

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

PEDRO ROMANO DURIGAN NETO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE
NANOCOMPÓSITOS A BASE DE EPÓXI/NANOTUBOS DE CARBONO

Joinville

2018

PEDRO ROMANO DURIGAN NETO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE
NANOCOMPÓSITOS A BASE DE EPÓXI/NANOTUBOS DE CARBONO

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

Orientador: Dr. Gabriel Benedet Dutra

Joinville

2018

PEDRO ROMANO DURIGAN NETO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE
NANOCOMPÓSITOS A BASE DE EPÓXI/NANOTUBOS DE CARBONO

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

Prof. Claudimir Antonio Carminatti, Dr. Eng.

Prof. Derce de Oliveira Souza Recouvreux, Dra. Eng.^a

Daniel Vicente Filipak Vanin, Eng.

RESUMO

A implementação de novas tecnologias, tanto nos processos construtivos quanto nos materiais a bordo, é de fundamental importância na busca pela redução de peso, visando melhor desempenho das embarcações e menor consumo de combustível. Na construção em plástico reforçado, os estudos para aplicação de reforços particulados, como os nanotubos de carbono, crescem a cada ano. Desta maneira, o presente trabalho tem como objetivo a avaliação das propriedades mecânicas de compósitos de resina epóxi com diferentes percentuais de nanotubos de carbono dispersos. O método utilizado para esta análise consiste na realização de ensaios de tração, dureza e excitação por impulso em conjuntos de amostras contendo 0,0; 0,1; 0,2; 0,5 e 0,8% em massa de nanotubos de carbono, regido pelas normas ASTM D3039, D2240 e E1876. As amostras foram construídas utilizando um molde em alumínio 7075-T6. Os resultados, de forma geral, indicam melhorias em propriedades como dureza, tensão e alongamento na ruptura do compósito, assim como resultados inconclusivos para limite de escoamento e módulo de elasticidade, de maneira que a utilização do aditivo em resina epóxi na indústria náutica deve ser justificada pelo tipo de solicitação sofrida pelo material.

Palavras-chave: Nanotubos de carbono. Dispersão. Nanocompósitos. Indústria náutica.

ABSTRACT

The implementation of new technologies for constructive procedures and materials on board is of fundamental relevance in the search for weight reduction, aiming to improve boats performance and reduce fuel consumption. On the reinforced plastic construction, the studies about particulate reinforcements application, such as carbon nanotubes, increase every year. Therefore, the present study has the purpose of evaluate the mechanical properties of epoxy with different percentage of carbon nanotubes dispersed composites. The methodology used to do this analysis consists of tensile and hardness testing and impulse excitation of vibration on samples with carbon nanotubes loading up to 0.8 wt.%, guided by ASTM Standards D3039, D2240 and E1876. The specimens were molded in a 7075-T6 aluminum mold. In general, the results indicate improvements in properties like hardness, tensile and elongation at break of the composites as well as inconclusive outcomes to ultimate strength and modulus of elasticity, hence the application of the additive with epoxy resin on the marine ambit needs to be justified by the kind of stresses applied in the material.

Keywords: Carbon nanotubes. Dispersion. Nanocomposites. Marine industry.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	6
1.1	OBJETIVOS	7
1.1.1.	Objetivo Geral	7
1.1.2.	Objetivos Específicos	7
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	8
2.1	MATERIAIS COMPÓSITOS	8
2.2	RESINA EPÓXI	10
2.3	NANOCOMPÓSITOS	12
2.4	NANOTUBOS DE CARBONO	14
3.	METODOLOGIA	16
3.1	MOLDE	16
3.2	DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS	17
3.3	DISPERSÃO DOS NANOTUBOS DE CARBONO NA MATRIZ	20
3.4	MATERIAIS	21
3.5	CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	22
3.6	ENSAIO DE TRAÇÃO	26
3.7	ENSAIO DE DUREZA	29
3.8	TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO	30
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
4.1	MOLDE METÁLICO	34
4.2	ENSAIO DE DUREZA	35
4.3	ENSAIO DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO	37
4.4	ENSAIO DE TRAÇÃO	38
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	43
	REFERÊNCIAS	45
	APÊNDICE A – Resultados das medições das dimensões das amostras.	49
	APÊNDICE B – Resultados obtidos no ensaio de tração.	50
	APÊNDICE C – Resultados obtidos no ensaio de dureza Shore D.	52
	APÊNDICE D – Resultados obtidos na análise estatística dos dados do ensaio de excitação por impulso.	53
	APÊNDICE E – Resultados obtidos no ensaio de excitação por impulso.	54
	APÊNDICE F – Curvas tensão-deformação para as condições analisadas.	56

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura química da resina epóxi.....	11
Figura 2 – Estrutura atômica dos nanotubos de carbono..	14
Figura 3 – Molde após o processo de usinagem.	17
Figura 4 – Esquema de identificação das amostras.	18
Figura 5 – Cotas dos corpos de prova em milímetros.....	19
Figura 7 – Fotografias do molde e da bolsa de vácuo sobre este.	25
Figura 8 – Exemplo de curva tensão-deformação de polímeros.....	27
Figura 9 – Corpo de prova montado na máquina para ensaio de tração.....	28
Figura 10 – Durômetro Shore D comercial.....	30
Figura 11 – Representação dos equipamentos necessários para o ensaio.	31
Figura 12 – Parâmetros do ensaio.	32
Figura 13 – Resultados do ensaio de dureza Shore D.	35
Figura 14 – Valores obtidos no ensaio de excitação por impulso.	37
Figura 15 – Esboço dos limites de escoamento medidos para todos os conjuntos amostrais.....	38
Figura 16 – Tensão de ruptura média dos grupos amostrais medida no ensaio de resistência à tração.	39
Figura 17 – Comparativo entre métodos para estimativa do módulo de elasticidade.	41
Figura 18 – Medições de alongamento na ruptura, como porcentagem de aumento em relação ao tamanho inicial.....	42
Figura 19 – Valores encontrados após medição das amostras.	49
Figura 20 – Valores encontrados após ensaio de tração nas amostras.	50
Figura 21 – Valores encontrados após ensaio de dureza nas amostras.	52
Figura 22 – Valores encontrados na análise estatística através da distribuição t de student.....	53
Figura 23 – Valores encontrados após ensaio de vibração nas amostras.....	54
Figura 24 – Curva para o conjunto A (S/ NTC).	56
Figura 25 – Curva para o conjunto B (0,1% NTC).	56
Figura 26 – Curva para o conjunto A (0,2% NTC).	57
Figura 27 – Curva para o conjunto A (0,5% NTC).	57
Figura 28 – Curva para o conjunto A (0,8% NTC).	58

INTRODUÇÃO

A indústria naval brasileira está entre as maiores do mundo, e este mercado, que atravessa instabilidade frequente, deve se manter inovando incansavelmente. A construção em plástico reforçado com fibra de vidro (PRFV) ocupa grande parcela deste, e os estaleiros tendem a construir embarcações com maior tecnologia embarcada. Dentro deste processo construtivo, a busca por redução de peso, mantendo resistência estrutural, é recorrente, área onde os materiais nanoestruturados desempenham função de grande importância. Visto que, em embarcações de recreio, aliada a construção com métodos controlados, a melhoria das condições de peso representa diretamente redução de custos de fabricação e montagem (NASSEH, 2011).

Muitos esforços vêm sendo colocados de modo a aumentar os valores de resistência mecânica e atingir propriedades otimizadas nos compósitos. Uma das maneiras é a confecção de nanocompósitos, que buscam o cruzamento das melhores características da matriz polimérica, quanto das cargas nanométricas. Neste âmbito, na indústria destacam-se insumos como grafeno, nanopartículas de silício, nanotubos de carbono, entre outros.

Descobertos por Iijima (IJIMA, 1991), os nanotubos de carbono (*CNTs – Carbon Nanotubes*) consistem em um dos materiais com maior resistência já sintetizados pelo homem (LOPES et al., 2016), podendo alcançar performance, quando difusos em matriz epoxídica, em torno de 10 vezes melhor que compósitos de fibras de carbono (HERBST; MACÊDO; ROCCO, 2004).

No entanto, considerando a tendência dos NTC de se aglomerar devido às forças de Van der Waals (ASHRAFI; HUBERT, 2006), o maior desafio da sua utilização se dá pela dispersão deste na resina, que se realizada de maneira incorreta, pode resultar em áreas de concentração de tensões e redução na resistência à fratura da peça (MIRJALILI; HUBERT, 2017).

Visto isso, o presente trabalho apresenta a investigação do efeito da adição de nanotubos de carbono em resina epóxi, para aplicação na indústria náutica, em termos de propriedades físico-mecânicas por meio de ensaios de tração, excitação por impulso e dureza com base nas respectivas normas ASTM.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1. Objetivo Geral

Investigar o efeito da adição de nanotubos de carbono em resina epóxi em termos de propriedades físico-mecânicas, por meio de ensaio de tração, dureza e excitação por impulso, visando aplicações na indústria náutica.

1.1.2. Objetivos Específicos

- Estabelecer uma rota de processamento de forma a buscar a homogeneização adequada dos NTC na matriz epoxídica;
- Construir um molde em alumínio para confecção dos corpos de prova;
- Avaliar a influência da quantidade de nanotubos de carbono em resina epóxi em termos de propriedades físico-mecânicas;
- Obter e avaliar os valores de dureza Shore D das amostras com e sem adição de nanotubos de carbono.
- Estimar o valor do módulo de elasticidade da resina epóxi, com e sem a adição de nanotubos de carbono, através de ensaio de tração e não destrutivo de excitação por impulso.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Como base teórica para este trabalho serão apresentadas algumas características dos compósitos, da resina epóxi, nanocompósitos, dos nanotubos de carbono, usados como material de dispersão, assim como, uma breve discussão das questões normativas para a utilização de compósitos na indústria naval.

2.1 MATERIAIS COMPÓSITOS

Qualquer material multifásico, apresentando ambas as fases em proporções significativas e que apresente melhoria das suas propriedades quando juntas, pode ser denominado material compósito, desde que, as fases que constituem o compósito sejam quimicamente diferentes e possuam separação por uma interface distinta. Também não podem ser fruto de processo natural, é necessário que seja feito de forma artificial. Simplificadamente, os compósitos podem ser constituídos de duas fases, onde uma delas é a matriz e a outra é a parte dispersa, conhecida como reforço (CALLISTER, 2008).

Os mais conhecidos, dentre variados tipos de compósitos, são os formados por um polímero e um reforço, os quais podem ser caracterizados por fibras longas, fibras curtas, partículas ou cristais. Segundo Sheikh-Ahmad (2009), os compósitos podem ser classificados de acordo com sua matriz, podendo ser constituídas por metal, cerâmica ou polímero. Outra classificação é dada em função do tipo de reforço, assim como sua orientação, que pode ser estruturada na forma de partículas, distribuídas de forma aleatória, seguindo alguma direção, ou em forma de fibras contínuas, descontínuas, alinhadas ou randômicas.

Também existem os compósitos híbridos, que podem ser formados por diferentes camadas com diversos tipos de materiais de fibra, ou variando a disposição das mesmas. Podem ainda ser adicionados materiais de núcleo, que tem como função principal o aumento do momento de inércia do laminado. Dessa forma o compósito deve resistir mais a esforços de flexão (SHEIKH-AHMAD, 2009).

Considerando um compósito laminado simples, formado por matriz e reforço, a tensão de escoamento do mesmo, bem como seu módulo de elasticidade, podem ser estimados de acordo com a regra das misturas, ou seja, enquanto outros tipos

de materiais tem sua tensão de escoamento determinada pela relação entre uma força aplicada e a área da seção transversal, até o momento em que o material passa para o regime plástico, os compósitos dependem da fração volumétrica e do módulo de elasticidade de cada um dos componentes envolvidos, como é mostrado nas Equações 1 e 2 (CALLISTER, 2008).

$$E_c = V_m * E_m + V_f * E_f \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

E_c = Módulo de Elasticidade do Compósito

V_m = Fração Volumétrica da Matriz

E_m = Módulo de Elasticidade da Matriz

V_f = Fração Volumétrica do Reforço

E_f = Módulo de Elasticidade do Reforço

Já a Equação 2 é utilizada para encontrar o valor da tensão de escoamento do material compósito:

$$\sigma_c = \sigma_m * V_m + \sigma_f * V_f \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

σ_c = Tensão de Escoamento do Compósito

σ_m = Tensão de Escoamento da Matriz

V_m = Fração Volumétrica da Matriz

σ_f = Tensão de Escoamento do Reforço

V_f = Fração Volumétrica do Reforço

Para compósitos formados com tecidos que possuam mais de uma orientação definida, a tensão depende ainda da fração do reforço em cada uma das direções (CALLISTER, 2008).

Os compósitos utilizados na indústria naval, na maioria dos casos, não são laminados simples, e possuem um material de núcleo. Os materiais de núcleo mais utilizados são as espumas de policloreto de vinila (PVC), poliuretano (PU), *Honeycomb*, madeira, entre outros.

Segundo Nasseh (2011), as camadas de laminado são geralmente formadas por fibras de vidro, como material de reforço, e resina como matriz polimérica,

podendo ser de poliéster, éster vinílico ou epóxi, cada uma com características específicas e passíveis de aplicações em diversas situações, no caso de embarcações de competição e militares, materiais como fibras de aramida e carbono podem ser utilizadas como reforço.

Dentro das características mais importantes nas matrizes aplicadas no meio náutico, a resina epóxi se destaca por suas propriedades de adesão, baixa absorção de água, resistência mecânica, entre outras. Neste trabalho, toda a abordagem experimental ocorreu com base na resina epóxi.

2.2 RESINA EPÓXI

As embarcações de recreio representam uma grande parte do mercado náutico. Esse tipo de embarcação, em sua maioria, utiliza como material de construção os compósitos, podendo ser construídas também em alumínio, madeira ou aço. No caso de construção em madeira, a resina epóxi é indicada como adesivo e impermeabilizante, realizando o que se conhece como selagem da peça. (NASSEH, 2011).

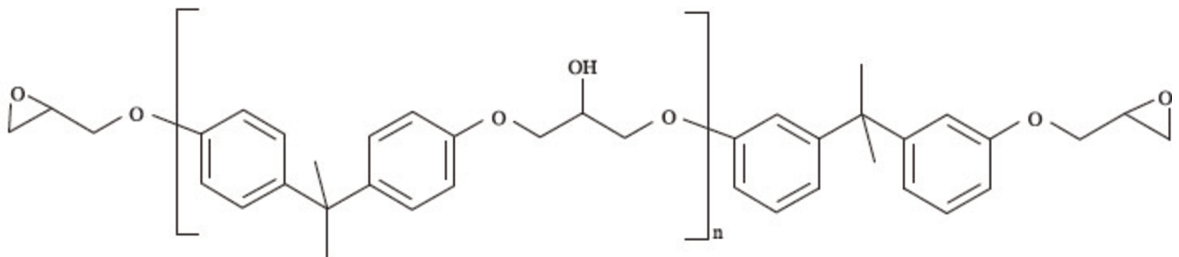
As resinas epóxi são conhecidas por apresentarem alto desempenho, e segundo Bennett-Huntley (2014), podem ser até três vezes mais fortes do que resinas éster vinílicas, sendo também termoestáveis e capazes de absorver impactos muito maiores do que resinas éster vinílicas ou poliéster, sem sofrer danos. Essa melhoria nas características é devido aos grupos aromáticos contidos na resina epóxi.

Além disso, elas têm alta resistência à degradação ambiental, e não empolam quando expostas à água. Caracterizadas pela presença de pelo menos dois grupos funcionais epóxi, são convertidas em um polímero termorrígido pela adição de um agente endurecedor, que será responsável pela formação das ligações cruzadas, provocando a cura do material.

Conforme estudos de Fernandes (2007) e Leite (2007), cerca de 90% da resina epóxi comercial é formada a partir da reação da epícloridrina com o bisfenol-A, sendo que essa reação resultará na resina diglicidil éter do bisfenol-A (DGEBA). Além da utilização do bisfenol-A, juntamente com a epícloridrina, existem outros difenóis que podem ser utilizados, como é o caso do bisfenol-F. Essa troca resulta em maior número de ligações cruzadas. A resina formada com a utilização deste é

conhecida como diglicidil éter do bisfenol-F (DGEBF), apresenta alta viscosidade em temperatura ambiente, e quando curada tem melhor desempenho mecânico, químico e térmico. A Figura 1 apresenta a estrutura química da resina DGEBA.

Figura 1 – Estrutura química da resina epóxi.



Fonte: Zacharuk et al. (2011).

Outra variação com relação ao difenol utilizado é o tetrabromobisfenol-A, que possui quatro moléculas de bromo e garantem à resina características autoextinguíveis, isto é, não propagação de chamas. Esse tipo de resina epóxi é conhecida como resina epóxi bromada (FERNANDES, 2007; LEITE, 2007).

Um fator que influencia as características finais da resina e o tempo de trabalho com a mesma, chamado *pot life*, é o tipo de agente de cura utilizado. Sem a utilização do endurecedor, as moléculas do epóxi em temperatura ambiente, no estado puro, não reagem umas com as outras, podendo ficar até anos armazenadas em um ambiente inerte.

As aminas são os agentes de cura mais comuns, porém, podem ser utilizados outras famílias de compostos como os anidridos. As aminas alifáticas, por exemplo, são responsáveis por uma cura rápida, em temperatura ambiente, e uma boa resistência química, enquanto os anidridos dificilmente reagem em temperatura ambiente, necessitando de temperatura para cura, garantindo melhor resistência térmica à resina. Por serem consideradas de alta qualidade e por terem alto valor agregado, as resinas epóxi são amplamente utilizadas em nanocompósitos e laminados de alta performance (FERNANDES, 2007; LEITE, 2007).

2.3 NANOCOMPÓSITOS

São classificados nanocompósitos os materiais compósitos que possuem como reforço algum elemento de escala nanométrica. Se comportam de tal maneira, que o material disperso evita o movimento das cadeias do polímero e a deformação plástica é restringida de modo que os limites de escoamento e de resistência à tração, assim como a dureza, são aumentados. Sendo assim, a regra das misturas não fornece resultados preciso aos nanocompósitos, e o limite de solubilidade para a adição de nanopartículas depende da disposição das cadeias do polímero (CAMARGO et al., 2009).

Segundo Callister (2008), o diâmetro das partículas é geralmente entre 10 e 100 nanômetros, por esse motivo é muito difícil realizar a dispersão das mesmas na matriz. Para Jeon e Baek (2010), a completa difusão das partículas na matriz é necessária para que as propriedades das mesmas possam ser observadas no compósito final. Caso haja aglomeração ou adição ineficiente das partículas, as propriedades deste podem mudar drasticamente, podendo facilmente sofrer redução.

Existem diferentes formas de dispersar o reforço nanométrico na matriz. Ainda segundo Jeon e Baek (2010), as rotas tradicionais para preparação dos nanocompósitos podem consistir na polimerização intercalada *in situ*, fundição do polímero com o reforço, utilização de uma matriz hospedeira, mistura direta das partículas com o polímero, entre outros.

Suave (2008) classifica os métodos de dispersão em químicos e físicos e faz maior detalhamento sobre os últimos. Esses métodos podem ser realizados por sonicação, utilizando sonda de alta energia, ou moagem, e ainda cita que os métodos químicos de dispersão podem trazer resultados indesejáveis aos compósitos, como no caso do uso de surfactantes, que apesar de muitas vezes ajudarem na dispersão, podem causar problemas de cristalinidade do polímero ou na condutividade térmica do mesmo.

Um dos materiais que vem sendo pesquisado como reforço para compósitos são os Hidróxidos Duplo Lamelares (HDLs). Esses já possuem várias aplicações em diversas áreas, como farmacêutica, adsorventes, usados principalmente no tratamento de efluentes industriais, catalisadores, retardantes de chamas, entre outros (CAVANI; TRIFFIRÒ; VACCARI, 1991).

Wang (2011) em seu trabalho dispersou diferentes proporções do HDL, formado a partir de óxido de alumínio, em diferentes matrizes, polipropileno (PP), poliestireno (PS) e polivinil álcool (PVA), com a finalidade de verificar o retardamento de chamas. Segundo este autor, em todas as proporções utilizadas, 3, 5 e 10% em massa, foi possível observar que os materiais foram eficazes com relação a degradação, quando comparado aos polímeros sem adição de carga.

Para o polietileno (PE) e polimetil metacrilato (PMMA), Manzi-Nshuti et al. (2009), utilizando como reforço HDL de ZnAl e MgAl, com 1, 3, 5 e 10% em massa, relatam redução na taxa média de perda de massa, quase que proporcional ao aumento da porcentagem de reforço.

Além dos HDLs que são materiais dispostos em camadas, existe uma outra classe de material que se encontra sob a mesma configuração, que são os nanosilicatos. Assim como os demais tipos de carga, esses também são responsáveis por melhorar as propriedades do compósito em vários aspectos, porém, em muitos casos pode ocorrer uma redução de algumas propriedades. Para o Polipropileno (PP) e para o Poliestireno (PS), foram relatados que a resistência ao impacto e a transparência dos mesmos foram reduzidas (KE; STROEVE, 2005).

Com relação às propriedades que foram agregadas de forma benéfica aos polímeros, podem ser citados o módulo de elasticidade, aumentado entre 1,6 e 2%, temperatura de distorção, aumentada entre 10 e 20°C para polímeros amorfos e 80 a 90°C para polímeros cristalinos, resistência contra a água, entre outros (KE; STROEVE, 2005).

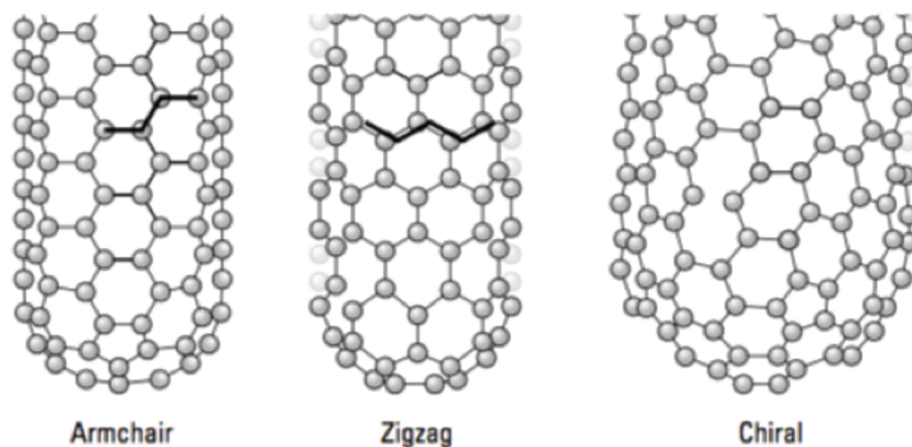
Como parte da classe de reforços particulados utilizados na indústria dos materiais, especificamente em compósitos, encontram-se os nanotubos de carbono. Em ascendência no cenário atual, vem sendo estudados como reforço de matrizes devido sua capacidade única de resistir a esforços quando dispersos em matrizes poliméricas. Nanotubos individuais, por exemplo, tem a capacidade de resistir 100 vezes mais à tensão de escoamento do que o aço, com menos de um sexto do peso, e podem ser classificados como materiais de uma única dimensão. (WYPYCH; SATYANARAYANA, 2005).

2.4 NANOTUBOS DE CARBONO

A produção dos NTC ocorre principalmente por três métodos: deposição química de vapor, descarga por arco elétrico e ablação por laser. Os últimos dois se baseiam na deposição de átomos de carbono sublimados gerados pela evaporação do grafite sólido. Já a deposição química consiste na decomposição de uma fonte de carbono gasoso fazendo com que os nanotubos sejam depositados em um substrato e cresçam a partir deste (SUAVE, 2008).

Os nanotubos de carbono são classificados de duas formas: nanotubos de parede múltipla (NTCPM) e nanotubos de parede simples (NTCPS). São definidos como microcristais tubulares de grafite, sendo constituídos de uma ou mais camadas, o que gera suas duas designações. A Figura 2 apresenta uma representação esquemática da estrutura dos NTC, a qual é formada através de uma rede hexagonal de átomos de carbono trivalente, onde cada átomo está ligado a três outros átomos vizinhos.

Figura 2 – Estrutura atômica dos nanotubos de carbono.



Fonte: Booker; Boysen (2005).

NTCPM consistem em diversos cilindros concêntricos dispostos de maneira que seu núcleo se encontra vazio e a distância entre camadas é constante. Apresentam diâmetros na ordem de 2 a 25 nm, enquanto os NTCPS estão entre 1 e 2 nm (ARAÚJO, 2010).

Como citado previamente, os nanotubos de carbono tiveram sua primeira aparição em um estudo feito por Sumio Iijima (IJIMA, 1991), que identificou os eletrodos usados para preparação de fulerenos pelo processo de evaporação por descarga elétrica de finas agulhas de carbono, sendo estas os NTCPM. Já a descoberta dos NTCPS deu-se dois anos depois, por Iijima e Ichihashi (IJIMA; ICHIHASHI, 1993), obtendo nanotubos com cerca de um nanômetro de diâmetro através do mesmo processo de síntese.

De modo a superar a dificuldade da caracterização das propriedades mecânicas dos NTC devido ao tamanho das partículas, utiliza-se como referência o grafite. Antonucci, Hsiao e Adavani (2003) encontraram em seus ensaios valores para módulo de elasticidade e resistência a tração de lamelas de grafite de 1,06 TPa e 0,8 TPa, respectivamente. Em estudos realizados por Ajayan (1999) foram obtidos valores de 1,8 TPa e 0,03 TPa para as mesmas propriedades em NTCPM. Callister (2008) aponta valores para resistência a tração entre 2500 e 4500 MPa e módulo de elasticidade entre 230 e 400 GPa para a fibra de carbono. Sendo assim, é possível notar que os nanotubos de carbono alcançam números para módulo de elasticidade aproximadamente 7 vezes maior se comparados a fibra de carbono.

3. METODOLOGIA

O presente trabalho apresenta os resultados de uma pesquisa experimental, cujo objetivo foi identificar relações casuais entre variáveis através de três meios: variação da causa, controle das variáveis interferentes e medição dos efeitos. Deste modo, nesta seção será descrita a metodologia empregada na avaliação das propriedades mecânicas de nanocompósitos de epóxi/NTC. Para este estudo, corpos de prova (CDP) com diferentes porcentagens de NTC foram confeccionados e ensaiados para avaliação da resistência a tração, módulo de elasticidade dinâmico e dureza.

Dados obtidos nos ensaios foram comparados a amostras base que não possuem em sua composição aditivos nanoestruturados. Desta maneira, torna-se possível a análise da influência da utilização dos NTC nas propriedades finais do compósito.

A seguir, serão descritas todas as etapas da parte experimental deste trabalho, desde a confecção dos CDP até os ensaios em laboratórios, bem como as técnicas empregadas para as caracterizações.

3.1 MOLDE

De modo a seguir as prescrições da norma ASTM D 3039, fez-se necessário a construção de um molde para vazamento da mistura matriz/reforço para obtenção dos corpos de prova com geometria precisa e adequada para os ensaios.

Como primeira alternativa, foi fabricado um molde com borracha de silicone, o qual torna o desmolde uma ação simples, porém, após a utilização deste para confecção das amostras, verificou-se um desgaste prematuro, impedindo que as peças fossem confeccionadas com geometria exata. Problema semelhante ao encontrado no estudo de Garcia (2015), o qual dispersou NTC em epóxi para avaliação de propriedades elétricas.

Como opção para solucionar este problema, optou-se pela construção de um molde metálico usinado. Realizou-se o projeto com cotas em *AutoCad* e com o apoio da *Usimega Usinagem* foi fabricado o molde a partir de um bloco de alumínio 7075.

A escolha do material foi pensada de modo que fosse possível realizar um ciclo térmico a baixa temperatura no conjunto de amostras ainda no molde e que este apresentasse uma dilatação, o que facilitaria o desmolde dos corpos de prova. Nos ensaios, comprovou-se que esta técnica, juntamente dos furos auxiliares que foram projetados, foram eficazes na retirada das peças. Na Figura 3 é apresentada o molde usinado.

Figura 3 – Molde após o processo de usinagem.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Conforme é possível observar, foram projetados espaços para cinco corpos de prova para ensaio de dureza, os quais também podem ser utilizados para ensaio de excitação por impulso e tração.

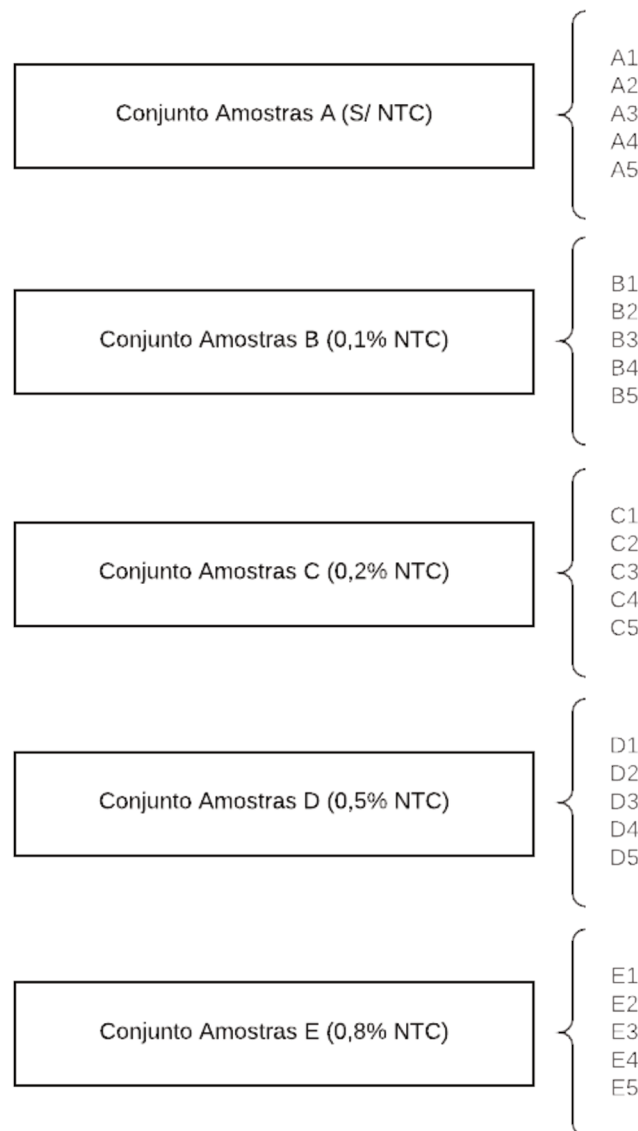
3.2 DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS

A obtenção dos corpos de prova se fundamentou na variação da porcentagem de nanotubos de carbono em relação à resina em cada conjunto de amostras, permitindo assim a análise e comparação dos resultados obtidos nos

ensaios. Os percentuais utilizados foram 0,0; 0,1; 0,2; 0,4 e 0,8% em massa de resina epóxi de NTC.

A Figura 4 apresenta esquematicamente a nomenclatura que foi adotada para identificação das amostras, bem como a quantidade de corpos que foram confeccionados para os ensaios. Nomeados com uma única letra antes da numeração (Ex.: CDP A1), indicando o grupo ao qual pertencem, foram os que passaram por ensaios de dureza Shore, excitação por impulso e tração.

Figura 4 – Esquema de identificação das amostras.



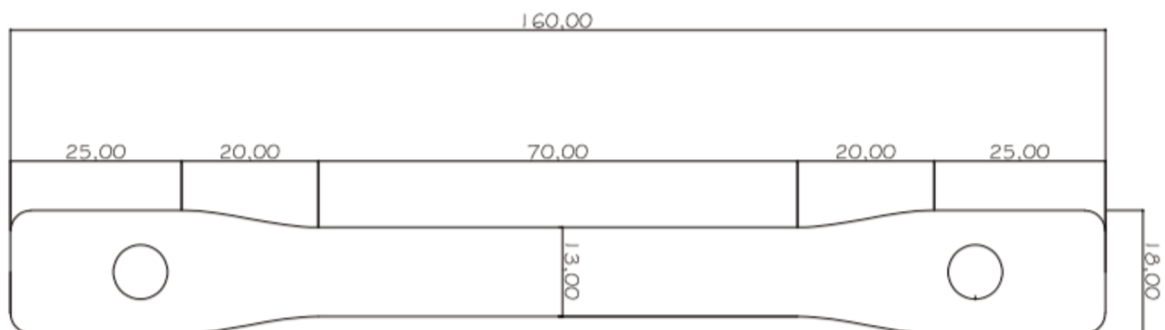
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Foram confeccionados no total 25 corpos de prova para a realização ensaios de dureza Shore, excitação por impulso e resistência à tração, considerando as amostras base como sendo constituídas apenas de resina epóxi livre de reforços ou carga, foram garantidas as mesmas condições e metodologia de fabricação para todos.

Quando se trata de ensaio de tração, as amostras apresentam diferentes formatos, uma vez que a norma ASTM D3039 (1995) especifica diferentes formatos aceitos para validação dos resultados. São constituídas de uma região de menor largura, conhecida como região útil, onde de fato irá ocorrer a ruptura do material. Esta é fixada à máquina por meio das cabeças, ou seja, região com maior secção transversal, o que induz a fratura a ocorrer no local esperado, também auxiliando na garantia de uma força axial atuante na peça.

A Figura 5 contém as cotas que foram utilizadas para os CDP.

Figura 5 – Cotas dos corpos de prova em milímetros.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Por se tratar de um ensaio não-destrutivo, o ensaio de dureza Shore pôde ser realizado em todas as amostras sem que houvesse nenhum dano nestas, utilizando a região da cabeça do corpo de prova para realização das medições, assim como foram utilizados para o ensaio de vibração sem que houvesse danos às peças.

3.3 DISPERSÃO DOS NANOTUBOS DE CARBONO NA MATRIZ

Mesmo com os crescentes estudos realizados em torno da dispersão dos nanotubos de carbono em diferentes matrizes, seu desenvolvimento ainda não alcança grandes patamares práticos. Isto devido à grande dificuldade encontrada no processamento e limitação nas porcentagens utilizadas em matrizes poliméricas. O tamanho nanométrico e sua extensa área superficial por unidade de volume intensifica a formação de aglomerados influenciando, também, nas ligações intermoleculares do compósito (PILLAI; RAY, 2011). Devido a intrínseca força de atração de *Van der Waals* e alta razão de aspecto exibida nos NTC, os tubos tendem a se atrair, dificultando muito sua dissolução na maioria dos solventes.

De modo a obter uma mistura entre reforço e matriz homogênea, alguns procedimentos devem ser tomados evitando que sejam criados agrupamentos do material nanoestruturado. As áreas que contém essa dispersão irregular podem enfraquecer o material como um todo, favorecendo sua falha.

Após alguns testes preliminares, a metodologia escolhida foi a sonicação e agitação magnética intercaladas da mistura antes do vazamento no molde. Sonicação é um processo muito utilizado na área de nanomateriais, auxilia na dispersão destes em diferentes tipos de matrizes através de agitação das partículas com ondas sonoras, aumentando a eficiência da dissolução dos aglomerados no solvente líquido (URBANSKI et al., 2010).

Optou-se por realizar o banho ultrassônico à temperatura ambiente, e os tempos foram definidos de acordo com experimentos semelhantes encontrados na literatura, como SUAVE (2008).

O agitador magnético tem seu funcionamento baseado em um motor de velocidade regulável ligado a um ímã, o que permite que com a rotação deste seja induzida em uma barra magnetizada também um movimento rotativo, que por se encontrar no interior da mistura, permite que as duas fases sejam homogeneizadas de maneira completa. A intercalação entre agitação à diferentes temperaturas foi proposta de modo a alcançar maior volatilização do solvente da mistura.

3.4 MATERIAIS

Os principais equipamentos e materiais utilizados na obtenção dos corpos de prova, assim como na realização dos ensaios, estão dispostos nas Tabela 1 e 2. Esses, em sua totalidade foram disponibilizados pelos diferentes laboratórios que se prontificaram a apoiar este estudo, da mesma maneira que as empresas *Barracuda Advanced Composites* e *Usimega Usinagem*, parceiras na resina epóxi e no processo de usinagem do molde, respectivamente.

Tabela 1 – Lista com fabricantes e modelos dos equipamentos utilizados.

Equipamento	Marca/Empresa	Modelo
Lavadora ultrassônica	UNIQUE	USC-1880A
Balança de precisão	Bioscale	FA2204
Molde metálico	Fabricação própria	-
Agitador Magnético	HJ	4
Bomba de vácuo rotativa	Prismatec	152
Estufa	FANEM	515
Durômetro	UHAG Metrology	Shore D
Máquina de Ensaio de Tração	MTS Criterion	45
Martelo de Impacto	PCB Piezotronics	086E80
Acelerômetro	PCB Piezotronics	320C52

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Tabela 2 – Lista com fabricantes e modelos dos materiais utilizados.

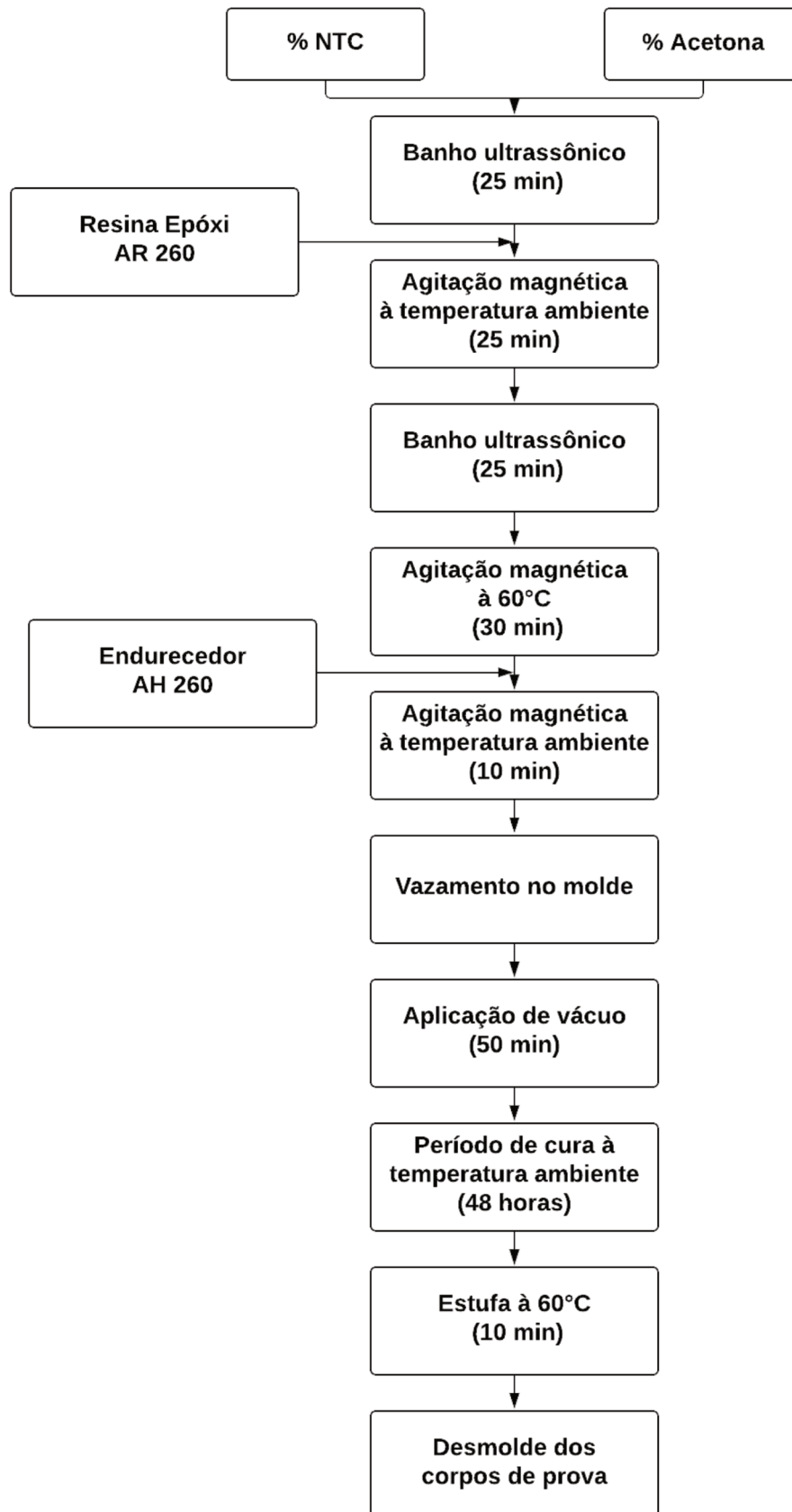
Produto	Marca/Empresa	Modelo
Resina/Endurecedor	Barracuda Composites	AR 260/ AH 260
Desmoldante	Polyecoper	Ecoglaze 25
Nanotubos de carbono	Nanocyl	NC7000
Acetona	Quiminorte	-

3.5 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Trabalhos como os de Wang et al. (2012) e Loos et al. (2008a e 2008b), relatam bons resultados na dispersão de NTC em matriz epoxídica através da utilização da acetona como solvente. Esta é misturada ao material nanoestruturado na resina, reduzindo sua viscosidade e facilitando a dispersão dos NTC.

A Figura 6 apresenta um fluxograma com as etapas realizadas para obtenção das amostras. O procedimento foi iniciado com a mistura do NTC em solvente (neste caso utilizou-se acetona 98%) através do sonicador. O recipiente foi parcialmente submerso em água destilada no interior da lavadora ultrassônica, local onde ocorre o banho ultrassônico (frequência de 37 kHz e potência de 132 W).

Figura 6 – Fluxograma da confecção dos corpos de prova.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Percebeu-se em alguns testes realizados que o tamanho do béquer utilizado influenciou na evaporação do solvente, isso por alguns recipientes de menor diâmetro oferecem menor área livre para liberação dos gases, dificultando a saída da acetona. Sendo assim, o escolhido possui 66 milímetros de diâmetro e 95 milímetros de altura, tendo este se mostrado eficiente na dispersão do material nanoestruturado.

Após 25 minutos, já pôde-se perceber a volatilização de grande parte da acetona e a mistura estava pronta para receber a resina epóxi que foi a matriz do compósito. Com esta adicionada, a etapa seguinte foi a agitação magnética à temperatura ambiente.

Com esta técnica foram obtidos bons resultados na dispersão dos compostos em uma análise visual, garantindo também uma padronização na faixa de rotação utilizada em todos os conjuntos de amostras. A medição da frequência angular foi feita utilizando um tacômetro digital, contudo, a viscosidade e coloração da mistura impediram que as aferições reais fossem obtidas. Ou seja, foi feita a verificação da velocidade de rotação (em rotações por minuto) com a máquina setada igualmente ao modo a que foi utilizada na confecção dos corpos de prova, porém com o béquer vazio e a barra magnetizada rotacionando no ar.

É evidente que as características da mistura reduziram significativamente a frequência, porém, esta medição foi feita apenas para obtenção da ordem de grandeza do valor, o qual foi verificado como em torno de 430 rotações por minuto.

Seguindo o procedimento adotado, o composto foi novamente submetido ao sonicador, onde permaneceu por mais 25 minutos. Esta etapa forneceu à mistura uma coloração totalmente preta.

De modo a evaporar qualquer excedente de acetona presente, utilizou-se o agitador magnético com o composto em banho-maria a aproximadamente 60°C, permitindo assim, um maior controle de temperatura com relação aquele obtido apenas com a chapa metálica aquecida do equipamento. A administração desta foi feita com um termômetro de escala interna com precisão de 1°C.

Após, houve a adição e dissolução do endurecedor AH-260, componente responsável pelo processo de cura e formação do compósito. Este procedimento foi realizado após a estabilização da temperatura do conjunto resina/reforço à temperatura ambiente, com 10 minutos de agitação magnética com velocidade de rotação constante.

Por fim, vazou-se a mistura no molde metálico até o preenchimento completo dos espaços para cinco corpos de prova para ensaio de tração. Conforme mostra a Figura 6, a bolsa de vácuo foi fechada por cima do molde e a mangueira de sucção da bomba conectada ao bico. A utilização da fita selante *Tacky Tape* é de extrema importância na garantia da pressão constante durante o período de aplicação do vácuo. Nos procedimentos realizados neste trabalho, os valores obtidos ficaram em torno de 530 mmHg. Após 50 minutos, a bomba foi desligada e as peças passaram pelo processo de cura por 48 horas, até o desmolde.

O desmolde foi realizado com o auxílio de uma estufa, a qual aqueceu o molde por 10 minutos à temperatura de 60°C, em cada conjunto de amostras. Assim, há uma pequena expansão do molde e as peças se descolam facilmente da superfície metálica.

Figura 7 – Fotografias do molde e da bolsa de vácuo sobre este.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

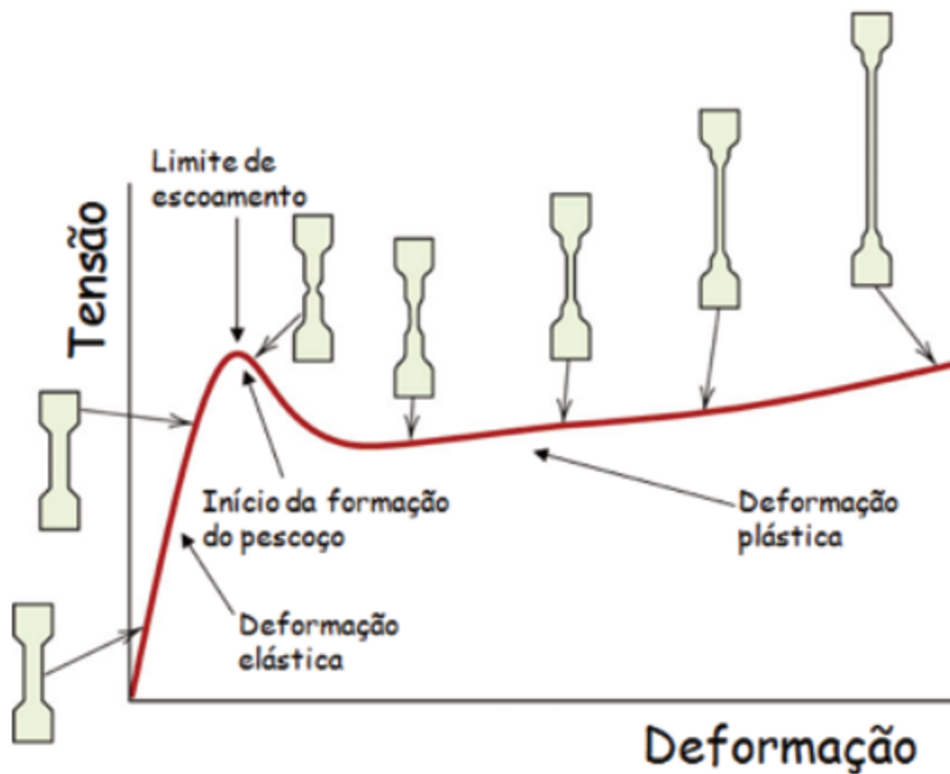
3.6 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Consiste em aplicação de carga uniaxial com o objetivo de alongar a peça até sua ruptura. Mede-se a variação do seu comprimento em função da força empregada, fornecendo resultados referentes às características mecânicas dos materiais. Amplamente adotado na indústria de compósitos, este ensaio fornece diferentes parâmetros úteis, sendo alguns deles o limite de resistência a tração, limite de escoamento, módulo de elasticidade, módulo de resiliência, módulo de tenacidade, ductilidade, coeficiente de encruamento e coeficiente de resistência (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008).

O esboço da curva de tensão de tração em função da deformação sofrida pelo corpo de prova é o resultado obtido com a realização desse ensaio destrutivo. Na Figura 8 é possível visualizar as regiões características de uma curva de tensão-deformação. Inicialmente, o material apresenta um comportamento elástico, onde qualquer que seja a deformação existente a amostra irá retornar à geometria inicial quando cessada a aplicação da força. Este comportamento se estende até o ponto conhecido como limite de elasticidade e em materiais linearmente elásticos, significa que a tensão é proporcional à deformação (RIBBELER, 2004).

O ponto denominado limite de escoamento representa o momento onde qualquer acréscimo de força aplicado fará com que o corpo se deforme permanentemente, deformação esta que faz parte do regime plástico do material. O termo estrição refere-se à redução na área transversal do corpo de prova com relação a força aplicada. É por este motivo que se utiliza a nomenclatura de tensão de ruptura real, ou seja, é medida com base nos valores de área real da secção transversal no exato momento da aplicação da carga, permitindo assim uma verificação do valor máximo de tensão suportado pelo material até sua ruptura (RIBBELER, 2004).

Figura 8 – Exemplo de curva tensão-deformação de polímeros.



Fonte: Barbosa et al. (2016).

Na maioria dos casos, a medida inicial da área e comprimento da amostra é usada, sendo então o valor máximo suportado denominado limite de resistência, e é este que será adotado nos cálculos de engenharia. Outros pontos importantes na leitura desta curva serão mais adiante discutidos, à medida que se analisam os resultados obtidos.

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Materiais (LabMat) da UFSC em Florianópolis, no dia 03 de maio de 2018, seguindo os procedimentos descritos na norma ASTM D3039, com a máquina MTS Criterion, modelo 45.

A velocidade para realização do ensaio foi de 5 mm/min, tendo sido determinada a partir de análises em referências bibliográficas e trabalhos semelhantes. Esta se mostrou adequada para o tipo de material, fornecendo curvas de tensão-deformação bem definidas. A célula de carga foi definida após um primeiro ensaio com amostras de sacrifício, com o qual foi possível determinar que a célula de 5 kN teria precisão suficiente para captar os resultados do teste.

O equipamento utilizado (Figura 9) possui a obtenção dos valores de deformação da peça por meio de extensômetro, o que torna o ensaio mais preciso e aumenta sua confiabilidade. Contudo, este é usado apenas nos primeiros instantes de cada medição com o objetivo de captar a deformação inicial precisamente, uma vez que a máquina apresenta pequenas folgas que afetariam os resultados. Com o passar deste primeiro estágio, o extensômetro deve ser removido e então os valores são medidos através do deslocamento da garra da máquina. No final, a curva tensão-deformação de cada CDP é plotada com a interpolação das medições.

Com os valores de espessura e largura medidos no micrômetro em 3 pontos ao longo da região útil de cada amostra, demonstrados no APÊNDICE A, obteve-se as áreas de secção transversal médias dos conjuntos de corpos. O arquivo de saída processado pelo computador que comanda a máquina de ensaio apresenta, além da curva já citada, a tensão de ruptura, módulo de elasticidade, limite de escoamento do material e alongamento na ruptura.

Figura 9 – Corpo de prova montado na máquina para ensaio de tração.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Na posterior análise dos dados obtidos, apresentados no APÊNDICE B, notaram-se amostras que, devido à imperfeições e pontos concentradores de tensão no seu interior, estariam afetando os resultados medidos com valores destoantes dos demais do seu grupo. Desta forma, optou-se por filtrar quatro corpos de prova de cada condição que apresentassem valores mais próximos entre si, indiferente da propriedade em análise, impedindo assim que as médias fossem influenciadas.

3.7 ENSAIO DE DUREZA

O ensaio de dureza foi realizado no dia 18 de abril de 2018 no Laboratório de Ensino de Materiais (CTJ), sendo utilizado um durômetro Shore D para realizar as aferições. A norma regulamentadora seguida foi a ASTM D2240 (2017), com o objetivo de avaliar o efeito da dispersão do reforço nanométrico na estrutura do material. Visto que a resina epóxi pura apresenta altos valores de dureza, a obtenção de aumento da resistência mecânica do compósito, conforme proposto neste trabalho, é de grande dificuldade.

Dureza pode ser caracterizada como a resistência de um material à indentação. Sua medição é classificada como um ensaio não destrutivo e consiste na aplicação de pressão através de uma ponta de penetração, obtendo assim uma pequena marca na superfície da peça (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008).

Esta propriedade é dependente da ligação atômica do material, sendo nas matrizes poliméricas reforçadas com nanotubos de carbono muito afetada pela dispersão destes no meio. A norma utilizada como referência para realização do ensaio, ASTM D2240 (2017), exige ao menos cinco medições em diferentes pontos de cada corpo de prova, tomando-se a média aritmética entre estas para análise dos resultados.

As medições devem ser realizadas com a amostra posicionada em uma superfície plana e o equipamento na posição vertical em relação a essa, com a verificação do valor medido após estabilização do equipamento. O durômetro Shore D é indicado para ensaios em materiais duros, sendo este o motivo de ter sido escolhido, além da praticidade para aplicação.

Neste tipo de ensaio os valores medidos possuem uma escala de 0 a 100, sendo 100 o equivalente a nenhuma penetração, alcançado por materiais de grande

dureza. Os CDP foram testados e seus valores foram anotados, para posterior tratamento estatístico. A Figura 10 representa o durômetro empregado nos testes.

Figura 10 – Durômetro Shore D comercial.



Fonte: TECNO Ferramentas (2018).

3.8 TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO

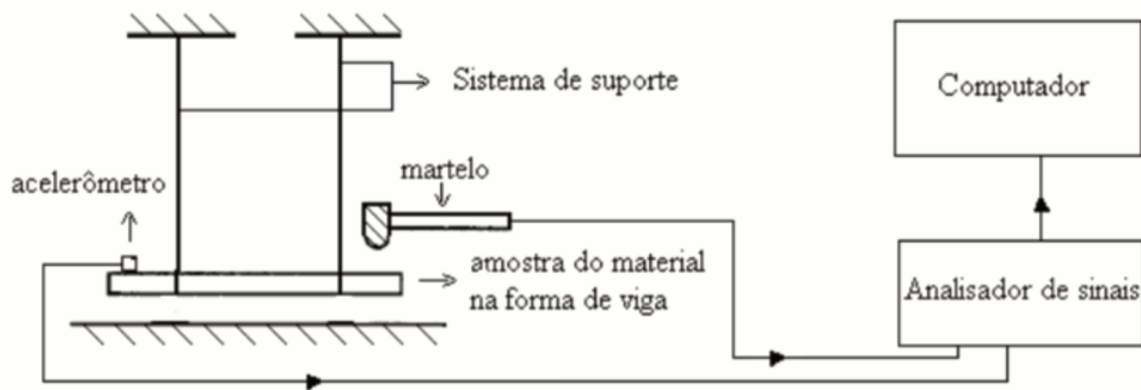
A técnica de excitação por impulso é um ensaio não destrutivo adotado para determinação do módulo de elasticidade dinâmico de diferentes materiais através das frequências naturais de vibração do modo de flexão da viga e seus parâmetros geométricos. É classificado como um método dinâmico e é vantajoso pela baixa aplicação de carga nos corpos de prova, além de necessitar de poucas amostras para caracterização.

Também normatizada pela *American Society for Testing and Materials* (ASTM), normativa E 1876 (2006), do ponto de vista experimental sua metodologia pode ser segmentada em etapas, sendo elas: excitação induzida pelo operador, processamento do sinal gerado e obtenção das frequências de ressonância. Após, a aplicação de formulações matemáticas para determinação do módulo de elasticidade dinâmico da amostra (ATCP ENGENHARIA FÍSICA, 2018).

O procedimento para realização deste ensaio compreende a suspensão do CDP através dos seus pontos e/ou linhas nodais, os quais não apresentam deslocamento no primeiro modo de flexão, caracterizando a amostra em condição

livre-livre quanto a seus apoios (FIORENTIN, 2007). A distância normalizada para apoio da viga se dá a $0,224 L$ da extremidade, onde L representa o comprimento total da peça. Um impacto de curta duração é gerado através de um martelo no centro da amostra, causando uma resposta oscilante do sistema. O esquema presente na Figura 11 demonstra os equipamentos necessários.

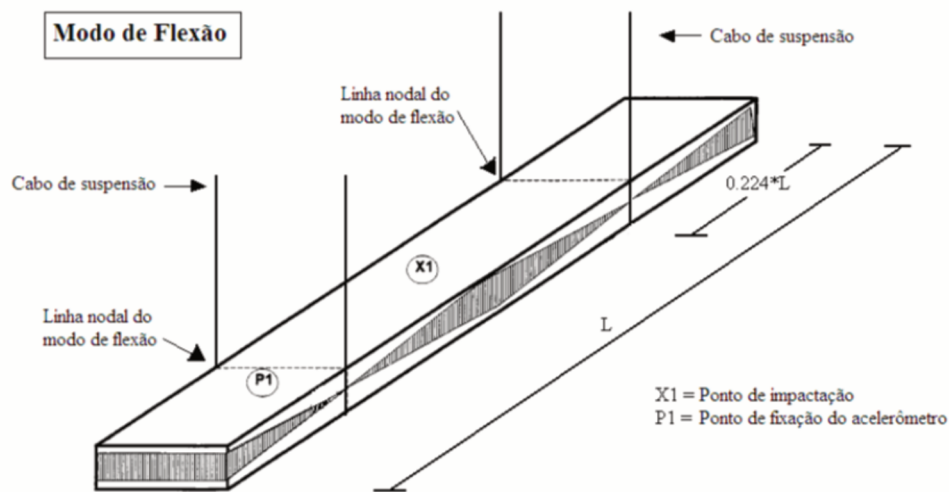
Figura 11 – Representação dos equipamentos necessários para o ensaio.



Fonte: Fiorentin (2007).

Além disso, um acelerômetro é posicionado sobre a cabeça do corpo de prova, permitindo assim a leitura das frequências de ressonância do corpo em vibração após o processamento do sinal elétrico pelo analisador de sinais. Ao seguir as normas propostas garante-se que o modo de flexão será o mais excitado pelo impacto, tornando a determinação da frequência mais precisa. Os posicionamentos citados foram normalizados, assim como o ponto de impactação, conforme Figura 12.

Figura 12 – Parâmetros do ensaio.



Fonte: Fiorentin (2007).

A segunda parte da metodologia, como mencionado anteriormente, corresponde na aplicação do equacionamento matemático que relaciona as frequências de ressonância com o módulo de elasticidade dinâmico (E), ou módulo de Young, através da Equação 3:

$$E = 0,9465 \left(\frac{m f_f^2}{b} \right) \left(\frac{L^3}{t^3} \right) T_1 \quad \text{Equação 3}$$

Onde m corresponde a massa da viga (g), f_f a frequência fundamental de ressonância da viga em flexão (Hz), b , t e L a largura, espessura e comprimento da viga em milímetros, respectivamente. Para o fator de correção T_1 , tem-se a Equação 4:

$$T_1 = 1,000 + 6,585 \left(\frac{t}{L} \right)^2 \quad \text{Equação 4}$$

É importante salientar que a Equação 3, proposta na norma para determinação do módulo, é aplicável em corpos de prova no formato de viga, ou seja, que apresentam formato retangular. Sendo assim, as amostras desenvolvidas

neste trabalho não estariam de acordo com esta premissa, invalidando a utilização deste equacionamento. Entretanto, observa-se que o parâmetro dominante no primeiro modo de flexão de uma viga é seu comprimento, onde sua largura não afeta em grandes proporções o resultado.

Por este motivo, considerou-se que o erro obtido com a aplicação da Equação 3 para determinação do módulo está dentro dos limites aceitáveis para a técnica, ainda permitindo a futura comparação com os valores encontrados no ensaio de tração. O ensaio foi realizado no dia 27 de abril de 2018 no Laboratório de Vibrações e Acústica do CTJ, seguindo os procedimentos regulamentados na ASTM E 1876 (2006). As medidas de espessura e largura das amostras, necessárias na formulação do módulo de Young, foram feitas utilizando um micrômetro com resolução de 0,001 mm em três pontos ao longo da sua região útil.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção serão avaliados os resultados obtidos em cada um dos ensaios realizados nas amostras de nanotubos de carbono dispersos em matriz epóxi, sendo eles o de dureza, excitação por impulso e tração.

A aplicação das duas técnicas para obtenção do módulo de elasticidade, permite uma comparação entre elas, de modo a definir qual a mais indicada para o tipo de material em questão. Será utilizada no tratamento estatístico dos dados a técnica de distribuição t de student com intervalo de confiança de 95%.

Previamente à análise, foi proposta uma avaliação da qualidade dos corpos de prova resultantes da construção do molde metálico, como alternativa ao anterior de borracha de silicone.

4.1 MOLDE METÁLICO

A construção do molde usinado baseada na ASTM D3039 (1995) se mostrou satisfatória quanto à precisão das medidas dos corpos de prova. As cotas de largura e comprimento total foram garantidas, de maneira que a única dimensão que apresentou maiores variações foi a espessura ao longo das amostras, isto devido à face superior destas terem sido curadas expostas ao ambiente, ou seja, sem nenhuma superfície do molde para delimitar esta medida.

Em testes preliminares a tampa construída no molde, a qual teria como função manter a espessura constante em todos os CDP, se mostrou prejudicial à estrutura do material, uma vez que se usada, o vácuo aplicado não era capaz de induzir a saída do ar do interior da amostra. Com isso, era notória a presença de bolhas e defeitos na superfície do corpo. A única solução encontrada foi manter o molde sem a tampa, porém sujeitando as amostras a possíveis variações na área de secção transversal. A Tabela 3 apresenta a diferença percentual entre os valores teóricos e aqueles calculados com os CDP obtidos, tornando perceptível a menor contração sofrida pela resina à medida que a porcentagem de carga de NTC era aumentada.

Tabela 3 – Comparação entre áreas de secção transversal teóricas e reais.

Amostras	Área da secção transversal (mm ²)		Desvio Padrão	Diferença %
	Média Real	Média Teórica		
S/ NTC	39,90	39,00	0,64	2,3%
0,1% NTC	39,81	39,00	0,57	2,1%
0,2% NTC	39,28	39,00	0,20	0,7%
0,5% NTC	43,63	39,00	3,28	11,9%
0,8% NTC	43,17	39,00	2,95	10,7%

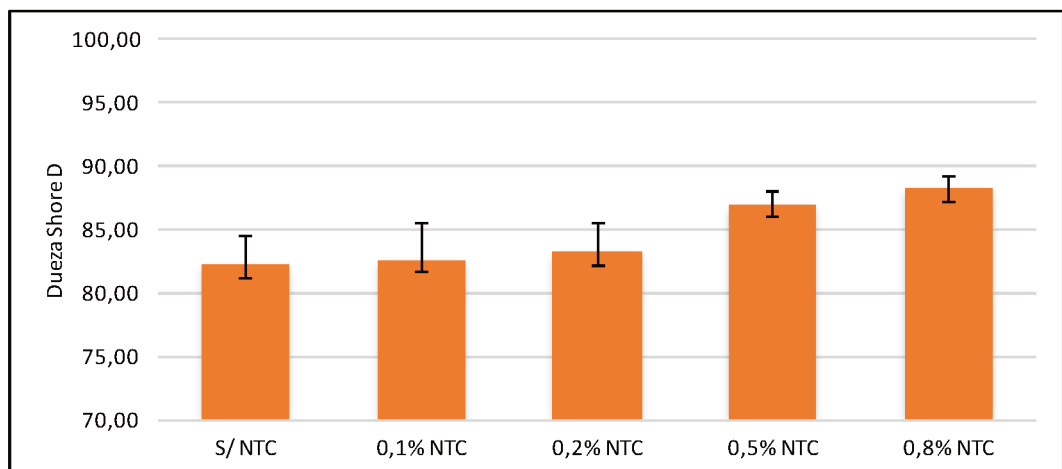
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

4.2 ENSAIO DE DUREZA

A análise da influência da adição dos nanotubos de carbono em matriz epóxi na dureza do compósito final pode ser realizada através do ensaio de dureza Shore D, indicado para materiais que apresentam valores elevados de resistência a indentação. Conforme normatiza a ASTM D2240 (2017), as medições foram feitas em diferentes pontos da amostra, sendo cinco aferições em cada uma delas.

Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente e estão apresentados na Figura 13.

Figura 13 – Resultados do ensaio de dureza Shore D.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

A metodologia proposta para dispersão do reforço na matriz se mostrou satisfatória quanto à homogeneidade dos CDP, com a qual foi possível manter padronizada a obtenção das amostras. Para uma análise mais profunda, uma microscopia eletrônica de varredura poderia ter sido realizada.

Como é possível notar na Figura 13, houve um crescimento dos valores de dureza à medida que a porcentagem do aditivo aumentou. Isso era esperado, uma vez que amostras com dispersões homogêneas e em maiores quantidades apresentam restrição na mobilidade molecular, resultando no aumento da dureza dos nanocompósitos. Nos corpos de prova com 0,1% e 0,2% de NTC não foi possível afirmar que seus valores de dureza foram maiores do que os sem a sua presença. Já os dois grupos com as maiores porcentagens de aditivo, 0,5% e 0,8%, exibiram maiores durezas, sendo confirmadas pelos intervalos de confiança também presentes na Figura 13, alcançando valores médios de 86,9 e 88,2, respectivamente. Os valores de todas as medições estão dispostos no APÊNDICE C.

Uma das dificuldades encontradas na realização deste ensaio é a grande influência de pequenas bolhas e imperfeições na superfície do material na medição realizada. Isto se deve à ponta de contato do durômetro ser de pequena dimensão, o que acaba permitindo a detecção destas falhas na face da amostra. Em alguns casos, o processo de aplicação de vácuo e cura não foi capaz de retirar por completo o ar presente no interior das amostras.

Na generalidade, a diferença percentual nos valores dos corpos com e sem NTC, 5,8 e 7,4% nos últimos dois conjuntos, é considerável se comparada com os encontrados por Al-rawi e Madhi (2016) de 1,6 e 2,0% para amostras com 0,5 e 0,75% NTC, respectivamente. Por outro lado, Özaslan et al. (2017) alcançaram aumentos de aproximadamente 18 e 14% para as mesmas porcentagens de nanotubos de carbono.

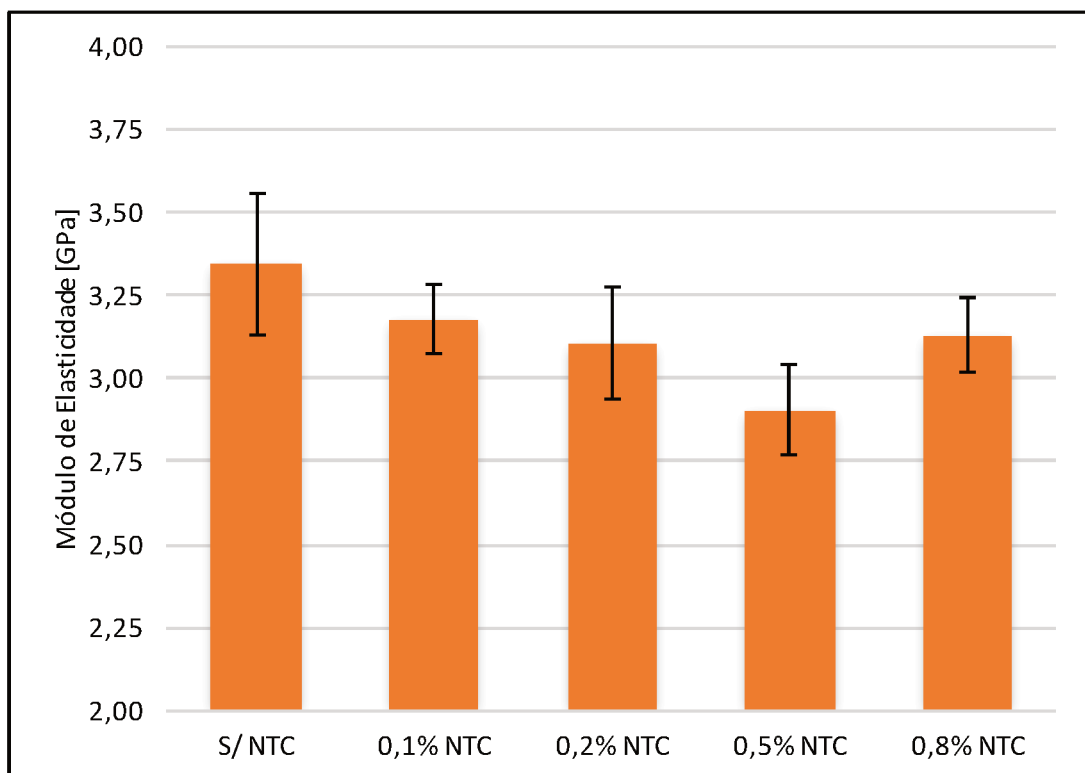
4.3 ENSAIO DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO

O ensaio responsável pela análise do módulo de elasticidade dinâmico das amostras pode ser classificado como razoável, apresentando baixos valores de desvio padrão nas medições dos cinco corpos de prova de cada condição analisada (APÊNDICE D). Apesar disso, as respostas encontradas demonstram que o aumento da porcentagem de nanotubos de carbono não ocasionou aumento no módulo elástico dinâmico do material, podendo ser verificadas no APÊNDICE E.

Conforme a Figura 14 explicita através dos intervalos de confiança sobrepostos em relação ao eixo vertical, não é possível afirmar que houve mudanças nas propriedades do compósito final com a adição do reforço nanométrico.

Vale ressaltar que o procedimento de impactação na amostra é feito manualmente, o que pode acabar introduzindo incertezas nas medições. Por este motivo, cada avaliação da frequência de ressonância foi confirmada por no mínimo dois testes.

Figura 14 – Valores obtidos no ensaio de excitação por impulso.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

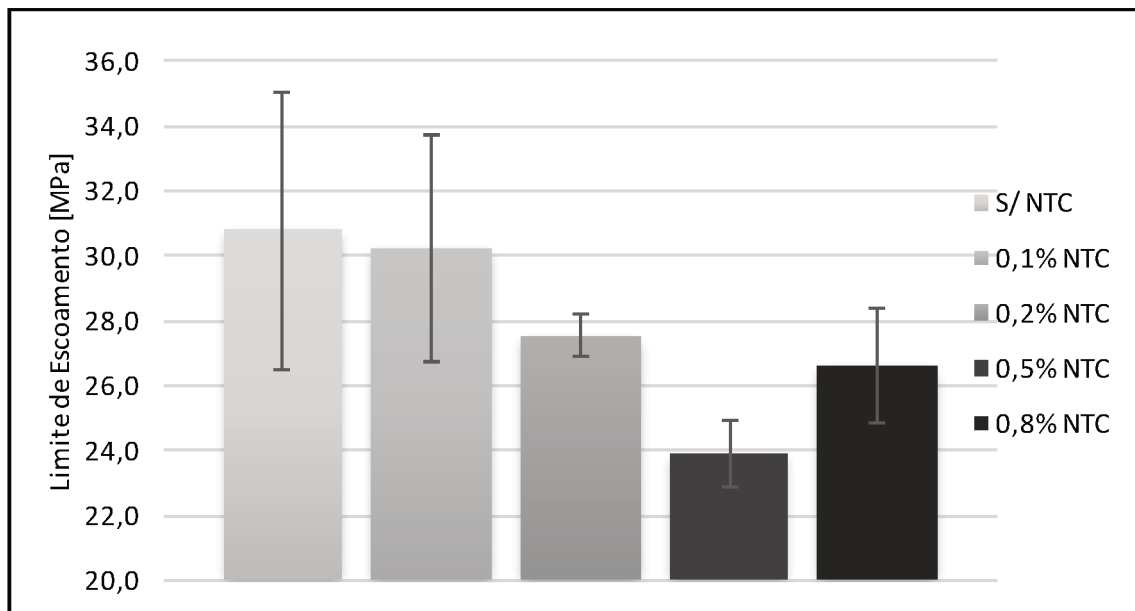
4.4 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Apesar dos resultados demonstrarem consistência na obtenção das amostras, existe a possibilidade da existência nos CDP de defeitos oriundos do processo de obtenção, os quais agem como pontos concentradores de tensão e podem interferir na redução das propriedades mecânicas.

Dos valores obtidos nos ensaios, serão discutidos e comparados entre amostras quatro deles, sendo limite de escoamento, tensão de ruptura, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura. As curvas de tensão-deformação das cinco condições estudadas estão dispostas no APÊNDICE F.

Sobre o limite de escoamento, explicitado graficamente na Figura 15, pode ser inferido que a adição do reforço atuou de maneira negativa na tensão de escoamento, podendo alcançar redução de até aproximadamente 22%, como é o caso do conjunto amostral com 0,5% NTC, ressaltando as incertezas envolvidas na obtenção deste ponto na curva tensão-deformação.

Figura 15 – Esboço dos limites de escoamento medidos para todos os conjuntos amostrais.

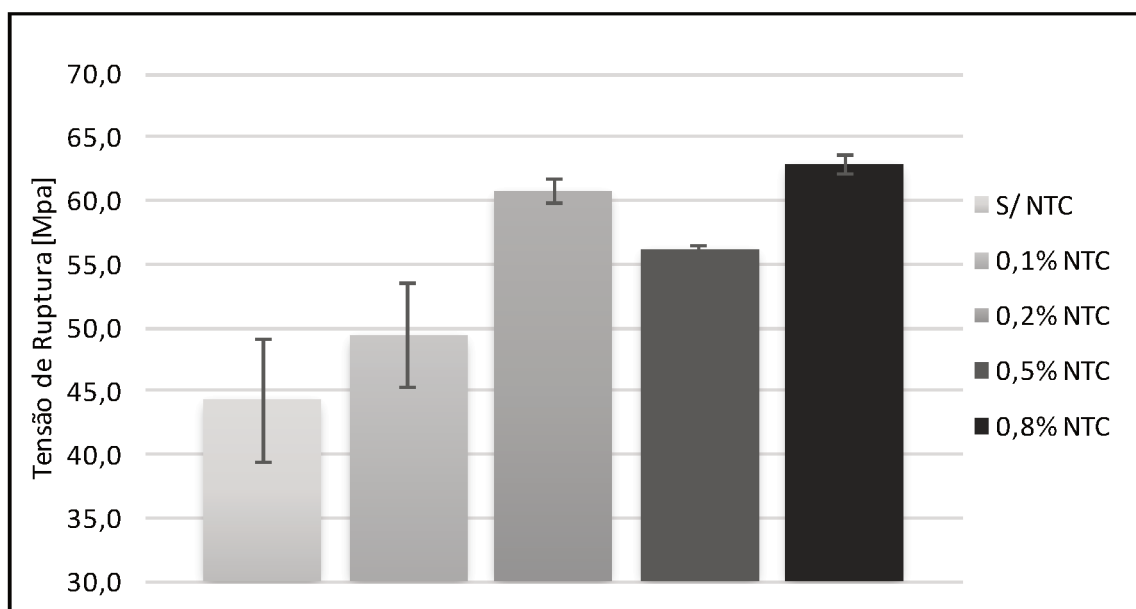


Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Como consequência, altos valores de desvio padrão foram encontrados em alguns dos conjuntos, não sendo possível afirmar que os CDP com 0,1, 0,2 e 0,8% de NTC apresentaram algum tipo de modificação no limite de escoamento se comparado às amostras base. Como já mencionado, os defeitos microestruturais ou superficiais que fragilizam o material afetam consideravelmente a média do grupo, ocasionado pelo pequeno conjunto amostral ensaiado. Entretanto, o reforço nanométrico ainda pode ser benéfico para a melhoria das propriedades do compósito epoxídico, como é notório na Figura 16, representação gráfica dos valores de tensão de ruptura obtidos no ensaio de tração.

Conforme já confirmado nos estudos de Suave (2008) e Loos et al. (2008a), a adição de 0,1% ou mais em massa de NTC aumenta a resistência à tração do material. Nesta pesquisa, os conjuntos amostrais com 0,2 e 0,8% NTC alcançaram incrementos de aproximadamente 37 e 41%, o que é muito satisfatório considerando a difícil homogeneização do aditivo na matriz.

Figura 16 – Tensão de ruptura média dos grupos amostrais medida no ensaio de resistência à tração.



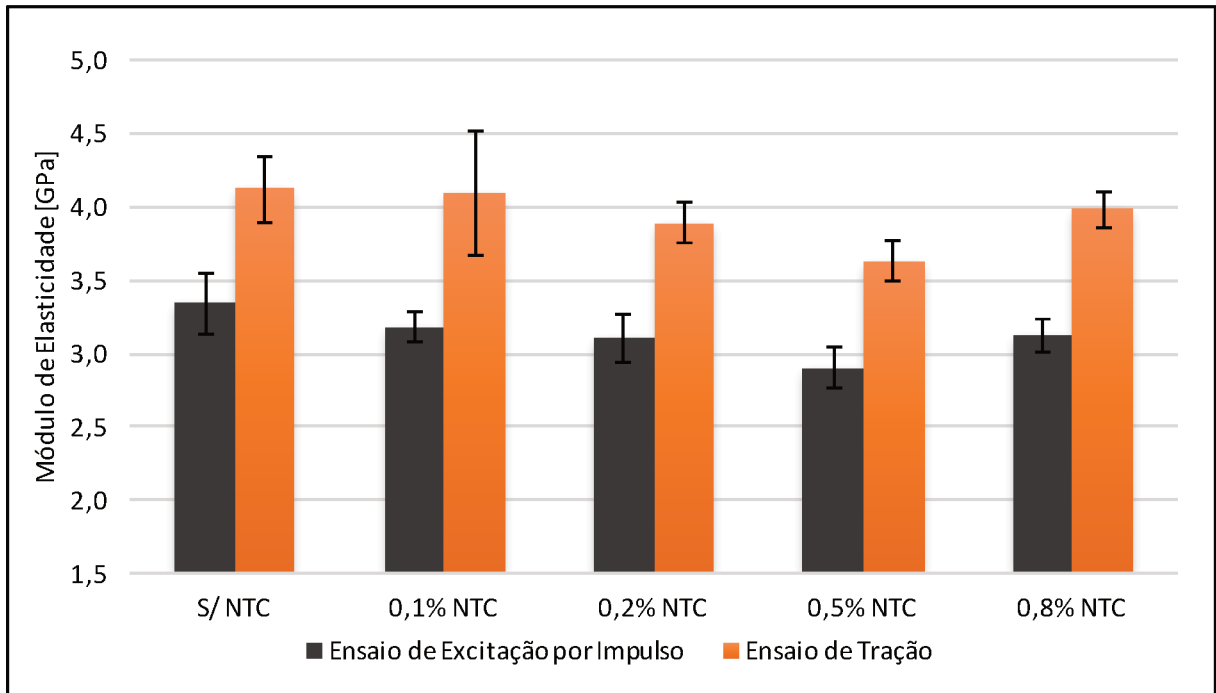
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Assim como já demonstrado no caso anterior, no ensaio de resistência à tração a propriedade que apresentou valores semelhantes com o aumento da porcentagem do reforço, foi o módulo de elasticidade. Conforme foi dito, esta medida é intrínseca aos materiais e fornece uma noção da sua rigidez, sendo muito utilizada para classificação de compósitos em geral. Neste caso, não se pode afirmar que houveram mudanças, confirmado pelos intervalos de confiança sobrepostos em cada uma das condições.

Tais valores podem ser resultantes de defeito no processo de dispersão e obtenção dos CDP, assim como bolhas no interior das peças. A Figura 17 explicita a comparação entre métodos para estimativa do módulo de elasticidade, onde a diferença é notória. Neste paralelo, nota-se que o ensaio de tração fornece resultados em média 25% mais altos, o que pode ser prejudicial à análise dos resultados caso seja a única fonte de obtenção de dados do estudo.

No trabalho de Loos et al. (2008b), valores entre 2,3 e 2,7 GPa foram encontrados para o módulo elástico em amostras com 0,10% de NTC dispersos em matriz epóxi. Já Suave (2008) obteve média de 5,4 GPa para corpos com a mesma quantidade de aditivo, confirmando a disparidade entre pesquisadores ocasionada também pela complexidade no processo de obtenção das amostras.

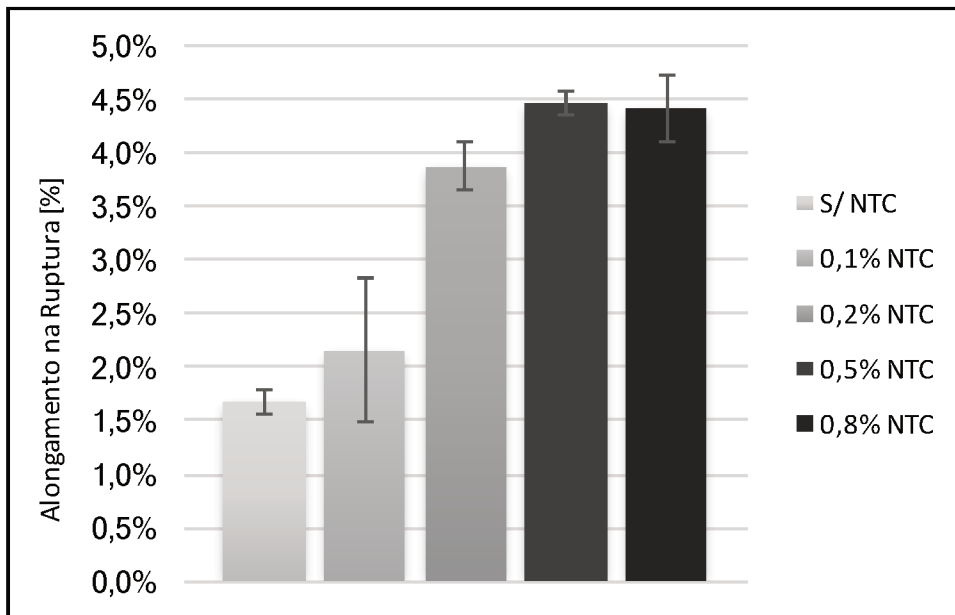
Figura 17 – Comparativo entre métodos para estimativa do módulo de elasticidade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

A última propriedade a ser avaliada foi o alongamento na ruptura, representado pela razão entre o comprimento final e o inicial após a fratura, fornecendo uma noção da capacidade do material de resistir a mudanças na geometria sem romper, sendo apresentada em termos de porcentagem. Os valores medidos no presente trabalho alcançaram aumentos significativos, conforme é possível notar na Figura 18.

Figura 18 – Medições de alongamento na ruptura, como porcentagem de aumento em relação ao tamanho inicial.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Como é visto, a adição dos nanotubos de carbono elevou a ductilidade do material, resultado contrário daqueles encontrados nas referências de estudos semelhantes, conforme anteriormente citado. Alcançando valores até 163% maiores que os da amostra base, os CDP com 0,8% NTC se mostraram com grande capacidade de deformação previamente à fratura. Também é notório os desvios padrões significantes encontrados em algumas amostras, como é o caso do conjunto B (0,1% NTC), pelos quais os motivos já foram mencionados.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho envolveu uma análise das propriedades mecânicas de nanocompósitos fabricados em matriz epóxi e nanotubos de carbono dispersos. A conclusão alcançada foi que a utilização do material nanoestruturado como reforço deve ser justificada com a necessidade de melhorias em propriedades específicas, de modo que a dispersão do NTC deve ser realizada conforme o procedimento definido, sendo este muito sensível a pequenos erros cometidos no processo.

Durante o estudo, as etapas adotadas seguem a aplicação da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada à Engenharia Naval, com análise conceitual do problema, fabricação de materiais, obtenção dos corpos de prova para ensaio, caracterização das amostras através de técnicas experimentais e discussão dos resultados encontrados.

A pesquisa contemplou a construção de moldes para obtenção dos corpos de prova, assim como experimentos para determinar o melhor procedimento de dispersão do aditivo na resina. Após, foram determinadas as cinco condições a serem estudadas, sendo elas com porcentagens de reforço variando de 0 a 0,8% NTC em massa. As amostras foram ensaiadas em dureza, excitação por impulso e tração, tornando possível a conclusão se a utilização do reforço apresenta benefícios em termos de propriedades mecânicas para o nanocompósitos.

No âmbito da obtenção dos corpos de prova, a construção do molde metálico se mostrou satisfatória, contudo, a não garantia de espessura constante dentre as peças acabou por prejudicar a análise dos resultados. Além disso, há presença de pontos concentradores de tensão no interior das amostras, resultantes da incapacidade do processo adotado em retirar por completo as bolhas presentes. Uma solução possível seria a utilização de molde fechado, onde a mistura seria injetada no seu interior e a cura se daria em estufa à vácuo. Alternativa esta, confirmada no trabalho de Wang et al. (2012), os quais alcançaram melhorias de até 27% na resistência a tração em amostras com 0,5% NTC.

Dentre os resultados encontrados, ficou comprovada a melhoria das propriedades de ductilidade e dureza das amostras, além da tensão de ruptura. Nota-se, assim, que o reforço nanométrico tem grande potencial de aplicação na

indústria náutica, principalmente em embarcações de alto desempenho para competição ou serviços específicos.

A proposta desenvolvida neste trabalho atendeu as expectativas, uma vez que parâmetros de grande importância no processo puderam ser determinados. A metodologia adotada para dispersão dos NTC, o material utilizado e a geometria do molde apresentaram bons resultados, além de pontos de melhoria e sugestões para trabalhos futuros terem sido ponderados. Tais sugestões estão dispostas abaixo.

- Confeccionar amostras utilizando o molde metálico fechado, realizando a cura da mistura em estufa à vácuo;
- Realizar ensaio de resistência à impacto nos corpos de prova;
- Realizar ensaio de inflamabilidade nos corpos de prova;
- Realizar análises térmicas (DSC e TGA) nas amostras;
- Investigar a influência da quantidade de acetona na homogeneização dos NTC em matriz epóxi;
- Investigar o efeito do aditivo nas propriedades elétricas do material;
- Realizar microscopia eletrônica de varredura nas amostras;
- Estudar aplicações práticas para o compósito, visando o ramo de embarcações de competição.

REFERÊNCIAS

AJAYAN, P. M. Nanotubes from Carbon. **Chemical Reviews**, v. 99, n. 7, p. 1787-1799, 1999.

AL-RAWI, K. R.; MADHI, N. H. Influence of Heat Treatment on Wear and Hardness Properties of MWCNTs Reinforced Epoxy nanocomposites. **Iraqi Journal of Science**. Caderno No. 4C, p. 2891-2897, Baghdad, set. 2016. Disponível em: <<https://bit.ly/2GYzzEt>>. Acesso em: 20 maio 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **D 2240-15e1**. Standard test method for Rubber Property—Durometer Hardness. nov. 2017. Disponível em: <<https://www.astm.org/Standards/D2240.htm>>. Acesso em: 17 abr. 2018.

_____. **D 3039**. Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. out. 1995. Disponível em: <https://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?D3039+14>. Acesso em: 25 abr. 2017.

_____. **E 1876-1**. Standard test method for dynamic young's modulus, shear modulus, and poisson's ratio by impulse excitation of vibration. set. 2006. Disponível em: <<https://www.astm.org/Standards/E1876.htm>>. Acesso em: 25 abr. 2018.

ANTONUCCI, V.; HSIAO, K.-T.; ADVANI, S. G. Review of polymer composites with carbon nanotubes. In: SHONAIKE, G.; ADVANI, S. (Ed.). **Advanced Polymeric Materials: Structure and Properties Relationships**. New York: CRC Press, 2003.

ARAÚJO, R. G. **Compósitos pvc / nanotubos de carbono: preparação e caracterização de propriedades elétricas, térmicas e mecânicas**. 103 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2010.

ASHRAFI, B.; HUBERT, P. Modeling the elastic properties of carbon nanotube array/polymer composites. **Composites Science and Technology**. n. 66, p. 387-396, 2006.

ATCP ENGENHARIA FÍSICA (São Paulo). **Técnica de excitação por impulso**. 2018. Disponível em: <<https://bit.ly/2JIAqL2>>. Acesso em: 2 maio 2018.

BARBOSA, L. A. et al. Polietileno de baixa densidade - PEBD: mercado, produção, principais propriedades e aplicações. **Espacios**, Porto Alegre, v. 38, n. 17, p.10-23, nov. 2016.

BENNETT-HUNTLEY, E. Epoxy resin vs vinylester vs polyester use and application overview. **Kent: Composite Resin Developments**, 2014. 4 p.

BOOKER, Richard; BOYSEN, Earl. **Nanotechnology for dummies**. Indianápolis: Wiley Publishing, Inc., 2005.

CALLISTER JUNIOR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais**. 7. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2008.

CAMARGO, P. H. C.; SATYANARAYANA, K. G.; WYPYCH, F. Nanocomposites: synthesis, structure, properties and new application opportunities. **Materials Research**. São Carlos, p. 1-39, 2009.

CAVANI, F.; TRIFFIRÒ, F.; VACCARI, A. Hydrotalcite-Type Anionic Clays: Preparation, Properties and Applications. **Catalysis Today**. Amsterdam, p. 173-301. nov. 1991. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/092058619180068K>>. Acesso em: 9 set. 2016.

FERNANDES, M. R. **Desenvolvimento de uma argamassa polimérica flexível de alto desempenho para o assentamento de cerâmica sobre metal**. 40 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2007.

FIORENTIN, T. A. **Estudo de geração de ruído em reatores de núcleo de ar**. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2007.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre dos. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: Ltc, 2008. 247 p.

GARCIA, J. A. **Utilização de nanotubos de carbono para blindagem eletromagnética: inserção em matriz de epóxi e compósitos epóxi/ fibra de vidro**. Joinville, 2015.

HERBST, M. H.; MACÊDO, M. I. F.; ROCCO, A. M. Tecnologia dos nanotubos de carbono: tendências e perspectivas de uma área multidisciplinar. **Química Nova**. v. 27, n. 6, p. 986-992, 2004.

IJIMA, S. Helical microtubules of graphitic carbono. **Nature**. v. 354, n. 6348, p. 56-58, 1991.

IJIMA, S.; ICHIHASHI, T. Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter. **Nature**, v. 363, p. 603-605, 1993.

JEON, I.; BAEK, J. Nanocomposites derived from polymers and inorganic nanoparticles. **Materials**. 21 p. 2010.

KE, Y. C.; STROEVE, P. **Polymer-Layered Silicate and Silica Nanocomposites**. Amsterdam: Elsevier, 2005.

LEITE, E. A. **Avaliação dos riscos ocupacionais provocados pela resina epóxi aos trabalhadores do setor de mármore e granitos de cachoeiro de Itapemirim-ES**. 2007. 102 f. Monografia (Especialização) - Curso de Especialização em Perícia Médica, Universidade Gama Filho e Fundação Unimed. Vitória, 2007.

LOOS, Marcio Rodrigo et al. Effect of Carbon Nanotubes Addition on the Mechanical and Thermal Properties of Epoxy Matrices. **Ibero-american Journal of Materials**. 347-352. maio 2008a.

_____. The effect of acetone addition on the properties of epoxy. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 18, n. 1, p.76-80, 2008b.

LOPES, M. C. et al. Otimização do processo de dispersão de nanotubos de carbono em poliuretano termorrígido. **Polímeros**. v. 26, n. 1, p. 81-91, 2016.

MANZI-NSHUTI, C. et al. Polymer Nanocomposites Using Zinc Aluminum and Magnesium Aluminum Oleate Layered Double Hydroxides: Effects of LDH Divalent Metals on Dispersion, Thermal, Mechanical and Fire Performance in Various Polymers. **Polymer**. New York, p. 3564-63574, jun. 2009. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386109004923>>. Acesso em: 15 jun. 2017.

MIRJALILI, V.; HUBERT, P. **Effect of carbono nanotube dispersion on the fracture toughness of polymers**. Disponível em: <<http://iccm-central.org/Proceedings/ICCM17proceedings/Themes/Nanocomposites/>>. Acesso em: 25 abr. 2017.

NASSEH, J. **Manual de construção de barcos**. Rio de Janeiro, 2011.

ÖZASLAN, D. et al. Mechanical and electrical properties of epoxy based thermoset resins reinforced with carbon nanotube (CNT). **9TH ANKARA INTERNATIONAL AEROSPACE CONFERENCE**. Ankara, set. 2017. Disponível em: <<https://bit.ly/2kxJ7xm>>. Acesso em: 20 maio 2018.

PILLAI, S. K.; RAY, S. S. Epoxy-based carbon nanotubes reinforced composites. In: REDDY, B. **Advances in nanocomposites: synthesis, characterization and industrial applications**. Londres: InTech, p. 727-792, 2011.

RIBBELER, R. C.. **Resistência dos materiais**. 5. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2004.

SHEIKH-AHMAD, Jamal Y. **Machining of Polymer Composites**. New York: Springer, 2009.

SUAVE, J. **Compósitos de epóxi com nanotubos de carbono de parede simples carboxilados**: Influência da adição de solventes e das condições de sonificação do processamento e nas propriedades. 2008. 123 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade do Estado de Santa Catarina. Joinville, 2008.

TECNO FERRAMENTAS (São Paulo). **Durômetro Escala de 0 a 100 Shore D**: Normas DIN 53505 e ASTM Tecno TEC-35540D. 2018. Disponível em: <<https://bit.ly/2jrjTNj>>. Acesso em: 2 maio 2018.

URBANSKI, K. et al. Novel method for cnts dispersion in fluids. In: INTERNATIONAL MICROELECTRONICS AND PACKAGING IMAPS- CPMT POLAND CONFERENCE, **Proceedings...** n. 34., p. 22 – 25, 2010.

WANG, N. **Flame retardancy of polymer nanocomposites based on layered aluminum phosphate and computational study of intercalation of amines into α -zirconium phosphate and adsorption of a model organic pollutant.** 117 f. Dissertação (Mestrado) - Master of Science, Marquette University. Milwaukee, 2011.

WANG, Z. et al. Effective Functionalization of Carbon Nanotubes for Bisphenol F Epoxy Matrix Composites. **Ibero-american Journal of Materials.** California, 2012. Disponível em: <<https://bit.ly/2JSFqxl>>. Acesso em: 9 abr. 2018.

WYPYCH, F.; SATYANARAYANA, K. G. Functionalization of single layers and nanofibers: a new strategy to produce polymer nanocomposites with optimized properties. **Journal of Colloid and Interface Science.** New York, fev. 2005. p. 532-543. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021979704012317>>. Acesso em: 15 abr. 2018.

ZACHARUK, Mario et al. Estudo da reação entre polietileno glicol e resina epoxídica na presença de N,N-dimetilbenzilamina. **Polímeros**, São Carlos, v. 21, n. 1, p. 73-77, 2011. Disponível em: <<https://bit.ly/2zzbJAu>>. Acesso em: 7 jul. 2018.

APÊNDICE A – Resultados das medições das dimensões das amostras.

Figura 19 – Valores encontrados após medição das amostras.

CDP 1	Espessura (mm)				Largura (mm)			
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média
A (S/ NTC)	3,009	3,036	3,175	3,073	13,225	13,234	13,203	13,221
B (0,1% NTC)	3,178	2,964	2,734	2,959	13,233	13,261	13,254	13,249
C (0,2% NTC)	3,092	2,838	2,562	2,831	13,213	13,267	13,309	13,263
D (0,5% NTC)	3,251	3,124	2,991	3,122	13,216	13,214	13,194	13,208
E (0,8% NTC)	3,166	3,150	3,012	3,109	13,194	13,197	13,202	13,198

CDP 2	Espessura (mm)				Largura (mm)			
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média
A (S/ NTC)	3,265	3,195	3,100	3,187	13,232	13,240	13,246	13,239
B (0,1% NTC)	3,099	2,883	2,693	2,892	13,224	13,241	13,249	13,238
C (0,2% NTC)	3,341	3,059	2,770	3,057	13,225	13,226	13,230	13,227
D (0,5% NTC)	3,459	3,308	3,163	3,310	13,187	13,235	13,206	13,209
E (0,8% NTC)	3,160	3,092	3,048	3,100	13,254	13,274	13,255	13,261

CDP 3	Espessura (mm)				Largura (mm)			
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média
A (S/ NTC)	2,804	2,721	2,647	2,724	13,209	13,234	13,224	13,222
B (0,1% NTC)	3,246	3,037	2,824	3,036	13,260	13,260	13,264	13,261
C (0,2% NTC)	3,146	2,913	2,626	2,895	13,269	13,305	13,288	13,287
D (0,5% NTC)	3,375	3,221	3,115	3,237	13,184	13,179	13,174	13,179
E (0,8% NTC)	3,378	3,242	3,074	3,231	13,269	13,271	13,272	13,271

CDP 4	Espessura (mm)				Largura (mm)			
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média
A (S/ NTC)	2,796	2,731	2,658	2,728	13,233	13,251	13,243	13,242
B (0,1% NTC)	3,419	3,178	2,959	3,185	13,212	13,210	13,205	13,209
C (0,2% NTC)	3,380	3,112	2,816	3,103	13,257	13,258	13,277	13,264
D (0,5% NTC)	3,409	3,288	3,142	3,280	13,165	13,150	13,142	13,152
E (0,8% NTC)	3,433	3,623	3,609	3,555	13,393	13,247	13,250	13,297

CDP 5	Espessura (mm)				Largura (mm)			
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Média
A (S/ NTC)	3,293	3,375	3,463	3,377	13,201	13,195	13,187	13,194
B (0,1% NTC)	3,152	2,983	2,748	2,961	13,233	13,257	13,249	13,246
C (0,2% NTC)	3,194	2,913	2,674	2,927	13,250	13,274	13,291	13,272
D (0,5% NTC)	3,460	3,603	3,678	3,580	13,161	13,306	13,256	13,241
E (0,8% NTC)	3,443	3,195	3,220	3,286	13,269	13,265	13,238	13,257

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

APÊNDICE B – Resultados obtidos no ensaio de tração.

Figura 20 – Valores encontrados após ensaio de tração nas amostras.

(continua)

Conjunto de Amostras A	A1	A2	A3	A4	A5	Média	σ	IC (95%)
Espessura [mm]	3,073	3,187	2,724	2,728	3,377	3,018	0,288	0,357
Largura [mm]	13,221	13,239	13,222	13,242	13,194	13,224	0,019	0,024
Módulo de Young [GPa]	3,96	4,22	3,91	4,16	4,35	4,12	0,18	0,23
Limite Escoamento [MPa]	32,08	27,12	23,93	37,56	33,18	30,77	4,29	5,33
Tensão Ruptura [MPa]	43,10	45,70	26,80	52,80	53,30	44,34	5,11	6,34
Alongamento na Ruptura [%]	1,60%	1,90%	1,40%	1,70%	1,80%	1,68%	0,12%	0,14%

Conjunto de Amostras B	B1	B2	B3	B4	B5	Média	σ	IC (95%)
Espessura [mm]	2,959	2,892	3,036	3,185	2,961	3,007	0,112	0,139
Largura [mm]	13,249	13,238	13,261	13,209	13,246	13,241	0,020	0,024
Módulo de Young [GPa]	3,58	4,12	4,55	4,09	4,10	4,09	0,34	0,43
Limite Escoamento [MPa]	35,21	-	29,90	27,56	28,27	30,23	3,46	4,29
Tensão Ruptura [MPa]	45,80	32,50	63,50	53,70	51,30	49,36	4,05	5,03
Alongamento na Ruptura [%]	1,60%	1,00%	3,20%	2,70%	2,30%	2,16%	0,68%	0,84%

Conjunto de Amostras C	C1	C2	C3	C4	C5	Média	σ	IC (95%)
Espessura [mm]	2,831	3,057	2,895	3,103	2,927	2,963	0,114	0,141
Largura [mm]	13,263	13,227	13,287	13,264	13,272	13,263	0,022	0,027
Módulo de Young [GPa]	3,79	3,94	4,04	3,77	3,89	3,89	0,11	0,14
Limite Escoamento [MPa]	27,93	26,97	28,30	-	27,02	27,56	0,66	0,82
Tensão Ruptura [MPa]	61,30	61,30	59,40	18,80	61,20	60,80	0,93	1,16
Alongamento na Ruptura [%]	3,80%	4,10%	3,60%	0,50%	4,00%	3,88%	0,22%	0,28%

Conjunto de Amostras D	D1	D2	D3	D4	D5	Média	σ	IC (95%)
Espessura [mm]	3,122	3,122	3,237	3,280	3,580	3,268	0,188	0,233
Largura [mm]	13,208	13,208	13,179	13,152	13,241	13,198	0,034	0,042
Módulo de Young [GPa]	3,55	3,55	3,83	3,59	3,64	3,63	0,11	0,14
Limite Escoamento [MPa]	23,01	23,01	25,41	24,03	24,05	23,90	0,99	1,23
Tensão Ruptura [MPa]	55,80	55,80	56,50	56,20	56,00	56,06	0,30	0,37
Alongamento na Ruptura [%]	4,40%	4,50%	4,30%	4,60%	4,50%	4,46%	0,11%	0,14%

(conclusão)

Conjunto de Amostras E	E1	E2	E3	E4	E5	Média	σ	IC (95%)
Espessura [mm]	3,109	3,100	3,231	3,555	3,286	3,256	0,185	0,230
Largura [mm]	13,198	13,261	13,271	13,297	13,257	13,257	0,036	0,045
Módulo de Young [GPa]	4,00	3,93	4,13	4,00	3,87	3,98	0,10	0,118
Limite Escoamento [MPa]	26,12	29,33	24,58	26,97	26,06	26,61	1,74	2,16
Tensão Ruptura [MPa]	62,30	64,30	62,40	62,60	62,80	62,88	0,82	1,01
Alongamento na Ruptura [%]	4,70%	3,90%	4,60%	4,40%	4,50%	4,42%	0,31%	0,01%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

APÊNDICE C – Resultados obtidos no ensaio de dureza Shore D.

Figura 21 – Valores encontrados após ensaio de dureza nas amostras.

Corpo de Prova 1	Medição 1	Medição 2	Medição 3	Medição 4	Medição 5
S/ NTC	81,5	86,5	82,5	88,0	88,0
0,1% NTC	79,5	80,0	77,5	88,0	88,0
0,2% NTC	78,0	78,0	88,5	87,0	90,0
0,5% NTC	89,5	82,5	88,0	85,5	87,5
0,8% NTC	89,0	89,5	89,5	90,0	91,0

Corpo de Prova 2	Medição 1	Medição 2	Medição 3	Medição 4	Medição 5
S/ NTC	76,0	77,0	74,5	83,0	79,5
0,1% NTC	76,0	75,5	89,5	90,0	90,0
0,2% NTC	87,5	87,0	83,0	78,0	75,0
0,5% NTC	87,0	85,0	87,0	88,5	82,5
0,8% NTC	83,5	89,5	90,5	90,5	90,0

Corpo de Prova 3	Medição 1	Medição 2	Medição 3	Medição 4	Medição 5
S/ NTC	88,0	87,0	79,0	90,0	90,0
0,1% NTC	86,5	88,5	75,5	76,5	75,5
0,2% NTC	88,0	89,5	91,0	81,5	75,5
0,5% NTC	88,5	89,5	83,0	90,0	85,5
0,8% NTC	88,5	89,5	90,5	89,5	88,5

Corpo de Prova 4	Medição 1	Medição 2	Medição 3	Medição 4	Medição 5
S/ NTC	84,5	79,0	90,5	89,0	79,0
0,1% NTC	88,0	88,5	90,0	76,0	73,5
0,2% NTC	88,0	86,0	88,5	83,0	78,5
0,5% NTC	88,5	90,5	86,0	88,5	84,0
0,8% NTC	87,5	89,0	86,5	83,0	83,0

Corpo de Prova 5	Medição 1	Medição 2	Medição 3	Medição 4	Medição 5
S/ NTC	81,0	76,5	73,0	77,0	74,5
0,1% NTC	88,0	90,0	91,0	72,0	71,5
0,2% NTC	89,0	85,5	74,5	76,5	72,5
0,5% NTC	89,0	86,0	86,5	89,5	86,5
0,8% NTC	89,5	89,0	83,0	89,0	87,0

Condição	Média	Desvio Padrão	t student	IC (95%)
S/ NTC	82,18	5,60	2,0639	2,31
0,1% NTC	82,60	7,00	2,0639	2,89
0,2% NTC	83,18	5,81	2,0639	2,40
0,5% NTC	86,98	2,33	2,0639	0,96
0,8% NTC	88,24	2,51	2,0639	1,04

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

APÊNDICE D – Resultados obtidos na análise estatística dos dados do ensaio de excitação por impulso.

Figura 22 – Valores encontrados na análise estatística através da distribuição t de student.

Módulo de Elasticidade Dinâmico	
Tamanho da amostra	5
Graus de liberdade	4
Intervalo de Confiança	95%
Nível de significância	5%
Coeficiente t de student	2,7764
S/ NTC	
Média	3,34 GPa
Desvio Padrão	0,17 GPa
Limite Superior	3,51 GPa
Limite Inferior	3,17 GPa
IC	0,21 GPa
0,1% NTC	
Média	3,18 GPa
Desvio Padrão	0,08 GPa
Limite Superior	3,26 GPa
Limite Inferior	3,09 GPa
IC	0,10 GPa
0,2% NTC	
Média	3,11 GPa
Desvio Padrão	0,13 GPa
Limite Superior	3,24 GPa
Limite Inferior	2,97 GPa
IC	0,17 GPa
0,5% NTC	
Média	2,91 GPa
Desvio Padrão	0,11 GPa
Limite Superior	3,02 GPa
Limite Inferior	2,79 GPa
IC	0,14 GPa
0,8% NTC	
Média	3,13 GPa
Desvio Padrão	0,09 GPa
Limite Superior	3,22 GPa
Limite Inferior	3,04 GPa
IC	0,11 GPa

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

APÊNDICE E – Resultados obtidos no ensaio de excitação por impulso.

Figura 23 – Valores encontrados após ensaio de vibração nas amostras.

(continua)

Conjunto de Amostras A	S/ NTC					
	CDP 1	CDP 2	CDP 3	CDP 4	CDP 5	Média
Espessura Média [mm]	3,073	3,187	2,724	2,728	3,377	3,018
Largura Média [mm]	13,221	13,239	13,222	13,242	13,194	13,224
Massa [g]	8,630	8,910	7,780	7,840	9,330	8,498
Comprimento [mm]	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0
Frequência [Hz]	195,31	197,75	173,36	178,22	212,40	191,41
Fator Correção	1,002	1,003	1,002	1,002	1,003	1,002
Módulo Elasticidade [GPa]	3,33	3,16	3,40	3,60	3,22	3,34

Conjunto de Amostras B	0,1% NTC					
	CDP 1	CDP 2	CDP 3	CDP 4	CDP 5	Média
Espessura Média [mm]	2,959	2,892	3,036	3,185	2,961	3,006
Largura Média [mm]	13,249	13,238	13,261	13,209	13,246	13,241
Massa [g]	8,310	8,090	8,490	8,900	8,250	8,408
Comprimento [mm]	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0
Frequência [Hz]	185,55	183,11	187,99	195,31	183,11	187,01
Fator Correção	1,002	1,002	1,002	1,003	1,002	1,002
Módulo Elasticidade [GPa]	3,24	3,29	3,14	3,09	3,13	3,18

Conjunto de Amostras C	0,2% NTC					
	CDP 1	CDP 2	CDP 3	CDP 4	CDP 5	Média
Espessura Média [mm]	2,831	3,057	2,895	3,103	2,927	2,962
Largura Média [mm]	13,263	13,227	13,287	13,264	13,272	13,263
Massa [g]	8,070	8,610	8,250	8,610	8,260	8,360
Comprimento [mm]	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0
Frequência [Hz]	168,46	187,99	180,66	195,31	175,78	181,64
Fator Correção	1,002	1,002	1,002	1,002	1,002	1,002
Módulo Elasticidade [GPa]	2,96	3,13	3,24	3,22	2,98	3,11

Conjunto de Amostras D	0,5% NTC					
	CDP 1	CDP 2	CDP 3	CDP 4	CDP 5	Média
Espessura Média [mm]	3,122	3,310	3,237	3,280	3,580	3,306
Largura Média [mm]	13,208	13,209	13,179	13,152	13,241	13,198
Massa [g]	8,710	9,220	8,960	9,000	9,710	9,120
Comprimento [mm]	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0
Frequência [Hz]	180,66	195,31	192,87	200,20	219,73	197,75
Fator Correção	1,003	1,003	1,003	1,003	1,003	1,003
Módulo Elasticidade [GPa]	2,75	2,85	2,90	3,02	3,00	2,91

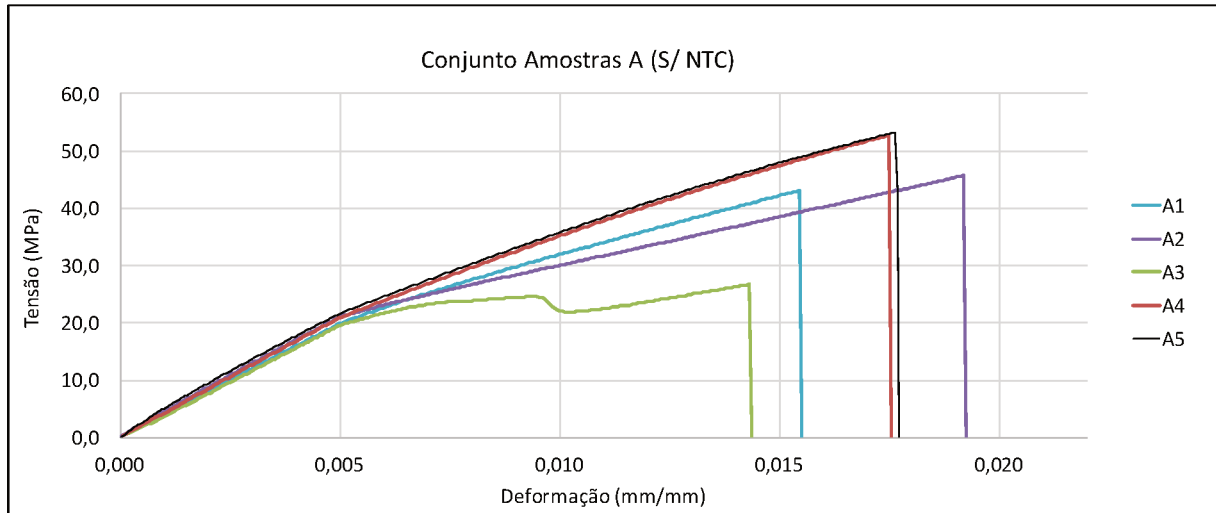
(conclusão)

Conjunto de Amostras E	0,8% NTC					Média
	CDP 1	CDP 2	CDP 3	CDP 4	CDP 5	
Espessura Média [mm]	3,109	3,100	3,231	3,555	3,286	3,256
Largura Média [mm]	13,198	13,261	13,271	13,297	13,257	13,257
Massa [g]	8,800	8,530	8,970	9,530	9,040	8,974
Comprimento [mm]	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0	160,0
Frequência [Hz]	190,43	190,43	205,08	224,61	202,64	202,64
Fator Correção	1,002	1,002	1,003	1,003	1,003	1,003
Módulo Elasticidade [GPa]	3,13	3,04	3,28	3,13	3,07	3,13

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

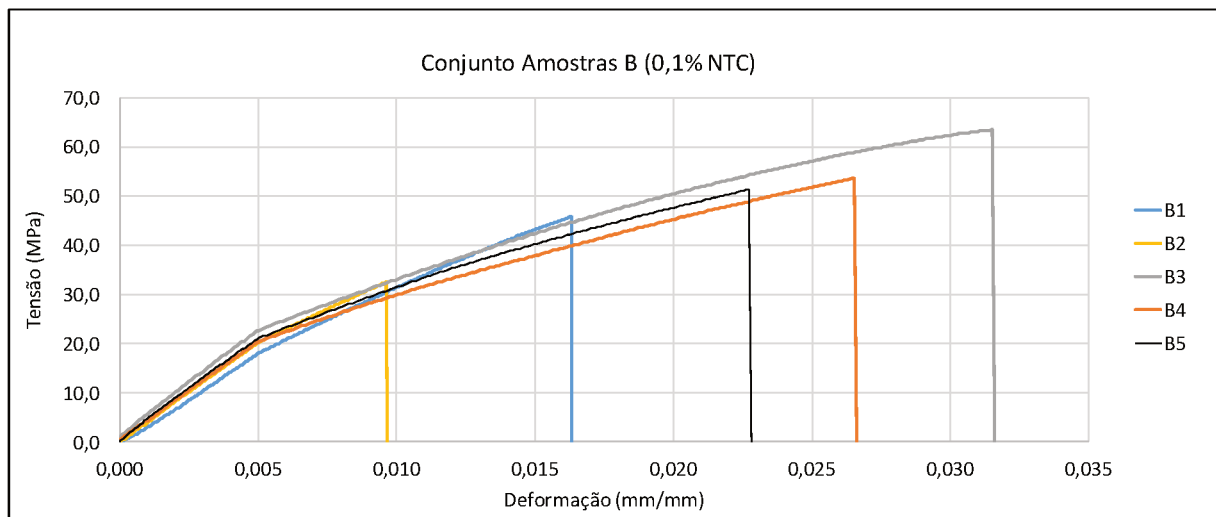
APÊNDICE F – Curvas tensão-deformação para as condições analisadas.

Figura 24 – Curva para o conjunto A (S/ NTC).



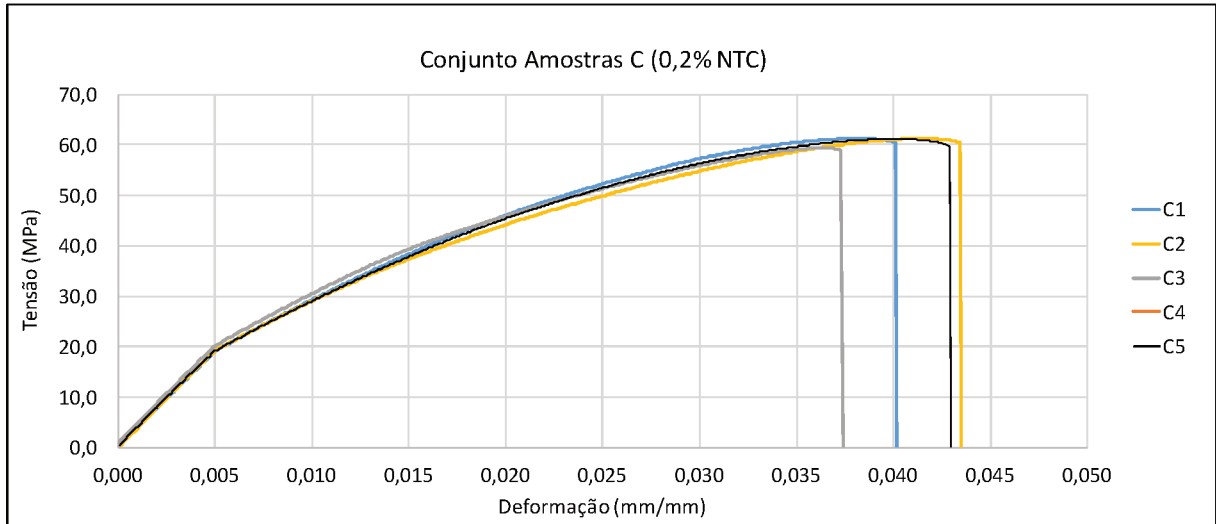
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Figura 25 – Curva para o conjunto B (0,1% NTC).



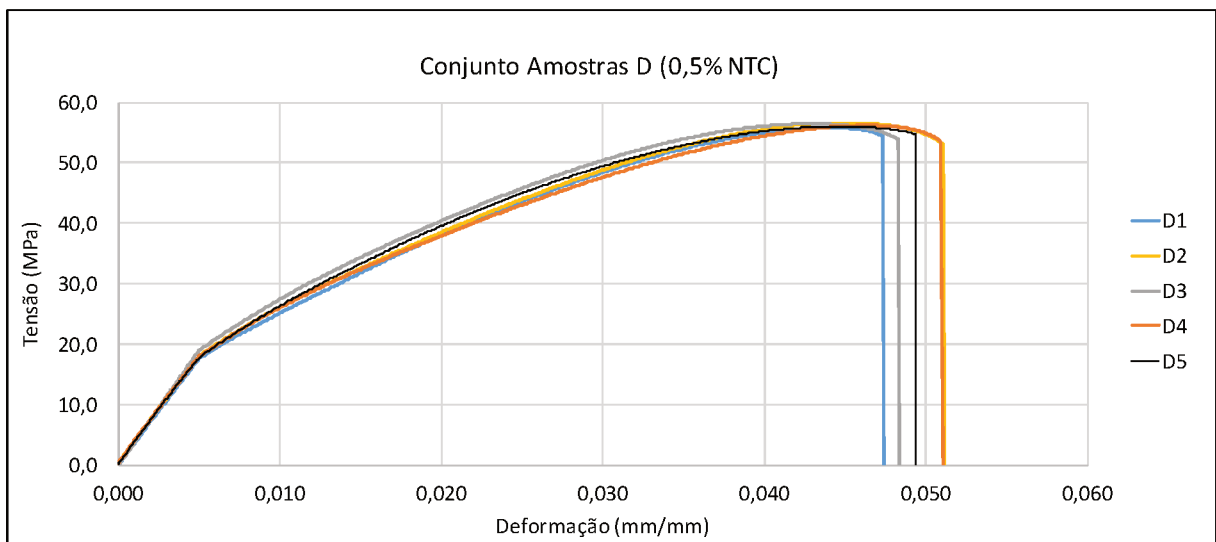
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Figura 26 – Curva para o conjunto A (0,2% NTC).



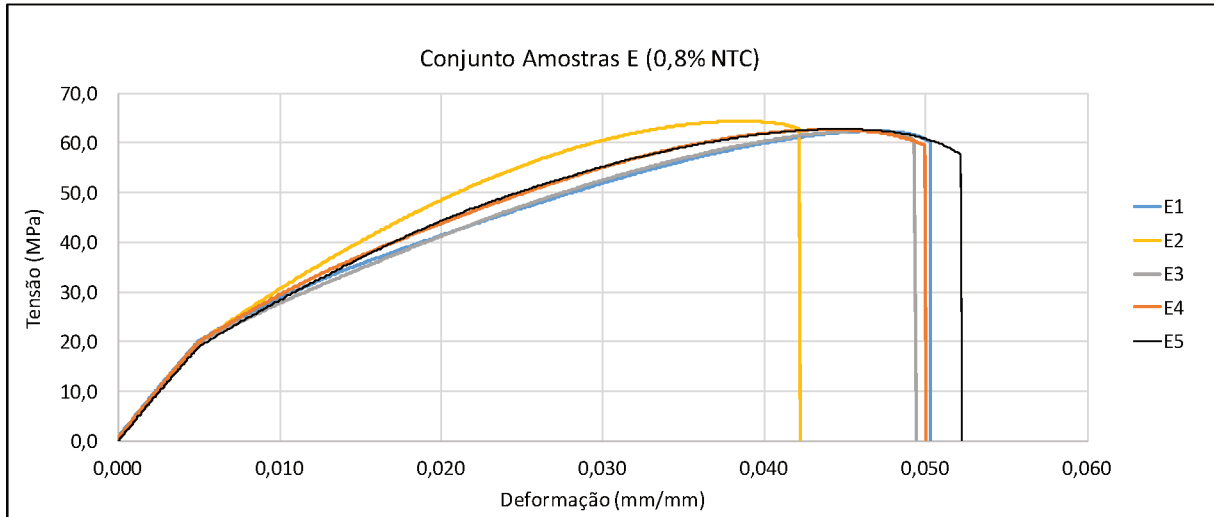
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Figura 27 – Curva para o conjunto A (0,5% NTC).



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Figura 28 – Curva para o conjunto A (0,8% NTC).



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).