilizadas e a influência do tipo das fibras, fibra

de vidro ou fibra de carbono, sobre a resistência mecânica, analisando também o efeito das condições ambientais.

2 - Revisão bibliográfica

Este capítulo apresenta uma revisão sobre materiais compósitos e suas aplicações em *risers*, dando-se ênfase aos tópicos relacionados com o presente trabalho.

2.1 - Materiais compósitos

Um compósito consiste de dois ou mais materiais distintos combinados em uma unidade estrutural macroscópica. Compósitos são geralmente usados porque possuem propriedades desejáveis que não poderiam ser obtidas por qualquer dos materiais constituintes atuando isoladamente. Muitos materiais compósitos são compostos por apenas duas fases; uma é chamada de matriz, que é continua e envolve a outra fase, chamada de fase dispersa ou de reforço (GIBSON, 1994). Os compósitos podem ser classificados em três grupos, de acordo com o seu tipo de reforço. São eles: compósitos reforçados por partículas, compósitos reforçados com fibras e os compósitos estruturais (CALLISTER, 2007).

As partículas que reforçam os compósitos apresentam-se dispersas pela matriz e possuem eixos iguais, isto é, as dimensões das partículas são aproximadamente as mesmas em todas as direções. As fibras que reforçam os compósitos podem ser curtas ou longas. (CALLISTER, 2007). Com o aumento do comprimento da fibra, maior é a área interfacial fibra/matriz disponível para transferência de carregamento (GIBSON, 1994). A interface fibra-matriz é a responsável por transmitir para as fibras solicitações a que a matriz é submetida. Se não houver uma adesão adequada entre as fibras e a matriz, dizemos que o reforço não é eficaz e a resistência mecânica pode ser inferior a do material da matriz utilizado monoliticamente; isso porque a fibra ao invés de reforçar pode atuar como um concentrador de tensões na matriz. A molhabilidade da fibra pela matriz e o tipo de ligação entre matriz e reforço determinam as características da interface e como ela é afetada pela temperatura, difusão, tensão residual, entre outros (CHAWLA, 1998).

Compósitos estruturais consistem de uma estrutura sanduíche constituída de placas laminadas de alta resistência ligadas por um filme adesivo a um núcleo de configuração geométrica semelhante a um favo de mel. Estruturas sanduíche podem apresentar razão rigidez/peso extremamente altas (GIBSON, 1994).

2.1.1 - Matriz

Polímeros, metais e cerâmicos são todos passíveis de serem usados como materiais de matrizes em compósitos, dependendo de requisitos particulares a cada aplicação (GIBSON, 1994).

A matriz de um material compósito exerce grande influência em suas propriedades, pois determina a resistência do compósito à maioria dos processos degradativos que causam, eventualmente, a falha da estrutura, incluindo os danos de impacto, a delaminação, a absorção de água, ataque químico, resistência à corrosão e resistência à oxidação. Além de exercer influência nas propriedades do compósito, a matriz contribui para uma maior ou menor facilidade de conformação na fabricação do material compósito e influencia no custo final do produto. As funções de uma matriz num compósito reforçado por fibras são: manter as fibras em suas posições, transferir tensão entre as fibras, prover uma barreira contra as intempéries do ambiente tal como ataques químicos e umidade, e proteger a superfície das fibras de mecanismos de degradação (MALLICK, 2007).

Os polímeros são inquestionavelmente os materiais mais largamente utilizados como matrizes de compósitos (GIBSON, 1994). Um polímero é definido como uma longa cadeia molecular contendo unidades ligadas covalentemente que se repetem ao longo da cadeia, apresentando elevado peso molecular. Estes podem ser classificados de acordo com sua processabilidade como, termoplásticos ou termofixos (SPERLING, 2006).

Em um polímero termoplástico, as cadeias não estão quimicamente ligadas; elas estão unidas devido a ligações secundárias, tais como ligações de hidrogênio e van der Waals. Portanto, com aplicação de energia térmica, as ligações secundárias podem ser temporariamente quebradas e as moléculas podem se arranjar em uma nova configuração se conformadas sob pressão. Com o resfriamento, as moléculas podem adquirir essa nova configuração imposta e as ligações secundárias são restauradas, dando uma nova forma ao polímero sólido (MALLICK, 2007). Portanto, um termoplástico é um plástico com capacidade de amolecer e fluir quando sujeito a um aumento de temperatura e pressão. Quando é retirado desse processo, o polímero solidifica em um produto com forma definida. Novas variações de temperatura e pressão produzem o mesmo efeito de amolecimento e escoamento. Essa alteração é uma transformação física reversível (CANEVAROLO, 2002).

Já em um polímero termofixo, ou termorrígido, as cadeias estão quimicamente ligadas por ligações primárias covalentes, formando reticulações, uma estrutura de rede tridimensional rígida (MALLICK, 2007). Portanto, um termofixo é um plástico que com o aquecimento sofre o processo de cura (transformação química irreversível), tornando-se rígido, e após a cura, é infusível e insolúvel. Posteriores aquecimentos não alteram mais seu estado físico, mas podem degradá-lo (CANEVAROLO, 2002).

Os sistemas de resinas para uso em materiais compósitos requerem as seguintes características: boas propriedades mecânicas, adesividade e boa resistência à degradação ambiental (LAPIQUE e REDFORD, 2002). Dentre essas, a característica mais importante da resina é a capacidade de absorver energia e reduzir as concentrações de tensões, pelo fornecimento de tenacidade à fratura ou ductilidade, maximizando a tolerância a danos de impacto e o tempo de durabilidade do compósito (PILATO e MICHNO, 1994).

Os polímeros termofixos são os mais comumente utilizados como matrizes em compósitos estruturais, pois são de fácil processamento, devido à sua baixa viscosidade. Entre estes, epóxis, poliésteres e vinil ésteres correspondem a maior parte das matrizes empregadas em compósitos de alto desempenho.

A resina epóxi apresenta as seguintes características: alto módulo de elasticidade, baixa fluência, razoável desempenho em alta temperatura, boa resistência à água (menor absorção) e menor contração na polimerização (aproximadamente 2% de seu volume) (MALLICK, 2007). Já CHAWLA (1998), compara as resinas epóxis a poliésters, e relata que apesar de mais caras, as resinas epoxídicas apresentam melhor resistência à umidade, mais baixa contração na cura (cerca de 3%), mais alta temperatura máxima de uso e boa adesão com fibras de vidro.

2.1.1.1 - Resina epoxídica

Segundo MAY (1988), uma resina epoxídica é definida como qualquer composto contendo um ou mais grupos epóxis capaz de ser convertido a uma forma termofixa (uma rede de estrutura tridimensional).

O grupamento epóxi é um anel constituído por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono, como mostrado na Figura 2.1.



Figura 2.1 - Grupo epoxídico.

A resina epóxi mais comum é o diglicidil éter de bisfenol A, DGEBA, que se origina da reação da epicloridrina com o bisfenol A. Sua molécula apresenta dois grupos epóxis, um em cada extremidade da molécula, conforme apresentado na Figura 2.2.



Figura 2.2 - Estrutura química da resina epóxi DGEBA.

O excepcional desempenho da resina epóxi DGEBA é expresso pelo bisfenol-A, que proporciona rigidez e elevado desempenho em altas temperaturas, pelo éter que promove resistência química e pelo grupo epóxi, que possui boas propriedades adesivas ou reatividade com uma ampla variedade de agentes químicos de cura.

A reação de cura da resina epóxi envolve a abertura do anel epoxídico. O termo cura é usado para descrever o processo pelo qual a resina e o agente de cura são transformados a partir de materiais de baixo peso molecular em uma rede altamente reticulada. Os agentes de cura para resina epoxídica podem ser divididos em dois principais grupos: alcalinos e ácidos. Os agentes alcalinos incluem as bases de Lewis, amidas, poliaminas alifáticas primárias e secundárias, e outros compostos contendo nitrogênio. Os agentes de cura ácidos incluem os ácidos de Lewis, fenóis, ácidos orgânicos, ácido carboxílico, tióis e anidrido (GOODMAN, 1998).

As aminas são os agentes de cura mais usados. Entretanto, em algumas aplicações, as aminas são preteridas em relação ao anidrido ácido, porque esse último fornece um longo tempo de vida, baixo pico exotérmico, menor contração do sistema polimérico na cura e é menos irritante à pele (MAY, 1988). O dietilenotriamina (DETA) é um agente de cura comum para a epóxi DGEBA e sua quantidade influi diretamente na extensão da reticulação; em geral, rigidez, resistência e temperatura de transição vítrea aumentam com o aumento da quantidade de reticulação, mas a tenacidade diminui (CHAWLA, 1998).

Outros produtos, como por exemplo, aceleradores, podem ser adicionados para alterar as características da reação, aumentando a velocidade de reação e diminuindo o tempo de cura. Alguns aceleradores atuam também como iniciadores da reação de cura. Dentre esses, destacamse os imidazoles, iniciadores classificados como alcalóides, que agem como inibidores de corrosão (MAY, 1988).

Resinas epoxídicas foram originalmente formuladas para uso prolongado em serviço a 180°C, porém na década de 70, percebeu-se que a epóxi é susceptível a efeitos higrotérmicos e, portanto, sua temperatura de uso foi limitada a 120°C. A temperatura de uso para epóxi DGEBA é cerca de 150°C (CHAWLA, 1998).

2.1.2 - Reforço

Fibras são o principal constituinte em um material compósito. Elas ocupam preferencialmente a maior fração volumétrica e suportam a maior porção de carregamento numa estrutura compósita. Portanto, a seleção do tipo, fração volumétrica, comprimento e orientação

das fibras são muito importantes, visto que influenciam algumas características de um laminado compósito, tais como massa específica, módulo de elasticidade, resistência à tração e à compressão, resistência à fadiga, condutividade elétrica e térmica, e custo.

Reforço por fibras é tão efetivo porque muitos materiais são mais resistentes e rígidos na forma de fibras do que em outras formas, e a resistência aumenta com a diminuição do diâmetro das fibras. Para diâmetros muitos pequenos a resistência das fibras se aproxima da resistência teórica coesiva entre camadas adjacentes de átomos (GIBSON, 1994).

As fibras em um compósito podem estar dispostas como fibras curtas ou como fibras longas. Quando as fibras possuem comprimento superior a um dado comprimento crítico de fibras são consideradas fibras longas e quando possuem comprimento inferior, são consideradas fibras curtas. O comprimento crítico de fibras (l_c) é dado pela equação 2.1.

$$l_{c} = \frac{\sigma_{f}^{*} d}{2\tau_{c}} \qquad \text{eq. 2.1}$$

onde: σ_{f}^{*} = limite de resistência das fibras,

d = diâmetro das fibras,

 τ_c = resistência da ligação da interface fibra-matriz ou resistência ao cisalhamento da matriz.

Fibras com comprimento inferior ao comprimento crítico de fibras (l_c) não conferem ao compósito uma melhora significativa em resistência, pois são ineficientes em absorver o carregamento que é aplicado à matriz (CALLISTER, 2007).

As fibras podem se apresentar em diferentes configurações, dentre as quais se destacam os tecidos, mantas e *rovings*. Os *rovings* são carretéis nos quais as fibras contínuas se apresentam enroladas com seus filamentos paralelos, uns aos outros. *Rovings* podem ser utilizados para fabricação de laminas compósitas de fibras longas e contínuas, unidas para constituir um laminado orientado na direção do carregamento a qual são submetidos. Os tecidos apresentam as

fibras entrelaçadas em uma rede multidirecional organizada, não possuem laminas distintas e, portanto, não são susceptíveis à delaminação, porém sua rigidez e resistência são sacrificadas devido ao fato das fibras não estarem orientadas na mesma direção. As mantas apresentam as fibras curtas descontínuas e dispostas aleatoriamente ligadas com poliéster bisfenólico de alta inércia química, ainda bastante utilizadas devido ao menor custo de manufatura, embora exibam resistência mecânica inferior às demais configurações (GIBSON,1994, MALLICK, 2007).

As fibras comumente usadas como reforços em materiais compósitos são as fibras de vidro e as fibras de carbono ou, ainda, para algumas aplicações específicas, são empregadas fibras de boro, ou poliméricas como aramida, por exemplo. Em um determinado compósito, podem ser utilizadas fibras de um mesmo tipo ou de mais de um tipo. Quando utilizado mais de um tipo de fibra no mesmo compósito, chamamos esse compósito de híbrido (MALLICK, 2007).

2.1.2.1 - Fibra de vidro

Fibras de vidro consistem primariamente de sílica e de óxidos metálicos modificados, sendo geralmente produzidas pela conformação de vidro fundido através de pequenos orifícios (GIBSON, 1994).

As fibras de vidro são o reforço mais usual em compósitos de matriz polimérica. As principais vantagens das fibras de vidro são seu baixo custo, alta resistência à tração, alta resistência química e excelentes propriedades isolantes. As desvantagens são: módulo em tração e resistência à fadiga relativamente baixos, alta massa específica (em comparação às fibras comerciais), sensibilidade à abrasão durante o manuseio (o que diminui a resistência à tração) e alta dureza (que causa excessivo desgaste às ferramentas de moldagem e corte). A estrutura interna das fibras de vidro é tridimensional e, constituída por uma longa rede de silício, oxigênio e outros átomos arranjados de modo aleatório. Portanto, as fibras de vidro são amorfas e isotrópicas (MALLICK, 2007).

Fibras de vidro são tratadas superficialmente com a aplicação de um *sizing* após trefilação para protegê-las do ambiente, facilitar o manuseio e evitar a introdução de defeitos superficiais. *Sizings* comuns são goma de amido, óleos vegetais hidrogenados, álcool polivinílico (PVA) e

uma variedade de emulsificadores não iônicos. Depois do *sizing* aplica-se um agente acoplante, geralmente utilizando-se uma solução aquosa de silano. O agente acoplante faz com que a superfície da fibra seja quimicamente compatível com a resina criando uma ponte química entre eles (CHAWLA, 1998).

Os dois tipos mais comuns de fibras de vidro são S e E, mas também há a fibra de vidro do tipo C. A fibra de vidro do tipo C, de nome baseado na palavra *corrosion*, é usada em aplicações químicas que requerem maior resistência à corrosão (HULL e CLYNE, 1996). A fibra de vidro do tipo S, originalmente desenvolvida para componentes de aeronaves e revestimentos de projéteis, tem sua nomenclatura oriunda da palavra inglesa *strength*, devido à excelente resistência à tração que a mesma apresenta. A fibra de vidro do tipo E apresenta alta resistividade elétrica (10¹⁵ohm.cm) e seu nome foi atribuído a partir da palavra *electrical* (CARVALHO, 1992).

Composições típicas para fibras de vidro dos tipos E e S são apresentadas na Tabela 2.1.

| Fibra de vidro | Composição em porcentagem em peso | | | | | |
|----------------|-----------------------------------|-----------|-----|-----|----------|-------------------|
| Tipo | SiO ₂ | Al_2O_3 | CaO | MgO | B_2O_3 | Na ₂ O |
| E | 54,5 | 14,5 | 17 | 4,5 | 8,5 | 0,5 |
| S | 64 | 26 | - | 10 | - | - |

Tabela 2.1 - Composição de fibras de vidro E e S (MALLICK, 2007)

Na Tabela 2.1 pode ser observado que as fibras do tipo E e tipo S apresentam alguns constituintes em comum tais como sílica, alumina e magnésia, porém em proporções diferentes; já os óxidos de cálcio, boro e sódio estão presentes apenas na fibra do tipo E. Essa diferença de composição das fibras influencia suas propriedades mecânicas.

A fibra de vidro do tipo S possui resistência à tração 30% maior e módulo elástico 20% maior do que a fibra de vidro do tipo E (GIBSON, 1994). A fibra de vidro do tipo E tem o mais baixo custo de todas as fibras de reforço, razão pela qual é a mais amplamente aplicada como fibra de reforço (MALLICK, 2007).

2.1.2.2 - Fibra de carbono

As fibras de carbono têm excelentes propriedades, dentre as quais se destaca sua excepcional razão entre resistência mecânica e peso e alta razão de módulo elástico e peso. Outras vantagens são o coeficiente de expansão térmica linear muito baixo, alta resistência à fadiga e alta condutividade térmica. As desvantagens das fibras de carbono são sua baixa ductilidade na fratura, baixa resistência ao impacto, alta condutividade elétrica e alto custo (MALLICK, 2007). Devido a seu extraordinário desempenho, fibras de carbono são rotineiramente usadas em estruturas espaciais (GIBSON, 1994).

Fibras de carbono são manufaturadas a partir de dois tipos de precursores: sintéticos e o piche. O precursor sintético mais comum é o PAN, um polímero de nome poliacrilonitrila, embora o piche, um co-produto de refino do petróleo, tenha menor custo de produção.

As etapas de fabricação de fibras de carbono são: estabilização, carbonização e dependendo das características que se deseja obter também há uma ultima etapa de grafitização. Geralmente a etapa de estabilização ocorre por volta de 200 a 300°C, a etapa de carbonização entre 1000° a 2000°C e a de grafitização acima de 2000°C. Para se obter fibras de alto módulo elástico, porém com resistência mecânica menor, são realizadas as etapas de estabilização, carbonização e grafitização. Já quando se deseja obter fibras de alta resistência mecânica, porém com menor módulo elástico, a etapa final de grafitização não é realizada.

As fibras de carbono comerciais têm módulo de elasticidade que pode variar desde 207 GPa até 1035 GPa. Em geral, fibras de baixo módulo têm massa específica mais baixa, custo mais baixo, resistência à tração e compressão mais altas e se deformam mais antes da fratura do que as fibras de alto módulo de elasticidade.

Estruturalmente, fibras de carbono contêm uma blenda de carbono amorfo e carbono grafítico. Na forma grafítica, os átomos de carbono estão arranjados em uma estrutura cristalográfica de planos ou camadas paralelas. Fortes ligações covalentes existem entre os átomos de carbono de um mesmo plano atômico, mas carbonos de planos diferentes são ligados por forças do tipo van der Waals, que são muito mais fracas. Isso resulta em uma alta anisotropia das propriedades físicas e mecânicas das fibras de carbono (MALLICK, 2007), ao contrário das fibras de vidro, que exibem comportamento isotrópico.

2.2 - Processos de fabricação de materiais compósitos

Compósitos podem ser fabricados por diversos processos. A seleção do processo de fabricação depende, obviamente, dos materiais constituintes do compósito, principalmente da matriz, tendo matrizes poliméricas, metálicas e cerâmicas processos diferentes de fabricação (GIBSON, 1994). Compósitos de matriz polimérica podem ser fabricados por diversos métodos; dentre eles destacam-se: pultrusão, moldagem por transferência de resina (RTM), moldagem por injeção, moldagem por compressão, *spray-up*, enrolamento filamentar e laminação manual.

No presente trabalho, o compósito será constituído de matriz polimérica e fibras contínuas e os processos utilizados na sua fabricação serão os métodos de laminação manual e enrolamento filamentar sendo, portanto, tais processos descritos nos próximos sub-itens.

2.2.1 - Laminação manual

A laminação manual ou *hand lay-up* se caracteriza por ser um método simples de confecção de um compósito, não envolvendo nenhum investimento em equipamentos. A laminação consiste em sobrepor camadas de tecidos, mantas ou fibras, intercalando-as com uma resina (NETO e PARDINI, 2006).

A primeira etapa durante a laminação manual consiste em aplicar um desmoldante sobre a superfície na qual irá ser confeccionado o laminado. Posteriormente, é colocada uma camada de resina e uma de fibras, que são pressionadas com auxílio de um rolo ou espátula para que a resina impregne nas fibras e haja a obtenção de um laminado com menos defeitos e vazios. É feita então a sobreposição de camadas alternadas de resina e fibras sucessivamente, até terminar a aplicação da última camada de resina, quando for atingida a espessura desejada. A laminação manual permite orientar as fibras multidirecionalmente ou unidirecionalmente, dependendo da aplicação para qual o compósito seja projetado.

2.2.2 - Enrolamento filamentar

No processo de enrolamento filamentar, bandas de *rovings* ou mono filamentos contínuos, pré-impregnados por resina, são enrolados em torno de um mandril rotatório e curadas para produzirem partes de cavidades axissimétricas. Entre as aplicações de enrolamento filamentar estão eixos de direção automotiva, hélices de helicópteros, tanques de oxigênio, tubos, vasos de pressão esféricos, caixas cônicas de motor de foguete e uma larga variedade de tanques de armazenamento de gasolina. O processo de enrolamento filamentar é também utilizado para manufatura de folhas de prepregs ou compostos moldados por folhas reforçadas por fibras contínuas (MALLICK, 2007).

Embora existam máquinas de enrolamento filamentar que disponham de mais graus de liberdade, neste trabalho será detalhado apenas o processo para uma máquina contendo um grau de liberdade. A Figura 2.3 mostra um esquema do processo de enrolamento filamentar utilizado neste trabalho.



Figura 2.3 - Esquema de enrolamento filamentar (adaptado de MALLICK, 2007).

O método de enrolamento filamentar, do inglês *filament winding*, ou ainda bobinagem contínua, tem se mostrado ideal para manufatura de componentes de revolução ou

axissimétricos, como por exemplo, tubos e vasos cilíndricos, utilizando matriz polimérica e reforços de fibras contínuas, por exemplo, de carbono, vidro e aramida, ou seus híbridos (NETO e PARDINI, 2006).

O processo de enrolamento filamentar é mecanizado e consiste no enrolamento contínuo de fibras em angulações especificas sobre um mandril. O mandril, ou molde, é o tubo cilíndrico usado para laminação por enrolamento. Uma vantagem da técnica de enrolamento filamentar é sua rapidez e precisão de enrolamento de multicamadas (CARVALHO, 1992). Outra vantagem do enrolamento filamentar é que a automatização da aplicação do reforço assegura baixos custos de mão de obra, aumenta a reprodutibilidade e ajuda a reduzir as taxas de desperdício de material (SHEN, 1995).

Durante o processo de enrolamento filamentar, o mandril gira em torno de seu eixo central horizontal enquanto as fibras são aplicadas a partir de um carrinho que se move paralelamente ao eixo do mandril. Há três modos pelos quais as fibras podem ser arranjadas em torno de um mandril: polar, helicoidal e circunferencial (SHEN, 1995). A Figura 2.4 apresenta esses padrões de enrolamento.



Figura 2.4 - Padrões de enrolamento da fibra sobre o mandril: a) polar, b) helicoidal, c) circunferencial (SOBRINHO, 2009).

O ângulo de enrolamento da fibra em relação ao eixo do mandril, (Θ) , define o tipo de enrolamento. No enrolamento polar, as fibras são colocadas em ângulo próximo de 0°, passando ao redor dos pólos do mandril, tangenciando as extremidades da peça. O enrolamento

circunferencial apresenta Θ próximo a 90° e no enrolamento helicoidal Θ varia geralmente entre 5° e 80° (SHEN, 1995).

Em enrolamento filamentar, o ângulo de enrolamento determina as propriedades do tubo produzido. Camadas com ângulos pequenos em relação ao eixo da máquina propiciam resistência ao carregamento axial. Por sua vez, ângulos grandes de enrolamento (próximos a 90°, em relação ao eixo do mandril) garantem elevada resistência circunferencial, o que no caso de *risers*, que operam a grandes profundidades, são camadas de extrema importância, uma vez que as mesmas irão proferir resistência ao colapso. A melhor combinação de ângulos de enrolamento entre camadas internas e externas é aquela que nos fornece o máximo de resistência à pressão interna e externa, sem comprometer a resistência à tração e flexão. Segundo MENICONI (2001), JOHNSON (2000 e 2001) e SOLDAN (2008), a sequência de empilhamento que propicia maior resistência à pressão hidrostática é de camadas externas e internas circunferenciais e intermediárias helicoidais. XIA *et al.* (2001) realizaram uma análise numérica de tubos compósitos multicamadas submetidos à pressão interna e concluíram que tensões e deformações no tubo laminado dependem fortemente da sequência de empilhamento aplicada.

A Figura 2.5 mostra detalhes geométricos importantes no arranjo das fibras no mandril, sendo θ o ângulo em relação ao eixo do mandril de enrolamento das fibras da camada helicoidal, W a largura de faixa e p o passo da hélice (CARVALHO, 1992).



Figura 2.5 - Detalhes geométricos do processo de enrolamento filamentar (SOBRINHO, 2009).

O parâmetro W, largura de faixa, é dado, de maneira simplificada, pela medida da largura das fibras de um *roving* multiplicada pelo número de *rovings* utilizados, ou matematicamente, a largura de faixa W pode ser calculada por meio da equação 2.2 a seguir:

$$W = \pi \phi \cos \theta \qquad \text{eq. } 2.2$$

onde: ϕ = diâmetro do mandril,

 θ = ângulo de enrolamento da camada helicoidal.

Portanto, para um determinado diâmetro de mandril e ângulo de enrolamento da camada helicoidal, calcula-se a largura de faixa W, e dividindo-se W pela medida da largura das fibras de um *roving*, encontramos o número de *rovings* a serem utilizados durante o processo de enrolamento. Se forem utilizados menos *rovings* do que o valor calculado, o tubo fabricado pode apresentar regiões com ausência de fibras e se forem utilizados mais *rovings*, pode haver sobreposição de fibras.

O passe da hélice p é o caminho que o carrinho percorre durante uma rotação do mandril, e pode ser determinado por meio da equação 2.3.

$$p = \frac{\pi\phi}{tg\theta} \qquad eq. 2.3$$

onde: ϕ = diâmetro do mandril,

 θ = ângulo de enrolamento da camada helicoidal.

O número de passos n determina quantas vezes o carrinho que conduz as fibras tem que percorrer o comprimento do mandril para que as camadas helicoidais se fechem, ou seja, estejam paralelas e adjacentes entre si. Quando o carrinho de fibras percorre o comprimento do mandril de seu início até o final, dizemos que o ângulo de enrolamento da fibra sobre o mandril foi + θ , e quando o carrinho volta dizemos que o ângulo de enrolamento da fibra sobre o mandril foi – θ , portanto quando o carrinho vai e volta as fibras fazem um ângulo de ± θ em relação ao eixo do mandril.

A largura de faixa W pode então ser relacionada ao passo da hélice p e ao número de passos n, por meio da equação 2.4.

$$W = \frac{p}{n} sen\theta \qquad eq. 2.4$$

onde: θ = ângulo de enrolamento da camada helicoidal.

Portanto, as fibras são enroladas em torno do mandril seguindo o ângulo de enrolamento θ e os parâmetros acima descritos. O carrinho percorre o comprimento do mandril enrolando as fibras, e o processo se repete quantas vezes for necessário até completar o número de camadas desejadas, ou a espessura requerida para uma dada estrutura (CARVALHO, 1992).

A produção por enrolamento filamentar envolve variáveis que influenciam as propriedades mecânicas do produto final. Algumas variáveis são classificadas como variáveis de projeto e outras como variáveis de processo. As variáveis de projeto levam em consideração as condições de carregamento e ambientais a que o material será submetido durante sua aplicação, para que sejam determinados os seguintes parâmetros: tipo de resina, viscosidade e vida útil, tipo de fibras e/ou uso de reforço pré-impregnado, ângulos de enrolamento, sequência de empilhamento de camadas, número de camadas para cada ângulo, número total de camadas e presença de *liner* para propiciar uma barreira contra ataque químico ou com função de dividir os carregamentos aplicados externamente. As variáveis de processo são tensão de enrolamento do reforço, tempo de enrolamento entre as camadas e padrão de deposição das fibras (grau de cruzamento entre as fibras) (MANTELL e COHEN, 2000).

2.3 - Falhas em compósitos

Neste capítulo, serão avaliadas as falhas de materiais compósitos quando configurados como laminados ou tubos.

2.3.1 - Falhas de laminados

A fratura de um laminado compósito é classificada de maneira geral em dois modos: modo fibra e modo matriz. O modo fibra está relacionado ao carregamento longitudinal à direção do reforço, seja trativo ou compressivo. Já o modo matriz está relacionado ao carregamento transversal ao reforço ou a uma carga cisalhante no plano, também trativo ou compressivo (SUN *et al.*, 1996).

Segundo DANIEL e ISHAI (2006), à medida que se submete um material compósito a um determinado esforço trativo, tal material irá falhar quando a deformação que a ele for aplicada for equivalente à deformação máxima do constituinte que tem a menor capacidade de deformação. Portanto, um compósito de matriz polimérica reforçado por fibras orientadas longitudinalmente na direção do tensionamento irá falhar quando a deformação a que o compósito é submetido atinge a deformação máxima das fibras. Então, nesse compósito quem irá determinar sua deformação na fratura serão as fibras, pois estas possuem menor capacidade de deformação do que a matriz polimérica.

Como compósitos são heterogêneos e constituídos por dois ou mais materiais, existem múltiplos mecanismos de fratura sob diferentes tipos de carregamento. Sob tração, os mecanismos são: quebra da fibra, trinca na matriz, descolamento fibra-matriz e delaminação. O descolamento é a separação de uma junta colada, ou especificamente, nesse caso, entre a fibra e a matriz. A delaminação é a separação de camadas em um laminado ao longo de um plano (OCHOA, 2006).

Descolamento fibra-matriz, *pull out* da fibra e delaminação são alguns modos de falha encontrados em compósitos reforçados por fibras, e que não são encontrados em materiais monolíticos. Em geral, *pull out* da fibra fornece uma contribuição mais significativa de

tenacidade à fratura do compósito do que o descolamento fibra/matriz. *Pull out* da fibra aumenta a energia gasta para fraturar porque causa uma extensa deformação. Delaminação é efetivamente uma trinca que separa lâminas adjacentes em um laminado (CHAWLA, 1998).

Em materiais compósitos com resistência dominada pelas fibras podemos fazer uma simplificação considerando que todas as fibras têm resistência igual e a lâmina de compósito fratura imediatamente depois da fratura da fibra. Na prática, a resistência da fibra não tem um valor único; ao invés disso, segue uma distribuição estatística. Algumas fibras quebram em níveis de tensões mais baixos do que a média e outras em um nível um pouco acima da média (MALLICK, 1997).

Os tipos de micro fratura foram definidos por MALLICK (1997) e HULL e CLYNE (1996) e podem ser observados na Figura 2.6.



Figura 2.6 - Modos de micro fratura em laminados com carregamento longitudinal à orientação das fibras: a) quebra da fibra, b) iniciação de trinca na matriz, c) fratura de outras fibras, d) descolamento na interface fibra-matriz (SOBRINHO, 2009).

Quando uma fibra quebra (Figura 2.6a) o estado de tensão na região próxima das extremidades da fibra quebrada apresenta: concentração de tensão no vazio criado pela quebra da fibra, alta concentração de tensão cisalhante na matriz próxima da região de quebra da fibra e um
aumento da tensão normal média das fibras adjacentes. O aumento de tensão provocado pela quebra da fibra possibilita a ocorrência de diversos tipos de micro fraturas: iniciação de microtrinca na matriz (Figura 2.6b), quebra de outras fibras próximas àquela primeira que fraturou (Figura 2.6c), ou o descolamento da interface fibra-matriz (Figura 2.6d) (MALLICK, 1997 e HULL, 1996). O descolamento da interface fibra-matriz (Figura 2.6d) é causado pela tensão cisalhante interfacial decorrente da concentração de tensão ao redor da fibra fraturada e redistribuição de carregamento. Pode ser também que ocorra um trincamento na matriz (Figura 2.6b), e a trinca se propague na direção normal às fibras. Esta situação apenas ocorrerá se as fibras forem frágeis. Na ausência destes dois modos de fratura, com aumento do carregamento, o dano vai sendo acumulado e ocorre a fratura de outras fibras (Figura 2.6c) (CHAWLA, 1998).

2.3.2 - Falhas de tubos

De acordo com HULL e CLYNE (1996), quando tubos fabricados por enrolamento filamentar contendo múltiplos ângulos de enrolamento das fibras são testados sob carregamento circunferencial puro, a parede do tubo é sujeita à mesma condição de carregamento que um laminado sob tensão uniaxial.

Quando o modo de falha do tubo é explosão (pressão interna), o documento da prática recomendada, DNV-RP-F202 (2003), define a falha como ruptura da membrana da parede do tubo, causada pela pressão interna, possivelmente em combinação com tração axial (caso o carregamento não seja circunferencial puro) ou momentos de dobramento. Neste caso, a DNV classifica como mecanismo de falha o trincamento da matriz ou a falha da fibra.

2.4 - Envelhecimento Higrotérmico

Umidade ambiental pode penetrar em materiais orgânicos por difusão. Tipicamente, umidade trabalha como um agente plastificante para um polímero, isto é, propriedades como rigidez, resistência e temperatura de transição vítrea diminuem com a absorção de umidade em um polímero. Diz-se que a difusão Fickiana prevalece quando a água difunde pelo laminado pelas duas superfícies, as quais se encontram em equilíbrio com o sistema (CHAWLA, 1998).

Existem dois principais efeitos de mudança no comportamento mecânico de compósitos poliméricos quando expostos a ambientes higrotérmicos: alteração nas propriedades dominadas pela matriz, tal como rigidez e resistência transversais ou cisalhamento, e expansões e contrações higrotérmicas que mudam a distribuição de tensões e deformações no compósito. A susceptibilidade de compósitos a efeitos higrotérmicos é tão maior quanto menor é a fração volumétrica de fibras e menor é o comprimento das mesmas, assim como mais crítico quanto maior a temperatura e teor de umidade a qual são expostos (GIBSON, 1994).

De acordo com a norma ASTM D5229 (2004), a equação 2.5 é utilizada para determinação da porcentagem de absorção ou dessorção de massa.

$$M\% = \frac{M - M_s}{M_s} 100\%$$
 eq. 2.5

onde: M% = porcentagem de absorção de massa,

M = massa da amostra a cada aferição,

 M_s = massa da amostra seca.

BONNIAU E BUNSELL (1984) conduziram um estudo comparativo de teorias de absorção de água em compósitos de epóxi e fibra de vidro. A primeira teoria segue o modelo clássico de absorção no qual as moléculas de água não estão combinadas com a matriz, e a segunda teoria diz respeito ao modelo de Langmuir, que considera duas fases, uma delas com

difusão livre e a outra onde não há difusão. Ambos os modelos são baseados na teoria de difusão e lei de Fick, que considera que a força motriz para difusão é o gradiente de concentração de água. A equação 2.6 mostra a lei de Fick.

$$\frac{dc}{dt} = D\frac{d^2c}{dx^2} \qquad \text{eq. 2.6}$$

onde: c = concentração de água em um tempo t e posição x,

x = eixo da direção em que ocorre a difusão mássica,

D =coeficiente de difusão.

A equação 2.7 a seguir descreve o modelo de Fick, para absorção unidirecional transiente:

$$M\% = M_{\infty} \left[1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left[-\frac{Dt}{l^2} \pi^2 (2n+1)^2 \right] \right] \qquad \text{eq. 2.7}$$

onde: M_{∞} = massa de água absorvida na saturação,

l = espessura da amostra,

D =coeficiente de difusão,

t = tempo de exposição ao ambiente.

Para $\frac{Dt}{l^2}$ >0,05 a equação 2.7 se reduz a:

$$M \% = M_{\infty} \% \left[1 - \frac{8}{\pi^2} \exp \left[-\frac{Dt}{h^2} \pi^2 \right] \right]$$
 eq. 2.8

E para
$$\frac{Dt}{l^2} \langle 0,05$$

$$M\% = M_{\infty}\% * 4\sqrt{\frac{Dt}{\pi l^2}}$$
eq. 2.9

FUJIYAMA (2004) e ALBUQUERQUE (2005), em seus respectivos trabalhos, também utilizaram a equação 2.9 para determinação do coeficiente de difusão.

A norma ASTM D5229 (2004) descreve 4 procedimentos (A, B, C ou D) para avaliação e comparação da resposta de compósitos de matrizes poliméricas à absorção de umidade. O procedimento A é aplicado para determinação das propriedades de absorção e dessorção de umidade ao longo da espessura para materiais que se comportem de acordo com a lei de Fick em amostras de forma curva ou lisa. Os procedimentos B e C são utilizados para equilíbrio em atmosfera fora de laboratório, e padronizada em laboratório, respectivamente. O procedimento D refere-se a um estado essencialmente livre de umidade.

O cálculo do coeficiente de difusão de umidade ao longo da espessura no procedimento A considera uma abordagem fickiana em materiais com propriedades constantes de absorção de umidade. A validade das equações usadas no procedimento A para avaliação do coeficiente de difusão em um material no qual previamente não se conhece o comportamento de absorção de umidade é incerta antes da realização dos testes experimentais, porém os próprios testes determinam se o material segue o modelo unidirecional de difusão fickiana ou não. Um material compósito de matriz polimérica testado abaixo de sua temperatura de transição vítrea geralmente atende esses requisitos (ASTM D5229-2004).

Ainda de acordo com a norma ASTM D5229 de 2004, a saturação é definida pela equação 2.10, que descreve essa condição.

$$|M_t - M_{t-1}| \langle 0,01\%$$
 eq. 2.10

onde: M_t = porcentagem de massa em um instante de tempo t,

 M_{t-1} = porcentagem de massa em um instante de tempo anterior a t.

Portanto, define-se o critério de saturação de umidade quando a variação de massa entre duas aferições é inferior a 0,01%.

Segundo SCIDA et al. (2002), as condições para qualificação de uma estrutura compósita estão baseadas nos resultados de testes mecânicos após envelhecimento higrotérmico. Os autores estudaram os diferentes tipos de danos que podem aparecer em compósitos e os parâmetros responsáveis por sua degradação. Eles procederam a uma comparação entre duas diferentes matrizes epoxídicas, constatando que a absorção de água após 1300 horas a 70°C foi de 2,4% para uma das matrizes e 4,8% para outra, sendo que a matriz que mais absorveu água foi a que apresentou maior perda de propriedades mecânicas após envelhecimento. A matriz mais absorvente após envelhecimento apresentou redução da tensão máxima de ruptura em tração de 58% com relação à mesma matriz não envelhecida, enquanto a matriz menos absorvente apresentou menos do que 1% de perda de resistência à tração após envelhecimento. Em geral, para ambos os tipos de matrizes, percebeu-se que propriedades tais como módulo de elasticidade e razão de Poisson são menos influenciadas pelo envelhecimento do que as propriedades de falha como tensões de ruptura em tração, dobramento e cisalhamento. Os mecanismos de dano foram avaliados por meio de emissão acústica e foram identificados trincamento da matriz para baixas amplitudes, delaminação interlaminar para amplitudes médias e fratura de fibras em altas amplitudes. Por microscopia eletrônica de varredura, verificou-se que o compósito fabricado com a matriz mais absorvente apresentou maior densidade de trincas e que o envelhecimento causou o crescimento de trincas por toda a espessura do corpo de prova. Com microscopia óptica, foi possível confirmar a hipótese de que as fibras presentes na matriz mais absorvedora de umidade foram enfraquecidas pelo envelhecimento e apresentaram-se muito mais quebradas do que no compósito não envelhecido de mesma matriz.

ELLYN e MASER (2004) estudaram os efeitos do meio ambiente sobre as propriedades mecânicas de tubos compósitos de epóxi e fibra de vidro fabricados por enrolamento filamentar. Os autores utilizaram água destilada em seus testes, pois devido à ausência de impurezas e íons seria simulada a forma mais agressiva de umidade. Eles conduziram também uma comparação entre a absorção de umidade em compósitos produzidos por enrolamento filamentar e prepregs, ambos consistindo de resina epóxi e fibra de vidro do tipo E. A taxa de absorção de umidade em corpos de prova tubulares é muito menor acarretando menor quantidade de umidade absorvida (0,23% em massa de água) em comparação a prepregs que absorveram muito mais água (0,68%) em massa de água), possivelmente devido ao maior número de superfícies disponíveis para difusão. Os autores analisaram a absorção de água e as propriedades mecânicas para amostras submetidas a diferentes temperaturas e verificaram, por microscopia eletrônica de varredura, que aumentando a temperatura de 20°C para 50°C há maior absorção de água, acarretando menor adesão da resina às fibras, o que é um indicativo da diminuição da coesão da interface fibramatriz. A diminuição de coesão da interface, por sua vez, dificulta a transmissão de carregamento externo da matriz para as fibras e faz com que a resistência mecânica do compósito diminua e aumente a incidência de *pull out* da fibra na superfície de fratura. Por outro lado, atribuem ao inchamento da matriz causado pela absorção de umidade, o fechamento de trincas devido ao aparecimento de forças compressivas durante o carregamento mecânico.

PERREUX e SURI (1997) desenvolveram um estudo sobre a relação entre o fenômeno de absorção de água e o dano mecânico em tubos compósitos de fibra de vidro e resina epóxi fabricados por enrolamento filamentar. Eles concluíram, com o auxílio de dois modelos independentes, que a absorção de um material danificado e o dano de um material envelhecido são fenômenos inter-relacionados e o comportamento geral depende do conteúdo de água e do nível de dano, de modo que a taxa de absorção de água é uma função do dano e a taxa de acumulação de dano depende do conteúdo de água. Os autores verificaram ainda que a absorção de água resulta em aumento da taxa de dano durante a fadiga e testes de carregamento progressivo repetido. Porém, as propriedades iniciais de fadiga devem ser recuperadas pela remoção da água absorvida, ou seja, desde que o tempo de envelhecimento não seja longo o suficiente para causar degradação química, com a remoção de água, o número inicial de ciclos de fadiga que a estrutura suporta é recuperado. Em seu estudo, os autores realizaram

envelhecimento em amostras por até 18 meses, e após totalmente secas, foi observado que o comportamento em fadiga das mesmas foi equivalente ao material não envelhecido.

Matrizes epoxídicas podem absorver água, até 1% do peso do compósito. Entretanto, ao contrário da fibra de vidro que é susceptível à umidade, a fibra de carbono não é afetada pela umidade. Portanto, a absorção de umidade em compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras de carbono expande a estrutura polimérica, atuando como plastificante da matriz. Absorção de umidade em polímeros ocorre de acordo com a lei de Fick, ou seja, o ganho de peso devido à absorção de umidade varia com a raiz quadrada do tempo de exposição. Com a contínua absorção de água ocorre progressivamente o inchamento da matriz, que causa um tensionamento na fibra e eventualmente leva à sua fratura. O problema de absorção de umidade em compósitos de matriz polimérica é análogo aos efeitos de degradação por temperatura. Deformações térmicas trativas desenvolvidas na matriz depois da cura são reduzidas por deformação compressiva

2.5 - Laminados Compósitos

FUJIYAMA (2004) pesquisou o comportamento em tração de 4 diferentes compósitos quando submetidos a envelhecimento higrotérmico em água e em petróleo a 60°C. Um destes compósitos estudados foi um laminado compósito de fibra de vidro unidirecional do tipo E com resina poliéster modificada com estireno, que apresentou perda de resistência à tração de 378 MPa, para 289 MPa quando exposto à água, e para 320 MPa quando exposto a petróleo. Fujiyama atribuiu ao menor tamanho da molécula de água com relação à molécula de petróleo a maior facilidade com que a mesma se difunde pelo material compósito. Com a maior absorção de líquido, o compósito exposto à água apresenta uma maior perda em resistência mecânica.

ALBUQUERQUE (2005) estudou o envelhecimento higrotérmico de laminados de fibra de vidro do tipo E e matriz de resina vinil éster durante 36 dias a 60° e observou que o patamar de absorção foi atingido em 14 dias, apresentando absorção máxima de 0,82%. ALBUQUERQUE obteve média de resistência à tração na direção longitudinal de 630 MPa para corpos de prova não envelhecidos e 348 MPa para corpos de prova envelhecidos.

CAMUSSI (2007) estudou laminados compósitos de matriz epoxídica e reforço de fibra de vidro do tipo S e matriz epoxídica e reforço de fibra de carbono, realizando ensaio de tração para 3 diferentes orientações das fibras (0°, $\pm 45^{\circ}$ e 90°) em relação à direção de tracionamento. CAMUSSI obteve limite de resistência à tração, para os corpos de prova orientados a 0°, de 790 MPa para fibra de vidro/epóxi e 1058 MPa para fibra de carbono/epóxi, para os corpos de prova orientados a $\pm 45^{\circ}$, 131 MPa para fibra de vidro/epóxi e 133 MPa para fibra de carbono/epóxi, e a 90°, 27 MPa e 40 MPa, para fibra de vidro/epóxi e fibra de carbono/epóxi, respectivamente.

FARO (2008) estudou laminados de matriz epoxídica e reforços de fibra de vidro do tipo E, fibra de vidro do tipo S e fibra de carbono. Após ensaio de tração na direção longitudinal às fibras, obteve os seguintes limites de resistência à tração, 1154 MPa, 715 MPa e 498 MPa, para laminados com reforços de fibra de carbono, fibra de vidro do tipo S e fibra de vidro do tipo E, respectivamente.

SOBRINHO (2009) estudou a influência da adição de elastômero sobre as propriedades mecânicas de laminados de matriz epoxídica e reforço de fibra de vidro do tipo S2, por meio de ensaio de tração. SOBRINHO obteve aumento da tensão de ruptura de 9,3%, obtendo 722 MPa para o laminado com adição de elastômero, e aumento da porcentagem de deformação média de 2,12% para 2,39%.

2.6 - Risers

O *riser* é um elemento tubular que interliga a cabeça do poço petrolífero no fundo do mar à plataforma petrolífera em sua superfície. Ele pode ser aplicado para extração de petróleo, transporte de gás ou ainda de água.

Risers podem ser classificados de acordo com a norma API RP 2RD (1998) quanto à constituição estrutural, configuração e finalidade.

Quanto à sua configuração, ele pode ser vertical, em catenária livre ou em catenária complexa, conforme mostra a Figura 2.7.



Figura 2.7 - Tipos de configurações para risers (SOBRINHO, 2009).

• Vertical: É aplicada uma força de tração no topo, com a finalidade de manter o *riser* sempre tracionado, evitando sua flambagem.

• Catenária Livre: Na maioria dos casos não é aplicada força de tração ao topo. As extremidades (topo e fundo) não estão alinhadas.

• Catenária Complexa: semelhante à configuração em catenária, apresenta duas catenárias através da instalação de flutuadores ou bóias submersas com poitas.

Quanto à sua constituição estrutural, os risers podem ser rígidos, flexíveis ou híbridos.

- Flexível: é composto por camadas alternadas de polímero e metal, cada qual com uma função em particular (COSTA *et al.*, 2003).
- Rígido: usualmente é feito de aço, mas também pode ser de titânio ou compósito. Uma grande vantagem é sua fácil inspeção por não apresentar várias camadas. Como consequência, é mais simples identificar uma possível trinca, inicio de corrosão ou qualquer outro problema, já que é fácil acessá-lo.
- Híbrido: é composto por uma seção superior em catenária de um duto flexível e uma seção vertical inferior de um duto rígido. Os *risers* híbridos reúnem as vantagens de um *riser* rígido vertical e um *riser* flexível num único sistema. Os

rígidos diminuem o peso a que o sistema está submetido, enquanto que os flexíveis lhe conferem maior mobilidade.

Os *risers* podem ainda ser classificados como de injeção, perfuração, completação ou produção, de acordo com sua finalidade.

- Perfuração: é responsável pelo transporte do fluido de perfuração e por guiar a broca desde a embarcação até a cabeça do poço. Geralmente para este propósito é usado o *riser* rígido vertical, com diâmetro entre 0,5 m e 1,0 m.
- Completação: tem a função de iniciar ou garantir a produção de um poço, equipando-o para produzir óleo ou gás.
- Produção: são os responsáveis por conduzirem o fluido bruto do poço para a plataforma, na superfície.
- Injeção: tem como finalidade injetar gás ou água no interior do reservatório, visando melhorar o desempenho do mesmo, ou injetar gás diretamente no poço, de forma a diminuir a massa específica do óleo e facilitar a sua subida à plataforma. Eles estão submetidos a menores tensões mecânicas e incorrem em mínimo risco de impacto ambiental.

2.6.1 - Risers compósitos

Ainda poucos trabalhos têm sido publicados sobre *risers* compósitos. Além isso, dentre esses, raros são os que fornecem informações completas e detalhadas sobre o estudo. Não obstante, são descritos a seguir alguns trabalhos que relatam os materiais e configurações típicas utilizados na fabricação dos mesmos.

Uma análise numérica comparativa entre *risers* de metal, compósito e metal-compósito foi conduzida por BEYLE *et al.* (1997). O material compósito aplicado foi resina epóxi com fibra de carbono ou fibra de vidro tipo S, e os metais, aço e liga de alumínio. Os pesquisadores constataram que a introdução de camadas compósitas diminui o fator de segurança mantendo a capacidade de carregamento da estrutura.

MENICONI *et al.* (2000) desenvolveram um *riser* híbrido com fibras de carbono e vidro, consistindo de camadas externa e interna circunferenciais de fibra de vidro e, helicoidal a $\pm 20^{\circ}$ de fibra de carbono. A principal conclusão dos autores foi que há grande viabilidade na aplicação desse material.

JOHNSON *et al.* (2000) estudaram tubos compósitos híbridos com fibras de vidro e carbono em matriz de resina epóxi. No estudo, um total de 90 protótipos foi fabricado e testado, para determinar a tensão limite de resistência, vida em fadiga em regime estático e cíclico a longos e baixos ciclos e, por fim, caracterização de tolerância a danos. Eles concluíram que os *risers* compósitos apresentaram custo, peso e performance consistentes com a proposta de trabalho.

Segundo um levantamento feito por JOHNSON *et al.* (2001), *risers* rígidos feitos por materiais compósitos têm sido desenvolvidos há mais de vinte anos, mas apenas recentemente foi viabilizada sua comercialização devido ao surgimento de testes que possam qualificar e certificar tais materiais.

Em 2002, SALAMA *et al.* descreveram em seu trabalho a primeira demonstração de um *riser* compósito que foi conduzida em uma plataforma no Mar do Norte. Com isso, abriram caminho para o uso comercial de *risers* compósitos em águas profundas.

O surgimento de práticas recomendadas como a DNV-RP-F202 – Composite Risers (DNV, 2003) possibilita a implementação de materiais compósitos em aplicações offshore de forma normalizada e confiável, de modo que estes possam vir a ganhar mais espaço em um mercado em crescente expansão, permitindo de forma segura a exploração de petróleo em águas ultra-profundas.

ODRU *et al.* (2003) conduziram uma pesquisa comparativa entre *risers* de aço e de materiais compósitos. Os *risers* compósitos foram feitos com fibras de carbono e de vidro, sendo as fibras de carbono enroladas a $\pm 90^{\circ}$ e $\pm 10^{\circ}$ e as de vidro a $\pm 55^{\circ}$ ou $\pm 10^{\circ}$. Os autores observaram que o tubo compósito seria uma solução mais competitiva, devido aos baixos níveis de tensão induzida pelo próprio peso, alta flexibilidade e resistência à fadiga.

Outros tubos compósitos fabricados por enrolamento filamentar, não exclusivamente para aplicações como *risers*, têm sido largamente estudados. CARROLL *et al.* (1995) fabricaram tubos de matriz epoxídica e fibra de vidro enrolada a $\pm 55^{\circ}$ e avaliaram seu comportamento sob

carregamento em tração e descrevem que camadas com angulações a \pm 55° exibem melhores valores de resistência sob carregamento combinado de pressão interna e tensão uniaxial.

BAI *et al.* (1997) estudaram tubos compósitos com ângulo de enrolamento das fibras de $\pm 55^{\circ}$, contendo 0,56 de fração volumétrica de fibras de vidro, por meio de ensaios mecânicos sob carregamento de tensão pura, pressão interna e carregamento combinado, para determinar os mecanismos de falha. Foi concluído que todo o processo de falha pode ser descrito pelos três passos seguintes: iniciação do processo de dano por meio de micro-trincamento, delaminação entre as diferentes camadas e o desenvolvimento e coalescimento de vazios em diferentes camadas, resultando na falha final.

ROSSEAU *et al.* (1999) caracterizaram a influência do grau de ondulações produzidas pelas fibras dentro das camadas, sobre o desempenho mecânico, em oito estruturas cilíndricas sob vários carregamentos. Foram produzidos tubos de fibra de vidro pré-impregnada com resina epóxi em arranjos de $\pm 55^{\circ}$ e foram feitos testes de tração com carregamentos progressivos e repetidos a fim de caracterizar o comportamento de dano sob vários carregamentos, testes para determinar as propriedades elásticas, através de uma alta taxa de carregamento (10MPa/s) até 15MPa para o módulo axial e 30MPa para o módulo circunferencial, e testes de pressão interna, determinados através de incrementos na tensão circunferencial. Os resultados quanto à influência das ondulações nos tubos mostraram-se insignificantes em carregamentos no eixo, porém apresentaram comportamento bastante diferente para os valores de pressão interna, pois a presença de ondulações parece aumentar o crescimento do dano devido a diversos fatores.

MERTINY *et al.* (2004) estudaram o efeito da variação do ângulo de enrolamento da fibra sobre a resistência mecânica, com camadas com ângulos de enrolamento $\pm 30^{\circ}$, $\pm 45^{\circ}$ ou $\pm 60^{\circ}$, e verificaram que com a diminuição do ângulo de enrolamento a deformação axial foi reduzida. Concluíram também que há melhora na resistência dos tubos quando há mais de um ângulo de reforço.

KAYNAK *et al.* (2005) produziram tubos compósitos de matriz epoxídica e reforços de fibra de vidro e fibra de carbono para os ângulos de 0°, 25°, 45°, 65° e 90° com relação ao eixo do tubo e realizaram ensaios de tração de anéis. Eles concluíram que há um aumento de resistência de ruptura dos anéis conforme maiores são os ângulos de enrolamento das fibras.

SOBRINHO (2009) produziu tubos de fibra de vidro do tipo S2 e matriz epoxídica, com ângulo de enrolamento da camada helicoidal de $\pm 55^{\circ}$, e sequência de empilhamento 2c-4h-2c, ou seja, duas camadas circunferenciais internas, quatro camadas helicoidais intermediárias e 2 camadas circunferenciais externas. A autora conduziu uma análise da influência da adição de elastômero sobre a resistência dos tubos quando submetidos a carregamento circunferencial puro em ensaio hidrostático de pressão interna. SOBRINHO concluiu que o elastômero utilizado (CTBN) foi eficaz em aumentar a tenacidade do compósito, aumentando em 19% a pressão de explosão, atingindo 17,98 MPa.

3 - Materiais e Métodos

Neste capítulo é feita a descrição dos materiais utilizados no presente trabalho, bem como das metodologias adotadas na fabricação dos tubos e laminados e na realização dos testes.

3.1 - Materiais

Nesta seção são descritos os materiais utilizados na fabricação de laminados e tubos.

3.1.1 - Sistema polimérico

A resina utilizada foi uma epóxi DGEBA, de cura a quente, denominada MY750, de nome comercial Araldite[®] da Hunstman, com massa específica de 1,20 g/cm³, indicada para aplicações na fabricação de produtos de alto desempenho.

A fim de obter as propriedades desejadas, proporcionando o grau de cura necessário à resina epóxi MY750 é adicionado o endurecedor HY2918 e o acelerador DY 062. Ao conjunto resina epóxi, endurecedor e acelerador é dado o nome de sistema polimérico. A proporção aplicada de cada um deles segundo recomendação do fabricante é indicada na Tabela 3.1, devendo, primeiro, o acelerador ser acrescentado ao endurecedor e por fim à resina.

| Resina | 100% |
|-------------|------|
| Endurecedor | 85% |
| Acelerador | 2% |

Tabela 3.1 - Proporção dos componentes do sistema polimérico

O sistema polimérico é de cura a quente e segue um ciclo de cura indicado pelo fabricante de 2 horas a 80°C, seguido de 2 horas a 120°C. A Tabela 3.2, fornecida pelo fabricante, mostra as principais propriedades do sistema polimérico utilizado neste trabalho.

| Propriedade | Especificações | Norma | Valor | |
|------------------------------------|---------------------|-----------|-----------|--|
| Dureza Shore D | 4 mm | DIN 53505 | 76 | |
| Temperatura de Transição Vítrea | DSC | DIN 51005 | 123°C | |
| Tensão de Ruptura | 25°C | ISO 527 | 61 MPa | |
| Alongamento até ruptura | 25°C | ISO 527 | 2% | |
| Módulo de Elasticidade | 25°C | ISO 527 | 3,627 GPa | |
| Absorção de água | 10 dias a 23 °C | ISO 62 | 0,28 % | |
| Ausoição de agua | 30 minutos a 100 °C | ISO 62 | 0,05 % | |

Tabela 3.2 - Propriedades mecânicas do sistema polimérico

Fonte: Hunstman Ltda.

3.1.2 - Reforço

Foram utilizadas como reforço fibras de vidro do tipo E, da marca Owens Corning – 111A type 30[®] em Roving e fibra de carbono STS 24k HTA-7C F301 da Tejin[®] (Toho Tenax) de alta resistência, cujo precursor é a poliacrilonitrila (PAN). A Figura 3.1 mostra *rovings* de fibra de vidro e fibra de carbono.



Figura 3.1 - Rovings: a) fibra de vidro do tipo E, b) fibra de carbono.

As Tabelas Tabela 3.3 e 3.4 mostram algumas propriedades da fibra de vidro e da fibra de carbono, respectivamente.

| PROPRIEDADE | TEX (g/km) | Resistência | Módulo de | Resistência ao | Massa |
|-------------|---------------|-------------|--------------|----------------|------------|
| | | à tração | elasticidade | cisalhamento | específica |
| | | (MPa) | (GPa) | (MPa) | (g/cm^3) |
| VALOR | 1100 | 256 | 80 | 69,8 | 2,58 |

Tabela 3.3 - Propriedades da fibra de vidro tipo ${\bf E}$

Fonte: Owens Corning.

Tabela 3.4 - Propriedades da fibra de carbono

| PROPRIEDADE | TEX (g/km) | Resistência à tração (MPa) | Módulo de elasticidade (GPa) | Elongação (%) | Massa específica (g/cm ³) |
|-------------|---------------|----------------------------------|------------------------------------|------------------|---|
| VALOR | 1600 | 4070 | 240 | 1,7 | 1,75 |

Fonte: Tejin.

3.2 - Métodos

Nesta seção estão descritas as metodologias que foram utilizadas para confeccionar e caracterizar os compósitos estudados.

3.2.1 - Produção de laminados

Para avaliar as propriedades mecânicas do material compósito a ser estudado, foram confeccionados dois laminados compósitos reforçados com fibras unidirecionais, epóxi/fibra de vidro e epóxi/fibra de carbono, dos quais foram retirados corpos de prova para ensaio de tração, análise micrográfica e determinação de massa específica e fração volumétrica de fibras.

Neste trabalho, o laminado foi produzido com cinco lâminas e a fração volumétrica de fibras utilizada nos cálculos foi de 55%. Para obtenção de laminados compósitos com a fração volumétrica de fibras desejada, foram feitos cálculos da massa específica do compósito e da fração em peso de fibras.

Os laminados foram produzidos por meio da técnica de Laminação Manual. Inicialmente foram fabricadas lâminas de fibras por enrolamento filamentar. As fibras foram enroladas manualmente e circunferencialmente sobre um molde. Em seguida, as fibras enroladas neste molde foram cortadas e estiradas de modo a formar uma lâmina de fibras. O procedimento se repetiu até obtermos o número de lâminas necessárias para a fabricação do laminado. Posteriormente à obtenção das lâminas, os laminados compósitos com reforço de fibras longas foram processados. Sobre uma superfície plana e lisa, foi colocado um plástico transparente e sobre ele foi aplicado um desmoldante. A laminação foi iniciada pela aplicação de uma camada de resina em cima do plástico coberto de desmoldante. Em seguida colocou-se uma camada de fibras e outra de resina sucessivamente, de acordo com o número de camadas desejadas, sendo a última camada de resina. Utilizou-se uma espátula e um pequeno rolo de laminação a fim de impregnar e molhar uniformemente as fibras com a resina.

Para obtenção de laminados compósitos com a fração volumétrica de fibras desejada, foram feitos cálculos da massa específica do compósito e da fração em massa de fibras.

A massa específica do compósito (ρ_c) foi calculada pela regra das misturas direta:

$$\rho_c = \rho_f . v_f + \rho_r . v_r \qquad \text{eq. 3.1}$$

onde: ρ_f = massa específica da fibra em g/cm³,

 ρ_r = massa específica da resina em g/cm³,

 v_f = fração volumétrica de fibras,

 v_r = fração volumétrica de resina.

A fração em massa de fibras (w_f) foi calculada por meio da equação 3.2.

$$w_f = \frac{v_f \rho_f}{\rho_c} \qquad \text{eq. 3.2}$$

Finalmente, após o término da laminação, os laminados foram levados para uma estufa para serem curados, seguindo o ciclo de cura indicado pelo fabricante da resina. Na Figura 3.2 pode-se ver os laminados já curados, dos quais posteriormente foram retirados corpos de prova para ensaio de tração e caracterização microestrutural.





Figura 3.2 - Laminados: a) fibra de vidro, b) fibra de carbono.

3.2.2 - Produção de tubos

No Laboratório de Compósitos do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ, já havia disponíveis 6 tubos compósitos previamente fabricados com o mesmo material utilizado neste trabalho, fibra de vidro do tipo E e resina epoxídica. O que os diferiam era apenas o número de camadas, um total de 4 camadas com sequência de empilhamento 1c:2h:1c, ou seja, 1 camada circunferencial interna, duas camadas helicoidais intermediárias e uma camada circunferencial externa. O ângulo de enrolamento das camadas circunferenciais era de ±88° e os tubos possuiam ângulo de enrolamento da camada helicoidal diferentes, dois deles $\pm 30^{\circ}$, dois $\pm 45^{\circ}$ e mais dois $\pm 60^{\circ}$. O diâmetro de cada um deles era de 4 polegadas e comprimento aproximadamente 50 cm. Esses tubos foram utilizados para ensaio de pressão hidrostática interna.

Além desses 6 tubos compósitos já existentes, utilizando-se um mandril colapsável de aço, com 4" (101,6 mm) de diâmetro externo, foram confeccionados mais 12 tubos compósitos, todos eles com a mesma matriz polimérica, sendo 6 deles reforçados por fibra de vidro e os outros 6 híbridos, reforçados por fibras de vidro e de carbono. Cada um dos tubos ficou com comprimento de 110 cm e 8 camadas.

Os tubos compósitos foram produzidos em uma máquina de enrolamento filamentar de dois eixos da Tecservice para mandris rotatórios entre 30 e 500 mm de diâmetro e 3 m de comprimento, no Laboratório de Compósitos do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ.

A sequência de camadas utilizada em cada um dos tubos foi 2c:4h:2c, ou seja, 2 camadas circunferenciais internas, 4 camadas helicoidais intermediárias e 2 camadas circunferenciais externas. As camadas circunferenciais foram orientadas a $\pm 88^{\circ}$ (próximo a 90°) e as camadas helicoidais ora $\pm 30^{\circ}$, ora $\pm 45^{\circ}$ e ora $\pm 60^{\circ}$.

A Figura 3.3 é um esquema das configurações dos tubos fabricados.



Figura 3.3 - Configurações dos tubos compósitos fabricados.

De cada configuração mostrada na Figura 3.3, foram fabricados 2 tubos, um deles para ser submetido a ensaio de tração de anel e o outro para ser submetido a ensaio de pressão hidrostática interna. Portanto, foram fabricados 12 tubos, com 8 camadas cada, e já existiam no laboratório, 6 tubos, com 4 camadas cada, perfazendo um total de 18 tubos disponíveis para ensaios mecânicos.

Para cada ângulo de enrolamento das fibras é necessário calcular os parâmetros de enrolamento a fim de que as camadas apresentem as fibras paralelas entre si. Esses parâmetros, largura de faixa, passo da hélice e número de passos, podem ser calculados por meio das equações 2.2 a 2.4 descritas anteriormente. Quando o processo de enrolamento filamentar é semiautomático, como no caso deste trabalho, a própria máquina de enrolamento filamentar realiza o cálculo desses parâmetros, a partir da seleção do ângulo de enrolamento da fibra e demais variáveis.

As Figuras 3.4 e 3.5 apresentam a sequência de passos que foi adotada para fabricação dos tubos compósitos.



a)



b)



c)

Figura 3.4 - Sequência de passos na preparação dos tubos compósitos: a) mandril com desmoldante, b) mandril com teflon, c) mandril com tecido de poliéster.

Observando a Figura 3.4, vemos que, inicialmente, a superfície do mandril foi recoberta com um agente desmoldante (Figura 3.4a) e revestida por um plástico de teflon (Figura 3.4b), para facilitar a posterior retirada do tubo compósito após a cura da resina. O desmoldante utilizado foi terebentina, um produto separador QZ 13 BR da Hunstman. Sobre o teflon foi colocado um tecido de poliéster, conhecido como véu (Figura 3.4c), e o mesmo foi molhado manualmente com o sistema polimérico. Tais procedimentos foram realizados com intuito de proporcionar melhor acabamento interno ao tubo compósito.

Após essa preparação do mandril iniciou-se o processo de enrolamento filamentar propriamente dito, cuja sequência de enrolamento é observada na Figura 3.5.



a)



b)



c)



d)



e)

Figura 3.5 - Sequência de enrolamento de camadas: a) primeira camada circunferencial de fibras b) camada helicoidal de fibra de vidro 45°, c) camada helicoidal de fibra de carbono 60°, d) camada circunferencial externa no tubo de fibra de vidro, e) camada circunferencial externa no tubo híbrido.

A Figura 3.5b mostra a camada de fibra de vidro enrolada helicoidalmente, e a Figura 3.5c mostra a camada de fibra de carbono enrolada helicoidalmente. Ambas as camadas helicoidais tanto a de fibra de vidro quanto a de fibra de carbono são enroladas sobre camadas circunferenciais de fibra de vidro (Figura 3.5a). Ainda na mesma figura é possível observar as camadas de fibra de vidro circunferenciais sobre os tubos de fibra de vidro (Figura 3.5d) e tubo híbrido (Figura 3.5e).

Ao fim do processo de enrolamento, os tubos compósitos, ainda em torno do mandril, foram levados à uma estufa para a cura da matriz polimérica, seguindo o ciclo de cura descrito anteriormente.

Depois de retirado da estufa, o tubo compósito é extraído do mandril. A Figura 3.6 mostra um tubo de fibra de vidro (letra a) e um tubo híbrido (letra b) após cura e extração do mandril.



Figura 3.6 - Tubos compósitos fabricados: a) fibra de vidro, b) híbrido.

3.2.3 - Microscopia Óptica

A fim de caracterizar o material compósito estudado, de cada um dos laminados e tubos foram extraídas amostras para análise em microscópio óptico. As amostras extraídas possuíam dimensões 10 x 20 mm e cada uma delas foi embutida, lixada e polida antes de ser levada ao

microscópio. O embutimento foi feito com resina epóxi de cura a frio com razão entre resina e endurecedor de 100 para 10. A sequência de lixas utilizada foi 100 μ m, 220 μ m, 320 μ m, 400 μ m, 500 μ m, 600 μ m e 1200 μ m, e para o polimento final foi utilizada alumina 1 e 2. As Figuras 3.7 e 3.8 mostram as amostras dos laminados e tubos preparadas para análise microscópica, respectivamente.





0)

Figura 3.7 - Amostras para microscopia óptica retiradas dos laminados: a) fibra de vidro, b) fibra de carbono.



Figura 3.8 - Amostras para microscopia óptica retiradas dos tubos: a) tubos de fibra de vidro, b) tubos híbridos.

As amostras preparadas foram observadas em microscópio óptico da marca Olympus® no Laboratório de Microscopia do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ. Foi utilizado um aumento de quinhentas vezes para todas as amostras.

3.2.4 - Massa específica e fração volumétrica de fibras

Com o intuito de avaliar o material compósito estudado, foram extraídas de cada um dos laminados e tubos amostras para a determinação de massa específica e fração volumétrica de fibras.

A medida da massa específica foi realizada por picnometria, utilizando água destilada, cuja massa específica é conhecida $(0,99753 \text{ g/cm}^3)$, e 5 amostras de regiões aleatórias, de dimensões 20 x 5 mm, de cada um dos laminados e tubos compósitos, como se pode observar na Figura 3.9.





b)

Figura 3.9 - Amostras para determinação de massa específica: a) fibra de vidro, b) fibra de vidro e de carbono.

O picnômetro foi pesado cheio de água destilada, conforme pode ser visto na Figura 3.10.



Figura 3.10 - Picnômetro com água destilada.

As cinco amostras foram pesadas separadamente e depois pesadas dentro do picnômetro uma de cada vez. A determinação de massa específica das amostras foi feita tendo o conhecimento da massa específica da água e calculando o volume deslocado de água pela presença da amostra dentro do picnômetro com água. Por fim, foi calculada a média aritmética dos valores de massa específica das cinco amostras.

A fração volumétrica de fibras foi calculada por meio da queima de 3 amostras retangulares de 10 x 20 mm de cada um dos laminados e tubos, como pode ser visto na Figura 3.11.



Figura 3.11 - Amostras para determinação de fração volumétrica de fibras, antes da queima: a) fibras de vidro, b) fibras de vidro e de carbono.

As amostras foram pesadas e levadas a uma mufla à temperatura de 500°C por 2 h, no Laboratório de Tratamentos Térmicos do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ. Depois da queima da resina, os resíduos de fibras, como mostrados na Figura 3.12, foram pesados.



Figura 3.12 - Amostras para determinação de fração volumétrica de fibras, após queima: a) fibras de vidro, b) fibras de vidro e de carbono.

Então, conhecendo-se a massa específica das fibras (ρ_f) e do compósito (ρ_c) e as massas das amostras compósitas (m_c) e de fibras (m_f) , calculou-se a fração volumétrica de fibras (v_f) , por meio da equação 3.3:

$$v_f = \frac{m_f \rho_c}{\rho_f m_c} \qquad \text{eq. 3.3}$$

onde:

 m_f = massa de fibras em g,

 ρ_c = massa específica do compósito em g/cm³,

 m_c = massa do compósito em g,

 ρ_f = massa específica de fibras em g/cm³.

Os tubos híbridos, por possuírem fibras de vidro e de carbono, que têm massas específicas diferentes, 2,58 g/cm³ e 1,75 g/cm³, respectivamente, passaram por uma etapa adicional antes de terem sua fração volumétrica de fibras (v_f) determinada. Em função da diferença de coloração das fibras, as mesmas puderam ser separadas com o auxílio de uma pinça, suas massas foram aferidas e então, foi realizado o cálculo da fração volumétrica de fibras (v_f) .

3.2.5 - Envelhecimento higrotérmico

Para avaliar o comportamento dos materiais compósitos estudados, os mesmos foram submetidos a um meio de água salina e temperatura de 60°C com o objetivo de simular as possíveis situações a que esses materiais estariam expostos quando aplicados como *risers*. Para tanto, amostras retiradas dos laminados foram imersas em banho salino. A Figura 3.13 mostra o equipamento de banho-maria no qual as amostras foram submersas.



Figura 3.13 - Banho-maria utilizado para envelhecimento higrotérmico: a) Vista externa, b) Vista interna.

O banho foi preparado segundo composição estudada por MALLASEN e VALENTI, (1998), a partir de água destilada e sais, a fim de simular a composição da água salina.

As proporções de cada um dos sais constituintes do banho salino são apresentadas na Tabela 3.5.

| Sal | Fórmula Química | Quantidade (g/l) |
|----------------------|---------------------------------------|------------------|
| Cloreto de Sódio | NaCl | 27,6 |
| Sulfato de Magnésio | MgSO ₄ .7H ₂ O | 6,9 |
| Cloreto de Magnésio | MgCl ₂ .6H ₂ O | 5,4 |
| Cloreto de Cálcio | CaCl ₂ .2H ₂ O | 1,4 |
| Cloreto de Potássio | KCl | 0,6 |
| Bicarbonato de sódio | NaHCO ₃ | 0,2 |
| Brometo de Potássio | KBr | 0,027 |
| Cloreto de Estrôncio | SrCl ₂ .6H ₂ O | 0,020 |
| Sulfato de Manganês | MnSO ₄ .H ₂ O | 0,004 |
| Cloreto de Lítio | LiCl | 0,001 |
| Molibdato de Sódio | NaMoO ₄ .2H ₂ O | 0,001 |
| Tiossulfato de Sódio | $Na_2S_2O_3.5H_2O$ | 0,001 |

Tabela 3.5 - Composição da água salina utilizada

As amostras foram mantidas neste banho salino até que se alcançasse a condição de saturação de umidade conforme descrito anteriormente pela equação 2.10.

3.2.6 - Ensaio de tração de laminados

Com o objetivo de obter as propriedades de resistência à tração, deformação e módulo de elasticidade do material estudado foi realizado ensaio de tração em máquina EMIC, no Laboratório de Propriedades Mecânicas do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ.

Segundo a norma ASTM D3039M-95 o corpo de prova para ensaio de tração deve apresentar dimensões conforme as da Figura 3.14.



Figura 3.14 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração (SOBRINHO, 2009).

Os corpos de prova para ensaio de tração foram extraídos dos laminados com medidas de 250 x 15 mm e foram colados "tabs" nas extremidades dos mesmos, a fim de que a fratura não se desse sob a garra do dispositivo de tração da máquina. Os tabs, com 56 mm de comprimento, foram feitos a partir de recortes de tecidos de fibra de vidro e para sua colagem foi utilizada uma resina epoxídica de cura a frio. A resina epóxi utilizada foi a MC132, da Epoxyfiber®, e o endurecedor FD 128; a proporção entre resina e endurecedor, conforme recomendado pelo fabricante, é de 1 para 0,6. De cada um dos laminados foram retirados 12 corpos de prova para ensaio de tração, sendo a metade deles submetida a envelhecimento higrotérmico. Na Figura 3.15 é possível observar os corpos de prova preparados para ensaio de tração.



a)



b)

c)

d)

Figura 3.15 - Corpos de prova para ensaio de tração: a) fibra de vidro não envelhecido, b) fibra de vidro envelhecido, c) fibra de carbono não envelhecido, d) fibra de carbono envelhecido.

Foi utilizado um extensômetro com abertura de 50 mm para medir o deslocamento do corpo de prova, e os ensaios foram conduzidos com uma célula de carga de 5 kgf a uma velocidade de 2 mm/min. O ensaio de tração fornece a força (F_i) medida pela célula de carga e o deslocamento (l_i) dado pelo extensômetro conforme ocorre a movimentação do travessão da máquina e respectivo tracionamento do corpo de prova. Sabendo-se a área inicial dos corpos de prova (A_0) e a medida inicial da abertura do extensômetro (l_0), calcula-se então a tensão trativa a cada instante (σ_i) dos corpos de prova e a deformação (ε_i) a que os mesmos são submetidos, por meio das equações 3.4, 3.5 e 3.6.

$$\sigma_i = \frac{F_i}{A_0} \qquad \text{eq. 3.4}$$

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta l}{l_0} 100$$
 eq. 3.5

$$\Delta l = l_i - l_0 \qquad \text{eq. 3.6}$$

onde: Δl = elongação do corpo de prova com relação a seu comprimento inicial.

O módulo de elasticidade (E) pode ser calculado por meio da lei de Hooke, conforme equação 3.7 a seguir.

$$\sigma = \varepsilon E$$
 eq. 3.7

A equação 3.7 é válida apenas para o regime elástico.

3.2.7 - Ensaio de tração de anel

De cada um dos tubos compósitos fabricados, com distintas configurações, foram retirados 8 anéis, que foram faceados e nos quais foram feitos entalhes. As dimensões dos anéis conforme estabelece a norma ASTM D2290-00 são apresentadas na Figura 3.16.



Figura 3.16 - Anel para ensaio de tração (SOBRINHO, 2009).

O ensaio de tração dos anéis extraídos dos tubos foi realizado em uma máquina hidráulica Shimadzu UHF 1000 kN, no Laboratório de Estruturas do Programa de Engenharia Civil da COPPE/UFRJ. A velocidade de deslocamento do travessão da máquina foi de 5 mm/min.

3.2.8 - Ensaio de pressão hidrostática interna

Os ensaios de pressão hidrostática interna foram realizados no Laboratório de Compósitos do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ, utilizando equipamento desenvolvido pelo mesmo como mostra a Figura 3.17.







c)

Figura 3.17 - Equipamento para ensaio de pressão hidrostática interna: a) sistema de aquisição de dados, b) bomba hidráulica, c) câmara para testes.

A Figura 3.18 mostra uma imagem da cabeça de vedação utilizada no ensaio de pressão hidrostática interna.



Figura 3.18 - Cabeça de vedação.

O ensaio de pressão hidrostática interna pode suscitar dois tipos de carregamentos, circunferencial e axial. O intuito deste trabalho é que o ensaio hidrostático apresente apenas tensão circunferencial, pois é o tipo de tensão que ocorre no ensaio de tração de anel, e portanto facilitaria futuras comparações entre ambos os tipos de ensaios.

A tensão circunferencial (σ_c) é dada pela equação 3.8 a seguir:

$$\sigma_c = P\left(\frac{2r+t}{2t}\right) \approx \left(\frac{\Pr}{t}\right)$$
 eq. 3.8

onde: P = pressão interna,

r = raio interno,

t = espessura da parede do tubo.

Na equação 3.8 é assumido que a espessura da parede do tubo é muito menor do que o raio do mesmo ($t \ll r$), o que simplifica a equação.

3.2.8.1 - Tubos com 8 camadas de fibras

Um tubo de cada uma das 6 configurações distintas foi testado em relação à pressão interna. Tanto os tubos contendo apenas fibras de vidro quanto os tubos híbridos possuíam ângulos diferentes de enrolamento da camada helicoidal, de $\pm 30^{\circ}$, $\pm 45^{\circ}$ ou $\pm 60^{\circ}$. A Figura 3.19 mostra os tubos preparados para o ensaio de pressão hidrostática interna, já selados com as cabeças de vedação. Todos os tubos de 8 camadas foram testados com uma barra roscada em seu interior para impedir a transferência de carregamento da cabeça de vedação para o tubo e portanto propiciar carregamento circunferencial puro, ou seja, sem apresentar tensões axiais.


a)



b)

Figura 3.19 - Tubos preparados para ensaio de pressão hidrostática interna: a) tubos de fibra de vidro, b) tubos híbridos.

3.2.8.2 - Tubos com 4 camadas de fibras

Seis tubos compósitos de fibra de vidro, com apenas 4 camadas de enrolamento, mas mesma sequência de empilhamento que os tubos com 8 camadas (circunferencial interna/helicoidal/circunferencial externa) foram submetidos a ensaio de pressão hidrostática interna no Laboratório de Compósitos do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ. Os aparatos utilizados no ensaio foram os mesmos, com excessão da barra roscada, que devido ao curto comprimento desses tubos não foi possível utilizá-la.

Com o propósito de garantir a estanqueidade do tubo compósito durante o ensaio hidrostático de pressão interna até que o mesmo atingisse sua pressão de explosão um liner polimérico foi utilizado. Sem o uso do liner, o tubo compósito apresentaria vazamentos durante o ensaio hidrostático, o que impossibilitaria atingir a pressão de explosão. O polímero com o qual é fabricado o liner é o PVC, policloreto de vinila. Portanto, foram preparados para ensaio hidrostático de pressão interna tubos de fibra de vidro, de $\pm 30^{\circ}$, com e sem liner, $\pm 45^{\circ}$, com e sem liner, e $\pm 60^{\circ}$, com e sem liner, um total de 6 tubos com 4 camadas.

A Figura 3.20 mostra os tubos de 4 camadas e de fibra de vidro com ângulo de enrolamento da camada helicoisal de 30° preparados para ensaio hidrostático, com e sem liner polimérico, respectivamente.



a)



b)

Figura 3.20 - Tubos fibra de vidro 30º com 4 camadas: a) com liner, b) sem liner.

3.2.9 - Análise Fractográfica

Os corpos de prova dos laminados ensaiados em tração, assim como os anéis ensaiados em tração, tiveram suas superfícies de fratura analisadas com auxílio de microscópio estereoscópico e microscópico eletrônico de varredura. Essa análise foi efetuada com o objetivo de caracterizar como ocorreu o processo de fratura dos laminados e anéis para os diferentes arranjos das fibras nos dois compósitos estudados.

4 - Resultados e Discussão

Neste capítulo são apresentados os resultados deste trabalho, bem como uma discussão acerca dos mesmos.

4.1 - Laminados

Primeiramente são apresentados e discutidos os resultados referentes aos laminados.

4.1.1 - Microscopia Óptica

As imagens das amostras dos laminados analisadas em microscópio óptico são apresentadas na Figura 4.1.



a)

b)



Figura 4.1 - Análise microscópica dos laminados: a) fibra de vidro, corte tranversal b) fibra de vidro, corte longitudinal c) fibra de carbono, corte transversal d) fibra de carbono, corte longitudinal.

As imagens da Figura 4.1 mostram que as fibras de carbono possuem menor diâmetro do que as fibras de vidro. Observa-se também que as amostras apresentam heterogeneidades como regiões de resina sem fibra. Esta heterogeneidade, porém, é inerente ao processo de fabricação do material compósito por laminação manual, conforme já relatado por CAMUSSI (2007) e FARO (2008).

4.1.2 - Massa específica e fração volumétrica de fibras

A Tabela Tabela 4.1 apresenta os resultados das determinações de massa específica e fração volumétrica de fibras de ambos os laminados, tanto os fabricados com fibra de vidro quanto os fabricados com fibra de carbono.

| Fibra | Massa específica | Fração volumétrica | |
|---------|------------------|--------------------|--|
| | (g/cm^3) | de fibras (%) | |
| Vidro | $1,75 \pm 0,12$ | 46 ± 3 | |
| Carbono | $1,52 \pm 0,17$ | 51 ± 2 | |

Tabela 4.1 - Massa específica e fração volumétrica de fibras dos laminados

Os valores determinados por picnometria para massa específica dos laminados compósitos apresentam-se coerentes com os valores de massa específica dos materiais constituintes dos laminados compósitos – resina epóxi (1,20 g/cm³), fibra de vidro (2,58 g/cm³) e fibra de carbono (1,75 g/cm³).

A fração volumétrica nominal de fibras dos laminados foi estimada para 55% de fibras, tanto para o laminado de fibras de vidro quanto para o laminado de fibras de carbono. Aparentemente, o laminado de fibra de carbono apresentou valor mais próximo ao teórico do que o laminado de fibra de vidro. Porém, após analisar estatisticamente os valores de fração volumétrica de fibras para ambos os laminados, verificou-se que para 95% de confiança os valores não apresentaram diferença estatisticamente significativa (ver Anexo). Mesmo assim, vale ressaltar, que as fibras de carbono apresentam maior facilidade de manuseio em relação às fibras de vidro durante o processo de fabricação, o que possibilita que o laminado de fibra de carbono fique mais homogêneo e, portanto, sua fração volumétrica de fibras seja mais próxima da fração nominal estipulada. A fibra de vidro, por outro lado, devido à dificuldade de estiramento durante o processo de enrolamento da mesma, gera um laminado mais heterogêneo, possivelmente com maior número de vazios o que acarreta o decréscimo da fração volumétrica de fibras em relação ao valor estimado.

4.1.3 - Absorção de umidade

Tanto amostras do laminado de fibra de vidro quanto do laminado de fibra de carbono foram submetidas a envelhecimento higrotérmico segundo as condições descritas anteriormente. A equação 2.11 apresentada anteriormente, conforme descrito pela norma ASTM D5229, estabelece que o equilíbrio efetivo de umidade ocorre quando a diferença entre as pesagens é inferior a 0,01%. Portanto, o envelhecimento higrotérmico foi conduzido até que a diferença entre os valores de absorção de água fossem o mais próximos possíveis ao valor estabelecido pela norma sem que houvesse perda de massa. Com isso, o laminado de fibra de vidro apresentou diferença mínima entre as pesagens de 0,01% e o laminado de fibra de carbono 0,06%. As Figuras 4.2 e 4.3 mostram as curvas de absorção de água *versus* tempo para laminados de fibra de vidro e de fibra de carbono, respectivamente.



Figura 4.2 - Absorção de água versus tempo para laminado de fibra de vidro.



Figura 4.3 - Absorção de água versus tempo para laminado de fibra de carbono.

Nas Figuras 4.2 e 4.3, os pontos referem-se aos dados experimentais, e as linhas referemse às curvas teóricas de absorção, conforme a lei de Fick (equação 2.5), obtidas a partir dos pontos experimentais, por meio de um ajuste matemático com uma função sigmoidal. A absorção média de água para laminados de fibra de vidro e de fibra de carbono, após 2140 horas (89 dias) e 1846 horas (77 dias), respectivamente, é calculada pela equação 2.9 descrita anteriormente, e apresentada na Tabela 4.2.

| Laminado | Absorção de água (%) | |
|------------------|----------------------|--|
| Fibra de vidro | $2,38 \pm 0,49$ | |
| Fibra de carbono | $2,32 \pm 0,23$ | |

Tabela 4.2 - Absorção de água salina para laminados de fibra de vidro e de fibra de carbono

Analisando a porcentagem de absorção de umidade para ambos os laminados, percebe-se, tendo em vista a média de absorção, que aparentemente o laminado de fibra de vidro absorveu um pouco mais de umidade. Porém, levando em consideração os desvios padrão e fazendo uma análise estatística pelo método LSD de Fisher, contata-se que para 95% de confiança, os valores de absorção de umidade para ambos os laminados, não apresentam diferença estatisticamente significativa (ver Anexo). O fato de ambos os laminados, com diferentes tipos de fibra e mesma matriz epoxídica, não apresentarem diferença estatisticamente significativa de absorção de umidade, está coerente com o esperado, uma vez que em um compósito de matriz polimérica reforçado por fibras, a absorção de umidade afeta as propriedades dependentes da matriz, tais como rigidez e resistência transversal e ao cisalhamento, como já descrito por GIBSON (1994). O autor descreve ainda que quanto menor a fração volumétrica de fibras maior a susceptibilidade ao envelhecimento higrotérmico, corroborando o conceito de que a absorção de umidade depende intrinsicamente das propriedades da matriz, sendo o tipo de fibra de reforço menos relevante à absorção de umidade. Já CHAWLA (1998) relata que a fibra de carbono não é susceptível à umidade, ao contrário da fibra de vidro. Portanto, acredita-se que se o tempo de envelhecimento higrotérmico fosse aumentado, talvez a diferença de absorção de umidade entre laminados reforçados por fibra de vidro e reforçados por fibra de carbono, tornas-se-ia mais discrepante. Há de se ressaltar também que os laminados estudados neste trabalho, embora projetados para terem a mesma fração volumétrica de fibras (55%), possuíam frações

volumétricas de fibras diferentes, determinadas pelo método de queima como sendo de 46% e 51% de fibras, para os laminados de fibra de vidro e fibra de carbono, respectivamente. Portanto, pode ser que a pouca maior absorção de água encontrada para o laminado de fibra de vidro seja devido a menor fração volumétrica de fibras do mesmo.

4.1.4 - Coeficiente de difusão

A Tabela 4.3 mostra o coeficiente de difusão calculado pela equação 2.9, descrita anteriormente, para ambos os laminados, de fibra de vidro e de fibra de carbono.

| Laminado | Coeficiente de difusão (m ² /s) |
|------------------|---|
| Fibra de vidro | 1,60 x 10 ⁻¹¹ |
| Fibra de carbono | 1,28 x 10 ⁻¹¹ |

Tabela 4.3 - Coeficiente de difusão na água

FUJIYAMA (2004) trabalhou com resina epoxídica e tecido de fibra de vidro, com fração volumétrica de 44,5% de fibras, submetendo o compósito à água aquecida a 60°C. Ele encontrou, para o coeficiente de difusão, o valor de 2,33 x 10^{-10} m²/s; valor esse próximo ao encontrado neste trabalho, como era de se esperar para um material compósito com a mesma matriz e fração volumétrica de fibras semelhante, sabendo-se que no compósito polimérico reforçado por fibras quem controla a difusão é a matriz.

ALBUQUERQUE (2005), por sua vez estudou um compósito de matriz ester vinílica e obteve coeficiente de difusão 5,13 x 10^{-13} m²/s quando submetido a banho aquoso à temperatura de 60°C. Esse valor de coeficiente de difusão diverge do encontrado neste trabalho, o que mostra coerência uma vez que tratam-se de matrizes de polímeros distintos.

4.1.5 - Ensaio de tração

O ensaio de tração foi conduzido conforme descrito anteriormente, tanto para corpos de prova que haviam sido envelhecidos quanto para corpos de prova não envelhecidos. Quando se observou que a absorção de água já havia alcançado saturação, o envelhecimento foi interrompido e o ensaio de tração dos corpos de prova envelhecidos foi realizado no mesmo dia que o dos corpos de prova não envelhecidos. Portanto, os corpos de prova extraídos dos laminados de fibra de carbono foram ensaiados após 1846 horas (quase 77 dias) de envelhecimento e os laminados de fibra de vidro foram ensaiados após 2140 horas (quase 90 dias). A Figura 4.4 mostra as curvas de tensão de ruptura *versus* deformação para cada grupo de corpos de prova dos laminados compósitos.



Figura 4.4 - Curvas de tensão versus deformação para o primeiro ensaio de tração de laminados compósitos.

Os valores de tensão média, de deformação média, e de módulo de elasticidade médio para 5 corpos de prova de cada grupo são apresentados na Tabela 4.4.

| Laminados | Fibra | Tensão Média de Fratura (MPa) | Deformação Média (%) | Módulo de Elasticidade Médio (GPa) |
|--------------|---------|-------------------------------------|-------------------------|--|
| ão necido | Vidro | 421 ± 68 | 1,38 ± 0,47 | 33 ± 11 |
| Na envelh | Carbono | 802 ± 152 | $1,03 \pm 0,44$ | 84 ± 21 |
| Envelhecido | Vidro | 343 ± 38 | $1,18 \pm 0,20$ | 29 ± 3 |
| | Carbono | 683 ± 44 | $0,73 \pm 0,17$ | 97 ± 21 |

Tabela 4.4 - Valores médios para ensaio de tração dos laminados para primeiro grupo de corpos de prova

Durante o ensaio de tração dos laminados, verificou-se que alguns "tabs", que protegiam os corpos de prova, descolaram; e portanto, foram removidos de outros corpos de prova, para evitar que o descolamento dos mesmos interferisse nos resultados dos ensaios. Porém, sem os "tabs", algumas fraturas iniciaram na região onde anteriormente eles estavam localizados, provavelmente, devido a algum dano causado durante a retirada dos mesmos. Com isso, a dispersão dos resultados ficou muito grande, principalmente para os corpos de prova não envelhecidos. Então, embora tenham sido ensaiados 6 corpos de prova, foi calculada a média para apenas 5 corpos de prova, retirando o corpo de prova que apresentou comportamento mais distinto da média para cada grupo.

Não obstante, os resultados de um modo geral mostraram-se coerentes com o esperado; ou seja, os corpos de prova do laminado de fibra de carbono apresentaram tensão média de ruptura superior à tensão média de ruptura dos corpos de prova do laminado de fibra de vidro, uma vez que se sabe que a fibra de carbono monoliticamente apresenta resistência à tração na direção longitudinal (4070 MPa) superior à da fibra de vidro (256 MPa).

Os corpos de prova que foram submetidos ao envelhecimento higrotérmico aparentemente apresentaram redução na tensão média de ruptura em relação aos corpos de prova que não sofreram envelhecimento. Todavia, há de se considerar os altos valores de desvios padrão em relação às médias das tensões de fratura, fazendo com que os resultados obtidos não sejam suficientes para afirmar que há um decréscimo significativo da tensão de ruptura após o envelhecimento higrotérmico. Os resultados de tensão de ruptura média para cada grupo foram analisados estatisticamente pelo programa Statistica, com o teste LSD de Fisher com 95% de confiança. Após essa análise estatística, é possível então afirmar que não há diferença estatisticamente significativa entre os valores de tensão de ruptura de corpos de prova envelhecidos e não envelhecidos, o que ocorreu tanto para laminados de fibra de vidro quanto para laminados de fibra de carbono. As análises encontram-se no Anexo.

Foi analisada estatisticamente também, a influência do tipo de fibra sobre o limite de resistência à tração, e verificou-se que os corpos de prova dos laminados de fibra de carbono apresentaram diferença estatisticamente significativa com relação aos corpos de prova dos laminados de fibra de vidro, sendo, portanto, as fibras de carbono mais eficazes em promover maior tensão de ruptura aos laminados do que as fibras de vidro, tanto para laminados submetidos a envelhecimento, quanto para os não submetidos. Essa análise também se encontra no Anexo.

Devido à grande ocorrência de descolamento de "tabs" durante o ensaio de tração dos laminados, decidiu-se repetir os ensaios de tração, com um segundo grupo de corpos de prova. Esses novos corpos de prova foram retirados dos mesmos laminados que os anteriores e foi repetido o processo de colagem de "tabs" com uma nova resina, com o objetivo de diminuir a dispersão dos resultados e perda em resistência mecânica, devido ao descolamento e consequente inserção de danos. A resina utilizada anteriormente, mesmo estando dentro do prazo de validade, encontrava-se armazenada no laboratório já há algum tempo, e por isso foi adquirida uma nova resina, de mesmo tipo e fabricante, e repetido o processo de envelhecimento higrotérmico e ensaio de tração.

Então, novamente, metade dos corpos de prova de cada laminado foi submetida à envelhecimento higrotérmico em água salina, enquanto a outra metade, permaneceu em ar atmosférico. Uma vez que por meio da realização do primeiro envelhecimento higrotérmico foi verificado que os corpos de prova alcançaram estabilidade de absorção de água já a partir de aproximadamente 400 horas, para o laminado de fibra de carbono, esse novo envelhecimento foi conduzido apenas até 672 horas (28 dias) e 696 horas (29 dias) para os laminados de fibra de vidro e fibra de carbono, respectivamente. As condições de ensaio de tração foram as mesmas do

ensaio anterior e as curvas de tensão de ruptura versus deformação podem ser observadas na Figura 4.5.



Figura 4.5 - Curvas de tensão versus deformação para o segundo ensaio de tração de laminados compósitos.

Os valores médios obtidos para tensão de ruptura, deformação e módulo de elasticidade são apresentados na Tabela 4.5.

| Laminados | Fibra | Tensão Média de Fratura (MPa) | Deformação Média (%) | Módulo de Elasticidade Médio (GPa) |
|--------------|---------|-------------------------------------|-------------------------|--|
| ăo necido | Vidro | 487 ± 52 | $1,24 \pm 0,28$ | 41 ± 10 |
| Na envelh | Carbono | 1021 ± 210 | 0,91 ± 0,39 | 135 ± 78 |
| Envelhecido | Vidro | 465 ± 38 | $1,33 \pm 0,47$ | 39 ± 16 |
| | Carbono | 913 ± 141 | $1,02 \pm 0,23$ | 91 ± 12 |

Observa-se, analisando as curvas da Figura 4.5 e os valores apresentados na Tabela 4.5, que mesmo para esse reduzido período de envelhecimento higrotérmico, cerca de 30 dias, há uma queda da tensão de ruptura em relação aos corpos de prova não envelhecidos, tanto para corpos de prova dos laminados de fibra de vidro quanto para os de fibra de carbono. Contudo, fazendo uma análise estatística com o método de LSD de Fisher, verifica-se que, para 95% de confiança, como também constatado na análise do primeiro grupo de corpos de prova, não há diferença estatisticamente significativa entre os valores de tensão de ruptura entre corpos de prova envelhecidos e não envelhecidos, para ambos os laminados (ver o Anexo). Já fazendo a análise estatística para avaliar a influência do tipo de fibra verificou-se que os laminados de fibra de carbono são estatisticamente diferentes, e superiores em resistência mecânica com relação aos laminados de fibra de vidro, tanto para corpos de prova envelhecidos quanto não envelhecidos.

Comparando os resultados de tensão de fratura das Tabelas 4.4 e 4.5, percebe-se que mesmo para laminados não envelhecidos, houve um aumento da tensão de fratura para o segundo grupo de corpos de prova ensaiados, de ambos os laminados, muito provavelmente, devido ao uso da nova resina para colagem dos "tabs".

A Figura 4.6 mostra curvas de tensão *versus* deformação comparativas entre diferentes períodos de envelhecimento, para laminados de fibra de vidro e laminados de fibra de carbono.



Figura 4.6 - Curvas tensão versus deformação comparativas entre diferentes períodos de envelhecimento.

Percebe-se, observando as curvas da Figura 4.6, uma diminuição de resistência mecânica em tração quando se aumenta o tempo de envelhecimento higrotérmico para um mesmo laminado compósito, conforme esperado. Entretanto, esta diminuição em resistência mecânica com o aumento do tempo de envelhecimento não pode ser confirmada devido ao uso da resina para "tabs" com tempos de prateleira diferentes, ocasionando que até mesmo corpos de prova não envelhecidos apresentaram diferença em resistência mecânica.

4.1.6 - Análise da superfície de fratura

Dentre os corpos de prova fraturados, foi escolhido um corpo de prova de cada grupo, para que sua superfície de fratura pudesse ser analisada. A Figura 4.7 mostra os corpos de prova escolhidos e a Figura 4.8 mostra os mesmos corpos de prova com as regiões a serem observadas em microscópio eletrônico de varredura ampliadas.



a)



b)



c)



Figura 4.7 - Corpos de prova fraturados após ensaio de tração: a) fibra de vidro não envelhecido, b) fibra de vidro envelhecido, c) fibra de carbono não envelhecido, d) fibra de carbono envelhecido.

d)









c)



d)

Figura 4.8 - Imagem ampliada dos corpos de prova ensaiados em tração: a) fibra de vidro não envelhecido, b) fibra de vidro envelhecido, c) fibra de carbono não envelhecido, d) fibra de carbono envelhecido.

As Figuras 4.9 e 4.10 mostram as imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura para amostras retiradas dos corpos de prova fraturados, para o laminado de fibra de vidro e para o laminado de fibra de carbono, respectivamente.



a)

b)



c)

d)

Figura 4.9 - Imagens obtidas em MEV para amostra retirada de corpos de prova fraturados em ensaio de tração do laminado de fibra de vidro: a) não envelhecido, aumento de 2300 vezes, b) não envelhecido, aumento de 6000 vezes, c) envelhecido, aumento de 1500 vezes, d) envelhecido, aumento de 7000 vezes.

Na Figura 4.9, as regiões destacadas pelos retângulos pretos (letras a e c) são vistas com maior aumento nas letras b e d, respectivamente. É possível observar que com aumento de até 6 mil vezes para o corpo de prova não envelhecido, não foram identificadas trincas na matriz, e nas imagens do corpo de prova envelhecido, com aumento de 1500 vezes já é possível identificar

trincas na matriz. A presença de trincas na matriz de corpos de prova envelhecidos pode ser um indício do efeito deletério da absorção de água para esse material, uma vez que para o corpo de prova não submetido ao envelhecimento, não foi possível observar trincas para esses aumentos analisados.



a)

b)





d)

Figura 4.10 - Imagens obtidas em MEV para amostras retiradas de corpos de prova fraturados em ensaio de tração do laminado de fibra de carbono: a) não envelhecido, aumento de mil vezes, b) não envelhecido, aumento de 7 mil vezes, c) envelhecido, aumento de mil vezes, d) envelhecido, aumento de 7 mil vezes.

Para imagens com aumento de mil vezes obtidas dos corpos de prova de laminados de fibra de carbono, observa-se, comparando imagens de uma amostra não envelhecida (Figura 4.10a) e outra envelhecida (Figura 4.10c), que na imagem da amostra envelhecida há menos resina remanescente, o que pode ser um indicativo que o envelhecimento higrotérmico atuou no compósito diminuindo a adesão fibra/matriz. Com um aumento de 7 mil vezes observa-se novamente, maior presença de resina para a amostra não envelhecida (Figura 4.10b) do que para a amostra envelhecida (Figura 4.10c), pode evidenciar a ocorrência de *pull out*, tipo de falha comum para esse material, como descrito por MORIOKA e TOMITA (2000) e CAMUSSI (2007). ELLYN e MASER (2004) descrevem ainda que o *pull out* pode estar relacionado com a perda de coesão da interface fibra/matriz devido à absorção de água na interface ocasionada pelo envelhecimento higrotérmico.

Portanto, verifica-se que o envelhecimento higrotérmico causa alterações microestruturais no material compósito às quais atribui-se a diminuição de resistência mecânica nos laminados. Todavia, essa diferença em resistência mecânica não é evidente quando efetuada uma análise estatística. Pelo contrário, a análise estatística mostrou que para ambos os períodos de envelhecimento não há diferença estatisticamente significativa entre corpos de prova envelhecidos e não envelhecidos e sendo assim, seria interessante a repetição desse tipo de ensaio com um maior número de amostras para confirmar a potencialidade deste material em aplicações onde são requeridas resistência à água salina e à temperatura.

4.2 - Tubos

A partir deste subitem, são apresentados e discutidos os resultados referentes aos tubos compósitos.

4.2.1 - Microscopia Óptica

As Figuras 4.11 e 4.12 mostram imagens obtidas em microscópio óptico, com aumento de 500 vezes, para tubos de fibra de vidro e tubos híbridos, respectivamente, todas retiradas dos tubos destinados a serem submetidos a ensaio de tração de anel.



a)



c)





d)



Figura 4.11 - Imagens de microscópio óptico para tubos de fibra de vidro submetidos a ensaio de anel: a) 30° longitudinal, b) 30° transversal, c) 45° longitudinal, d) 45° transversal, e) 60° longitudinal, f) 60° transversal.













d)



Figura 4.12 - Imagens de microscópio óptico para tubos híbridos submetidos a ensaio de anel: a) 30° longitudinal, b) 30° transversal, c) 45° longitudinal, d) 45° transversal, e) 60° longitudinal, f) 60° transversal.

As Figuras 4.13 e 4.14 mostram imagens obtidas em microscópio óptico, com aumento de 500 vezes, para tubos de fibra de vidro e tubos híbridos, respectivamente, todas retiradas dos tubos destinados a serem submetidos a ensaio de pressão hidrostática interna.





a)

b)



c)

d)



Figura 4.13 - Imagens de microscópio óptico para tubos de fibra de vidro submetidos a ensaio de pressão hidrostática interna: a) 30° longitudinal, b) 30° transversal, c) 45° longitudinal, d) 45° transversal, e) 60° longitudinal, f) 60° transversal.



a)

b)



Figura 4.14 - Imagens de microscópio óptico para tubos híbridos submetidos a ensaio de pressão hidrostática interna: a) 30° longitudinal, b) 30° transversal, c) 45° longitudinal, d) 45° transversal, e) 60° longitudinal, f) 60° transversal.

Observando as Figuras 4.11 a 4.14, percebe-se pelas imagens das amostras que as mesmas retratam a heterogeneidade inerente aos materiais compósitos, regiões de vazios, regiões sem fibras ou regiões com maior aglomeração de fibras. As fibras mais claras e de menor diâmetro são de carbono, e as maiores e mais cinzas são de vidro. Todas as imagens apresentam-se coerentes com a bibliografia consultada, FARO (2008) e SOBRINHO (2009).

4.2.2 - Massa específica e fração volumétrica de fibras

Os valores obtidos de massa específica e fração volumétrica de fibras das amostras extraídas dos tubos ensaiados por tração de anel e por pressão interna são apresentados nas Tabelas 4.6 e 4.7, respectivamente.

| | | Massa | Fração |
|---------------------------|--------|-----------------|----------------|
| Tubo | Ângulo | específica | volumétrica de |
| | | (g/cm^3) | fibras (%) |
| Fibras de vidro | 30° | $1,50 \pm 0,10$ | 36,49 ± 0,32 |
| | 45° | $1,73 \pm 0,04$ | 41,45 ± 0,29 |
| | 60° | 1,66 ± 0,09 | 40,32 ± 1,09 |
| Fibras de vidro e carbono | 30° | 1,55 ± 0,06 | 36,82 ± 1,66 |
| | 45° | $1,56 \pm 0,05$ | 38,41 ± 0,78 |
| | 60° | $1,53 \pm 0,09$ | 38,80 ± 3,37 |

Tabela 4.6 - Massa específica e fração volumétrica de fibras dos tubos destinados a ensaio de tração de anel

| | | Massa | Fração |
|---------------------------|--------|-----------------|----------------|
| Tubo | Ângulo | específica | volumétrica de |
| | | (g/cm^3) | fibras (%) |
| Fibras de vidro | 30° | $1,58 \pm 0,08$ | 36,68 ± 0,61 |
| | 45° | $1,65 \pm 0,08$ | 41,00 ± 0,89 |
| | 60° | 1,71 ± 0,19 | 42,15 ± 0,31 |
| Fibras de vidro e carbono | 30° | 1,57 ± 0,04 | 39,85 ± 0,08 |
| | 45° | $1,60 \pm 0,04$ | 39,14 ± 0,67 |
| | 60° | $1,34 \pm 0,36$ | 33,17 ± 1,15 |

Tabela 4.7 - Massa específica e fração volumétrica de fibras dos tubos destinados a ensaio de pressão hidrostática interna

Analisando as Tabelas 4.6 e 4.7, percebe-se que as frações volumétricas de fibras são relativamente baixas em comparação com as frações volumétricas de fibras dos laminados, em torno de 33 a 42% de fibras. Isso resulta do fato de que durante o processo de enrolamento filamentar a máquina de enrolamento não permite o controle dessa variável. No entanto, os valores de fração volumétrica relativos baixos não irão interferir nas análises feitas neste trabalho, pois a comparação do comportamento mecânico do material é realizada apenas entre valores de frações volumétricas de fibras semelhantes.

4.2.3 - Ensaio de tração de anel

A seguir são apresentados os resultados referentes aos ensaios de anel.

Os valores médios de tensão de ruptura e deslocamento obtidos por meio do ensaio de tração de anel são apresentados na Tabela 4.8.

| Tipo de fibra | Ângulo | Tensão de ruptura média (MPa) | Deslocamento de ruptura médio (mm) |
|------------------|--------|----------------------------------|---------------------------------------|
| Vidro | 30° | 475 ± 39 | $4,96 \pm 1,01$ |
| | 45° | 408 ± 18 | $4,12 \pm 0,47$ |
| | 60° | 414 ± 31 | 5,18 ± 1,25 |
| Híbrido | 30° | 355 ± 17 | $4,95 \pm 0,40$ |
| | 45° | 431 ± 16 | $4,37 \pm 0,36$ |
| | 60° | 493 ± 30 | $4,75 \pm 0,84$ |

Tabela 4.8 - Tensões e deslocamentos de ruptura médios de anéis para diferentes ângulos de enrolamento das fibras

As Figuras 4.15 e 4.16 mostram as curvas de tensão versus deslocamento para anéis dos tubos de fibra de vidro e híbridos, respectivamente.



Figura 4.15 - Curvas tensão versus deslocamento para ensaio de tração de anel de tubos de fibra de vidro.



Figura 4.16 - Curvas tensão versus deslocamento para ensaio de tração de anel de tubos híbridos.

Analisando os valores médios de tensão de ruptura na Tabela 4.8 e o comportamento das curvas da Figura 4.15, percebe-se que o tubo com ângulo de enrolamento da camada helicoidal de 30º apresentou maior tensão de ruptura, seguido pelo tubo de 60° e por fim a menor tensão de

ruptura média foi apresentada pelo tubo de 45°. Esses valores foram analisados estatisticamente pelo método LSD de Fisher e, para 95% de confiança constatou-se que os valores de tensão de ruptura dos anéis com ângulo de 30° apresentaram diferença estatisticamente significativa em comparação aos anéis com ângulo de 45 e 60°. Esses por sua vez, não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si (ver Anexo). Era esperado que com o aumento do ângulo de enrolamento aumentasse a tensão de ruptura, pois conforme se aumenta o ângulo de enrolamento em relação ao eixo do tubo aumenta-se o reforço na direção de carregamento circunferencial. KAYANAK et al. (2005) observaram em seu trabalho esse aumento da resistência em proporção ao aumento do ângulo. Porém, como no presente trabalho há a presença de camadas circunferenciais, que são as que efetivamente suportam esse tipo de carregamento, o efeito de aumento de resistência com o aumento do ângulo de enrolamento da camada helicoidal pode ter sido encoberto, uma vez que no trabalho de KAYNAK et al. havia apenas a presença de camadas helicoidais. Há de se ressaltar também que as dimensões do anel não são as mais adequadas para uma verificação precisa da resistência circunferencial de tubos compósitos, pois em um tubo compósito produzido por enrolamento filamentar a maior parcela de contribuição à resistência mecânica é referente à utilização de fibras longas, e portanto, quando se retira anéis desses tubos, e ainda faz-se entalhes nos mesmos, há uma redução na área representativa do comportamento mecânico dos tubos. O corpo de prova ideal para que se suavizasse esse efeito seria um que tivesse uma maior área, mesmo após o entalhe; porém corpos de prova maiores requerem máquinas que suportem maior carga, o que também é uma limitação.

Todavia, analisando o comportamento de anéis de tubos híbridos, observando as curvas da Figura 4.16 e os valores de tensão de ruptura na Tabela 4.8, percebe-se que a despeito do que foi dito anteriormente, o anéis híbridos apresentam um aumento da tensão de ruptura conforme se aumenta o ângulo de enrolamento das fibras de carbono na camada helicoidal. Mesmo ainda considerando-se que a área resistente dos corpos de prova não é tão fidedigna para representar o comportamento de um tubo inteiro e tendo em vista o efeito da presença de camadas circunferenciais, é indiscutível que o aumento do ângulo de enrolamento das fibras de carbono propiciou aumento da eficácia do reforço circunferencialmente. De fato, analisando os valores de tensão de ruptura pelo método LSD de Fisher, confirma-se que para 95% de confiança os mesmos apresentam diferença estatisticamente significativa entre si (ver Anexo). Essa forte dependência entre o ângulo de enrolamento da fibra de carbono e a tensão de ruptura

possivelmente é devido à anisotropia dessa fibra. A fibra de carbono, em consequência de sua estrutura cristalográfica apresenta anisotropia em suas propriedades e, portanto, proporciona maior resistência ao compósito quando orientada longitudinalmente à direção do carregamento. Desse modo, a medida que a orientação das fibras torna-se transversal à direção de carregamento, existe uma redução drástica na sua contribuição em resistência. Analisando estatisticamente a influência do tipo de fibra sobre a tensão de ruptura, novamente pelo método LSD de Fisher para 95% de confiança, constata-se que para todos os ângulos estudados há diferença estatisticamente significativa entre os diferentes tipos de fibras. Percebe-se que para o ângulo de enrolamento de 30°, a fibra de vidro, que é isotrópica, apresenta maior tensão de ruptura do que a fibra de carbono, que é anisotrópica e cuja orientação à direção de carregamento é desfavorável, pois dentre os ângulos estudados é o que mais se aproxima da direção transversal. Para o ângulo de enrolamento de 60°, ângulo mais próximo à direção de carregamento dentre os estudados, a fibra de carbono apresenta maior tensão de ruptura do que a fibra de vidro, o que é bastante razoável, uma vez que monoliticamente a fibra de carbono possui resistência à tração na direção longitudinal bem superior à da fibra de vidro. Para o ângulo de enrolamento de 45°, a fibra de carbono ainda apresenta resistência superior à fibra de vidro, embora apenas cerca de 5% maior.

4.2.4 - Análise fractográfica de anéis ensaiados em tração

As Figuras 4.17 a 4.19 mostram imagens obtidas com máquina digital e microscópio estereocópico dos anéis fraturados, tanto de fibra de vidro quanto híbridos, para os ângulos de 30° , 45° e 60° , respectivamente. As imagens em microscópio estereoscópio foram obtidas com aumento de até 8 vezes.









c)



d)

Figura 4.17 - Anéis 30° fraturados após ensaio de tração: a) fibra de vidro, b) fibra de vidro com estereoscópio, c) híbrido, d) híbrido com estereoscópio.









c)



d)

Figura 4.18 - Anéis 45° fraturados após ensaio de tração: a) fibra de vidro, b) fibra de vidro com estereoscópio, c) híbrido, d) híbrido com estereoscópio.



a)





c)

d)

Figura 4.19 - Anéis 60° fraturados após ensaio de tração: a) fibra de vidro, b) fibra de vidro com estereoscópio, c) híbrido, d) híbrido com estereoscópio.

Analisando, por meio das Figuras 4.17 a 4.19, as fraturas dos corpos de prova de anéis, percebe-se características semelhantes do tipo de fratura dentre os diferentes ângulos de enrolamento das fibras helicoidais, especialmente observando as fibras de camadas circunferenciais. Constata-se delaminação entre as camadas helicoidais e circunferenciais dos anéis, possivelmente devido ao fato de distintas camadas possuírem diferentes orientações de fibra e portanto durante o tracionamento tenderem a responder mecanicamente ao longo do comprimento das fibras, que é a direção na qual são mais resistentes. Observa-se menos

descolamento entre fibra e matriz de camadas helicoidais do que das circunferenciais, especialmente para fibra de carbono.

A Figura 4.20 mostra imagens obtidas com auxílio de microscópio eletrônico de varredura por meio de elétrons secundários, para anel fraturado do tubo híbrido de 30°, mostrando a mesma região, porém com aumentos variando entre 300 e 4000 vezes.



a)

b)



c)

d)

Figura 4.20 - Imagens de superfície de fratura de anel híbrido de 30° obtidas por microscópio eletrônico de varredura: a) aumento de 300 vezes, b) aumento de 1000 vezes, c) aumento de 2000 vezes, d) aumento de 4000 vezes.

A Figura 4.20 apresenta imagens obtidas com diferentes aumentos para superfície de fratura do anel do tubo híbrido de 30°. A imagem que é apresentada em uma letra possui uma região destacada a qual é ampliada na imagem da letra seguinte. Percebe-se logo pela letra a) que a fratura teve comportamento dúctil, caracterizada por intensa deformação que precedeu a mesma, e evidenciada pela grande quantidade de resina entre as fibras. Na letra c) nota-se a presença de uma trinca na matriz, que aparece ampliada na imagem seguinte, e descolamento de fibras da matriz, ambas características desse tipo de fratura. A letra c) apresenta ainda uma fibra que foi fraturada durante o ensaio de tração do anel, a qual possui superfície de fratura rugosa e irregular, também característica de fratura dúctil.

A Figura 4.21 mostra imagens obtidas por microscópio eletrônico de varredura para tubos de 45° e 60°.



a)

b)


Figura 4.21 – Imagens de superfície de fratura de anéis obtidas por meio de microscópio eletrônico de varredura: a) vidro 45°, aumento de 400 vezes , b) vidro 60°, aumento de 300 vezes, c) híbrido 45°, aumento de 16 vezes, d) vidro 60°, aumento de 17 vezes.

Como pode ser visto nas Figuras 4.21a) e 4.21b), as superfícies de fratura de anéis de fibra de vidro também exibem considerável quantidade de resina entre as fibras, indicativo de fratura dúctil como já discutido anteriormente. As Figuras 4.21c) e 4.21d) mostram a delaminação entre camadas helicoidais e circunferenciais, tanto para anéis híbridos (Figura 4.21c) quanto para anéis de fibra de vidro (Figura 4.21d), e fibras agregadas dentro da mesma camada.

Portanto, verifica-se com auxílio de microscopia que os anéis ensaiados em tração exibiram comportamento dúctil, e que não há diferença marcante entre superfícies de fratura de anéis de fibra de vidro e híbridos.

4.2.4 - Ensaio de Pressão Hidrostática Interna

Neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios de pressão hidrostática interna, bem como discorre acerca dos testes prévios realizados a fim de consolidar o método de ensaio hidrostático empregado.

4.2.4.1 - Etapa de testes para avaliação da funcionalidade do aparato de ensaio hidrostático

Antes da realização dos ensaios dos tubos compósitos com as configurações descritas anteriormente, foram realizados testes, a fim de verificar a eficácia do equipamento de aquisição de dados, e das cabeças de vedação, averiguando também qualquer possível anomalia que pudesse ser corrigida antes da execução dos ensaios dos tubos previamente caracterizados. Para execução desses testes, foram utilizados dois pedaços de outros tubos, de mesmo diâmetro (4 polegadas), com comprimento de 30 cm, ambos de fibra de vidro.

O primeiro teste foi conduzido utilizando um tubo, com sequência de empilhamento 1c-2h-1c e ângulo de enrolamento da camada helicoidal de 55°, tubo 1. Esse tubo foi ensaiado com sucesso, mas tendo em vista sua reduzida espessura, inferior a dos tubos a serem testados, prosseguiu-se com novos testes, a fim de se verificar se o aparato utilizado no ensaio era adequado para espessura e configuração dos tubos que se desejava realmente ensaiar.

O tubo 2, com sequência de empilhamento 2c-4h-2c e ângulo de enrolamento de 45°, foi preparado da mesma maneira que o tubo 1, fazendo uso das mesmas cabeças e resina de vedação. No entanto, no decorrer do primeiro teste de pressão hidrostática desse tubo 2, uma das cabeças de vedação foi expelida do tubo, antes que o mesmo tivesse apresentado qualquer indício de que fosse fraturar, conforme podemos observar na Figura 4.22.



Figura 4.22 - Cabeça de vedação expelida durante ensaio hidrostático.

A pressão atingida pelo tubo mostrado na Figura 4.22 foi de apenas 400 psi. Verificou-se então que para um tubo mais espesso, o aparato não era adequado e, com isso, braçadeiras foram colocadas em torno do tubo, em uma tentativa de que as mesmas pressionassem as cabeças e as impedissem de serem expelidas com aplicação de pressão hidrostática. Porém, observa-se na Figura 4.23 que essas braçadeiras não foram suficientes para manter as cabeças de vedação presas ao tubo.



Figura 4.23 - Cabeças de vedação e braçadeiras expulsas durante ensaio hidrostático.

Em função destes resultados, foi então desenvolvido um novo aparato que fosse capaz de efetivamente impedir as cabeças de se movimentarem e garantisse a vedação do tubo. Neste novo aparato, as cabeças foram contidas por uma barra em cada extremidade, ligadas por hastes rígidas. A Figura 4.24 mostra o tubo 2 já preparado para teste com esse aparato.



Figura 4.24 - Tubo teste para ensaio de pressão hidrostática interna

Durante a realização desse teste, utilizando o tubo 2 com o aparato mostrado na Figura 4.24, conseguimos conduzir o ensaio até sua falha funcional, 1000 psi. Porém, mesmo com a utilização do aparato acima descrito, quando realizamos o ensaio de tubos com comprimento maior, aproximadamente 110 cm, houve vazamento nas cabeças de vedação e as mesmas foram expulsas conforme aplicada pressão. Portanto, houve a necessidade de substituição desse aparato por outro mais rígido e que suportasse maior pressão. Esse aparato realmente utilizado nos ensaios hidrostáticos foi descrito no capítulo referente a materiais e métodos.

Após diversos testes, chegou-se a um modelo de aparato para ensaio de pressão hidrostática interna que fosse compatível com as dimensões e pressões dos tubos a serem estudados.

Tão logo concluiu-se a etapa dos testes, iniciou-se então a execução dos ensaios de pressão hidrostática interna, propriamente ditos, utilizando os tubos compósitos caracterizados anteriormente.

4.2.7 - Ensaio de pressão hidrostática interna em tubos com 8 camadas

Os tubos compósitos, conforme já descritos anteriormente com suas respectivas configurações, foram ensaiados por meio de aplicação de pressão hidrostática interna e seus resultados são apresentados na Tabela 4.9.

| Tu | bos | Ensaio de pressão hidrostática interna | | | | |
|------------------|--------|---|-----------------------|--|--|--|
| Tipo de fibra | Ângulo | Pressão de falha (psi) | Tempo de falha (s) | | | |
| | 30° | 473 | 408 | | | |
| Vidro | 45° | 2350 | 933 | | | |
| | 60° | 2689 | 1605 | | | |
| | 30° | 2038 | 706 | | | |
| Híbrido | 45° | 533 | 352 | | | |
| | 60° | 2200 | - | | | |

Tabela 4.9 - Pressão de falha de tubos ensaiados por pressão hidrostática interna

Observando os valores de pressão de falha para os tubos de fibra de vidro 30° e híbrido 45°, apresentados na Tabela 4.9, percebe-se que há uma grande discrepância entre os valores dos mesmos e os demais tubos. Isso se deve ao fato de que esses tubos foram os primeiros a serem ensaiados e portanto, o método de ensaio ainda não havia sido aprimorado, houve introdução de danos na tentativa de colocação das cabeças de vedação e vazamento nas mesmas. A pressão máxima atingida não foi compatível com o tipo de tubo ensaiado. O tubo híbrido de 60°, por sua vez, foi ensaiado até atingir uma pressão de aproximadamente 2200 psi; porém, devido a problemas com o software de aquisição de dados, não foi possível registrar as informações do ensaio necessárias para construção da curva pressão *versus* tempo, embora o valor de pressão de falha atingido mostre-se coerente com o tubo ensaiado. Desconsiderando os valores de pressão dos tubos que sofreram danos durante a preparação do ensaio, pode-se observar que há uma tendência ao aumento da pressão de falha com o aumento do ângulo de enrolamento das fibras da

camada helicoidal, tanto para tubos de fibra de vidro quanto para híbridos. A Figura 4.25 mostra a curva pressão *versus* tempo para tubos de 8 camadas ensaiados por pressão hidrostática interna.



Figura 4.25 - Curvas pressão versus tempo para tubos com 8 camadas ensaiados por pressão hidrostática interna.

Analisando as curvas pressão versus tempo da Figura 4.25 verificamos que o tubo híbrido de 30° apresenta uma queda de pressão por volta de 410 segundos. Essa queda de pressão pode ser justificada devido a algum vazamento que foi suficiente para ocorrer queda de pressão mas não suficiente para indicar a falha funcional do tubo, possivelmente algum pequeno vazamento junto as cabeças de vedação. As curvas pressão *versus* tempo dos tubos de fibra de vidro alcançaram maior pressão de falha, mas não podem ser diretamente comparadas com as do tubo híbrido, uma vez que o ângulo de enrolamento da camada helicoidal é diferente para cada tubo e esse sim pode estar exercendo forte influência sobre a pressão de falha, uma vez que analisando a Tabela 4.9 observa-se que independente do tipo de fibra com o aumento do ângulo de enrolamento da camada helicoidal à pressão interna.

4.2.8 - Ensaio de pressão hidrostática interna em tubos com 4 camadas

Com o propósito de obter a pressão de explosão dos tubos a fim de possibilitar a comparação entre a pressão interna circunferencial suportada pelas fibras nos ensaios de anel e de pressão hidrostática, foi feita a introdução de um liner de PVC (Policloreto de Vinila) nos tubos de 4 camadas disponíveis no laboratório. A Figura 4.26 mostra as curvas de pressão versus tempo para tubos de fibra de vidro de 30° com e sem liner.



Figura 4.26 - Curvas pressão versus tempo para tubos 4 camadas 30° com e sem liner ensaiados por pressão hidrostática interna.

Na Figura 4.26, pode-se observar que a curva para o tubo de fibra de vidro de 30° mostra uma queda de pressão por volta de 600 segundos até aproximadamente 1020 segundos, e depois volta a subir até a explosão. Essa queda de pressão está associada com algum tipo de vazamento, possivelmente através das cabeças de vedação.

A Tabela 4.10 mostra os resultados de ensaio de pressão hidrostática interna dos tubos compósitos de fibra de vidro produzidos com 4 camadas de enrolamento de fibras (1c:2h:1c), com e sem liner. O carregamento o qual os mesmos foram submetidos foi circunferencial e axial, na proporção de 2 para 1.

| Tubos | | Ensaio de pressão hidrostática interna | | | | | |
|-------------|-------------------|---|-----------------------|--|--|--|--|
| Ângulo | Fibra de vidro | Pressão interna (psi) | Tempo de falha (s) | | | | |
| 30° | Com liner | 2869 | 1440 | | | | |
| 50 | Sem liner | 1277 | 893 | | | | |
| <i>4</i> 5° | Com liner | 863 | 711 | | | | |
| -13 | Sem liner | - | - | | | | |
| 60° | Com liner | - | - | | | | |
| 00 | Sem liner | 548 | 308 | | | | |

Tabela 4.10 - Pressão de falha para tubos de 4 camadas, com e sem liner

O tubo de 30° sem liner apresentou vazamento obrigando a interrupção do ensaio hidrostático. Contudo, o tubo de 30° com liner uma vez que não apresentou vazamento significativo teve seu ensaio conduzido até a explosão. O tubo com liner atingiu pressão quase 66% maior do que o tubo sem liner. Verificamos, portanto, que a introdução do liner possibilita que o ensaio prossiga até a pressão de explosão e não apenas até a falha funcional (falha da matriz).

Podemos ainda comparar o resultado de ensaio de pressão hidrostática interna com o ensaio de anel e, desse modo, tentar validar o ensaio de anel como método de avaliação que substitua o ensaio hidrostático, uma vez que o ensaio de anel é mais rápido, simples e barato do que o ensaio hidrostático.

Haviam sido ensaiados em tração anéis retirados de tubos de fibra de vidro com 4 camadas, com ângulo de enrolamento da camada helicoidal de 30° no Laboratótio de Estruturas do Programa de Engenharia Civil da COPPE/UFRJ. O valor médio de tensão de ruptura dos anéis de 30° foi de 461 MPa. Esse valor de tensão circunferencial, de acordo com a equação 3.8, corresponde a uma pressão interna de 3471 psi para carregamento circunferencial puro, que difere 17% do valor de pressão interna obtida por meio de ensaio hidrostático, que foi de 2869 psi. Essa diferença seria ainda menor se conseguíssemos garantir que o ensaio hidrostático provocasse somente tensões circunferenciais no tubo compósito. Portanto, ainda que o ensaio de anel apresente diferenças com relação ao ensaio hidrostático, é valido para estimar o comportamento de tubos submetidos à pressão interna, de uma forma mais simples, rápida e econômica do que o ensaio hidrostático.

4.2.8 - Análise fractográfica de tubos após ensaio hidrostático

Os tubos ensaiados por pressão hidrostática interna tiveram suas superfícies de fratura analisadas por meio de fotografias digitais, com o intuito de buscar entendimento do modo de fratura desses tubos. A Figura 4.27 mostra imagens dos tubos de 8 camadas fraturados.





vazamento

a)

b)



Figura 4.27 - Tubos de 8 camadas após ensaio de pressão hidrostática interna: a) vidro 45°, b) vidro 60°, c) híbrido 30°, d) híbrido 60°.

Observando a Figura 4.27b, tubo de fibra de vidro 60°, percebemos que houve vazamento na cabeça de vedação e isso impossibilitou que o ensaio perdurasse até que o tubo apresentasse vazamento em alguma região de sua área útil. Todavia, embora o tubo não tenha apresentado vazamento característico de falha funcional, a pressão atingida quando houve o vazamento da cabeça de vedação já se mostrava condizente com um valor de falha para esse tipo de tubo (2689 psi). Os demais tubos apresentam falha funcional com vazamento em suas áreas úteis.

A Figura 4.28 mostra imagens do tubo de fibra de vidro de 30, 45 e 60 graus, de 4 camadas, com e sem liner após ensaio de pressão hidrostática interna.





b)











Figura 4.28 - Tubos 4 camadas após ensaio hidrostático: a) vidro 30° com liner parte 1, b) vidro 30° com liner parte 2, c) vidro 30° sem liner, d) vidro 45° com liner parte 1, e) vidro 45° com liner parte 2, f) vidro 60° com liner g) vidro 60° sem liner.

Ao observarmos as Figuras 4.28a e 4.28b, verificamos que o tubo de vidro de 30° foi ensaiado até sua explosão; o liner de PVC colocado em seu interior foi eficiente em conter possíveis vazamentos e possibilitou a condução do ensaio de pressão hidrostática até a pressão de explosão como evidenciam as imagens. A Figura 4.28c mostra o tubo de fibra de vidro de 30° sem liner, que teve sua falha funcional devido a vazamentos. Pode-se observar que o vazamento se deu na região central do tubo. As Figuras 4.28d e 4.28e, por sua vez, mostram o tubo de fibra de vidro de 45° que foi ensaiado com liner mas que apresentou vazamento na cabeça de vedação, o que levou à interrupção do teste. Após a desmontagem desse tubo, verificou-se a presença de uma pronunciada trinca paralela ao eixo do tubo e próxima à extremidade do mesmo, e não foi possível identificar se a mesma surgiu durante o ensaio de pressão hidrostática ou se durante a desmontagem do mesmo. Percebe-se, analisando a Figura 4.28f que há uma trinca no liner de PVC paralela ao eixo do tubo, provavelmente produzida por cisalhamento durante o ensaio de pressão hidrostática. Essa trinca provocou o vazamento do tubo e impossibilitou alcançarmos a pressão de explosão do mesmo.

5 - Conclusões

As micrografias, tanto de laminados quanto de tubos, mostraram heterogeneidades inerentes ao processo de fabricação empregado e coerentes com a bibliografia consultada.

A massa específica dos compósitos, tanto tubos quanto laminados, apresentou-se coerente com as massas específicas de cada um dos constituintes, o que pode ser verificadocom base na regra das misturas direta.

Estatisticamente, não há diferença significativa entre as frações volumétricas de fibras de ambos os laminados, fibra de vidro (46%) e fibra de carbono (51%), e os mesmos apresentam-se ligeiramente inferiores em comparação ao valor teórico estimado por cálculos (55%).

Os laminados, tanto de fibra de vidro quanto de fibra de carbono, exibiram valores de limite de resistência à tração coerentes com a literatura atual sendo, como esperado, o laminado de fibra de carbono o que apresentou maior resistência à tração.

O envelhecimento higrotérmico afetou aparentemente o comportamento em tração dos corpos de prova, reduzindo ligeiramente a resistência à tração para ambos os laminados e ambos os períodos de envelhecimento. Porém, após análise estatística, constatou-se que a perda de resistência mecânica em corpos de prova envelhecidos de ambos os materiais não é estatisticamente significativa para 95% de confiança. Portanto, acredita-se que analisando uma maior quantidade de corpos de prova e reduzindo o desvio padrão, a análise estatística confirmará a influência do envelhecimento higrotérmico.

Quando analisadas as superfícies de fratura de corpos de prova de laminados em microscópio eletrônico de varredura, percebeu-se que em laminados envelhecidos havia a presença de trincas na matriz para laminados de fibra de vidro, e considerável perda de resina para laminados de fibra de carbono, indicativos esses do efeito deletério do envelhecimento higrotérmico sobre a microestrutura do material.

Analisando estatisticamente a absorção de umidade para ambos os laminados percebe-se que para o período estudado os mesmos não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si, absorvendo em média aproximadamente 2,3%. O

coeficiente de difusão apresentou a mesma ordem de grandeza para ambos os laminados e valores corentes com trabalhos prévios.

Os anéis de fibra de vidro não apresentaram aumento de tensão de ruptura com o aumento do ângulo de enrolamento, sendo o tubo com ângulo de 30° o que exibiu maior resistência à tração. Provavelmente, devido a presença de camadas circunferenciais no tubos, que são as camadas que efetivamente suportam esse tipo de carregamento.

Os anéis de tubos híbridos apresentaram aumento da tensão de ruptura com o aumento do ângulo de enrolamento da fibra.

Analisando as superfícies de fratura de anéis, percebeu-se comportamento dúctil para todas as amostras e não se identificou diferenças marcantes entre superfícies de fratura de anéis híbridos e anéis contendo somente fibra de vidro.

Os tubos compósitos com 8 camadas de enrolamento apresentaram aumento de resistência à pressão hidrostática interna com o aumento do ângulo de enrolamento das camadas helicoidais.

Foi realizada com sucesso a introdução de um liner de PVC em um tubo compósito de fibra de vidro com ângulo de enrolamento da camada helicoidal de 30°, o que possibilitou conduzir o ensaio de pressão hidrostática interna até sua pressão de explosão.

Quando comparados os valores de pressão interna, do tubo de 30° com liner ensaiado por pressão hidrostática interna e, da média dos valores dos ensaios de tração de anéis do tubo de 30°, obteve-se uma diferença de apenas 17%. Assim, se no ensaio hidrostático fosse possível eliminar a componente uniaxial gerada, restando apenas as circunferenciais, é de se supor que a diferença ficasse menor . Portanto, o ensaio de tração de anel é um método simples que pode nos fornecer uma boa estimativa do comportamento de tubos quando submetidos a ensaio de pressão hidrostática interna.

6 - Sugestões para trabalhos futuros

Realizar o estudo de envelhecimento higrotérmico de anéis ou tubos; uma vez que a absorção de água depende das superfícies disponíveis para tal.

Avaliação do efeito higrotérmico sobre a flexibilidade, determinando possíveis alterações sobre o raio de curvatura, a resistência e a deformação máximas dos tubos ao dobramento.

7 - Referências Bibliográficas

- ASTM D3039/D3039M, 1995, "Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials".
- ASTM D5229, 2004, "Standard Test Method for Moisture Absorption Properties and equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials"
- ASTM D2290, "Standard Test Method for Apparent Hoop Tensile Strength of Plastic or Reinforced Plastic Pipe by Split Disk Method1".
- DNV-RP-F202, 2003, Det Norske Veritas "Recommended Practice Composite Risers".
- RP-2RD, A., 1998, "Design of Risers for Floating Production Systems (FPSs) and Tension-Leg Platforms (TLPs)", American Petroleum Institute, Washington, USA.
- ALBUQUERQUE, R. J., 2005, *Desenvolvimento de Material Compósito para Reforço de Dutos de Aço*. Dissertação de M. Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- ÁVILA, G. G., 2005, Cálculo de Fadiga de Risers Rígidos Através da Mecânica da Fratura. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- BAI, J., SEELEUTHNER, P., BOMPARD, P., 1997, "Mechanical Behaviour of ± 55°
 Filament-Wound Glass-Fibre/Epoxy-Resin Tubes: I. Microstructural Analyses, Mechanical Behaviour and Damage Mechanisms of Composite Tubes Under Pure Tensile Loading, Pure Internal Pressure, and Combined Loading". In: *Composites Science and Technology*, vol. 57, pp. 141-153.
- BEYLE, A. I., GUSTAFSON, C. G., KULAKOV, V. L., TARNOPOL Y. M., 1997,
 "Composite Risers for Deep-Water Offshore Technology: Problem and Prospects. 1.
 Metal-Composite Riser". In: *Mechanics of Composite Materials*, vol. 33, n°5.
- BONNIAU, P., BUNSELL, A. R., 1984, "A Comparative Study of Water Absorption Theories Applied to Glass Epoxy Composites". In: *Environmental Effects on Composite Materials*, vol. 2, pp. 209-229.
- CALLISTER JR, W. D., 2002, *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 5 ed. Rio de Janeiro, LTC.
- CAMUSSI, A. B. S., 2007, Desenvolvimento de Material Compósito Visando a Fabricação de Risers Rígidos por Enrolamento Filamentar. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

- CANEVAROLO JR, S. V., 2002, Ciência dos Polímeros um Texto Básico para Tecnólogos e Engenheiros. 1 ed. São Paulo, Artliber ABpol.
- CARVALHO, A., 1992, Fiberglass x Corrosão Especificação, Instalação e Manutenção de Equipamentos de Fiberglass para Ambientes Agressivos. São Paulo, ASPLA.
- CARROLL, M., ELLYIN, F., KUJAWSKI, D., CHIU, A. S., 1995, "The Rate-Dependent Behaviour of ± 55° Filament-Wound Glass-Fibre/Epoxy Tubes Under Biaxial Loading". In: *Composites Science and Technology*, vol. 55, pp. 391-403.

CHAWLA, K. K., 1987, Composite Materials. 1 ed. Springer-Verlag New York.

- COSTA, C. H. O., ROITMAN, N., MAGLUTA, C., ELLWANGER, G. B.,
 "Caracterização das Propriedades Mecânicas das Camadas de um Riser Flexível". In:
 2° Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo & Gás/UFRJ, Rio de Janeiro.
- DANIEL, I. M., ISHAI, O., 2006, *Engineering Mechanics of Composite Materials*. 2 ed. Nova York, Oxford University Press.
- ELLYN, F., MASER, R., 2004, "Environmental effects on the mechanical properties of glass-fiber epoxy composite tubular specimens". In: *Composites Science and Technology*, vol 64, pp. 1863-1874.
- FARO, A. A. S., 2008, Desenvolvimento de Tubos Compósitos Produzidos por Enrolamento Filamentar para Possíveis Aplicações como Risers Rígidos. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- FUJIYAMA, R. T., 2004, Materiais Compósitos para Reparos de Dutos Terrestres. Tese de D. Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- HULL, D., CLYNE, T. W., 1996, *An Introduction to Composite Materials*. 2nd ed. *Cambridge solid state science series*, Cambridge University Press: New York, NY.
- JOHNSON, D.B., BALDWIN, D.D., LO, K.H., 2001, "Composite Production Riser Development and Qualification Test Results". In: Proceedings of the Workshop on Composite Materials for Offshore Operation, pp. 109-123, University of Houston. Texas, USA.
- JOHNSON, D.B., LO, K.H., WU, H.F., 2000, "Development of Rigid Composite Risers- a Status Report". In: *Sampe Journal*, vol. 36, nº 5, pp. 26-33.

- KAYNAK, C., ERDILLER, E. S., PARNAS, L., SENEL, F., 2005, "Use of Split-Disk Tests for the Process Parameters of Filament Wound Epoxy Composite Tubes". In: *Polymer Testing*, vol. 24, pp. 648-655.
- KUBOTA, H. Y., 2003, *Comportamento Dinâmico de um riser rígido de produção*. Dissertação de M.Sc., Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil.
- LAPIQUE, F., REDFORD, K., 2002, "Curing Effects on Viscosity and Mechanical Properties of a Commercial Epoxy Resin Adhesive". In: *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 22, pp. 337-346.
- LOPES, F. C., 2004, *O conflito entre a Exploração Offshore de Petróleo e a Atividade Pesqueira Artesanal.* Monografia de bacharelado, UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- MALLASEN, M., VALENTI C., 1998, "Efeito da Composição Iônica da Água do Mar Artificial no Desenvolvimento de Larvas de *Macrobrachium Rosenbergii* no estágio II". In: *Acta Scientiarum*: vol. 20, pp. 195-200.
- MALLICK, P. K., 2007, Fiber-Reinforced Composites, Materials, Manufacturing, and Design. 3 ed. Michigan, LLC.
- MANTELL, S. C., COHEN, D., 2000, *Filament Winding, Processing of Composites*. Warren Baker Hanser.
- MAY, C. A., 1988, *Epoxy Resins Chemistry and Technology*. 2 ed. Nova York, Marcel Dekker.
- MENICONI, L. C. M., REID, S. R., SODEN, P. D., 2001, "Preliminary Design of Composite Riser Stress Joints". In: *Composites*: part A, vol. 32, pp. 597-605.
- MERCIER, J., BUNSELL, A., CASTAING, P., RENARD, J., 2008, Characterisation and Modelling of Aging of Composites". In: *Composites*: part A, vol. 39, pp. 428-438.
- MERTINY, P., ELLYIN, F., HOTHAN, A., 2004, "An Experimental Investigation on the Effect of Multi-Angle Filament Winding on the Sthrengh of Tubular Composite Structures". In: *Composites Science and Technology*.
- MORIOKA, K., TOMITA, Y., 2000, "Effect of Lay-Up Sequences on Mechanical Properties and Fracture Behavior of CFRP Laminate Composites". In: *Materials Characterization*.
- NETO, F. L., PARDINI L. C., 2006, *Compósitos Estruturais Ciência e Tecnologia*. 1 ed. São Paulo, Edgard Blücher.

- OCHOA, O. O., 2006, "Composite Riser Experience and Design Guidance". Offshore Technology Research Center. Texas, USA.
- ODRU, P., POIRETTE, Y., STASSEN, Y, SAINT MARCOUX, J. F., ABERGEL, L., 2003, "Composite Riser Export Line Systems for Deep Offshore Applications". In: 22nd International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering. Cancum, México.
- PERREUX, D. e SURI, C., 1997, "A Study of the Coupling between the Phenomena of Water Absorption and Damage in Glass/Epoxy Composite Pipes". In: *Composites Science and Technology*, vol. 57, pp. 1403-1413.
- PILATO, L. A., MICHNO, M. J., 1994, Advanced Composite Materials. Springer-Velag, New York.
- SALAMA, M. M., STJERN, G., STORHAUG, T., SPENCER, B., ECHTERMEYER A., 2002, "The First Offshore Field Installation for a Composite Riser Joint". In: Offshore Technology Conference 14018.
- SHEN, F. C., 1995, "A filament-wound structure technology overview". In: *Materials, Chemistry and Physics*, vol. 42, pp. 96-100.
- SOUSA, S. R. M., PINA FILHO, A. C., DUTRA, M. S., 2007, "Estudo de Falhas em Risers Fabricados em Material Compósito". *4*° *PDPETRO*. Campinas.
- SOBRINHO, L. L., 2005, *Desenvolvimento de Matriz Polimérica para Material Compósito Visando o Reforço de Dutos de Aço*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- SOBRINHO, L. L., 2009, *Desenvolvimento de Tubos Compósitos para Possíveis Aplicações como Risers*. Teses de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- SOLDAN, L., 2008, Estudo Numérico e Experimental Visando o Desenvolvimento de Risers Compósitos por Enrolamento Filamentar. Monografia de bacharelado, UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- SILVA, R. A. F., 2008, Estudo Numérico e Experimental Visando o Desenvolvimento de Dutos Compósitos Submarinos pela Técnica de Enrolamento Filamentar. Dissertação de M.Sc., UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- SUN, C., QUINN, B., TAO, J., 1996, Comparative Evaluation of Failure Analysis

Methods for Composite Laminates, Tech. rep., U.S. Department of Transportation Federal Aviation Administration.

TECHNOMIC PUBLICATION, 1992, "Characterization and Behavior of Structural Composites", Primer on composite materials analysis, 2 ed, chapter 7, Pennsylvania, USA.

8 - Anexo

Neste tópico, são apresentadas as figuras referentes às análises estatísticas realizadas.

A Figura 8.1 mostra a análise estatística da fração volumétrica de fibras para laminados de fibra de vidro e laminados de fibra de carbono.



Figura 8.1 - Análise estatística da fração volumétrica de fibras para ambos os tipos de laminados.

As Figuras 8.2 e 8.3 apresentam as análises estatísticas referentes às avaliações das influências do envelhecimento e do tipo de fibra sobre o limite de resistência à tração, para o primeiro grupo de corpos de prova e para o segundo grupo de corpos de prova, respectivamente.

| 📆 STATISTICA - [análise primeiro tração - LSD test; variable Tensão (primeiro ensaio tração)] | | | | | | | | | | |
|---|-----------|---|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------|---------------------|--------------------|--|--|--|
| <u>File Edit V</u> iew | Insert Fo | <u>o</u> rmat <u>S</u> tatistics [| Data <u>M</u> inin | g <u>G</u> raphs | <u>T</u> ools <u>D</u> a | ata Work <u>b</u> o | ook <u>W</u> indow | | | |
| 0 🛩 🖬 🔁 🖨 | à 👗 | 🖻 🔒 ダ 🗠 d | ⇒ # <i>I</i> | Add to Work | book - Ad | dd to Report | - Add to MS | | | |
| Arial 		 10 • B I ⊻ ≡ ≡ ≡ 🖼 <u>A</u> • <u>A</u> • ⊡ • 💊 ±.8 +.93 ‡ | | | | | | | | | | |
| análise primeiro tra | | LSD test; variable Probabilities for F Error: Between M | e Tensão (Post Hoc T IS = 1162 | (primeiro ei Tests 7,, df = 16, | nsaio traçâ ,000 | io) | | | | |
| LSD test | | Envelheciment | Fibra | {1} | {2} | {3} | {4} | | | |
| | Cell No. | 0 | | 477,14 | 706,58 | 342,90 | 682,66 | | | |
| | 1 | não | vidro | | 0,003945 | 0,066607 | 0,008241 | | | |
| | 2 | não | carbono | 0,003945 | | 0,000067 | 0,730313 | | | |
| | 3 | sim | vidro | 0,066607 | 0,000067 | | 0,000136 | | | |
| | 4 | sim | carbono | 0,008241 | 0,730313 | 0,000136 | | | | |

Figura 8.2 - Análise estatística da influência do tipo de fibra e do envelhecimento sobre a resistência em tração para primeiro grupo de corpos de prova.

| ሕ STATISTICA - [segundo tração - LSD test; variable Tensão (segundo ensaio tração)] | | | | | | | | | | | |
|---|--|---|---------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------|---------------------|--------------------|--|--|--|--|
| File Edit View | Insert Fg | ormat <u>S</u> tatistics f | Data <u>M</u> inin | g <u>G</u> raphs | <u>T</u> ools <u>D</u> a | ata Work <u>b</u> r | ook <u>W</u> indow | | | | |
| 📗 🗅 😅 🔚 🔁 🚑 🔃 👗 🗈 🛍 🖋 🗠 🖙 👫 Add to Workbook 🔻 Add to Report 👻 Add to MS | | | | | | | | | | | |
| Arial | Arial ▼ 10 ▼ B Z U ≣ ≣ ⊠ A • 2 • 3 • 5 + 5 + 5 + 5 + 5 + 5 + 5 + 5 + 5 + 5 | | | | | | | | | | |
| Segundo tração | | LSD test; variable Probabilities for F Error: Between N | • Tensão (•ost Hoc T 1S = 2214 | segundo e lests 2,, df = 20 | nsaio traça ,000 | ão) | | | | | |
| LSD test | | Envelheciment | Fibra | {1} | {2} | {3} | {4} | | | | |
| | Cell No. | 0 | | 508,68 | 1074,1 | 453,65 | 959,93 | | | | |
| | 1 | não | vidro | | 0,000002 | 0,529098 | 0,000039 | | | | |
| | 2 | não | carbono | 0,000002 | | 0,000001 | 0,198953 | | | | |
| | 3 | sim | vidro | 0,529098 | 0,000001 | | 0,000009 | | | | |
| | 4 | sim | carbono | 0,000039 | 0,198953 | 0,000009 | | | | | |

Figura 8.3 - Análise estatística da influência do tipo de fibra e do envelhecimento sobre a resistência em tração para segundo grupo de corpos de prova.

A Figura 8.4 mostra a análise estatística da influência do tipo de fibra sobre a porcentagem de absorção de umidade para laminados compósitos.

| 🗛 STATISTICA - [Workbook2* - LSD test; variable Absorção (Spreadsheet3)] | | | | | | | | | | |
|--|-----------|------------------------------------|---|---|---------------------------|---------------|--|--|--|--|
| File Edit View | Insert Fo | <u>o</u> rmat <u>S</u> t | atistics Da | ta <u>M</u> ining | <u>G</u> raphs | <u>T</u> ools | | | | |
| 0 🛩 🖬 🔁 🚑 | 🗟 🐰 | 🖻 🛍 😒 | 9 ကလ | Add | to Work | book 🔻 | | | | |
| Arial | - | 10 🖵 🔤 | B <i>I</i> <u>U</u> | ≣≣∄ | | <u>A</u> - 🖄 | | | | |
| Workbook2 | | LSD test Probabili Error: Be | t; variable A ties for Pos tween MS | Absorção (\$ st Hoc Tes = ,15906, | Spreads ts df = 18, | heet3) 000 | | | | |
| LSD test | Cell No. | Fibra | {1} 2,3793 | {2} 2,3204 | | | | | | |
| | 1 | vidro | | 0,745971 | | | | | | |
| | 2 | carbono | 0,745971 | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |

Figura 8.4 - Análise estatística da influência do tipo de fibra sobre a absorção de umidade.

As Figuras 8.5 e 8.6 mostram as análises estatísticas feitas a fim de avaliar a influência do ângulo de enrolamento da fibra da camada helicoidal para os anéis de fibra de vidro e híbridos, respectivamente.

| 76 STATISTICA - [Work | tbook5* - l | .SD test; v | variable Ten: | são (compar | ração entre | ângulos pa | ra tubo de f | ibra de vidro)] |] |
|-----------------------|-------------|--------------------------------|---|---|------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|-----|
| Eile Edit View | Insert F | <u>o</u> rmat <u>S</u> | tatistics Da | ita <u>M</u> ining | <u>G</u> raphs <u>T</u> o | ools <u>D</u> ata | Work <u>b</u> ook | <u>W</u> indow <u>H</u> | lel |
| 0 🛩 🖬 🔁 😹 | à 👗 | 🖻 🛍 : | 💅 🗠 ମ | Add | to Workbo | ok 👻 Add t | to Report 🝷 | Add to MS W | or |
| Arial | • | 10 👻 | B <i>I</i> <u>U</u> | | 😭 🔺 | • 🖄 • 🗐 | • 🇞 📗 | •.0 .00 •.0 ≠.0 | 6 |
| Workbook5* | | LSD tes Probabi Error: B | st; variable 1 lities for Po letween MS | Tensão (co st Hoc Tes s = 944,97, | mparação ts df = 18,00 | entre ângu 0 | los para tul | bo de fibra de | e v |
| LSD test | Cell No. | Ângulo | (1) 474,62 | {2} 407,53 | {3} 414,42 | | | | |
| | 1 | 30 | 0 | 0,000698 | 0,001778 | | | | |
| | 2 | 45 | 0,000698 | | 0,679846 | | | | |
| | 3 | 60 | ° 0,001778 | 0,679846 | | | | | |

Figura 8.5 - Análise estatística da influência do ângulo de enrolamento para anéis de fibra de vidro.



Figura 8.6 - Análise estatística da influência do ângulo de enrolamento para anéis híbridos.

As Figuras 8.7, 8.8 e 8.9 mostram as análises estatísticas feitas a fim de avaliar a influência do tipo de fibra da camada helicoidal para os anéis com ângulos de enrolamento de 30° , 45° e 60° , respectivamente.

| 🚜 STATISTICA - [Workbook2* - LSD test; variable Tensão (Comparação entre fibras para ângulo de 30°)] | | | | | | | | | | | |
|--|------------------|--|---|-------------------------------------|--------------------------|------------------|--------------|-------------------|----------------|--------------|--|
| Eile Edit View | <u>I</u> nsert F | ormat <u>S</u> tai | tistics Data | a <u>M</u> ining | <u>G</u> raphs | <u>T</u> ools | <u>D</u> ata | Work <u>b</u> ook | <u>W</u> indow | <u>H</u> elj | |
| 0 🛩 🖬 🔁 🖨 | ð 🖪 🕹 | 🖻 🛍 ≶ | l in ci | Add | to Work | dook 🔻 | Add to | o Report 🝷 | Add to MS | Word | |
| Arial | • | 10 • B | IU | | | <u>A</u> - 🖄 | - a | • 🇞 📗 | •.0 .00 t | * | |
| Workbook2* | | LSD test; Probabiliti Error: Bet | variable Te ies for Pos ween MS : | ensão (Co t Hoc Tes = 931,78, | mparaç ts df = 12, | ão entro ,000 | e fibras | para ângu | lo de 30°) | | |
| LSD test | Cell No. | Fibra | {1} 474,62 | {2} 354,98 | | | | | | | |
| | 1 | | 0.00009 | 0,00000 | 9 | | | | | | |
| | - | | A 0,00000 | | | | | | | | |

Figura 8.7 - Análise estatística da influência do tipo de fibra sobre a resistência mecânica de anéis com ângulo de 30°.

| 🗛 STATISTICA - [comp | oaração er | ntre fibras para | a ângulo de | 45° - LSD te | est; variable | TENSÂC |) (comparaç | ,ão entre fi | ibras |
|----------------------------------|---------------------|--|---|---------------------------------------|------------------------|--------------|-------------------|--------------------|-------------|
| Eile Edit View | <u>I</u> nsert f | F <u>o</u> rmat <u>S</u> tatis | tics Data <u>N</u> | <u>1</u> ining <u>G</u> ra | phs <u>T</u> ools | <u>D</u> ata | Work <u>b</u> ook | Window | <u>H</u> el |
| C 🛩 🖬 🔁 🎒 | a <u>x</u> | 🖻 🛍 ダ | n ⊂ # | Add to | Workbook 🔻 | Add to | Report 🝷 | Add to MS | Wor |
| Arial | • | 10 - B | <i>I</i> <u>U</u> ≣ | | P <u>A</u> • 🆄 | - a - | · 🗞 🔢 | •.0 .00 ↓ | ¥ 🖻 |
| comparação entre ANOVA (comp | | LSD test; va Probabilities Error: Betw | ariable TEN s for Post H een MS = 2 | SÂO (com loc Tests 291,99, df = | paração en = 12,000 | ıtre fibra | is para âng | julo de 45º | °) |
| LSD test | Cell No. | FIBRA | {1} 407,53 | {2} 431,16 | | | | | |
| | 1 | VIDRO | | 0,023792 | | | | | |
| | 2 | CARBONO | 0,023792 | | | | | | |

Figura 8.8 - Análise estatística da influência do tipo de fibra sobre a resistência mecânica de anéis com ângulo de 45°.

| // STATISTICA - [comp | paração e | ntre fibras | para ângule | o de 60° - LS | D test; v | ariable | tensâc |) (compara | ção entre fi | bras |
|-----------------------|-----------|----------------------------------|--|---|----------------------------|---------------|--------------|-------------------|------------------------|-------------|
| Eile Edit View | Insert I | F <u>o</u> rmat <u>S</u> t | atistics D | ata <u>M</u> ining | <u>G</u> raphs | <u>T</u> ools | <u>D</u> ata | Work <u>b</u> ook | <u>W</u> indow | <u>H</u> el |
| 0 🖻 🖬 🔁 🖨 | a 🕹 | 🖻 🛍 S | 9 n n | Add | l to Work | book 🔻 | Add t | o Report 🝷 | Add to MS | Wor |
| Arial | • | 10 👻 | B <i>I</i> <u>U</u> | | | <u>A</u> - 🖄 | - a | • 🇞 📰 | •.0 .00 0.• •.0 •.0 | ¥ 🖄 |
| comparação entre | | LSD tes Probabil Error: Be | t; variable ities for Po etween MS | TENSÂO ((ost Hoc Tes S = 914,09, | compara its df = 12, | ção en | tre fibra | as para ânç | gulo de 60 | °) |
| LSD test | Cell No. | FIBRA | {1} 414,42 | {2} 493,56 | | | | | | |
| | 1 2 | VIDR HIBRID | 0 0 0,00030 | 0,00036 | 8 | | | | | |

Figura 8.9 - Análise estatística da influência do tipo de fibra sobre a resistência mecânica de anéis com ângulo de 60°.