

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE  
CURSO DE ENGENHARIA NAVAL

ROBSON TURECK ZARGISKI

ESTUDO DO COMPORTAMENTO DAS PROPRIEDADES TERMO-MECÂNICAS  
DA RESINA EPÓXI A PARTIR DO PROCESSO DE PÓS-CURA

Joinville

2018

ROBSON TURECK ZARGISKI

ESTUDO DO COMPORTAMENTO DAS PROPRIEDADES TERMO-MECÂNICAS  
DA RESINA EPÓXI A PARTIR DO PROCESSO DE PÓS-CURA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito para obtenção do título de bacharel no Curso de Graduação em Engenharia Naval do Centro Tecnológico de Joinville da Universidade Federal de Santa Catarina, Campus de Joinville.

Orientador: Dr. Eng. Gabriel Benedit Dutra

Joinville

2018

ROBSON TURECK ZARGISKI

EFEITO DO TEMPO E TEMPERATURA DE PÓS-CURA EM RESINA EPÓXI

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de bacharel em Engenharia Naval na Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico de Joinville.

**Banca Examinadora:**

---

Prof. Gabriel Benedet Dutra, Dr. Eng.  
Orientador  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. Claudimir Antonio Carminatti, Dr. Eng.  
Membro  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. Wagner Maurício Pachekoski, Dr. Eng.  
Membro  
Universidade Federal de Santa Catarina

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente gostaria de agradecer aos meus pais, por todo o carinho e suporte que me ofereceram em todos os momentos que vivi até então. Todo o seu apoio me proporcionou chegar até aqui.

Ao meu professor e orientador Gabriel Benedet Dutra, que sempre com muita paciência se mostrou disponível para auxiliar no desenvolvimento deste trabalho, o que foi de suma importância.

Aos professores Claudimir Antonio Carminatti, Thiago Fiorentin e Wagner Maurício Pachekoski por auxiliarem na realização de ensaios essenciais para a conclusão deste trabalho.

À Euro e Zanetti Análises Térmicas por se disponibilizar a realizar os ensaios térmicos.

Por fim, agradeço a todos os meus amigos que de alguma maneira estiveram ao meu lado durante estes anos e que foram essenciais para cumprir mais esta etapa.

## RESUMO

A expansão da indústria e a busca por materiais com melhores propriedades que os atuais, fez com que o uso dos compósitos viesse aumentando cada vez mais, assim como o uso de técnicas para otimizar suas propriedades. Neste trabalho foi realizado um estudo do ciclo de pós-cura em uma resina epóxi pura. A metodologia utilizada se baseia em pesquisas na literatura sobre a pós-cura em compósitos, posterior confecção das amostras e então a realização de análises térmicas e mecânicas nas amostras confeccionadas. Os corpos de prova foram obtidos por técnica de vazamento em um molde metálico e então submetidos a um tratamento de pós-cura, com ciclos de 75°C, 90°C e 110°C por 1 hora, e 110°C por 2 horas. Os resultados da análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC) mostraram que a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) não sofreu alteração significativa independente do processo de pós-cura. Através desta análise ainda constatou-se uma exotermia residual das amostras, o que é atribuído a uma cura incompleta da resina. Nos resultados de termogravimetria (TG) verificou-se que a resina sofre degradação em etapas, sendo que a maior perda de massa ocorre entre 330,9°C e 345,1°C, não obtendo melhora nesta propriedade através do processo de pós-cura. Os valores de dureza Shore D obtidos no ensaio ficaram na mesma faixa de valores para todos os grupos, exceto para um grupo, o que levanta a hipótese de heterogeneidade das amostras. Os processos de pós-cura também não tiveram efeito sobre o módulo de elasticidade das amostras.

**Palavras-chave:** Resina epóxi. Pós-cura. DSC. TG.

## ABSTRACT

The expansion of the industry and the search for materials with better properties than the current ones, increased the use of composites, as the use of techniques to optimize their properties. In this work, a post-cure cycle study was performed on a pure epoxy resin system. The methodology used is based on researches in the literature about the post-cure on composites, subsequent preparation of the samples and then the performance of thermal and mechanical analyses. The samples were obtained by casting into a metallic tool and submitted to a post-cure treatment, with cycles of 75°C, 90°C e 100°C for 1 hour and 110°C for 2 hours. The differential scanning calorimetry (DSC) results showed that the glass transition temperature (T<sub>g</sub>) did not suffer any significant alteration independent on the post-cure process. Through this analysis a residual exotherm of the samples were also observed, which is attributed to an incomplete cure of the resin. In the thermogravimetric (TG) results it was verified a stepwise degradation of the resin, with the greatest mass loss occurring between 330,9°C and 345,1°C, not presenting improve independent on the post-cure process. The results of Shore D hardness obtained in the test were in the same range of values for all groups, except for one group, which raises the hypothesis of heterogeneity of the samples. The post-cure processes also had no effect on the elastic modulus of the samples.

**Keywords:** Epoxy resin. Post-cure. DSC. TG.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Reação entre os grupos epóxi iniciadas pelo agente catalítico.....	14
Figura 2 - Reação entre os grupos epóxi com o agente co-reativo.....	14
Figura 3 - Diagrama de transformação isotérmica de tempo e temperatura. ....	15
Figura 4 - Fluxograma das etapas de confecção das amostras. ....	19
Figura 5 - Vazamento da mistura no molde.....	20
Figura 6 - Aplicação do vácuo no molde. ....	21
Figura 7 - Molde posicionado dentro da estufa. ....	22
Figura 8 - Isoterma de aquecimento dos grupos de amostras pós-curados.....	23
Figura 9 - Durômetro Shore D. ....	24
Figura 10 - Esquema do ensaio de vibração. ....	26
Figura 11 - Ensaio de vibração.....	27
Figura 12 - DSC referente ao ciclo de aquecimento 1 das amostras. ....	29
Figura 13 - DSC referente ao ciclo de aquecimento 2 das amostras. ....	30
Figura 14 - Amostras após ciclo de pós-cura de 200°C por 1 hora. ....	31
Figura 16 - TGA das amostras. ....	33
Figura 17 - Temperatura de degradação e percentual de massa residual das amostras.....	34
Figura 19 - Dureza Shore D das amostras. ....	35
Figura 20 - Módulo de elasticidade dinâmica das amostras.....	36

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Identificação dos grupos de amostras.....	23
Tabela 2 - Valores de Tg obtidos através das curvas DSC.....	30
Tabela 3 - Exotermia residual de cada grupo no aquecimento 1. ....	32
Tabela 4 - Resultado dureza Shore D.....	42
Tabela 5 - Ensaio de vibração.....	43

## LISTA DE SÍMBOLOS

b - Largura das amostras

DETA - Dietileno triamina alifática

DGEBA - Diglicidil éter bisfenol – A

DGEBF - Diglicidil éter bisfenol – F

DSC - Calorimetria exploratória diferencial

E - Módulo de elasticidade

f - Frequência de ressonância em flexão

gelTg - Temperatura onde a geleificação e vitrificação ocorrem simultaneamente

L - Comprimento das amostras

m - Massa das amostras

N-AEP - N-aminoetilpiperazina (N-AEP)

P75 - Grupo de amostras que sofreram ciclo pós-cura de 75°C por 1 hora

P90 - Grupo de amostras que sofreram ciclo pós-cura de 90°C por 1 hora

P110 - Grupo de amostras que sofreram ciclo pós-cura de 110°C por 1 hora

P110-2 - Grupo de amostras que sofreram ciclo pós-cura de 110°C por 2 horas

SPC - Grupo de amostras que não sofreram pós-cura

T1 - Fator de correção relacionado com coeficiente de Poisson

TEPA - Tetraetileno pentamina

TETA - Amina alifática trietileno tetramina

Tg - Temperatura de transição vítrea

Tg<sup>∞</sup> - Temperatura de transição vítrea da resina completamente curada

Tg0 - Temperatura onde não ocorre nenhum tipo de reação

TG - Termogravimetria

tk - Espessura das amostras

TTT - Diagrama de transformação isotérmica de tempo e temperatura

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>9</b>
1.1. OBJETIVOS .....	10
1.1.1. <b>Objetivo Geral</b> .....	<b>10</b>
1.1.2. <b>Objetivos Específicos</b> .....	<b>10</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>12</b>
2.1. RESINAS.....	12
2.1.1. <b>Resina Epóxi</b> .....	<b>12</b>
2.2. PROCESSO DE CURA .....	13
<b>3. MATERIAS E MÉTODOS</b> .....	<b>18</b>
3.1. OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS .....	18
3.2. ENSAIO DE DUREZA SHORE.....	23
3.3. ENSAIO DE VIBRAÇÃO .....	25
3.4. ANÁLISE TÉRMICA .....	28
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>29</b>
4.1. ANÁLISES TÉRMICAS .....	29
4.2. ANÁLISES MECÂNICAS.....	35
<b>5. CONCLUSÃO</b> .....	<b>38</b>
<b>APÊNDICE A - ENSAIO DE DUREZA SHORE D</b> .....	<b>42</b>
<b>APÊNDICE B - ENSAIO DE VIBRAÇÃO</b> .....	<b>43</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Com a expansão da indústria e a busca por materiais com propriedades melhores que os atuais, o uso dos materiais compósitos vem sendo cada vez mais empregado em todas as áreas, não sendo diferente para a indústria naval (SANTOS et al, 2004).

Os materiais compósitos são constituídos de dois ou mais materiais distintos, que resultam em propriedades melhores do que quando usados separadamente. Em geral, os compósitos utilizados na indústria naval são formados por uma matriz de resina polimérica e reforçados por fibras que, unidos, apresentam propriedades especiais que garantem boa aplicabilidade, como leveza, flexibilidade, durabilidade e resistência. E graças a essas, tem se expandido em um mercado onde são exigidos produtos com grande rendimento e desempenho (VENTURA, 2009). Além disso, vem se buscando o melhoramento dessas propriedades através do estudo dos materiais constituintes e/ou processos de fabricação dos compósitos, visto que esses parâmetros podem induzir grandes variações nas mesmas (SANTOS et al, 2004).

Na indústria naval as matrizes mais utilizadas são as resinas epóxi, poliéster e ester-vinílica (KUMAR et al, 2007). A resina epóxi tem sido foco de vários estudos nos últimos anos (LEAL et al, 2010), pois dentre as resinas é a mais nobre, apresentando combinação atrativa nas propriedades, como baixa absorção de umidade, alta dureza, alta resistência química e alta estabilidade térmica.

A resina epóxi é utilizada quando se deseja uma matriz com altas propriedades. Mesmo quando curadas à temperatura ambiente, são sistemas que apresentam boas características, mas sem o tratamento de pós-cura as propriedades mecânicas podem se apresentar com um déficit de até 20% (MÜHLE, 2017). A pós-cura garante um aumento no número de ligações cruzadas e modificação na rede macromolecular, garantindo assim melhores propriedades finais.

As matrizes poliméricas são viscoelásticas e altamente influenciadas pela temperatura, que é um dos principais parâmetros da pós-cura. Outro parâmetro principal é o tempo. É preciso ter cuidado com a aplicação de calor no processo de pós-cura, pois variações bruscas de temperatura podem causar a degradação do material (MÜHLE, 2017).

Sabendo-se que o desempenho de um sistema de resina epóxi depende diretamente do processo de cura e pós-cura (LEAL et al, 2010), esse trabalho visa compreender o efeito que o tempo e a temperatura utilizada nesse processo têm sobre as propriedades térmicas e mecânicas finais.

Para investigar as propriedades mecânicas da resina epóxi, serão moldados vários corpos de prova, vazando resina em um molde e submetendo-os ao tratamento de pós-cura em diferentes temperaturas e faixa de tempo. Na sequência, os corpos de prova serão investigados através de análises térmicas e mecânicas. A pesquisa será realizada no Laboratório de Química do Centro Tecnológico de Joinville, da Universidade Federal de Santa Catarina.

## 1.1. OBJETIVOS

### 1.1.1. Objetivo Geral

Compreender o comportamento das propriedades termo-mecânicas da resina epóxi a partir de diferentes processos de tratamento de pós-cura.

### 1.1.2. Objetivos Específicos

- Obter corpos de prova de resina epóxi em molde metálico, através da técnica de vazamento;
- Realizar diferentes processos de pós-cura, variando tempo e temperatura;
- Caracterizar as amostras em termos de propriedades mecânicas, que serão realizadas por meio de ensaio de dureza e vibração, e de propriedades térmicas, por meio de ensaio de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e termogravimetria (TG);

- Comparar os valores com a literatura e definir as vantagens e desvantagens da utilização da pós-cura durante o processamento.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. RESINAS**

Matrizes de resina termofixa tem como característica não poderem ser moldadas novamente após submetidas ao primeiro ciclo de endurecimento. Elas apresentam propriedades isotrópicas e quando curadas não se consegue mais fundi-las. Estas matrizes possuem o papel de transferir as solicitações mecânicas aos reforços e também protegê-los contra ataques químicos e do ambiente externo.

Os compósitos mais importantes na indústria naval são aqueles formados por uma matriz de resina polimérica termofixa, sendo poliéster, epóxi e éster-vinílica as resinas mais comumente utilizadas (GREENE, 1999), cada uma possuindo características específicas e sendo muitas vezes o que determina a temperatura máxima de serviço do compósito, visto que elas degradam em temperaturas muito mais baixas que as fibras (CALLISTER, 2007).

#### **2.1.1. Resina Epóxi**

As resinas epóxi são as que apresentam as melhores propriedades mecânicas de todas as resinas utilizadas na indústria naval (GREENE, 1999). Esta resina é conhecida por apresentar alta dureza, alta estabilidade térmica, alta resistência a agentes químicos, baixa retração devido à ausência de materiais voláteis e boa adesividade.

As resinas epóxi têm como característica possuírem grupos epóxi em suas moléculas. As resinas mais utilizadas são resultado da reação entre bisfenol A e epicloridina (KERSTING, 2014), reação que tem como resultado a resina diglicil éter bisfenol A (DGEBA), sendo que estas resinas são bifuncionais, pois possuem dois grupos epóxi por molécula. As características deste tipo de resina são controladas pela quantidade de bisfenol A, pelas ligações químicas feitas pelo éter e pelos grupos hidroxila e epóxi presentes (KERSTING, 2014).

Outro tipo de resina epóxi é a resina à base de bisfenol F (DGEBF), onde a troca do bisfenol A garante a resina maior número de ligações cruzadas (KLAUSS, 2006). A temperatura ambiente ela possui alta viscosidade, e quando curada apresenta melhor desempenho mecânico, químico e térmico.

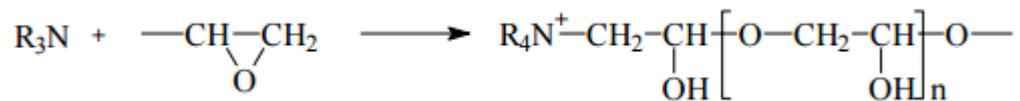
Na prática, para a obtenção de um sistema termofixo, são adicionados agentes. Um desses agentes é o endurecedor (agente de cura), que tem o papel de abrir o anel epóxi, formando grupos de hidroxila para posteriormente ocorrer as ligações cruzadas, obtendo então a resina em sua forma termofixa. Ainda há a possibilidade de adição de outros agentes, para facilitar o processamento e modificar as propriedades da resina, como cargas, solventes, diluentes, plastificantes e aceleradores (RODRIGUES, 1992).

## 2.2. PROCESSO DE CURA

Através do processo de cura, onde acontece as ligações cruzadas da resina epóxi, numa rede tridimensional insolúvel e infusível, pode-se obter alta resistência térmica e mecânica. Durante a cura ocorre a formação de uma estrutura reticulada pela unificação dos constituintes monoméricos numa grande molécula que se estende até as fronteiras do material. Como já dito anteriormente, pode-se adicionar à resina o agente de cura (endurecedor), sendo que o agente escolhido depende do método de cura escolhido, das condições e das propriedades químicas, físicas e térmicas desejadas, visto que ele determina os tipos de ligações cruzadas e o grau de cura que irá ocorrer (KERSTING, 2014).. Catalisadores podem também ser adicionados à resina, em pequenas quantidades, no intuito de diminuir a energia de ativação do processo de cura.

Os agentes de cura podem ser catalíticos ou co-reativos, podendo reagir com os grupos epóxi e os grupos hidroxila pendentes na cadeia molecular da resina (RODRIGUES, 1992). Os agentes catalíticos funcionam como iniciadores da homopolimerização da resina epóxi, como mostrado na Figura 1:

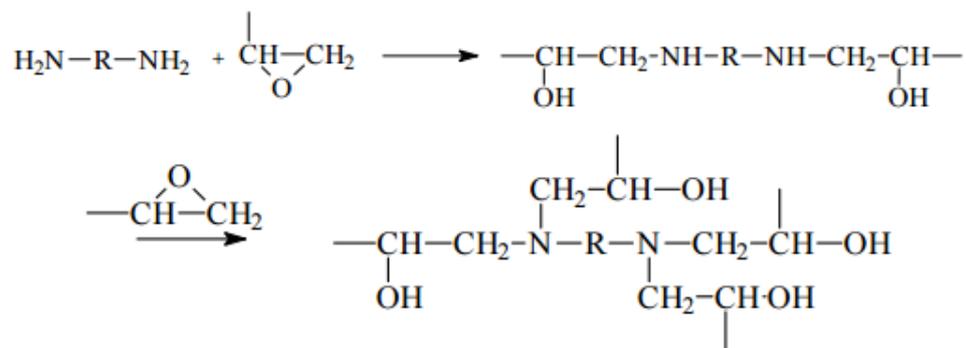
Figura 1 - Reação entre os grupos epóxi iniciadas pelo agente catalítico.



Fonte: Almeida (2005, p. 6).

Já os agentes co-reativos (aminas) agem como co-monômeros no processo de polimerização, como mostrado na Figura 2:

Figura 2 - Reação entre os grupos epóxi com o agente co-reativo.



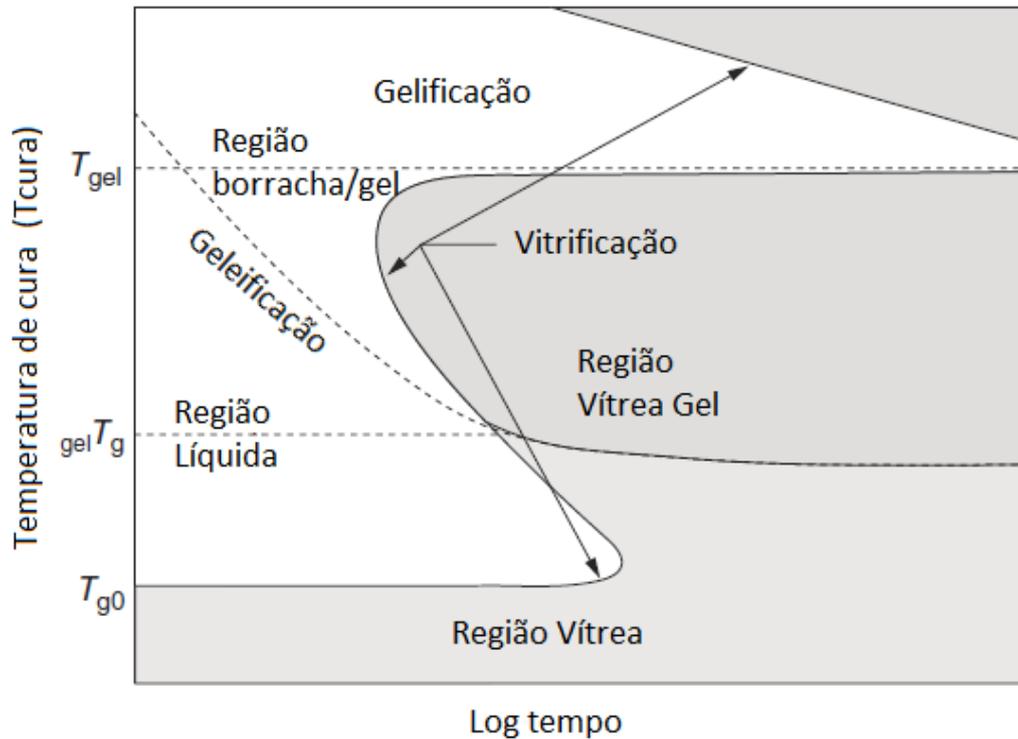
Fonte: Almeida (2005, p. 6).

Os agentes de cura mais utilizados são as aminas (ALMEIDA, 2005), e dentre estas, as mais comumente empregadas são: amina alifática trietileno tetramina (TETA); amina alifática dietileno triamina (DETA); tetraetileno pentamina (TEPA) e N-aminoetilpiperazina (N-AEP) (BOYLE et al, 2001). Mesmo todos estes agentes podendo serem curados à temperatura ambiente, um aumento na temperatura de cura ou tratamento de pós-cura, pode elevar a temperatura de transição vítrea (Tg) (BOYLE et al, 2001). Sendo assim, diferentes sistemas podem ser criados variando os agentes de cura, as condições de cura e o uso de um tratamento de pós-cura.

Na Figura 3 o diagrama de transformação isotérmica de tempo e temperatura (TTT) de uma resina é demonstrado. O diagrama TTT é uma representação generalizada dos vários eventos que ocorrem durante a cura e auxilia no

entendimento das mudanças físicas e químicas que ocorrem no processo de cura da resina.

Figura 3 - Diagrama de transformação isotérmica de tempo e temperatura.



Fonte: Adaptado de Menczel (2009, p.442)

Nele as transformações de geleificação, vitrificação, cura completa e degradação da resina estão demonstrados em função do tempo e temperatura. Ainda estão apresentadas neste diagrama quatro fases distintas relacionadas à cura termofixa: região líquida, região borracha gel, região vítrea gel e região vítrea. Possui também três temperaturas importantes:  $T_{g0}$ , temperatura onde não ocorre nenhuma tipo de reação;  $gelT_g$ , temperatura onde a geleificação e a vitrificação ocorrem simultaneamente;  $T_{g\infty}$ , temperatura de transição vítrea da resina completamente curada.

Quanto mais acima da  $T_g$  a temperatura de cura, mais rápido ocorre a cura, mas como já dito anteriormente, pode ocorrer a degradação da resina, causando alteração nas propriedades (MENCZEL; PRIME, 2009). Entre  $gelT_g$  e  $T_{g\infty}$ , a geleificação e a vitrificação ocorrem simultaneamente, e quanto mais próxima da  $T_{g\infty}$  melhor pode ocorrer a cura. Já para  $T_{g0}$  a cura é lenta e ocorre na forma vítrea.

Nos estágios iniciais, antes mesmo da geleificação ou vitrificação, a cura ocorre por reações cinéticas, na região borrachosa, entre geleificação e vitrificação, a reação ainda é controlada quimicamente, mas pode se tornar controlada por difusão, podendo diminuir a formação de ligações cruzadas. Já quando a vitrificação ocorre, a reação se torna controlada por difusão, e a taxa de formação de ligações cruzadas diminuem de 2 a 3 vezes a magnitude da taxa das regiões líquida e borrachosa, podendo ser considerada igual a zero (MENCZEL; PRIME, 2009).

Após o final do processo de cura, a polimerização pode ser ainda melhorada utilizando o tratamento de pós-cura, adicionando calor ao sistema em um ambiente controlado. Este tratamento pode fazer alterações macromoleculares no sistema (LEAL et al, 2010), aprimorando as propriedades físico/mecânicas do mesmo e aumentando a temperatura de transição vítrea.

O fornecimento de calor após a cura propicia o aumento do número de ligações cruzadas no material, que ajuda a liberar tensões entre a interface carga/material, proporcionando melhora nas propriedades mecânicas (GOMES, 2008).

Vários parâmetros definem o tratamento de pós-cura, sendo os dois principais a temperatura e o tempo do processo, mas também há de se notar a importância do tempo entre o início do processo de cura e do tratamento de pós-cura (KUMAR et al, 2007), já que este tratamento não deve ser realizado muito tempo após o início da cura, visto que o número de radicais livres diminui com o tempo, o que leva a um menor número de novas ligações cruzadas.

Não há um consenso na literatura sobre qual o tempo e a temperatura ideais no uso do tratamento de pós-cura, sendo importante manter a temperatura abaixo da temperatura em que o material começa a se degradar. Porém, sabe-se que tratar o sistema a uma temperatura próxima à de transição vítrea melhora a mobilidade dos segmentos da cadeia, aumentando a probabilidade de ocorrer a reação (GOMES, 2008).

Tanto para Leal (2010) como para Kumar (2007), a pós-cura aumenta a temperatura de transição vítrea. Para Leal (2010) a Tg aumentará conforme o tempo aumente, mesmo que todos os grupos epóxi já tenham reagido, devido as variações na estrutura química após a reação de todos os grupos.

De acordo com Kumar (2007), o aumento da Tg já não é mais significativo após 4h de pós-cura, sendo que as amostras pós-curadas apresentaram diferença na coloração quando comparadas as amostras que não sofreram pós-cura.

### 3. MATERIAS E MÉTODOS

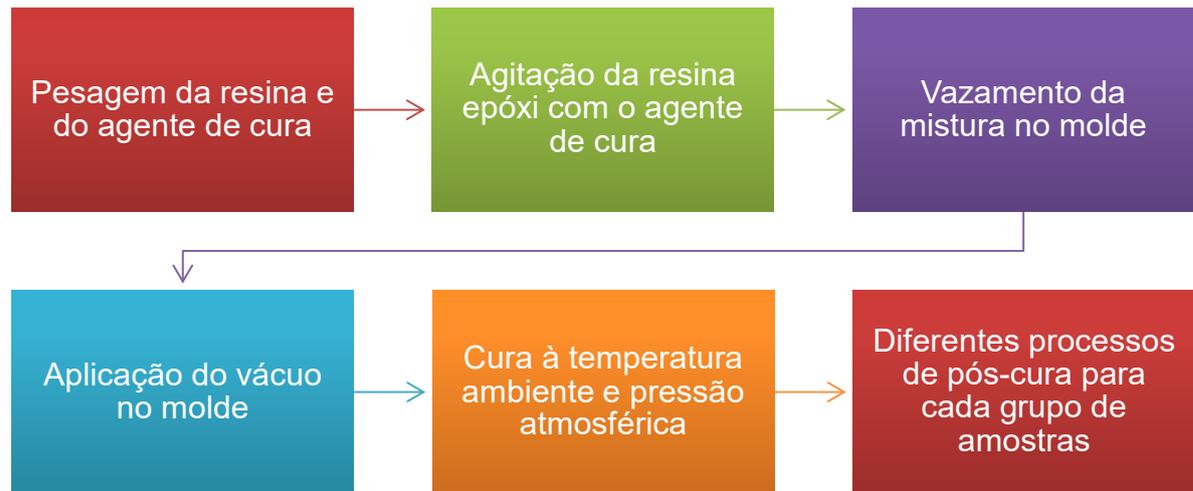
As amostras foram confeccionadas com resina epóxi DGEBA 2004 transparente, da marca REDELEASE, misturada com agente de cura 3154, sendo este agente uma amina cicloalifática da mesma fabricante e como agente desmoldante foi utilizado a cera TecGlaze-N.

Antes de apresentar as etapas para a fabricação das amostras, é necessário ter o conhecimento de quais materiais foram utilizados, sendo eles: molde metálico, recipientes plásticos para a diluição da resina e do agente de cura, balança eletrônica BEL S3102, palitos de madeira, tesoura, bolsa plástica para aplicação do vácuo, Tacky-Tape, bomba de vácuo e estufa de secagem e esterilização SPLabor.

#### 3.1. OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras foram fabricadas com as dimensões referentes a norma ASTM D3039, pois a ideia inicial do trabalho era realizar teste de tração nas mesmas. O procedimento de obtenção está apresentado no fluxograma na Figura 4.

Figura 4 - Fluxograma das etapas de confecção das amostras.

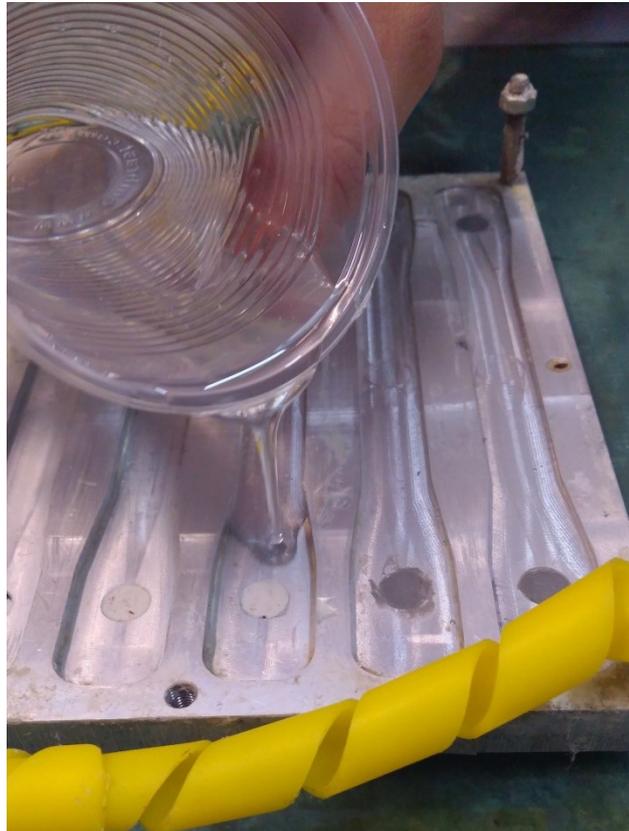


Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

As amostras foram confeccionadas no Laboratório de Fabricação de Modelos da Universidade Federal de Santa Catarina – Campus Joinville. Primeiramente foi estimada a quantidade de resina necessária para preencher todo o molde, então foi realizada a primeira etapa do processo, que consistiu na pesagem da resina e do agente de cura em recipientes plásticos numa balança eletrônica.

Na segunda etapa, a resina e o endurecedor foram misturados numa proporção de 50g de agente de cura para 100g de resina, como sugerido pelo fabricante, seguido de agitação manual por 60 segundos com um palito de madeira até completa homogeneização. A mistura foi então vazada cuidadosamente do recipiente plástico para o molde na terceira etapa do processo, de modo a não aumentar a quantidade de bolhas na amostra, como mostra a Figura 5.

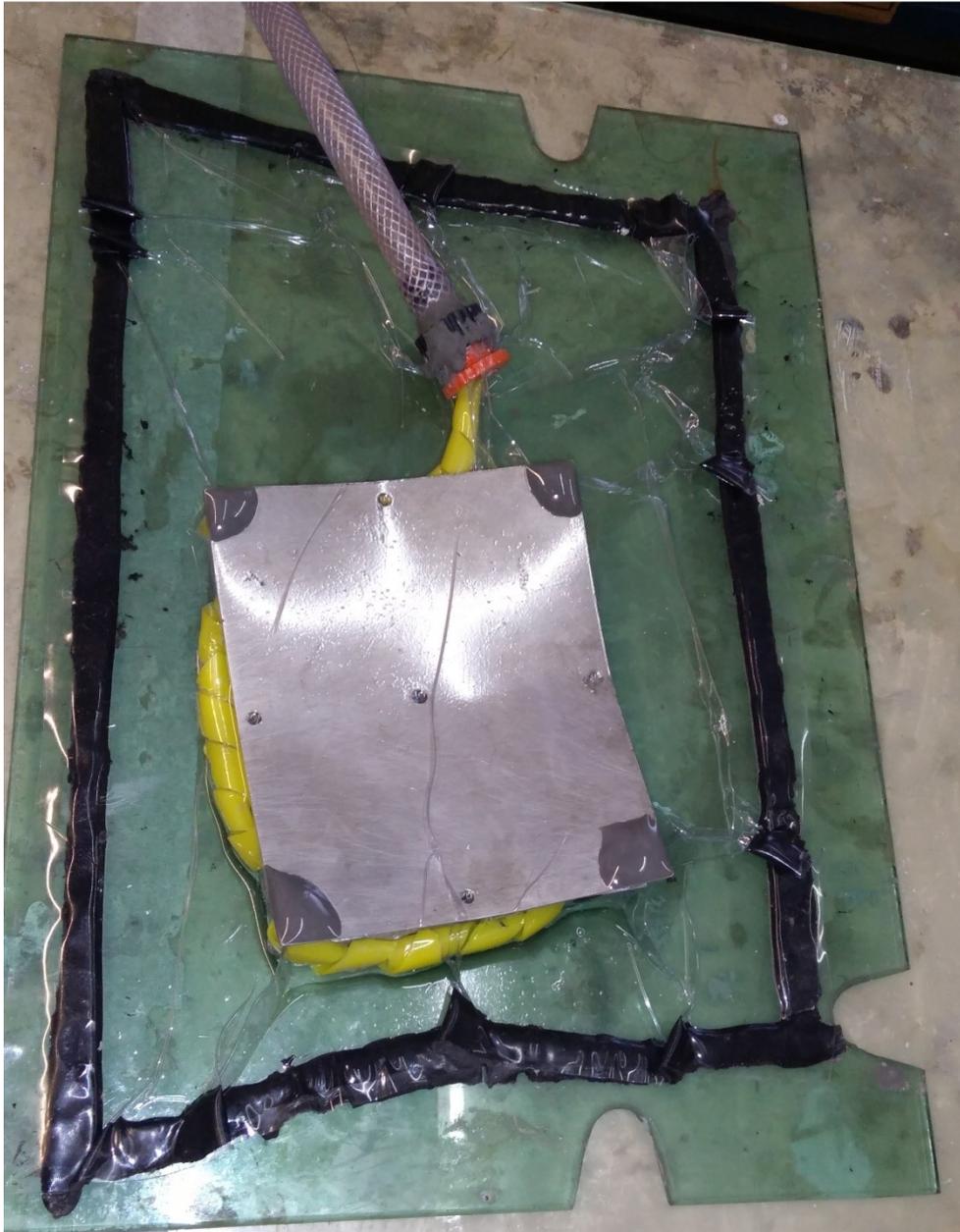
Figura 5 - Vazamento da mistura no molde.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Na etapa quatro, uma bolsa plástica foi colocada sobre o molde e suas pontas foram adesivadas à superfície de vidro no qual o molde se encontrava com Tacky-Tape, garantindo que não havia vazamento para a posterior aplicação do vácuo. A mangueira da bomba de vácuo foi conectada à bolsa através de um bico de mangueira e então a bomba foi ligada, como mostra a Figura 6. A pressão de vácuo aplicada foi de 630mmHg por 50 minutos, com o objetivo de retirar as bolhas da mistura causadas pela agitação e o vazamento da mistura no molde.

Figura 6 - Aplicação do vácuo no molde.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

O molde foi então deixado em repouso na etapa cinco, por 24h à temperatura ambiente, sendo esse o processo de cura.

As etapas listadas foram realizadas cinco vezes, para confeccionar cinco grupos de corpos de prova. Destes grupos, quatro passaram pela sexta etapa, o tratamento de pós-cura em uma estufa, sendo o que não passou pelo tratamento utilizado como referência para o resultado dos testes. Para o tratamento de pós-cura foram determinadas as temperaturas e o tempo ao qual as amostras seriam

submetidas. Através de trabalhos anteriores e das propriedades da resina epóxi, definiu-se que os ciclos seriam de 75°C, 90°C e 110°C por 1 hora e 110°C por 2 horas. Em contato com o fornecedor o mesmo reportou uma Tg desta resina de aproximadamente 50°C.

Nesta etapa o molde foi colocado dentro de uma estufa, como mostrado na Figura 7, e então sofreu aquecimento de aproximadamente 4°C/min até a temperatura pré-selecionada.

Figura 7 - Molde posicionado dentro da estufa.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

O grupo de amostras que não foi pós-curado foi nomeada de SPC e os outros quatro foram pós-curados da seguinte maneira: P75 – 75°C por 1 hora; P90 – 90°C por 1 hora; P110 – 110°C por 1 hora; P110-2 – 110°C por 2 horas. A Tabela 1 mostra como ficou a identificação dos grupos.

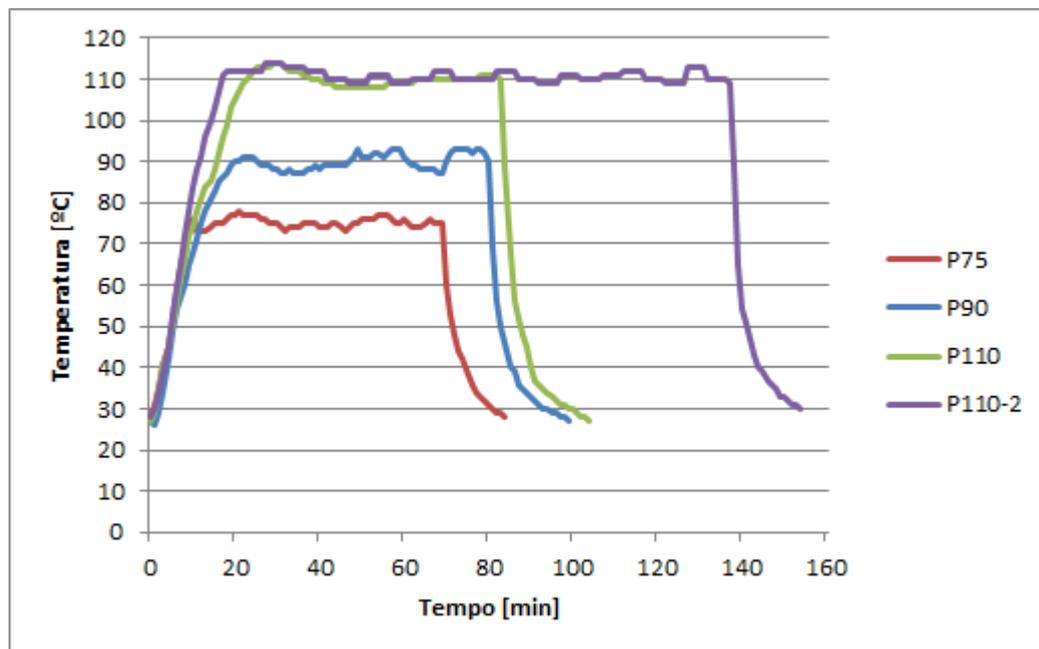
Tabela 1 - Identificação dos grupos de amostras.

Grupo	Pós-cura
SPC	Sem pós-cura
P75	Pós-cura à 75°C por 1h
P90	Pós-cura à 90°C por 1h
P110	Pós-cura à 110°C por 1h
P110-2	Pós-cura à 110°C por 2h

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

A Figura 8, apresentada a seguir, mostra a isoterma de aquecimento realizado em cada grupo de amostras. Cada grupo foi aquecido até a temperatura determinada, onde foi então deixado pelo tempo definido para a pós-cura e posteriormente resfriados até temperatura ambiente.

Figura 8 - Isoterma de aquecimento dos grupos de amostras pós-curados.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

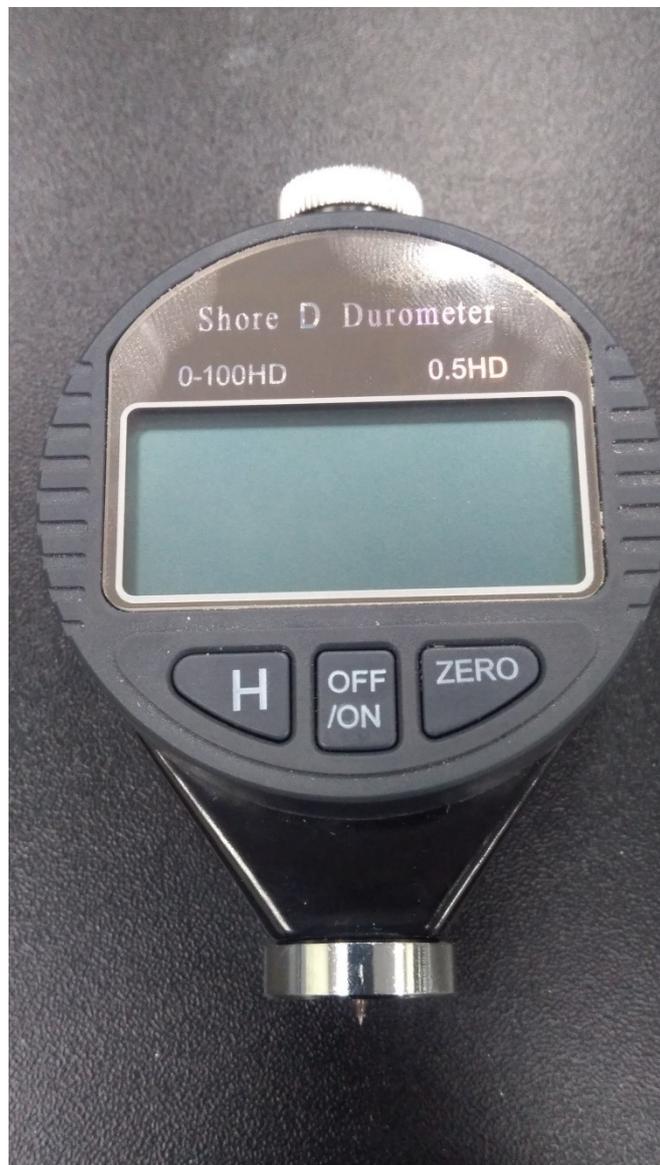
### 3.2. ENSAIO DE DUREZA SHORE

A propriedade de um material que o permite resistir à deformação plástica é definida como dureza. Para medir esta propriedade das amostras confeccionadas foram realizados ensaios de dureza Shore D no Laboratório de Caracterização de

Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina. Este ensaio consiste em definir a dureza do material medindo a profundidade da impressão deixada pela agulha no mesmo pelo durômetro Shore.

Existem diversas escalas de dureza Shore utilizadas em materiais de diferentes propriedades, para este caso a mais adequada é a dureza Shore D, empregada para plásticos rígidos. Ela foi medida em um durômetro da marca UHAG, mostrado na Figura 9.

Figura 9 - Durômetro Shore D.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

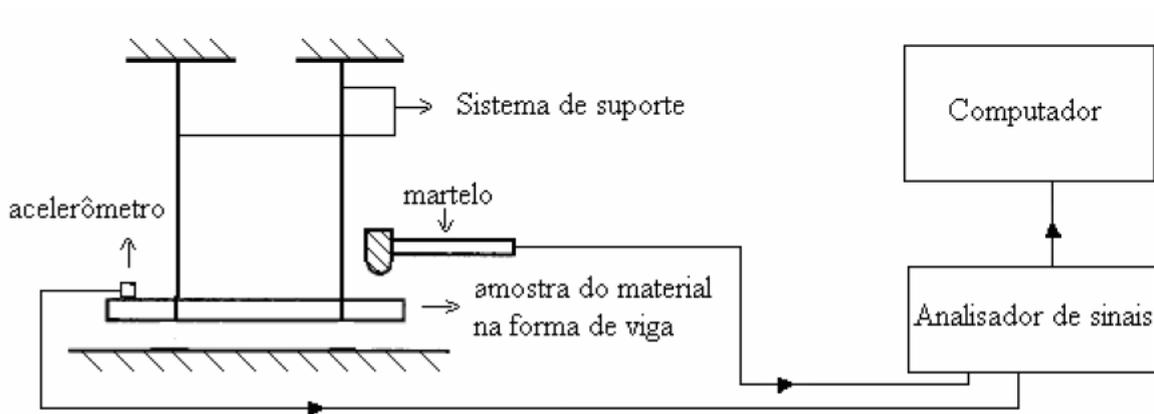
Primeiramente a superfície das amostras foram limpas, para que nenhuma sujeira viesse a alterar o resultado do ensaio, em seguida pressionou-se a ponta do equipamento que contém uma agulha na superfície da amostra, mantendo o mesmo perpendicular a peça, sendo então obtidos os resultados de dureza para cada amostra. Neste ensaio foram retiradas quinze medidas de diferentes pontos e diferentes corpos de prova de cada grupo de amostras e calculado a média dessas medidas como resultado do ensaio de dureza.

### 3.3. ENSAIO DE VIBRAÇÃO

O ensaio de vibração foi realizado no Laboratório de Vibração e Acústica da Universidade Federal de Santa Catarina. Este ensaio tem o objetivo de medir o módulo de elasticidade dinâmica das amostras para verificar o efeito que a pós-cura tem sobre ela.

O método da viga livre-livre foi utilizado para realização do ensaio. Ele é baseado na norma ASTM E 1876-01, e tem o intuito de determinar propriedades dinâmicas de materiais elásticos à temperatura ambiente, determinando o módulo de elasticidade através da frequência de ressonância do modo de flexão da viga (FIORENTIN, 2007). A frequência de ressonância é obtida pela excitação da amostra por um martelo de impacto. Um acelerômetro captura a vibração e a transforma em um sinal elétrico, que é adquirido e processado pelo analisador de sinais. Um esquema básico de como o ensaio é realizado é mostrado na Figura 10.

Figura 10 - Esquema do ensaio de vibração.



Fonte: Fiorentin (2007, p. 44).

Os dois suportes devem ser posicionados a  $0,224L$  das extremidades da viga, sendo que  $L$  representa o comprimento da amostra. Eles devem estar posicionados nesta distância, pois estarão posicionados sobre as linhas nodais, pontos estes que não apresentam deslocamento no primeiro modo de flexão. O acelerômetro também deve estar posicionado como mostrado na Figura 10, pois assim mede-se apenas o deslocamento na frequência de interesse.

Para realizar o ensaio foi utilizado um martelo de impacto, um microfone, um analisador de sinais, um suporte rígido que possa representar a amostra como uma viga livre-livre e um corpo de prova em forma de viga. Primeiramente foram medidas as dimensões e peso de cada amostra, cada amostra foi então posicionada no suporte rígido, como mostrado na Figura 11, e então realizado o ensaio.

Figura 11 - Ensaio de vibração.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

Obtidas as frequências de ressonância de flexão, pode-se então calcular o módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ), propriedade desejada neste ensaio. As equações para o cálculo do módulo são fornecidas pela norma:

$$E = 0,9465 \left( \frac{mf^2}{b} \right) \left( \frac{L^3}{tk^3} \right) T1 \quad (1)$$

Onde  $E$  é o módulo de elasticidade (Pa),  $m$  a massa da amostra (g),  $f$  a frequência de ressonância em flexão (Hz),  $b$  a largura (mm),  $L$  o comprimento (mm),  $tk$  a espessura (mm) e  $T1$  um fator de correção que está relacionado com o coeficiente de Poisson, definido pela norma. Se a razão do comprimento pela espessura da amostra ( $L/tk$ ) for maior ou igual a 20, o que de fato ocorreu nos corpos de prova ensaiados, o fator de correção pode ser calculado pela equação (2):

$$T1 = [1,000 + 6,585\left(\frac{tk}{L}\right)^2] \quad (2)$$

### 3.4. ANÁLISE TÉRMICA

A análise de DSC foi realizada pela empresa Euro e Zanetti Análises Térmicas. Esta análise térmica mede a quantidade de energia calorífica (fluxo de calor) associado a transições nos materiais, entre a amostra e um material de referência em função da variação de temperatura, enquanto ambos sofrem um programa de aquecimento controlado.

Esta técnica permite obter os valores de transição vítrea ( $T_g$ ) do material analisado e também a exotermia residual, propriedade esta que materiais que não foram totalmente curados possuem, liberando uma certa quantidade de energia ao serem aquecidos, finalizando a cura.

As curvas de DSC foram obtidas com a utilização de um DSC 214 – Forno de prata fabricante NETZSCH. Os ciclos térmicos utilizados foram de 20°C a 200°C, a uma taxa de aquecimento de 20°C/min, seguido de um resfriamento até 20°C a uma taxa de 30°C/min, realizando então um segundo aquecimento até 200°C, a 20°C/min. Foi utilizada atmosfera de nitrogênio.

A análise TG também foi realizada pela empresa Euro e Zanetti Análises Térmicas. Esta técnica permite determinar a variação de massa da amostra em função da temperatura e/ou tempo, em ambiente de temperatura e atmosfera controladas.

As curvas de TG foram obtidas com um STA 409 – Forno de prata fabricante NETZSCH, sendo que as amostras foram aquecidas a uma taxa de 20°C/min de 25°C até 450°C sob atmosfera de ar sintético.

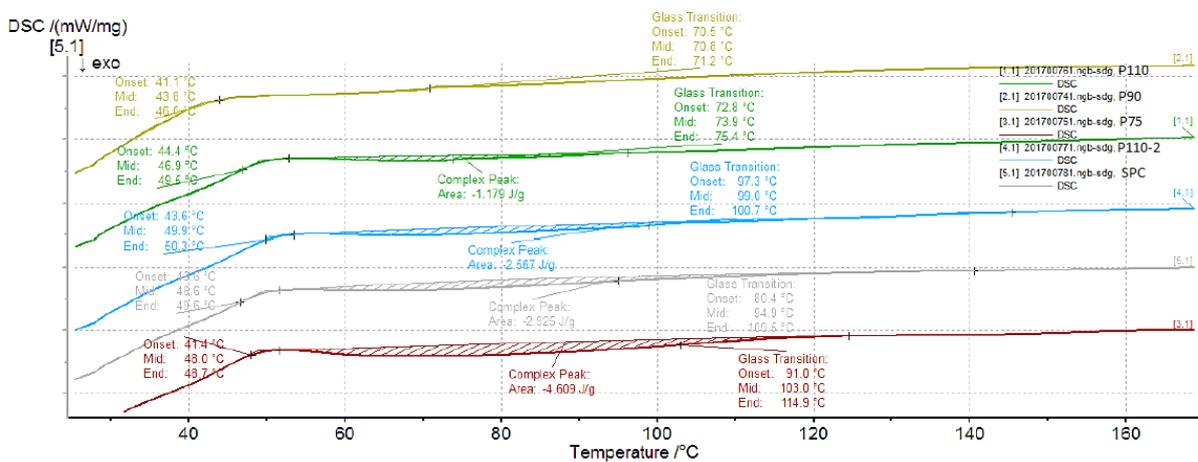
## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos no ensaio de Dureza Shore D, ensaio de vibração e ensaio de análise térmica DSC e TGA. Os resultados e discussões serão divididos entre análises térmicas e análises mecânicas.

### 4.1. ANÁLISES TÉRMICAS

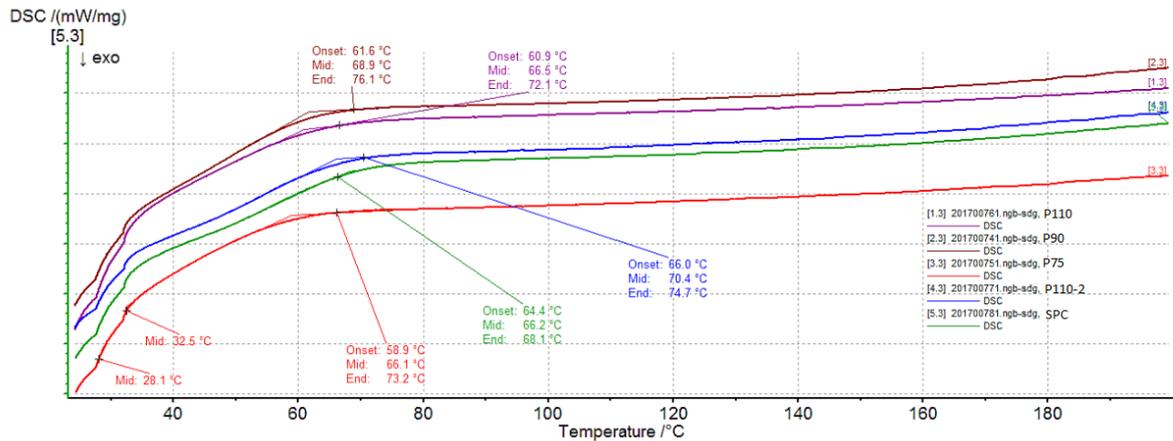
Nas Figura 12 e Figura 13 são mostrados os resultados obtidos com o ensaio de DSC, aquecendo as amostras até 200°C em cada um dos ciclos de aquecimento e então os resfriando. Eles se referem aos aquecimentos 1 e 2, respectivamente.

Figura 12 - DSC referente ao ciclo de aquecimento 1 das amostras.



Fonte: Euro e Zanetti Análises Térmicas (2017).

Figura 13 - DSC referente ao ciclo de aquecimento 2 das amostras.



Fonte: Euro e Zanetti Análises Térmicas (2017).

Os dados da DSC apresentam a temperatura de transição vítrea estipulada para o aquecimento 1 e 2, vide Tabela 2.

Tabela 2 - Valores de Tg obtidos através das curvas DSC.

	Tg (°C) Aquecimento 1	Tg (°C) Aquecimento 2
SPC	46,6	66,2
P75	48	66,1
P90	43,8	68,9
P110	46,9	66,5
P110-2	49,9	70,4

Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

Com estes resultados, não foi possível evidenciar nenhuma diferença entre a Tg de cada um dos processos de pós-cura para o aquecimento 1, ficando todas dentro da faixa de 43°C a 51°C. Já para o aquecimento 2, verificou-se um significativo aumento da Tg para todos os casos. Vale lembrar que no aquecimento 1, todas as amostras foram aquecidas até 200°C e então resfriadas, posteriormente sendo submetidas ao aquecimento 2. Pode-se considerar que todas as amostras do ciclo 2 sofreram um novo ciclo de pós-cura de até 200°C, devido ao aquecimento 1, fazendo com que a Tg de todas sofresse um aumento. Este novo aquecimento resultou em novos valores, entre 66°C e 71°C, mas ainda não apresentando grande diferença entre cada ciclo realizado após este aquecimento. Desta forma, sugere-se então que a faixa de valores escolhidos para a realização da pós-cura, entre 75°C e

110°C, não são realmente efetivos para o aumento do número de ligações cruzadas que afetasse a Tg das amostras. Ao trabalhar com temperaturas maiores as mudanças poderiam ser mais sensíveis na resina, lembrando-se de que temperaturas muito altas podem vir a degradar a resina e/ou causar oxidação da reticulação (MENCZEL; PRIME, 2009), fugindo do resultado esperado.

Visando analisar esta hipótese, foi realizado um último ciclo de pós-cura no grupo de amostras SPC, agora com aquecimento até 200°C por 1 hora. Com este ciclo realizado as amostras já entraram em estado de degradação, como mostrado na Figura 14. Assim propõe-se que a temperatura escolhida para esta resina seja maior que 110°C para obter-se um resultado apropriado e menor que 200°C para que não haja degradação da resina.

Figura 14 - Amostras após ciclo de pós-cura de 200°C por 1 hora.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

A exotermia residual refere-se a um vale na curva de DSC do aquecimento 1, próximo a 55°C, o que demonstra uma reação exotérmica, provavelmente proveniente de uma cura incompleta da resina. No aquecimento 2, este vale é inexistente, o que sugere cura completa de todas as amostras. A Tabela 3 mostra a exotermia residual para cada um dos processos de pós-cura no aquecimento 1.

Tabela 3 - Exotermia residual de cada grupo no aquecimento 1.

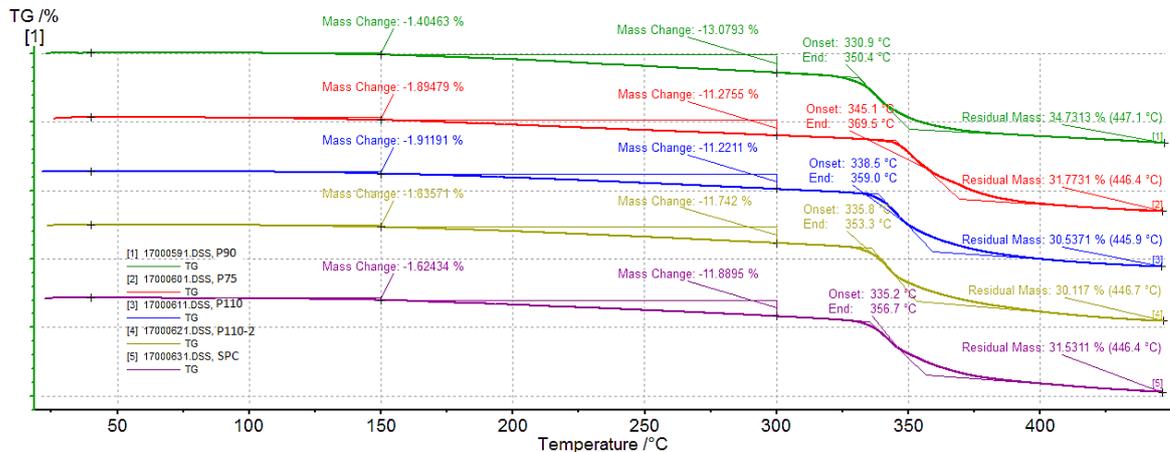
Amostras	Exotermia Residual [J/g]
SPC	2,925
P75	4,609
P90	0,000
P110	1,179
P110-2	2,567

Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

As amostras SPC e P75 são as que apresentam os maiores valores de exotermia residual, o que se é esperado, pois em baixas temperaturas, há baixas movimentações moleculares, restringindo a formação de ligações cruzadas, impedindo a cura completa. Já para as outras amostras, os resultados ficaram invertidos, sendo P90, a única amostra que não apresentou exotermia residual no aquecimento 1, levantando a hipótese de heterogeneidade na obtenção das amostras. Esta pode ser gerada devido ao processo manual de pesagem de material, mistura da resina e do endurecedor ou até mesmo do vazamento no molde. Isto pode ser um dos motivos das incoerências nos resultados. Para a análise DSC, uma pequena fração da amostra é analisada, sendo que para maior certeza e melhor entendimento dos resultados obtidos, seria necessário maior número de amostras analisadas.

Os resultados do ensaio de TG estão apresentados na Figura 15, ela indica o percentual de perda de massa das amostras em função da temperatura, onde estas perdas estão divididas e indicadas para cada faixa de temperatura. Este método é ótimo para determinar a combustão, volatilização e decomposição do material, analisando a variação de massa (SANTANA et al, 2011).

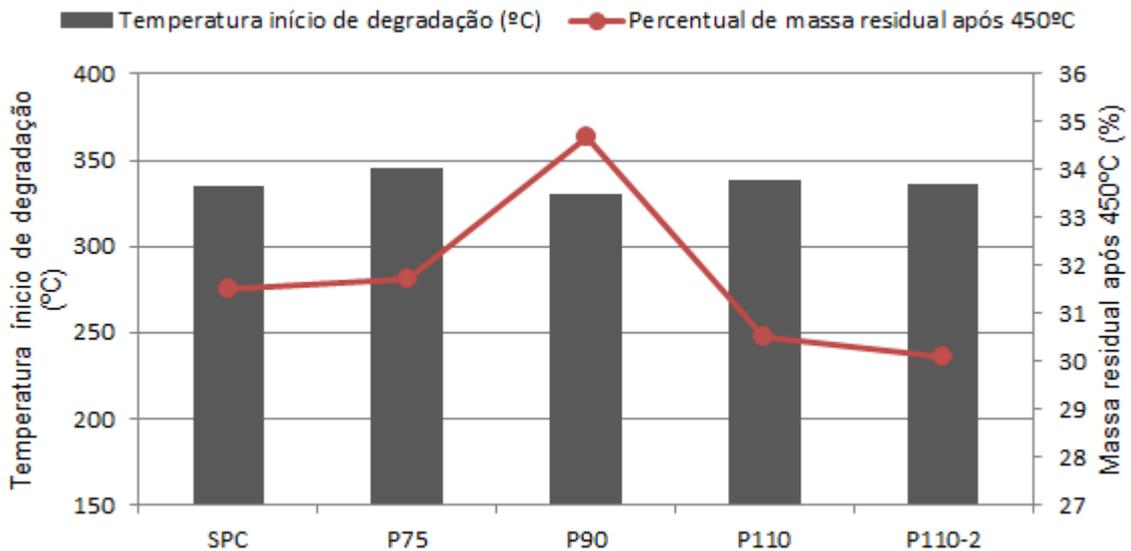
Figura 15 - TG das amostras.



Fonte: Euro e Zanetti Análises Térmicas (2017).

Foi observado que com aquecimento até 450°C ainda houve material residual, o que sugere que a análise deveria ser continuada até temperaturas superiores para garantir uma degradação completa da resina. Ao final de todo o processo, todas as amostras ficaram com uma massa residual entre 30% e 34%. Como visto nas curvas da Figura 15, entre 40°C e 150°C, ocorre a primeira perda de massa, uma pequena perda, entre 1,4% e 1,8%. Esta perda inicial está provavelmente ligada a possível absorção de água ou emissão de voláteis. A segunda perda de massa acontece próximo aos 300°C, provavelmente vinculada a degradação de aditivos ou fração de menor massa molecular da resina. A terceira e maior perda de massa ocorre entre 330,9°C e 345,1°C, caracterizando-se como o rompimento, de fato, das ligações principais das moléculas. A Figura 16 mostra as temperaturas da última perda de massa e o percentual de massa residual após o ensaio de termogravimetria.

Figura 16 - Temperatura de degradação e percentual de massa residual das amostras.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

Observando os resultados da análise térmica TG, não é possível constatar nenhuma melhoria na temperatura de degradação das amostras, independente do ciclo de pós-cura sofrido pelas mesmas. A faixa de valores para a temperatura de degradação das amostras ficou entre 330,9°C e 345,1°C, sendo que esta variação pode estar atrelada a heterogeneidade das amostras, como já comentado anteriormente.

Todas as amostras apresentaram percentual de massa residual entre 30% e 32%, exceto a amostra P90, que apresentou 34,7%. Em conversa com a empresa que realizou o ensaio, descartou-se o erro atrelado ao equipamento, sendo esta uma diferença considerada significativa. Então é sugerido que esta diferença possa ter sido causada pela heterogeneidade das amostras ou da presença de bolhas, já que não se conseguiu retirar todas durante o processo de aplicação de vácuo.

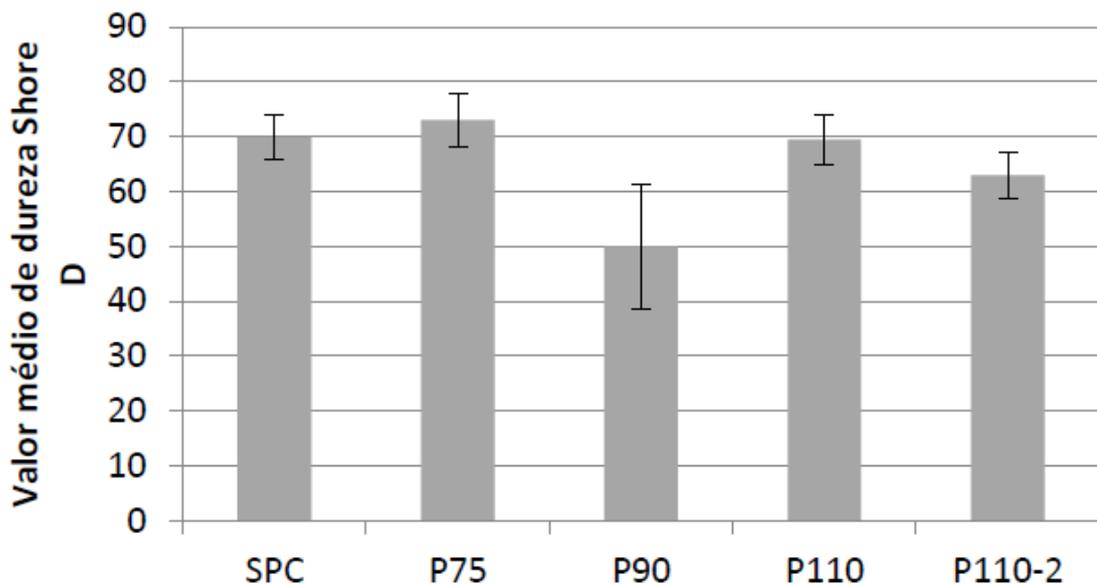
Como visto no diagrama TTT a ocorrência de novas ligações cruzadas após a vitrificação é quase nula. Já que as amostras para este trabalho foram curadas em temperatura ambiente, sugere-se que pequenas alterações de valores iniciais de resina e agente de cura provenientes do processo de manufatura manual das amostras possa causar um efeito mais significativo sobre as propriedades térmicas do que a etapa de pós cura utilizada neste trabalho.

## 4.2. ANÁLISES MECÂNICAS

Como já dito anteriormente, as análises mecânicas realizadas foram o ensaio de dureza Shore D e ensaio de vibração das amostras. Primeiramente serão apresentados e discutidos os resultados de dureza e em seguida os resultados do ensaio de vibração.

Na Figura 17 são mostrados os resultados do valor médio de dureza Shore D para todos os conjuntos de amostras.

Figura 17 - Dureza Shore D das amostras.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

Os valores de dureza ficaram entre 50 e 70 Shore D. A barra presente nas colunas do gráfico é o intervalo de confiança adotado (*t student* 95%). Isto nos mostrou que para este intervalo, não houve grande diferença no resultado de dureza das amostras, ficando todas na mesma faixa de valores, exceto pelas amostras do grupo P90, que apresentaram valor menor que dos outros grupos.

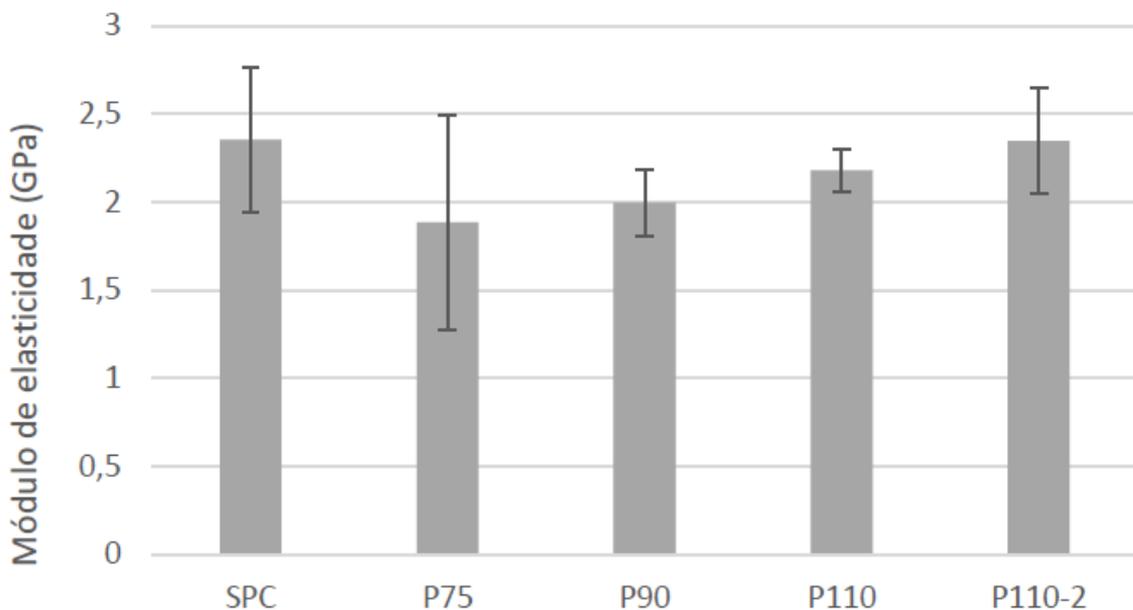
Durante o processo de geleificação, ocorre uma contração química devido ao aumento de ligações cruzadas, isso acaba gerando tensões residuais internas (LU et al, 2017). Além de poder aumentar a mobilidade molecular aumentando o número de

ligações cruzadas, a pós-cura pode também proporcionar o alívio destas tensões. Então ao reaquecer as amostras até temperaturas próximas da  $T_g$ , aumenta-se a mobilidade atômica, o que favorece a acomodação das cadeias, aliviando as tensões internas provenientes da contração e podendo diminuir a dureza.

Como já dito anteriormente, não foi notada nenhuma grande diferença nos valores de dureza para os diferentes ciclos realizados, com exceção do grupo P90. Este grupo apresentou resultados menores que os dos outros, provavelmente vinculado com a heterogeneidade das amostras e a presença de bolhas nas mesmas. Ainda há o fato de que as amostras foram pós-curadas dentro do molde, restringindo a expansão quando em altas temperaturas, isso pode ter gerado novas tensões nas amostras, o que pode ter influenciado nos resultados.

Outra propriedade analisada foi o módulo de elasticidade dinâmico, obtida através do ensaio de vibração. Os resultados, calculados através das Equações (1) e (2), são apresentados na Figura 18.

Figura 18 - Módulo de elasticidade dinâmico das amostras.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

Novamente, não pôde-se constatar nenhuma influência do ciclo de pós-cura realizado para melhoria das propriedades da resina. Portanto, os resultados para este ensaio estão de acordo com os outros resultados encontrados, onde a hipótese levantada é de que a faixa de valores de temperatura, para a realização do processo

de pós-cura, estão abaixo dos valores que possam influenciar no aumento de ligações cruzadas, e conseqüentemente influenciar nas suas propriedades, estando a diferença nos resultados entre os grupos atreladas a heterogeneidade das amostras.

## 5. CONCLUSÃO

As amostras obtidas por método de vazamento em molde metálico foram submetidas a processos de pós-cura, estando estes entre 75°C e 110°C, para então serem caracterizadas através de análises mecânicas e térmicas.

A análise de DSC foi a primeira a ser realizada e através dela constatou-se que para o aquecimento 1 as amostras mantiveram a Tg na mesma faixa de valores. Ainda através deste aquecimento, foi verificado uma exotermia residual, o que é atrelado ao fato de a resina não ter sido curada totalmente. No aquecimento 2, as amostras que já haviam sido submetidas ao primeiro aquecimento de 200°C, tiveram um aumento significativo nos valores de Tg e já não apresentaram exotermia residual. Isto nos sugere que deve-se trabalhar com temperaturas mais altas do que as escolhidas para os processos de pós-cura, para que realmente se tenha algum efeito sobre a Tg ou a cura total da resina.

Para análise de termogravimetria, verificou-se que a resina possui degradação em fases, sendo a maior perda entre 330,9°C e 345,1°C, não havendo diferença o ciclo de pós-cura realizado. Também foi verificado o percentual de massa residual, ficando este entre 30% e 34%. O grupo P90 apresentou percentual de massa residual maior, esta diferença não pode ser atrelada ao equipamento, então sugere-se a heterogeneidade na fabricação das amostras, provavelmente proveniente do processo manual de manufatura.

Nas análises mecânicas realizadas também foi constatado que os processos de pós-cura realizados não influenciaram nas propriedades estudadas desta resina. As amostras apresentaram valores de dureza Shore D semelhantes, exceto pelo grupo P90, que apresentou valor mais baixo, o que está provavelmente atrelado a heterogeneidade das amostras, assim como a presença de bolhas nas mesmas. No ensaio de vibração, os resultados encontrados para o módulo de elasticidade dinâmica ficaram entre 2 e 2,35GPa, o que está dentro dos valores encontrados na literatura.

Para este caso não ficou evidenciado a vantagem da utilização do tratamento de pós-cura para otimizar as propriedades térmicas e mecânicas estudadas do

material. Com os resultados encontrados e através de pesquisas na literatura, sugere-se que a temperatura de cura e a heterogeneidades geradas do processo manual de fabricação das amostras, como as bolhas, tiveram maior influência nas propriedades térmicas e mecânicas da resina do que os processos de pós-cura realizados, já que nos estágios iniciais a cura é controlada pela cinética de química dos reagentes e após a vitrificação é controlada por difusão, o que diminui a taxa de formação de ligações cruzadas de duas a três ordens de grandeza abaixo daquelas nas fases iniciais de líquido e borrachoso.

## REFERÊNCIAS

- SANTOS, J M; SUTHERLAND, L; SOARES, C G. **Ensaio de caracterização das propriedades mecânicas de compósitos**. 2004. 17 p. Trabalho acadêmico não identificado. Lisboa: s. n. , 2004.
- VENTURA, A M F M. Os compósitos e a sua aplicação na reabilitação de estruturas metálicas. **Ciência e Tecnologia dos Materiais**. v. 21, n. 3/4, p. 10-19, 2009.
- KUMAR, D S et al. Effect of post-curing on thermal and mechanical behavior of GFRP composites. In: IOP CONFERENCE SERIES: MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING. **Proceedings...** v. 75, Lyngby, Dinamarca, 2007.
- LEAL, A S C et al. Efeito do teor de agente de cura e do tratamento de pós-cura nas propriedades térmicas de resina epóxi para uso em nanocompósitos ativos. **Materiais e Processos**. v. 5, n. 3, p.34-41, 2010.
- MÜHLE, Ricardo Brüggmann. **Importância da pós-cura em sistema epóxi**. Disponível em: <<http://muhlecomposites.blogspot.com.br/2010/04/importancia-da-pos-cura-em-sistemas.html>>. Acesso em: 25 abril 2017.
- CALLISTER JUNIOR, William D.. **Ciência e engenharia de materiais**. 7. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2007. Cap. 6 e 16.
- GREENE, Eric. **Marine Composites**. 2. ed. Anapolis: Eric Greene Associates, Inc., 1999. p. 62-71.
- BLACK, Sara. **Vinyl esters make tough parts for highly corrosive applications**. Disponível em: <<http://www.compositesworld.com/articles/vinyl-esters-make-tough-parts-for-highly-corrosive-applications>>. Acesso em: 30 maio 2017.
- KERSTING, Daniel de Freitas. **Cura de compósitos de sistemas epóxi via irradiação de micro-ondas**. 2014. 158 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014.
- KLAUSS, Priscila. **Processos de cura e de decomposição térmica da resina RENSHAPETM SL 5260 utilizada em fabricação rápida por estereolitografia**. 2006. 59 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.
- FERNANDES, Maiquel Rocha. **Desenvolvimento de uma argamassa polimérica flexível de alto desempenho para o assentamento de cerâmica sobre metal**. 2007. 40 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

RODRIGUES, Maria Regina Alves. **Estudo da reação de cura da resina epóxi (ARALDIT F) com anidrido ftálico e tremilamina como iniciador.** 1992. 89 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1992.

ALMEIDA, Cleber Nogueira de. **Propriedades mecânicas e térmicas do sistema epóxi DGEBA/ETILENODIAMINA modificado com nanoplateformas de silsesquioxano substituídas com grupos esteres.** 2005. 73 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Materiais, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Ilha Solteira, 2005.

BOYLE, M A; MARTIN, C J; NEUNER, J D. Epoxy resins. **ASM Handbook.** v 21, p.78-89, 2001.

GOMES, Mauricio Neves. **Tratamento pré e pós-cura de diferentes compósitos: análise térmica, resistência à flexão e grau de conversão.** 2008. 77 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

FIorentin, T. A. **Estudo de geração de ruído em reatores de núcleo de ar. Dissertação** (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil, 2007.

MENCZEL, J.D.; PRIME, R.B., **Thermal analysis of polymers, fundamentals and applications**, 1 ed., New York, Wiley; 2009.

SANTANA, Ivone Lima et al. Thermal behavior of direct resin composites: glass transition temperature and initial degradation analyses. **Revista Odonto Ciência.** v. 26, n.1, p. 50-55, 2011.

LU, Yong, et al. Reduction of composite deformation based on tool-part thermal expansion matching and stress-free temperature theory. **Int J Adv Manuf Technol.** v. 88, p. 1703-1710, 2017.

## APÊNDICE A - ENSAIO DE DUREZA SHORE D

Tabela 4 - Resultado dureza Shore D.

SPC				
A1	A2	A3	A4	A5
66,5	72	72	69	72,5
71	71	71,5	68,5	69
66	70	70	69	70,5
P75				
A1	A2	A3	A4	A5
73	71,5	70	77,5	75
72,5	78	73	73	73
76	74,5	74	75,5	72
P90				
A1	A2	A3	A4	A5
51	55,5	61,5	49,5	50
49	66	49,5	48	52
52	50	51,5	47	48
P110				
A1	A2	A3	A4	A5
70,5	70,5	70	69,5	69
69,5	66	69,5	71	70
69	62,5	67,5	69	68,5
P110-2				
A1	A2	A3	A4	A5
67,5	63,5	60	60,5	64,5
64,5	62	63,5	63,5	63
62	63	61	60	61,5

Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).

## APÊNDICE B - ENSAIO DE VIBRAÇÃO

Tabela 5 - Ensaio de vibração.

SPC							
	L [mm]	b [mm]	t <sub>k</sub> [mm]	m [g]	Tl	Ff	E [Pa]
A1	165	13	3,2	7,85	1,0025	178,22	2,49E+09
A2	165	13	3	7,22	1,0022	158,69	2,21E+09
A3	165	13	3,1	7,22	1,0023	161,13	2,06E+09
A4	165	13	3,1	7,48	1,0023	156,25	2,01E+09
A5	145	13	3	6,47	1,0028	168	1,51E+09
P75							
B1	165	13	3,1	7,4	1,0023	173,34	2,45E+09
B2	165	13	2,5	5,79	1,0015	109,86	1,46E+09
B3	165	13	2,6	5	1,0016	124,5	1,44E+09
B4	165	13	2,7	5,45	1,0018	129,39	1,52E+09
B5	139	13	2,7	4,93	1,0025	187,99	1,74E+09
P90							
C1	165	13	3	6,93	1,0022	156,25	2,05E+09
C2	165	13	3	7,31	1,0022	161,13	2,3E+09
C3	165	13	3	6,76	1,0022	148,93	1,82E+09
C4	165	13	2,9	6,77	1,0020	144,04	1,89E+09
C5	145	13	2,9	5,82	1,0026	190,43	1,93E+09
P110							
D1	165	13	3,1	7,46	1,0023	163,57	2,2E+09
D2	165	13	3,1	7,01	1,0023	173,34	2,32E+09
D3	165	13	3,1	7,17	1,0023	166,02	2,17E+09
D4	165	13	3,5	7,51	1,0030	187,99	2,03E+09
P110-2							
E1	165	13	3	6,92	1,0022	158	2,1E+09
E2	165	13	3	7,12	1,0022	158,69	2,18E+09
E3	165	13	3	6,71	1,0022	161,13	2,11E+09
E4	165	13	3	6,92	1,0022	153,81	1,99E+09
E5	143	13	3	6,47	1,0029	197,75	2E+09

Fonte: Elaborado pelo Autor (2018).