



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

LUCAS LUNELLI ARNECKE

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE  
NANOCOMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI E NANOTUBOS DE  
CARBONO.**

Joinville  
2022

LUCAS LUNELLI ARNECKE

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE  
NANOCOMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI E NANOTUBOS DE  
CARBONO.**

Trabalho de Conclusão de Curso do Curso de Graduação em ENGENHARIA NAVAL do CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Naval.  
Orientador: Prof.Dr.Gabriel Benedet Dutra

Joinville  
2022

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Arnecke, Lucas Lunelli

Caracterização das propriedades físico-químicas de nanocompósitos de resina epóxi e nanotubos de carbono. / Lucas Lunelli Arnecke ; orientador, Gabriel Benedet Dutra, 2022.

50 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Joinville, Graduação em Engenharia Naval, Joinville, 2022.

Inclui referências.

1. Engenharia Naval. 2. Engenharia Naval. 3. Materiais Compósitos. 4. Nanotubos de Carbono. I. Dutra, Gabriel Benedet. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia Naval. III. Título.

LUCAS LUNELLI ARNECKE

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE  
NANOCOMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI E NANOTUBOS DE  
CARBONO.**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do Título de “Bacharel em Engenharia Naval” e aprovado em sua forma final pelo Curso de Graduação em ENGENHARIA NAVAL.

Joinville, 17 de Março de 2022.

---

Profa.Dra.Viviane Lilian Soethe Parucker  
Coordenadora do Curso

**Banca Examinadora:**

---

Prof.Dr.Gabriel Benedet Dutra  
Orientador

---

Prof.Dr.Diego Alexandre Duarte  
Avaliador  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Profa.Dra.Viviane Lilian Soethe Parucker  
Avaliadora  
Universidade Federal de Santa Catarina

Este trabalho é dedicado a todos os meus amigos e a minha família, em especial aos meus pais.

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus familiares, em especial aos meus pais José Geraldo Arnecke e Rosa Otília Lunelli Arnecke, por sempre me motivarem a alcançar meus objetivos, pelo carinho, pela paciência e por se prontificarem a ajudar sempre que necessário.

À minha namorada, Jaqueline, que sempre esteve ao meu lado, me apoiou e me compreendeu, nos momentos difíceis e também nas comemorações.

À Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), pela formação de qualidade e gratuita. Ao seu corpo docente, direção e administração que oportunizaram a minha chegada a este ponto da graduação.

Ao meu professor e orientador Gabriel Benedet Dutra, pelo suporte no desenvolvimento deste estudo e pelas suas correções e incentivos.

Ao professor Diego Alexandre Duarte e a professora Viviane Lilian Soethe por aceitarem o convite à participar da banca examinadora e contribuir de alguma forma neste trabalho.

Ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da UFSC de Florianópolis, por ter aberto as portas para que eu pudesse realizar os ensaios de microscopia eletrônica.

Ao Laboratório de Tratamento de Superfícies (LaTS) da UFSC Joinville, por ter auxiliado nos ensaios de caracterização elétrica.

A empresa Tecnotêpera pela oportunidade de estágio, no qual contribuiu muito para o meu desenvolvimento profissional e pessoal.

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.

*“É preciso, antes de mais nada, querer.”*  
*(Amyr Klink)*

## RESUMO

A implementação de novos materiais compósitos nos processos construtivos da indústria, vem ganhando destaque em função do ganho de eficiência, melhora de desempenho e redução de custos operacionais. A combinação de resinas epóxi com reforços particulados, como os nanotubos de carbono, formam nanocompósitos com excelentes propriedades. Desta maneira, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da adição de diferentes percentuais de nanotubos de carbono nas propriedades físico-químicas e físico-mecânicas, dispersos em compósitos poliméricos de resina epóxi. Algumas técnicas de caracterização foram utilizadas a fim de conhecer e avaliar o potencial de aplicação destinado aos materiais compósitos nanoestruturados, sendo estas: morfológica (Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica por Emissão de Campo (FEG)); elétrica (resistência, resistividade e condutividade elétrica); teórica (módulo de elasticidade) e da substância (densidade de cada amostra) em amostras contendo 0,0; 0,1; 0,2; 0,5 e 0,8% em massa de nanotubos de carbono. Os resultados encontrados, apontam melhorias na condutividade elétrica das amostras, a adição de nanotubos de carbono mostrou um aumento na condutividade de até nove ordens de grandeza em relação ao compósito puro. Porém, na análise morfológica, a dispersão do material aditivo foi insuficiente, com baixa homogeneização entre a matriz e reforço. A caracterização mecânica teórica, realizada através dos métodos de Halpin-Tsai e regra das misturas revelaram a expectativa de aumento da rigidez e resistência da matriz, conforme o aumento percentual de material aditivo. Em relação a massa específica, verificou-se uma estabilidade nos valores, possivelmente devido aos defeitos volumétricos presentes nas amostras.

**Palavras-chave:** Nanotubos de carbono. Dispersão. Caracterização.

## ABSTRACT

The implementation of new composite materials in the construction processes of the industry, has been gaining prominence due to the efficiency gain, performance improvement and operational cost reduction. The combination of epoxy resins with particulate reinforcements, such as carbon nanotubes, form nanocomposites with excellent properties. Thus, the present work aims to evaluate the influence of the addition of different percentages of carbon nanotubes on the physical-chemical and physical-mechanical properties, dispersed in epoxy resin polymeric composites. Some characterization techniques were used in order to know and evaluate the potential application for nanostructured composite materials, namely: morphological (Scanning Electron Microscopy (SEM) and Field Emission Electron Microscopy (FEG)); electrical (resistance, resistivity and electrical conductivity); theoretical (modulus of elasticity) and substance (density of each sample) on samples with carbon nanotubes loading up 0.8 wt.%. The results found indicate improvements in the electrical conductivity of the samples, the addition of carbon nanotubes showed an increase in conductivity of up to nine orders of magnitude in relation to the pure composite. However, in the morphological analysis, the dispersion of the additive material proved to be insufficient with low homogenization between the matrix and reinforcement. The theoretical mechanical characterization, carried out using the Halpin-Tsai methods and the mixture rule, revealed the expectation of increased stiffness and strength of the matrix, according to the percentage increase of additive material. Regarding the specific mass, there was stability in the values, possibly due to the volumetric defects present in the samples.

**Keywords:** Carbon Nanotubes. Dispersion. Characterization.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Composição do material compósito. . . . .	16
Figura 2 – Classificação dos materiais compósitos. . . . .	17
Figura 3 – Representação da estrutura química da resina epóxi. . . . .	18
Figura 4 – Representação da estrutura do nanotubo de carbono. . . . .	19
Figura 5 – Diferentes estruturas de nanotubos de carbono. . . . .	20
Figura 6 – Possíveis formas de dispersão dos NTC na matriz. (a)Estrutura aglomerada; (b)Aglomerados com percolação; (c)Pequenos aglomerados com percolação; (d)Estrutura dispersa e percolada; (e)Estrutura dispersa e não percolada. . . . .	21
Figura 7 – Fluxograma da técnica de dispersão dos NTC realizada por (NETO, 2018). . . . .	24
Figura 8 – Fluxograma da técnica de cura dos CP realizado por (NETO, 2018). . . . .	24
Figura 9 – Curva Tensão x Corrente. (a) para 0,1% de Nanotubos de Carbono (NTC); (b) para 0,2% de NTC. . . . .	29
Figura 10 – Curva Tensão x Corrente. (a) para 0,5% de NTC; (b) para 0,8% de NTC. . . . .	30
Figura 11 – Condutividade elétrica para diferentes teores de NTC. . . . .	30
Figura 12 – Densidade das amostras para diferentes percentuais de NTC. . . . .	32
Figura 13 – Amostra sem NTC vista via MEV e FEG. . . . .	33
Figura 14 – Amostras com diferentes percentuais de NTC via MEV. (a) para 0,1% de NTC; (b) para 0,2% de NTC; (c) para 0,5% de NTC; (d) para 0,8% de NTC. . . . .	34
Figura 15 – Amostras com diferentes percentuais de NTC via FEG. (a) para 0,1% de NTC; (b) para 0,2% de NTC; (c) para 0,5% de NTC; (d) para 0,8% de NTC. . . . .	35
Figura 16 – Amostra com 0,5% de NTC vista via FEG. . . . .	36
Figura 17 – Comparativo do Módulo de Elasticidade: Experimental Tração x Teóricos. . . . .	37
Figura 18 – Comparativo do Módulo de Elasticidade: Experimental Excitação por Impulso x Teóricos. . . . .	37
Figura 19 – Imagens MEV - 0,0 %NTC; 0,1%NTC; 0,2%NTC. . . . .	44
Figura 20 – Imagens MEV - 0,5 %NTC; 0,8%NTC. . . . .	45
Figura 21 – Imagens FEG - 0,0 %NTC; 0,1%NTC; 0,2%NTC. . . . .	46
Figura 22 – Imagens FEG - 0,5 %NTC; 0,8%NTC. . . . .	47
Figura 23 – Valores encontrados por (NETO, 2018) após ensaio de tração. . . . .	48
Figura 24 – Valores encontrados por (NETO, 2018) após ensaio de excitação por impulso. . . . .	49

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Equipamentos utilizados para confecção dos corpos de prova. . . . .	25
Tabela 2 – Materiais utilizados para confecção dos corpos de prova. . . . .	25
Tabela 3 – Resistência, resistividade e condutividade elétrica. . . . .	31

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DGEBA	Diglicidil Éter do Bisfenol A
FEG	Microscopia Eletrônica por Emissão de Campo
LAC	Laboratório de Combustão Aplicada
LaTS	Laboratório de Tratamento de Superfícies
LCME	Laboratório Central de Microscopia Eletrônica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NTC	Nanotubos de Carbono
NTCPM	Nanotubos de carbono de paredes múltiplas
NTCPS	Nanotubos de carbono de parede simples
SI	Sistema Internacional de Unidades
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina

## LISTA DE SÍMBOLOS

$V_f$	Fração volumétrica do reforço
$V_m$	Fração volumétrica da matriz
$V_v$	Fração volumétrica de vazios
$C_h$	Vetor quiral
$\theta$	Ângulo quiral
$R$	Resistência elétrica
$i$	Corrente elétrica
$V$	Tensão
$\rho$	Resistividade elétrica
$\sigma$	Condutividade elétrica
$A$	Área de um círculo
$d$	Distância entre duas pontas
$r$	Raio de um círculo
$E_C$	Módulo de elasticidade do compósito
$\beta$	Orientação aleatória dos nanotubos de carbono
$E_f$	Módulo de elasticidade do reforço
$E_m$	Módulo de elasticidade da matriz
$L$	Comprimento médio do nanotubo de carbono
$D$	Diâmetro médio do nanotubo de carbono
$\rho_S$	Densidade do corpo submerso
$\rho_L$	Densidade do líquido
$m_S$	Massa do corpo submerso
$m_L$	Massa do líquido deslocado

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>14</b>
1.1	OBJETIVOS	14
1.1.1	Objetivo Geral	14
1.1.2	Objetivos Específicos	15
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>16</b>
2.1	MATERIAIS COMPÓSITOS	16
2.1.1	Resina epóxi	17
2.1.2	Nanotubos de carbono	18
2.1.3	Nanocompósito com nanotubos de carbono	20
2.1.4	Estado da arte	22
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA</b>	<b>24</b>
3.0.1	Confecção dos Nanocompósitos	24
3.1	CARACTERIZAÇÕES	25
3.1.1	Caracterização Morfológica	25
3.1.1.1	Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV	25
3.1.1.2	Microscopia Eletrônica por Emissão de Campo - FEG	26
3.1.2	Caracterização Elétrica	26
3.1.3	Caracterização Teórica	27
3.1.3.1	Regra das Misturas	27
3.1.3.2	Modelo de Halpin-Tsai	27
3.1.4	Caracterização da Massa Específica	28
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>29</b>
4.1	CONDUTIVIDADE ELÉTRICA	29
4.2	ANÁLISE DA MASSA ESPECÍFICA	31
4.3	ANÁLISE MORFOLÓGICA	32
4.4	ENSAIOS TEÓRICOS	36
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>38</b>
	REFERÊNCIAS	40
	APÊNDICE A – IMAGENS MEV	44
	APÊNDICE B – IMAGENS FEG	46
	ANEXO A – RIGIDEZ ENSAIO DE TRAÇÃO	48
	ANEXO B – RIGIDEZ EXCITAÇÃO POR IMPULSO	49

## 1 INTRODUÇÃO

A indústria náutica é uma das mais importantes quando se trata na utilização de materiais compósitos em virtude das vantagens como: leveza, resistência a corrosão, resistência estrutural e baixo custo. A busca por melhores propriedades como resistência estrutural e redução de peso, é recorrente, área na qual os materiais nano estruturados desempenham função de grande importância (NASSEH, 2011).

Estudos na área de compósitos, principalmente quando trata-se do aumento nas propriedades mecânicas, vem crescendo diariamente devido a competitividade do mercado. Uma das maneiras é a confecção de nanocompósitos buscando o cruzamento das melhores características da matriz polimérica. Na indústria destacam-se insumos como nanopartículas, nanotubos de carbono, grafeno, entre outras (NETO, 2018).

A descoberta dos NTC por Iijima (1991), promoveu um ascendente crescimento na maioria das áreas da engenharia e da ciência em função das suas propriedades físicas e químicas jamais vistas (COLEMAN *et al.*, 2006). Quando bem dispersos em matriz epoxídica, podem alcançar performance muito superiores aos materiais já conhecidos.

As forças de Van der Waals tendem a aglomerar os nanotubos de carbono NTC. Um dos principais parâmetros que afetam as propriedades mecânicas dos NTC na matriz polimérica é a qualidade de dispersão dos NTC nas amostras, podendo resultar em áreas concentradoras de tensão e redução na resistência a fratura (MIRJALILI; HUBERT, 2009).

Em trabalho anterior, Neto (2018) estudou o efeito da adição de nanotubos de carbono NTC em materiais nanocompósitos, obtidos através de processo de sonicação e agitação magnética. Os impactos causados em termos de propriedades físico-mecânicas foram caracterizados através de ensaios de tração, dureza e excitação por impulso.

O presente trabalho consiste em uma continuação do estudo realizado por Neto (2018), visto que os nanotubos de carbono possuem um grande potencial físico-químico e físico-mecânico como material aditivo em materiais compósitos.

O efeito dos nanotubos de carbono dispersos em resina epóxi foram avaliados neste trabalho em termos de caracterização da condutividade elétrica, massa específica, caracterização microestrutural via microscopia eletrônica e aproximação teórica do comportamento mecânico utilizando modelos de Halpin-Tsai e regra das misturas.

### 1.1 OBJETIVOS

#### 1.1.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo geral avaliar a influência da adição de nanotubos de carbono nas propriedades físico-químicas e físico-mecânicas em nanocompósitos poliméricos de resina epóxi com diferentes percentuais de NTC.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- Analisar qualitativamente o estado de dispersão dos nanotubos de carbono através de MEV e FEG.
- Avaliar o desempenho elétrico das amostras de resina epóxi, a partir de diferentes teores de NTC.
- Determinar o valor do módulo de elasticidade do compósito, com e sem a adição de nanotubos de carbono, utilizando dois métodos teóricos e comparar com valores previamente medidos.
- Estabelecer a massa específica das amostras em diferentes concentrações de NTC.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

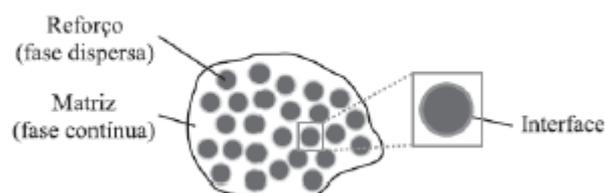
Como base teórica para este trabalho serão apresentadas algumas características dos materiais compósitos, resina epóxi, nanotubos de carbono e nanocompósitos com nanotubos de carbono. Uma breve revisão dos estudos realizados em relação a dispersão e distribuição de NTC em matriz polimérica também será abordada.

### 2.1 MATERIAIS COMPÓSITOS

Os compósitos, em relação aos materiais estruturais isotrópicos, como os materiais metálicos, apresentam um grau de complexidade maior. Por outro lado, as propriedades dos compósitos são influenciadas por um número de fatores e variáveis, possibilitando a liberdade de ajustes na fabricação do material, dotando-o de propriedades adequadas à necessidade e atendendo a um requisito específico de projeto (LEVY NETO; PARDINI, 2018).

Materiais compósitos, de uma maneira geral, são compostos por dois ou mais materiais combinados com o objetivo de agregar e associar as melhores propriedades de ambos. Os compósitos são constituídos de duas fases: a matriz, na qual é contínua e envolve a outra fase, chamada dispersa. As propriedades dos compósitos são dependentes das propriedades das fases constituintes, de sua concentração, forma, tamanho, distribuição e orientação das partículas da fase dispersa (CALLISTER, 2008). A Figura 1 mostra os principais constituintes dos materiais compósitos.

Figura 1 – Composição do material compósito.



Fonte: (ANGÉLICO, 2009).

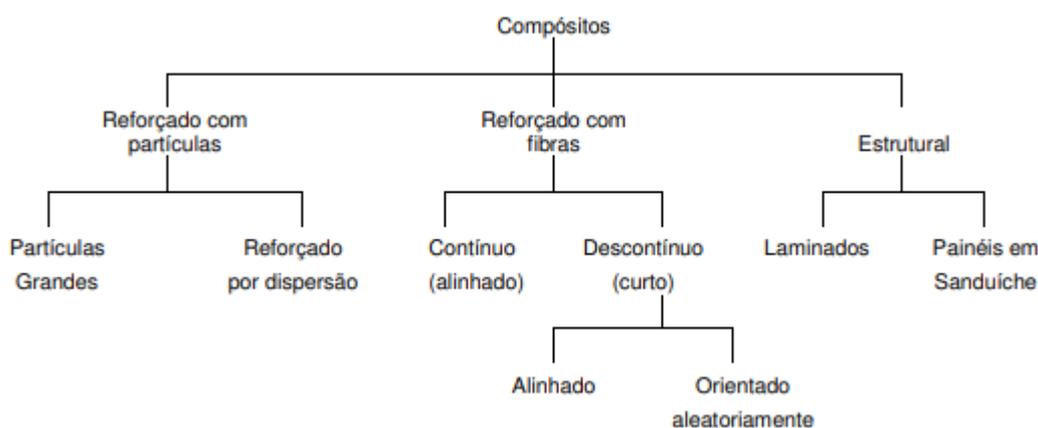
A matriz é responsável por unir os reforços em uma unidade rígida, sendo que na construção naval, estes componentes costumam ser polímeros termorrígidos e se apresentam geralmente em estado líquido antes da conformação do material, e sólido após sua fabricação. O processo de endurecimento é chamado de cura e ocorre com ajuda de um aditivo que acelera a reação de polimerização, liberando calor e unindo radicais livres, gerando um material sólido (ANGÉLICO, 2009).

O componente que garante a resistência mecânica nos materiais compósitos é o reforço. Geralmente são constituídos de fibras, nos quais o pequeno diâmetro inibe a

característica de fragilidade do material (CALLISTER, 2008). Mais de 90% do reforço utilizado na indústria naval é a fibra de vidro que possui boas características de alongamento, relação resistência a tração/peso e baixo custo (GREENE, 1999).

Callister (2008) classifica, de acordo com os tipos de materiais constituintes e dos processos de fabricação, os materiais compósitos em três divisões como apresentado na Figura 2. A classificação é feita em materiais compósitos reforçados com partículas, compósitos reforçados com fibras e os compósitos estruturais.

Figura 2 – Classificação dos materiais compósitos.



Fonte: (CALLISTER, 2008).

Um fator determinante no desempenho de um compósito são as frações volumétricas da fibra, matriz e vazios. Estes parâmetros são usados para quantificar os volumes percentuais de cada componente em relação ao volume total do compósito. O valor da fração volumétrica do reforço,  $V_f$ , e da fração volumétrica da matriz,  $V_m$ , são determinadas pelo processo de fabricação adotado, e, dentro de certos limites podem ser controlados. É desejável que se tenha frações volumétricas de vazios,  $V_v$ , inferiores a 1% do volume, pois os vazios são prejudiciais ao desempenho mecânico dos compósitos (LEVY NETO; PARDINI, 2018).

Interações entre matriz/carga são importantes pois influenciam significativamente as propriedades finais do material compósito. A adesão interfacial aumenta a transmissão de tensão da matriz para a carga de reforço e assim melhora o desempenho mecânico do material compósito (SANTOS, 2006).

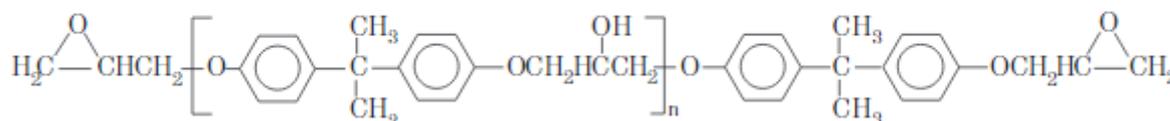
### 2.1.1 Resina epóxi

A resina epóxi é um polímero sintético termofixo com ligações cruzadas muito fortes, conhecidas como resinas de alto desempenho e de grande importância como material de engenharia. Quando comparadas com outras resinas, poliéster e estervinílicas, a resina

epóxi exibe maior vantagem em termos de processo de cura e propriedades mecânicas (NASSEH, 2011).

As resinas epóxi mais utilizadas têm como base o Diglicidil Éter do Bisfenol A (DGEBA), e são sintetizadas a partir de uma reação entre a epicloidrina e o bisfenol-A (LEVY NETO; PARDINI, 2018). A estrutura química da resina é apresentada na Figura 3.

Figura 3 – Representação da estrutura química da resina epóxi.



Fonte: (LEVY NETO; PARDINI, 2018)

As propriedades desejadas são atingidas após o processo de cura, no qual transforma o reagente epoxílico de baixa massa molar em material reticulado, característico de polímeros termofixos, apresentando sinais da resina epóxi e do endurecedor (VIDOTTI; FREITAS; SAMIOS, 1999).

O tipo de agente de cura utilizado é um fator que influencia nas características e propriedades finais do material curado, assim como o acabamento e o controle da reticulação dos produtos à base de resinas epóxi. Os principais endurecedores para resinas epóxi são aminas alifáticas, aminas aromáticas, anidridos e endurecedores catalíticos (HARPER, 2002).

A estequiometria da mistura entre resina epóxi e endurecedor é fundamental para a obtenção de propriedades otimizadas, não devendo haver grupo epóxi ou agente de cura não reagido após finalizado o processo de cura. A relação epóxi/endurecedor, após a cura, pode apresentar resistência à tração de 40 a 90 MPa, módulo elástico de 2,5 a 6,0 GPa, com deformação de ruptura na faixa de 1 a 6% e resistência a compressão de 100 a 220 MPa (LEVY NETO; PARDINI, 2018).

As resinas epóxis são materiais dielétricos ideais, com características elétricas isolantes. Investigando as propriedades elétricas de materiais nanocompósitos com resina epóxi, Lopes e Soares (2013), verificaram que a condutividade elétrica em resina pura e em diferentes concentrações de reforço, varia conforme a concentração do material aditivo, indicando melhora na condutividade elétrica em alguns casos.

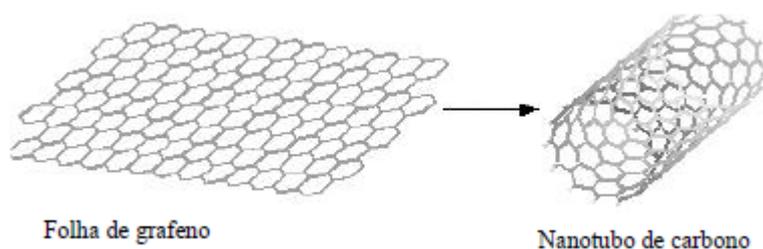
### 2.1.2 Nanotubos de carbono

A síntese de estruturas moleculares de carbono na forma de fulerenos feita por Kroto *et al.* (1985), incentivou à um grande esforço na busca de novas estruturas fechadas

de carbono, de maneira que Iijima (1991), apontou uma nova estrutura de carbono, na qual designou de nanotubos de carbono, devido à sua estrutura tubular com dimensões nanométricas (FERREIRA, 2003).

O nanotubo de carbono, Figura 4, é caracterizado através do enrolamento de uma ou mais camadas cilíndricas de grafeno de forma concêntrica, com cavidade interna oca e diâmetro de dimensão nanométrica. A camada de grafeno tem um arranjo bidimensional formado por uma rede hexagonal de átomos de carbono  $sp^2$  (ZARBIN, 2007).

Figura 4 – Representação da estrutura do nanotubo de carbono.



Fonte: (ODOM *et al.*, 2000).

Nanotubos de carbono existem em duas diferentes formas: Nanotubos de carbono de parede simples (NTCPS) e Nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM). As propriedades dos NTCPM estão diretamente ligadas ao número de camadas de grafeno, variando de 2 a 40 camadas concêntricas, e ao seu diâmetro, entre 10 e 50 nm. Já os NTCPS são formados por apenas uma única camada de grafeno e seu diâmetro varia entre 1 e 5 nm (ZARBIN, 2007).

Dependendo da forma como as camadas de grafeno são enroladas, diferentes estruturas isômeras de nanotubos de carbono são obtidas. Desta maneira, os nanotubos são definidos por um ângulo quiral e um vetor (FERREIRA, 2003). O vetor quiral,  $C_h$ , é definido pela Equação (1):

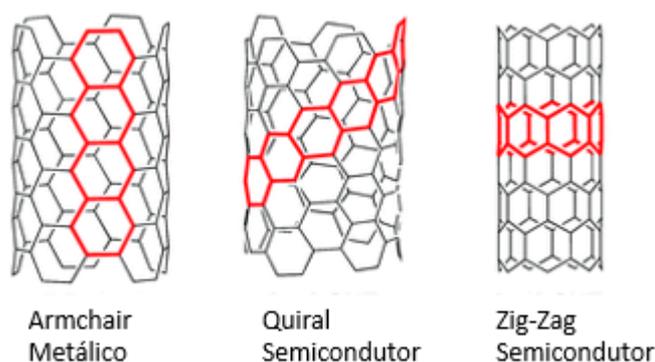
$$C_h = na_1 + ma_2 \quad (1)$$

onde  $a_1$  e  $a_2$  são retículos do grafeno e  $n$  e  $m$  são números inteiros nas direções x e y da camada de grafeno. O ângulo quiral,  $\theta$ , varia de 0 a  $30^\circ$  e é definido pela Equação (2).

$$\theta = \arctan\left(\frac{-\sqrt{3}m}{2n+m}\right) \quad (2)$$

Os tipos de nanotubos estão representados na Figura 5, as propriedades dos nanotubos são fortemente relacionadas com a sua quiralidade, principalmente as propriedades elétricas (SISTO *et al.*, 2016).

Figura 5 – Diferentes estruturas de nanotubos de carbono.



Fonte: Adaptado (SISTO *et al.*, 2016).

Conforme a variação do ângulo quiral, os nanotubos são reconhecidos por diferentes formas. *Aquirais* quando  $\theta = 0^\circ$  e  $\theta = 30^\circ$ , denominados *zig-zag* (n,0) e *armchair* (n,n), respectivamente. São *quirais* quando o ângulo está entre  $0^\circ < \theta < 30^\circ$  (FILHO; FAGAN, 2007).

Diversas configurações (n, m e teta) são encontradas mas nenhuma particularidade de tubo é preferencialmente formada. Em nanotubos de paredes múltiplas, cada cilindro formado pode ter configurações diferentes, sendo armchair, zig-zag ou quiral (FERREIRA, 2003).

### 2.1.3 Nanocompósito com nanotubos de carbono

Uma das áreas mais promissoras dos nanocompósitos é, provavelmente, a pesquisa envolvendo a utilização de polímeros e nanotubos de carbono como reforço (COLEMAN *et al.*, 2006). Compósitos de matriz polimérica reforçada com NTC foram mencionados pela primeira vez por Ajayan *et al.* (1994), desde então muitas pesquisas vem sendo realizadas no que se refere à síntese, estrutura, propriedades e aplicações destes materiais compósitos (SUN *et al.*, 2013).

Segundo Araujo (2010), os nanotubos de carbono usados como partículas de reforço oferecem diversas vantagens sobre os agentes de reforço tradicionais como fibras de vidro e carbono. Aumento de propriedades mecânicas e elétricas são algumas características atribuídas pela adição de pequenas frações de nanotubos de carbono em compósitos poliméricos (ARAUJO, 2010).

O preparo dos nanocompósitos apresentam alguns desafios em razão da formação de aglomerados de NTC, muitas vezes combinados por estruturas emaranhadas, devido ao processo de síntese e forças de Van der Waals entre os tubos (VILLMOW *et al.*, 2008).

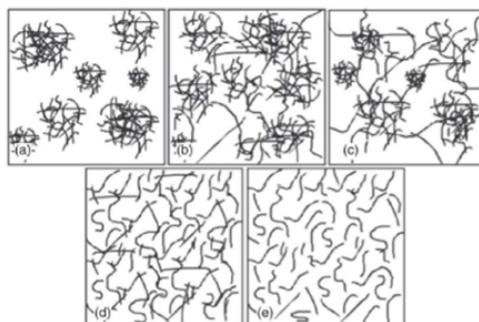
A incorporação dos nanotubos tem sido a maior dificuldade para a melhoria das

propriedades nos nanocompósitos. Estes, normalmente encontram-se enrolados e torcidos dentro da matriz polimérica, apresentando apenas uma fração do seu grande potencial. A fim de melhorar as propriedades mecânicas e elétricas, é fundamental uma eficiente dispersão e distribuição dos nanotubos individuais na matriz polimérica, além disso, é necessário o estabelecimento de uma afinidade química entre a matriz e os nanotubos (SPITALSKY *et al.*, 2010).

Diferentes rotas de processamento para a inclusão do reforço na matriz, visando a dispersão e boa interação com a matriz, são conhecidas. Entre as três mais comuns pode-se citar: Mistura por solução, mistura por fundição e polimerização *in situ* (HARRIS; HARRIS, 2009).

Possíveis condições de dispersão de nanotubos de carbono na matriz podem ser vistas através de análise morfológica na Figura 6. A dispersão também pode ser evidenciada pela alteração das propriedades do compósito como: a condutividade elétrica (KASALIWAL *et al.*, 2011). Na Figura 6a, uma estrutura aglomerada com espaços vazios é observado. Já para a Figura 6b e Figura 6c, nanotubos mal dispersos ainda são observados porém encontram-se conectados entre si, o que pode garantir propriedades semiconduras ao material. Na Figura 6d uma estrutura bem dispersa e homogeneizada formando conexões entre os nanotubos de carbono é identificada, condição ideal de dispersão para esse material aditivo. Já na Figura 6e, a boa dispersão e distribuição não garante o contato entre os nanotubos de carbono, condição necessária para ultrapassar o limite de percolação do material.

Figura 6 – Possíveis formas de dispersão dos NTC na matriz. (a)Estrutura aglomerada; (b)Aglomerados com percolação; (c)Pequenos aglomerados com percolação; (d)Estrutura dispersa e percolada; (e)Estrutura dispersa e não percolada.



Fonte: (KASALIWAL *et al.*, 2011)

Uma das propostas para melhorar a dispersão e interação dos NTC é a modificação destes materiais. Este processo é chamado de funcionalização, ocorre a substituição de átomos da estrutura dos nanotubos de carbono ou gera ligações de diferentes componentes na superfície dos mesmos através de reações químicas ou interações não-covalentes. No

entanto, a funcionalização pode introduzir defeitos nos nanotubos de carbono e reduzir as propriedades finais dos compósitos (SUN *et al.*, 2013).

#### 2.1.4 Estado da arte

Observados pela primeira vez por Iijima (1991) os nanotubos de carbono tem atraído inúmeras pesquisas em função de propriedades físicas e mecânicas notáveis para esta forma de carbono (THOSTENSON; REN; CHOU, 2001). Propriedades térmicas e elétricas segundo Collins e Avouris (2000), também possuem grande relevância. A capacidade para transporte de corrente elétrica pode ser até 1000 vezes maior do que fios de cobre e condutividade térmica duas vezes mais alta que o diamante. No entanto, se esses materiais forem utilizados como reforços eficazes em compósitos poliméricos, a dispersão adequada e uma boa ligação interfacial entre os NTC e a matriz polimérica devem ser garantidas, visto que os NTC são materiais de fácil aglomeração e formação de emaranhados devido ao seu tamanho e alta proporção de aspecto (FIEDLER *et al.*, 2006).

Alguns métodos tem sido propostos para promover a dispersão de nanotubos na matriz polimérica. Os autores Lopes e Soares (2013), dispersaram os NTCs usando dois métodos, sonicador e turrax, com e sem o uso de solvente. A dispersão dos NTC com o uso de sonicador e acetona foi o que apresentou maior viscosidade, indicando uma dispersão mais eficiente e maior interação entre a matriz e a carga. Loos *et al.* (2008a) observou um aumento entre 8-12% na viscosidade para 0,1%, no entanto a adição de 0,25% diminuiu a viscosidade surpreendentemente. Em outro estudo, Loos *et al.* (2008b) mostraram que a adição de acetona diminui, em até 50%, a viscosidade da resina epóxi, o que é esperado considerando que o efeito solvatante enfraquece as interações entre as cadeias (LIAO *et al.*, 2004). Além disso, Cotiuga *et al.* (2006), constatou que a viscosidade tem um aumento inicial, porém começa a diminuir após longos períodos de sonicação, interpretado como uma possível diminuição do comprimento médio dos NTC.

A utilização de solvente é importante como forma de preparar adequadamente nanocompósitos utilizando NTC como reforço em matriz epóxi (LIAO *et al.*, 2004). Esta é uma etapa necessária, em função à alta viscosidade da resina epóxi pura. Embora, o uso do solvente seja benéfico, uma quantidade ótima deve ser identificada e utilizada, reduzindo possíveis efeitos prejudiciais as propriedades mecânicas da resina (LOOS *et al.*, 2008b). Estudos feitos por Lau *et al.* (2005), indicaram que pequenos traços de solventes residuais impactam na reação de cura e afetam nas propriedades finais do compósito. Hong e Wu (2000) estudaram a influência de diferentes solventes no processo de cura e encontraram mudanças significativas em solventes onde a temperatura de ebulição é maior.

Métodos para modificar as propriedades superficiais dos NTC, conhecidos como funcionalização química e métodos físicos, tem ganhado esforços na tentativa de melhorar a dispersão do material aditivo, porém o processo de funcionalização provoca mudanças estruturais e danos aos nanotubos de carbono, influenciando seu potencial (MA *et al.*,

2010). O autor e equipe Hameed *et al.* (2014) observaram os efeitos da incorporação de NTC puros e funcionalizados, com melhora no módulo de elasticidade em nanocompósitos funcionalizados com até 0,5% em peso de NTC. Wang *et al.* (2012) obtiveram uma resistência a tração, com 0,5% NTC funcionalizados, 25% maior comparado ao epóxi puro.

De acordo com a teoria da percolação, os caminhos elétricos são constituídos por inclusões condutoras no contato direto. Compósitos reforçados com NTC curtos geralmente têm um limite de percolação entre 5 a 10% em massa de NTC (TSOTRA; FRIEDRICH, 2003). Estudo feito por Lopes e Soares (2013) obteve um aumento na condutividade elétrica na ordem de  $10^4$ , em relação à resina pura, indicando a ocorrência de percolação elétrica no sistema. Já para Wang *et al.* (2012), nanotubos de carbono funcionalizados também apresentaram melhora na condutividade elétrica, atingindo  $8,38 \times 10^{-3}$  S/m com 1,0% em massa de adição.

O autor Loos *et al.* (2008a) preparou amostras contendo diferentes percentuais de NTCPS e obteve uma tendência de aumento no módulo de elasticidade, em até 7% para amostras contendo 0,25% de NTC. Já para Allaoui *et al.* (2002) a adição de 1 e 4% de NTCPM aumentou o módulo de Young em 100 e 200%. Uma vez que a rigidez e a resistência parecem aumentar com a adição de NTCPS, isso pode ser uma indicação de que a adição de maiores teores de NTC pode melhorar nitidamente as propriedades do material final. Neste caso, deve-se ter cuidado para garantir que a dispersão seja adequada para que um aumento mais significativo nas propriedades possa ser alcançado (LOOS *et al.*, 2008a).

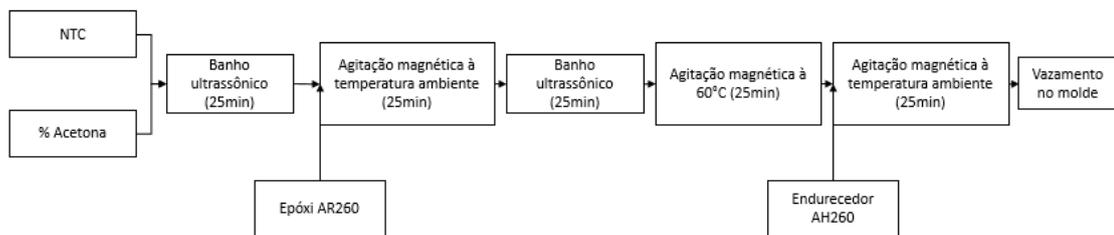
### 3 METODOLOGIA

#### 3.0.1 Confeção dos Nanocompósitos

A fabricação dos corpos de prova, assim como a metodologia adotada para a dispersão dos nanotubos de carbono na matriz, foi realizado por Neto (2018). As amostras prontas foram então usadas neste trabalho para analisar o estado de dispersão e as propriedades físico-química e físico-mecânica dos nanotubos de carbono na matriz polimérica.

Para a dispersão dos NTC, além de utilizar acetona como solvente, Neto (2018) usou processos de sonicação e agitação magnética em seguidas etapas. Inicialmente ocorreu a dispersão dos NTC no solvente, na proporção em massa de 2% de NTC e 98% de acetona, por meio de banho ultrassônico. Após 25 minutos, grande parte da acetona foi volatilizada, dessa maneira a mistura estava pronta para receber a resina epóxi. As demais etapas sucederam de acordo com o fluxograma da Figura 7, até o vazamento no molde.

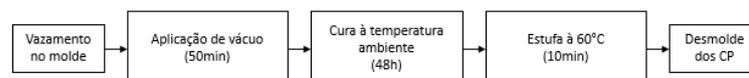
Figura 7 – Fluxograma da técnica de dispersão dos NTC realizada por (NETO, 2018).



Fonte: Adaptado (NETO, 2018).

O fluxograma da Figura 8 apresenta as etapas de cura dos corpos de prova. Após o vazamento no molde, o conjunto foi hermeticamente vedado em bolsa a vácuo a uma pressão de 580 mmHg durante 50 minutos com a finalidade de remover possíveis bolhas de ar presentes. A seguir, as amostras passaram por período de cura, durante 48 horas à temperatura de 23 °C. Posteriormente foram colocadas em estufa à 60 °C por 10 minutos para o desmolde.

Figura 8 – Fluxograma da técnica de cura dos CP realizado por (NETO, 2018).



Fonte: Adaptado (NETO, 2018).

A Tabela 1 detalha os equipamentos utilizados por Neto (2018), enquanto a Tabela 2 apresenta os materiais utilizados por (NETO, 2018) para a confecção dos corpos de

prova.

Tabela 1 – Equipamentos utilizados para confecção dos corpos de prova.

<b>Equipamento</b>	<b>Marca/Empresa</b>	<b>Modelo</b>
Agitador magnético	HJ	4
Balança de precisão	Bioscale	FA2204
Bomba de vácuo rotativa	Prismatec	152
Estufa	FANEM	515
Lavadora ultrassônica	UNIQUE	USC-1880A

Fonte: Adaptado (NETO, 2018).

Tabela 2 – Materiais utilizados para confecção dos corpos de prova.

<b>Materiais</b>	<b>Empresa/Marca</b>	<b>Modelo</b>
Acetona PA 100%	Quiminorte	-
Desmoldante	Polyecoper	Ecoglaze 25
Endurecedor	Barracuda Composites	AH 260
Nanotubos de carbono	Nanocyl	NC7000
Resina	Barracuda Composites	AR 260

Fonte: Adaptado (NETO, 2018).

### 3.1 CARACTERIZAÇÕES

#### 3.1.1 Caracterização Morfológica

A caracterização morfológica das amostras foi realizada com apoio do LCME, em Florianópolis. Os corpos de prova foram fraturados no Laboratório de Combustão Aplicada (LAC) através de fratura criogênica, onde, nesse tipo de fratura, uma rápida formação e propagação de trincas leva à rápida ruptura do material, ocorrendo baixa deformação plástica no processo. Para esse modo de fratura, a superfície tem aspecto regular com cavidades menos profundas e menor deformação plástica. As amostras foram imersas em nitrogênio líquido, fraturadas e posteriormente analisadas em microscopia eletrônica, MEV e FEG, com o objetivo de verificar a dispersão dos nanotubos de carbono na matriz polimérica.

##### 3.1.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

As análises microscópicas das fraturas permitiram caracterizar alguns aspectos, como a visualização do material de reforço, a presença dos nanotubos de carbono de forma dispersa ou emaranhada e regiões de vazios predominado apenas pela matrix epóxi. As micrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura JEOL, modelo JSM-6390LV, operando sob modo baixo vácuo com feixe de elétrons entre 0,5 e 30 kV. Magnificação de 25x a 300.000x.

Uma observação visual de toda a superfície das amostras foi inicialmente realizada e uma região representativa da textura foi escolhida para análise. Foi utilizado álcool isopropílico para remoção de qualquer impureza existente na região de análise. As amostras foram recobertas com um filme em ouro com o intuito de tornar as amostras mais condutoras, viabilizando a realização das análises.

### 3.1.1.2 Microscopia Eletrônica por Emissão de Campo - FEG

As micrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova foram obtidas em microscópio eletrônico por emissão de campo - FEG JEOL, modelo JSM-6701F. Operando sob ultra alto vácuo com feixe de elétrons entre 0,5 e 30 kV e magnificação de 25x a 650.000x. A técnica via FEG, foi utilizada em função da maior precisão em visualizar os nanotubos de carbono na matriz epóxi, assim como confirmar o estado de dispersão e a presença dos NTC, visto na caracterização via MEV.

### 3.1.2 Caracterização Elétrica

A caracterização elétrica foi realizada no LaTS da UFSC Joinville com o objetivo de avaliar a condutividade elétrica das amostras conforme o aumento percentual de material aditivo. Dentre os métodos descritos na literatura usados para o cálculo da resistividade e condutividade elétrica, o de duas pontas foi escolhido por ser um método bastante simples e de fácil utilização. A resistência elétrica,  $R$ , entre dois pontos quaisquer da amostra, é obtida aplicando uma tensão entre esses pontos e medindo a corrente elétrica,  $i$ , que flui entre eles. Desta forma a resistência do material é dado pela Equação 3;

$$R = \frac{V}{i} \quad (3)$$

Inicialmente a resistência elétrica foi obtida para cada amostra, aplicando uma diferença de potencial de -100 a +100 V e -200 a +200 V, entre dois pontos distanciados em 1mm. Uma vez conhecido o valor da resistência elétrica, encontra-se o correspondente valor da resistividade,  $\rho$ , e condutividade,  $\sigma$ , de cada amostra, conforme as Equações 4 e 5:

$$\rho = \frac{RA}{d} \quad (4)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (5)$$

onde  $d$ , corresponde a menor distância entre as pontas capaz de medir um sinal de corrente, para todas as amostras essa distância foi assumida igual a 1 mm. A área de seção,  $A$ , é assumida igual a área da ponta do eletrodo de raio  $r$ , igual a 0,5 mm. No Sistema Internacional de Unidades (SI), a resistividade é expressa em  $\Omega.m$  e a condutividade em  $S/m$ .

### 3.1.3 Caracterização Teórica

O módulo de elasticidade teórico de um compósito polimérico, formado por matriz e reforço, pode ser estimado através de alguns modelos conforme Tucker e Liang (1999). Dois modelos matemáticos elementares, Regra das Misturas e Halpin-Tsai, foram usados para prever e comparar o módulo de elasticidade teórico com os resultados obtidos experimentalmente, em ensaios de tração e excitação por impulso, realizados por Neto (2018). Os resultados experimentais foram coletados para comparar com o ensaio teórico realizado neste trabalho e podem ser encontrados nos Anexos A e B.

#### 3.1.3.1 Regra das Misturas

Uma estimativa inicial do módulo de elasticidade de um composto polimérico,  $E_C$ , com NTC orientados aleatoriamente pode ser encontrado usando a regra das misturas, Equação (6).

$$E_C = \alpha_1 \beta E_f V_f + (1 - V_f) E_m \quad (6)$$

em que,  $V_f$ , é a fração volumétrica de NTC presente no nanocompósito,  $\beta$  refere-se a disposição dos nanotubos de carbono, em orientação aleatória 3-D igual a 0,2. O módulo de elasticidade do reforço,  $E_f$ , varia entre 500 e 1000 GPa conforme Pizzutto *et al.* (2011). O módulo de elasticidade da matriz,  $E_m = 4,12$  GPa, obtido no ensaio de tração e  $E_m = 3,34$  GPa obtido no ensaio de excitação por impulso foram encontrados por Neto (2018) e serão utilizados de forma a comparar os resultados experimentais com os teóricos propostos neste trabalho. Os parâmetros  $\alpha_1$  e  $\alpha_2$  podem ser encontrados utilizando a Equação (7) e Equação (8), respectivamente:

$$\alpha_1 = 1 - \left[ \frac{\tanh(\alpha_2 \frac{L}{D})}{\alpha_2 \frac{L}{D}} \right] \quad (7)$$

$$\alpha_2 = \sqrt{\frac{-3E_m}{2E_f \ln V_f}} \quad (8)$$

em que  $L$  e  $D$ , correspondem ao comprimento e diâmetro médio dos NTC, iguais a  $1,5 \mu m$  e  $9,5 \times 10^{-9} m$ , de acordo com o fabricante.

#### 3.1.3.2 Modelo de Halpin-Tsai

Outro modelo teórico comum para a estimativa do módulo de elasticidade do nanocompósito,  $E_C$ , é o de Halpin-Tsai, dado pela Equações 9:

$$\frac{E_C}{E_m} = \frac{3}{8} \left[ \frac{1 + \frac{2L}{D} \eta_L V_f}{1 - \eta_L V_f} \right] + \frac{5}{8} \left[ \frac{1 + 2\eta_T V_f}{1 - \eta_T V_f} \right] \quad (9)$$

em que  $V_f$ , é a fração volumétrica de NTC presente no nanocompósito,  $L$  e  $D$ , correspondem ao comprimento e diâmetro médio dos NTC. Os parâmetros  $\eta_L$  e  $\eta_T$  são obtidos por meio da Equação 10 e Equação 11:

$$\eta_L = \frac{\frac{E_f}{E_m} - 1}{\frac{E_f}{E_m} + \frac{2L}{D}} \quad (10)$$

$$\eta_T = \frac{\frac{E_f}{E_m} - 1}{\frac{E_f}{E_m} + 2} \quad (11)$$

em que  $E_f$ , é o módulo de elasticidade do reforço e  $E_m$ , o módulo de elasticidade da matriz.  $L$  e  $D$ , correspondem ao comprimento e diâmetro médio dos NTC.

### 3.1.4 Caracterização da Massa Específica

A massa específica das amostras contendo diferentes percentuais de NTC foram determinadas através do princípio de Arquimedes, Equação (12), que relaciona a densidade do sólido em função da sua massa e da massa do líquido deslocado.

$$\rho_S = \rho_L \frac{m_S}{m_L} \quad (12)$$

A massa do líquido deslocado,  $m_L$ , é determinada pela diferença entre a massa inicial do conjunto,  $m_1$ , contendo apenas água destilada, e a massa registrada após imersão da amostra,  $m_2$ , Equação (13). O aumento no valor da massa do conjunto após imersão é proporcional a força de reação do empuxo devido à massa de líquido deslocado.

$$m_L = m_2 - m_1 \quad (13)$$

O ensaio foi realizado no Laboratório de Ensino de Ciência dos Materiais da UFSC Joinville. Os equipamentos utilizados para a caracterização foram: Balança digital modelo Toledo Prix com resolução de 0,001 g, béquer e água destilada. A densidade da água destilada é corrigida pela balança conforme a temperatura do ensaio. O ensaio foi realizado a uma temperatura controlada de 23,5 °C.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, serão avaliados e discutidos os resultados obtidos em cada um dos ensaios propostos neste trabalho, sendo eles o de condutividade elétrica, microscopia eletrônica, massa específica e teórico.

A fim de caracterizar as respostas alcançadas nos ensaios teóricos, foi criado um tópico neste capítulo que compara os resultados práticos, obtido por (NETO, 2018), no ensaio de tração e ensaio de excitação por impulso, com os modelos teóricos, regra das misturas e Halpin-Tsai.

### 4.1 CONDUTIVIDADE ELÉTRICA

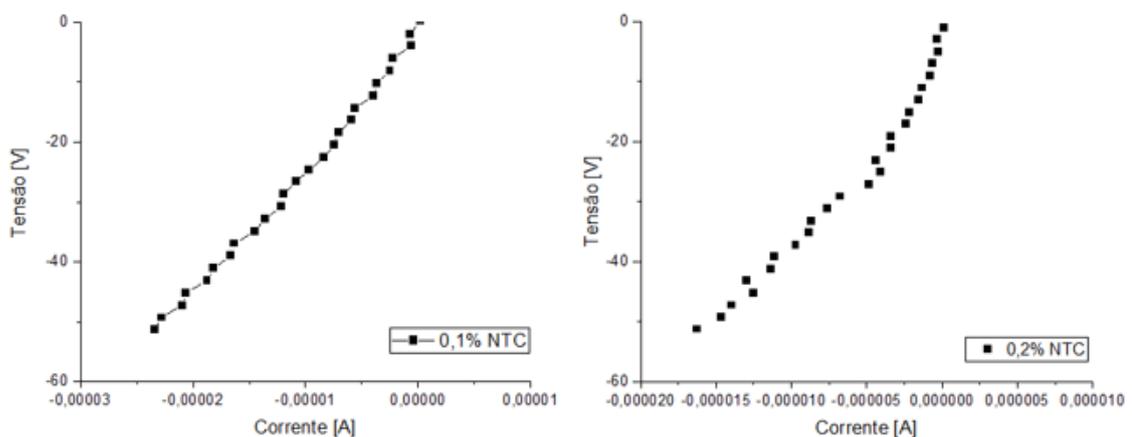
Uma das principais características dos nanotubos de carbono é acrescentar características de materiais condutores à resina não condutora, resultando em um aumento significativo da condutividade elétrica do compósito. Para diferentes concentrações de NTC, a condutividade elétrica tende a aumentar de acordo com aumento da concentração de NTC, sendo possível avaliar a percolação elétrica no material.

As Figuras 9 e 10 apresentam a relação entre os parâmetros, tensão e corrente, caracterizado pela *Lei de Ohm*, para os diferentes percentuais de NTC. Inicialmente o valor da resistência é analisado por meio do coeficiente angular da reta, que relaciona a variação de corrente causada pela diferença de potencial imposta.

É possível identificar na Figura 10b, uma curva com característica *ôhmica*, conforme a variação de tensão e corrente, à uma temperatura constante. Enquanto nas demais curvas das Figuras 9 e 10, possuem um comportamento com maior curvatura, característico de um resistor *não-ôhmico*.

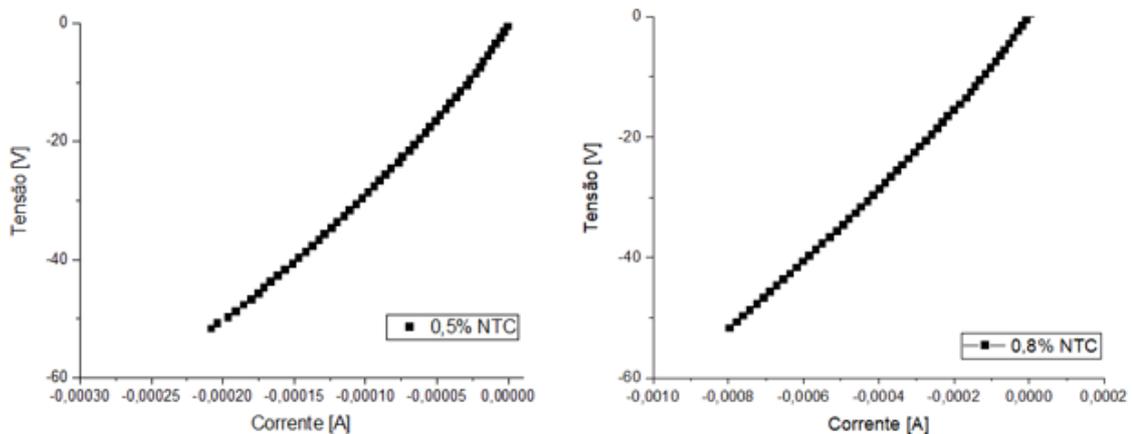
A partir da resistência, os valores de resistividade e condutividade foram determi-

Figura 9 – Curva Tensão x Corrente. (a) para 0,1% de NTC; (b) para 0,2% de NTC.



Fonte: Autor (2022).

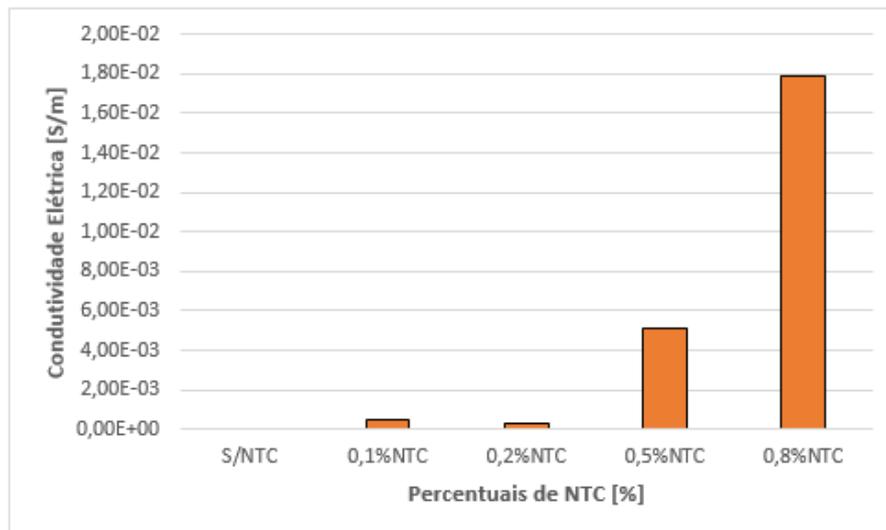
Figura 10 – Curva Tensão x Corrente. (a) para 0,5% de NTC; (b) para 0,8% de NTC.



Fonte: Autor (2022).

nados por meio das Equações 4 e 5. A Figura 11 e Tabela 3 apresentam os resultados obtidos para as diferentes amostras.

Figura 11 – Condutividade elétrica para diferentes teores de NTC.



Fonte: Autor (2022).

A condutividade elétrica da resina epóxi pura, segundo Mitchell (2004) é próximo a  $3,54 \times 10^{-11}$  S/m, no qual consiste em valores típicos de condutividade em resinas epóxi e outros polímeros isolantes. Para as amostras com NTC, os valores encontrados demonstram um aumento na condutividade elétrica com relação a resina epóxi pura, principalmente a que contém o maior percentual de NTC. Dessa forma, é possível afirmar que existe uma ultrapassagem do limite de percolação onde o comportamento isolante da resina é alterado, por meio da criação de redes de percolação.

Tabela 3 – Resistência, resistividade e condutividade elétrica.

Teor de NTC	Resistência	Resistividade	Condutividade
%	[ $\Omega$ ]	[ $\Omega.m$ ]	[S/m]
0,1	$2,5 \times 10^{+6}$	$2,0 \times 10^{+3}$	$5,0 \times 10^{-4}$
0,2	$3,6 \times 10^{+6}$	$2,8 \times 10^{+3}$	$3,4 \times 10^{-4}$
0,5	$2,4 \times 10^{+5}$	$1,9 \times 10^{+2}$	$5,1 \times 10^{-3}$
0,8	$7,1 \times 10^{+4}$	$5,5 \times 10^{+1}$	$1,7 \times 10^{-2}$

Fonte: Autor (2022).

Allaoui *et al.* (2002) encontrou em sua pesquisa, um aumento na condutividade elétrica em até nove ordens de magnitude, na faixa entre 0 a 4% em peso de NTC, confirmando a formação da rede de percolação. Apesar do material nanocompósito apresentar condutividade elétrica muito superior à resina, essa análise não é suficiente para classificar o nanocompósito na classe dos materiais semicondutores. Algumas limitações do ensaio é a forma e espessura da amostra, podendo influenciar na formação da rede de percolação, assim como a geração de forças elétricas de campo em função da proximidade dos NTC, que também influenciam os mecanismos de condutividade elétrica do nanocompósito.

Os metais, normalmente bons condutores, possuem condutividades na ordem de  $10^7$  S/m. Em outro extremo estão os materiais isolantes elétricos, com condutividade extremamente baixa, entre  $10^{-10}$  e  $10^{-20}$  S/m. Os materiais com condutividade intermediária, geralmente variam entre  $10^{-6}$  a  $10^4$  S/m e são denominados semi-condutores (CALLISTER, 2008).

Segundo Martins, Reis e Da Costa Mattos (2014), a condutividade elétrica de um compósito polimérico é geralmente caracterizada pela sua dependência em relação à fração de volume de material adicionado. Em baixas inserções de cargas, a condutividade do compósito ainda é muito próxima daquele do polímero puro, pois a matriz polimérica é eletricamente isolante.

Quando a concentração de nanopartículas atinge um nível crítico, a condutividade elétrica da matriz aumenta de forma inesperada em um fenômeno conhecido como limite de percolação elétrica. A razão de aspecto dos NTC e a dispersão/distribuição do reforço na matriz são fatores determinantes na obtenção dos compósitos poliméricos condutores de eletricidade (RIBEIRO; BOTELHO; COSTA, 2015).

## 4.2 ANÁLISE DA MASSA ESPECÍFICA

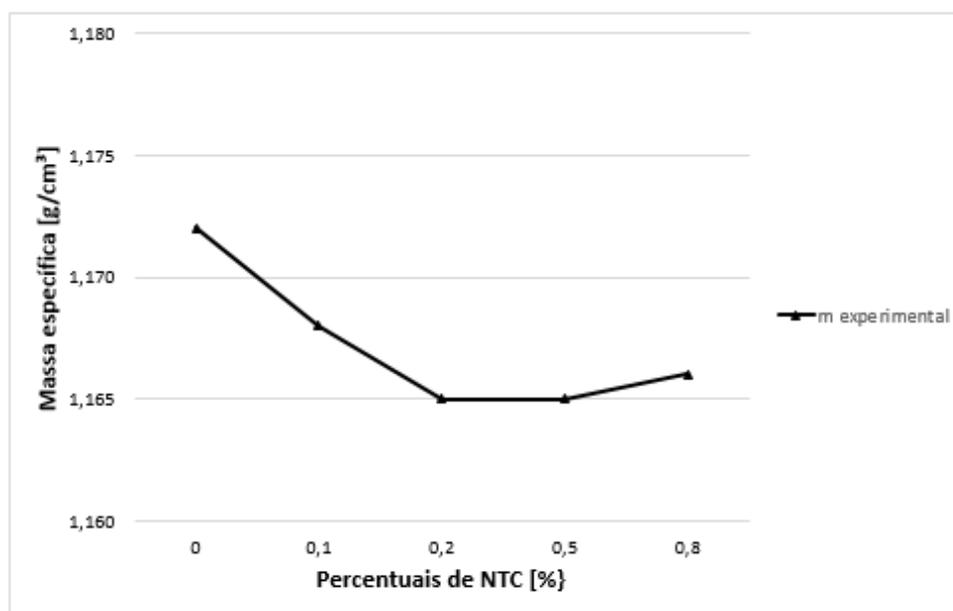
Os resultados obtidos da massa específica para cada amostra com diferentes percentuais de NTC são apresentados na Figura 12. É possível observar pela variação da massa específica que os compósitos fabricados sem NTC e com 0,8% NTC, exibem, respectivamente, os limites superiores ( $1,172 \text{ g/cm}^3$ ) e inferiores ( $1,166 \text{ g/cm}^3$ ), representando uma variação percentual de 0,51% em relação ao limite superior.

A partir da análise experimental, a adição dos NTC não provocou uma mudança

expressiva na massa específica do material, fato que pode ser justificado pelo pequeno percentual de NTC adicionado nas amostras.

De toda forma, vale salientar também a incerteza do próprio equipamento utilizado, onde essas pequenas diferenças podem estar dentro do valor de incerteza, podendo ser consideradas todas iguais. Assim, as baixas concentrações de NTC adicionadas à matriz de resina epóxi não causaram efeitos significativos na massa específica dos nanocompósitos.

Figura 12 – Densidade das amostras para diferentes percentuais de NTC.



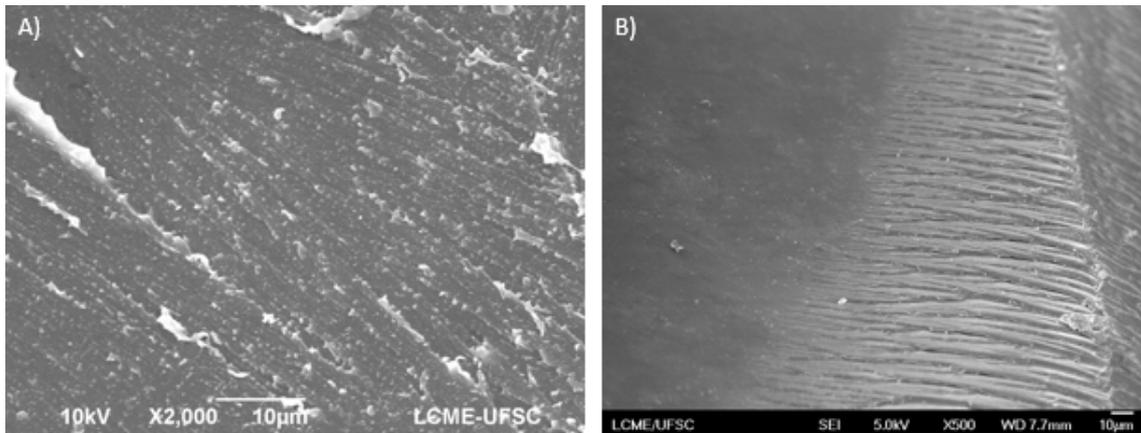
Fonte: Autor (2022).

### 4.3 ANÁLISE MORFOLÓGICA

A Figura 13a e 13b, apresenta a micrografia da amostra de resina epóxi pura, na qual retrata uma vista geral da região fraturada observada via microscopia eletrônica, MEV e FEG. Ambas as imagens representam características da resina epóxi sem a presença de nanotubos de carbono. Na análise, nota-se a superfície do nanocompósito com aspecto mais regular, poucas cavidades e menor rugosidade quando comparadas às superfícies com NTC, Figuras 14 e 15. Essa identificação é mais clara, quando vista a partir da técnica FEG.

Na Figura 14a e 14b são apresentadas as micrografias do compósito nanoestruturado de resina epóxi com 0,1% e 0,2% em massa de NTC, via MEV. Nas superfícies fraturadas é identificado pontos onde houve material arrancado, indicados pelas setas vermelhas. Para esse baixo percentual de material aditivo, a identificação e análise da dispersão e distribuição dos nanotubos, com aumento de 2000x, é de difícil realização, possíveis

Figura 13 – Amostra sem NTC vista via MEV e FEG.



Fonte: Autor (2022).

regiões identificadas indicam a presença dos NTC, porém de maneira muito subjetiva. É observado também regiões escuras indicadas pelas setas laranjas, onde predomina apenas a fase contínua.

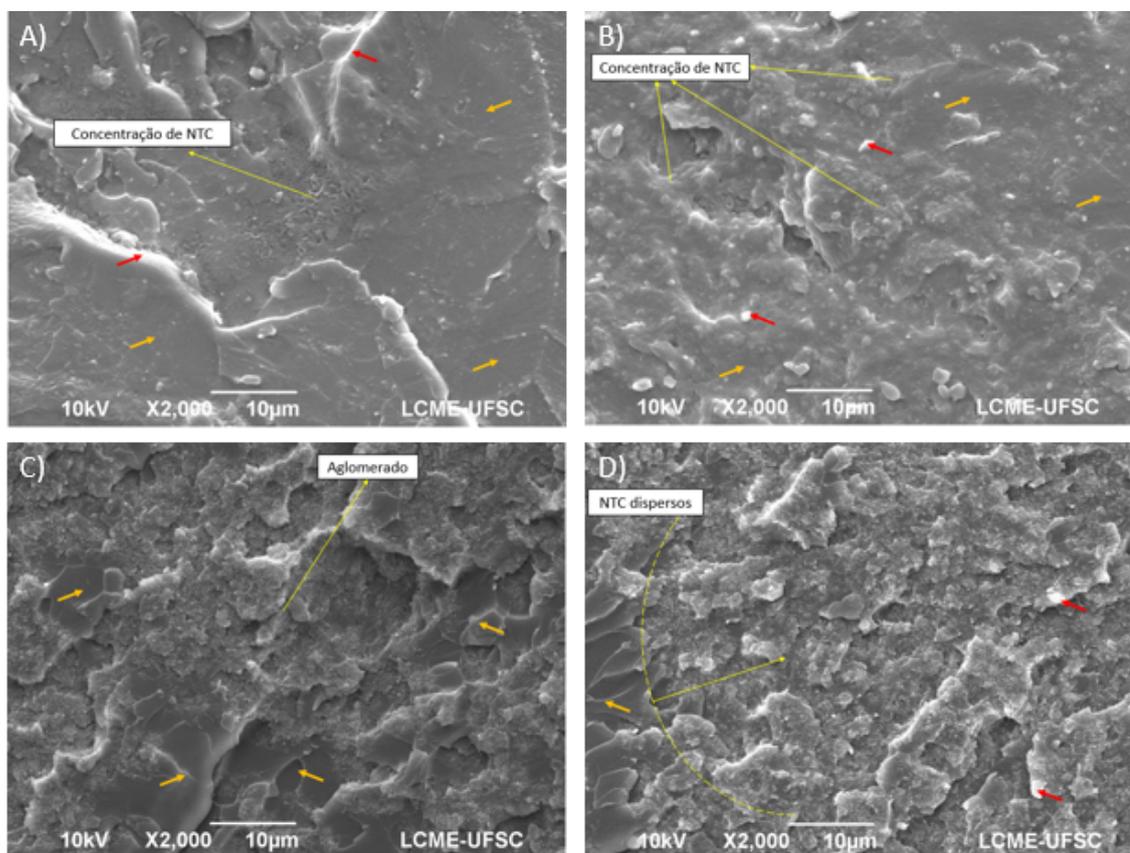
Já nas Figuras 14c e 14d, à medida que o percentual de NTC incorporado na matriz epóxi aumenta, fica mais clara a observação do material de reforço. Na figura 14c, é possível identificar uma grande área de NTC aglomerados, além disso, para essa concentração de 0,5% de NTC, também podem ser observados espaços vazios escuros, onde predomina apenas a matriz epóxi. Na Figura 14d, onde a concentração de NTC é maior, há uma grande quantidade de nanotubos dispersos ao longo de toda a superfície da amostra e menor presença de espaços vazios.

Na Figura 14d, é possível observar a formação de redes de percolação no nanocompósito. A formação dessas redes é fundamental para a alteração das propriedades elétricas, ou seja, os nanotubos conectam-se entre si formando um caminho contínuo, possibilitando a passagem de elétrons e permitindo a condutividade elétrica (MCNALLY *et al.*, 2011). Já em superfícies onde espaços vazios são identificados, ou seja, áreas com domínio apenas da matriz epóxi, há a interrupção das redes de percolação visto que os reforços não se conectam entre si, identificado nas amostras com menores teores de NTC.

A Figura 15, são micrografias do nanocompósito com diferentes percentuais de NTC via FEG. Quando comparadas com as imagens obtidas via MEV, apresentaram uma melhor forma de visualizar a superfície fraturada para avaliar a presença e dispersão dos NTC.

Nas Figuras 15a, 15b, 15c e 15d, regiões de baixa homogeneização do material aditivo é identificado, com a presença de nanotubos de carbono aglomerados e emaranhados, regiões mais claras das amostras. Já para as regiões de cor escura, Figuras 15a, 15b e 15c indicadas pelas setas laranjas, foram observados maiores espaços vazios, ou seja, espaços

Figura 14 – Amostras com diferentes percentuais de NTC via MEV. (a) para 0,1% de NTC; (b) para 0,2% de NTC; (c) para 0,5% de NTC; (d) para 0,8% de NTC.



Fonte: Autor (2022).

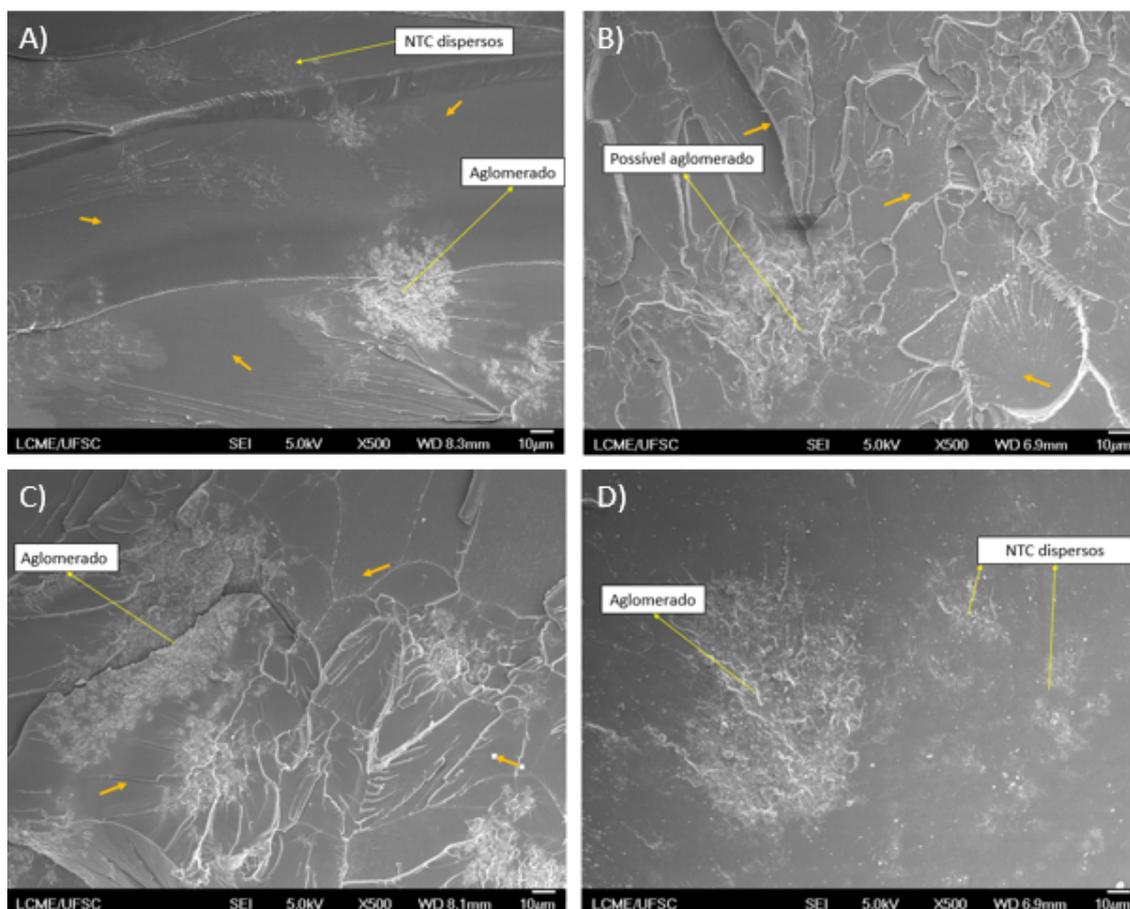
em que há predomínio apenas da fase contínua na amostra. Nessas áreas os reforços não foram bem dispersos junto a matriz e podem ter propriedades inferiores à amostras com material aditivo bem homogeneizado.

A presença dos aglomerados reduzem o efeito reforçador dos nanotubos de carbono, ou seja, atuam como uma falha no nanocompósito. Dessa maneira, os compósitos de NTC/Resina epóxi mal dispersos possuem propriedades mecânicas inferiores quando comparados aos que possuem boa dispersão (SONG; YOUN, 2005). As imagens via FEG contribuíram para comprovar o estado de dispersão dos nanotubos de carbono, visto de maneira subjetiva nas amostras analisadas via MEV.

A dispersão do material aditivo se mostrou insuficiente como visto na análise FEG, no entanto, quando avaliadas as propriedades mecânicas e elétricas, mesmo com a baixa homogeneização entre matriz e reforço, o efeito dos NTC é evidente.

A Figura 16 apresenta a superfície de uma amostra com 0,5% em massa de NTC vista via FEG, com aumento de 30000x. Os NTC são identificados em formatos cilíndricos dispersos na matriz epóxi, formando uma conexão entre eles. Porém, vale destacar que essa imagem representa um aumento maior comparado as imagens anteriores, ou seja,

Figura 15 – Amostras com diferentes percentuais de NTC via FEG. (a) para 0,1% de NTC; (b) para 0,2% de NTC; (c) para 0,5% de NTC; (d) para 0,8% de NTC.



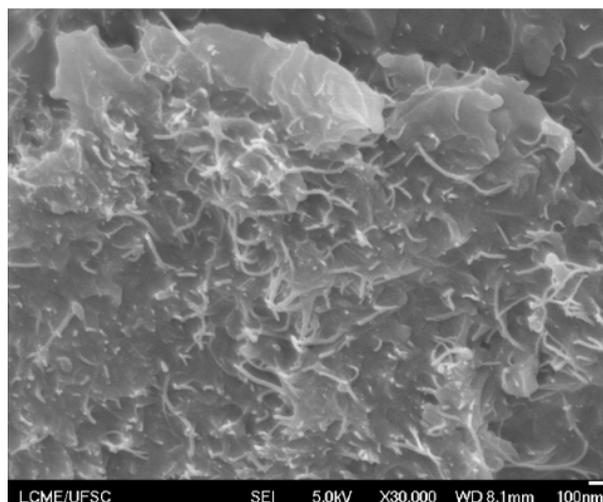
Fonte: Autor (2022).

foi aproximada em uma região de grande concentração de NTC, apenas para realçar a presença dos nanotubos junto a matriz epóxi. As outras imagens coletadas via microscopia eletrônica são apresentadas no Apêndice A, via MEV e Apêndice B, via FEG.

Foi observado através das imagens de microscopia que os NTC foram dispersos de maneira insuficiente na matriz epóxi, onde vários pontos de aglomerados e vazios foram identificados. Entretanto, avaliando as propriedades elétricas e mecânicas, é observado que mesmo com deficiência de homogeneização, o impacto dos NTC nas propriedades é evidenciado.

Vale ressaltar que o uso de ambas as técnicas, para observar os NTC na matriz não foi de fácil realização por alguns fatores como, a presença de impurezas na superfície, fragmentos de resina depositados na superfície da fratura e o baixo percentual de NTC incorporados na matriz. Tais fatores, dificultaram a visualização dos NTC de maneira menos subjetiva, porém mais satisfatória com a técnica FEG.

Figura 16 – Amostra com 0,5% de NTC vista via FEG.



Fonte: Autor (2022).

#### 4.4 ENSAIOS TEÓRICOS

Os resultados encontrados, aplicadas as equações dos modelos teóricos propostos neste trabalho, regra das misturas e Halpin-Tsai são mostrados nas Figura 17 e 18. O módulo de elasticidade da matriz polimérica não reforçada, foi obtido em trabalho anterior elaborado por Neto (2018), assim como os resultados experimentais dos ensaios de resistência a tração e de excitação por impulso, encontrados nos Anexos A e B.

Os resultados obtidos do módulo de elasticidade para cada amostra são comparados com o módulo de elasticidade teórico proposto. Neto (2018) obteve uma queda na rigidez de 3,39% e 6,2% nos ensaios de tração e excitação por impulso, de acordo com o aumento dos NTC nas amostras. Já para o modelo teórico, há uma mudança de rota evidente, ou seja, o aumento da rigidez encontrado é superior a todos os ensaios experimentais.

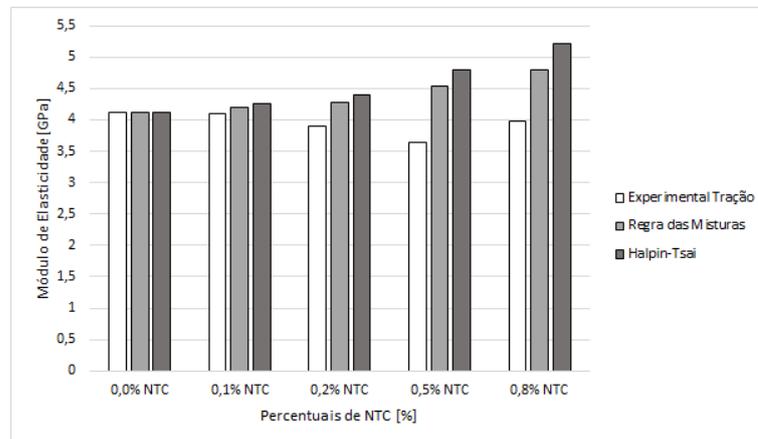
Na regra das misturas houve um aumento da rigidez de 16,26%, passando de 4,12 GPa para amostras sem NTC para 4,75 GPa nas amostras com 0,8% de NTC. Quando comparado ao ensaio de excitação por impulso, a rigidez passa de 3,34% para 4,00%, aumento de 19,76%. No modelo de Halpin-Tsai, o aumento é ainda mais evidente, para tração 26,45% e excitação por impulso de 30,53%.

Em ambos modelos teóricos, conforme o aumento percentual dos nanotubos de carbono nas amostras, há uma tendência de crescimento nos valores de rigidez do componente à medida que a porcentagem do aditivo aumenta. Isso era esperado, uma vez que no modelo teórico não é levado em consideração a presença de defeitos nas amostras, os quais agem como pontos concentradores de tensão e interferem na redução das propriedades mecânicas.

Já na prática, tanto para resistência a tração quanto no ensaio de excitação por

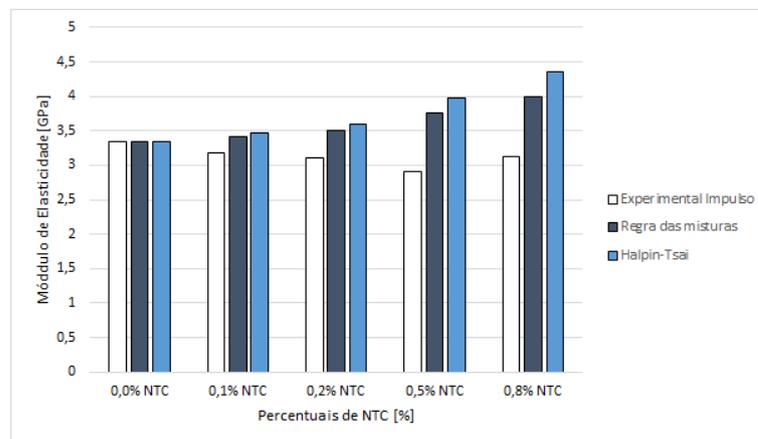
impulso, pode ser identificado uma queda no módulo elástico. Possivelmente essa queda é em função de defeitos no processo de dispersão e obtenção dos corpos de prova, baixa adesão e presença de bolhas no interior das amostras.

Figura 17 – Comparativo do Módulo de Elasticidade: Experimental Tração x Teóricos.



Fonte: Autor (2022).

Figura 18 – Comparativo do Módulo de Elasticidade: Experimental Excitação por Impulso x Teóricos.



Fonte: Autor (2022).

## 5 CONCLUSÃO

Para atingir os objetivos propostos neste trabalho foram realizadas algumas técnicas a fim de identificar e avaliar a influência da adição de NTC. Por fim, os resultados foram discutidos e as conclusões seguidas aos objetivos serão apresentadas.

- Analisar qualitativamente o estado de dispersão dos nanotubos de carbono através de MEV e FEG.

As imagens obtidas via microscopia, MEV, inicialmente foram de difícil visualização dos NTC em todas as amostras, desta maneira a análise via FEG foi fundamental para melhor interpretação das imagens coletadas. Nesta segunda análise, foi possível observar os NTC presentes na matriz polimérica, porém, muitos, na forma de aglomerados e mal dispersos, além de regiões com espaços vazios. A dispersão do material aditivo se mostrou insuficiente, no entanto, quando avaliadas as propriedades mecânicas e elétricas, mesmo com a baixa homogeneização entre matriz e reforço, o efeito dos NTC é evidente.

- Avaliar o desempenho elétrico das amostras de resina epóxi, a partir de diferentes teores de NTC.

O desempenho elétrico, em relação ao compósito puro, mostrou-se satisfatório mesmo com baixas concentrações de NTC nas amostras. É possível afirmar que o comportamento isolante da resina é modificado. É observado uma relação de proporcionalidade direta entre o aumento do teor de NTC e o valor de condutividade. A amostra contendo 0,8% em massa de NTC apresentou a maior condutividade elétrica,  $1,79 \times 10^{-2}$  S/m, nove ordens de grandeza maior comparado a resina epóxi pura.

- Determinar o valor do módulo de elasticidade do compósito, com e sem a adição de nanotubos de carbono, utilizando dois métodos teóricos e comparar com valores previamente medidos.

A partir dos métodos teóricos sugeridos neste trabalho, foram obtidos o módulo de elasticidade tanto pela regra das misturas quanto pelo modelo de Halpin-Tsai. Há uma mudança da rigidez do material quando comparado com os ensaios teóricos e práticos. (NETO, 2018) obteve uma menor rigidez à medida que o teor de NTC aumentou tanto nos ensaios de tração quanto de excitação por impulso. Já nos modelos teóricos, os resultados obtidos estão de acordo com o esperado, ou seja, um aumento da rigidez foi observado, visto que a presença de defeitos, bolhas e baixa adesão não são levados em consideração.

- Estabelecer a massa específica das amostras em diferentes concentrações de NTC.

A massa específica foi determinada para as diferentes concentrações de NTC porém a adição do material aditivo não contribuiu para uma mudança expressiva na massa específica do material, variação percentual próxima à 0,5%. Fato que pode ser justificado pelo pequeno percentual de NTC inserido e também a presença de defeitos durante a confecção das amostras.

Sugestões para trabalhos futuros:

- Comparar NTC funcionalizados e não-funcionalizados utilizando metodologia similar à adotada neste trabalho;
- Comparativo entre duas rotas de dispersão de NTC, com o uso de solvente e mistura direta, além do uso de NTC funcionalizados e não-funcionalizados;
- Preparar amostras com uma rota de processamento que evite a presença de porosidade dentro das peças, de forma a obter uma caracterização do material intrínseca;

## REFERÊNCIAS

- AJAYAN, P. M. *et al.* Aligned Carbon Nanotube Arrays Formed by Cutting a Polymer Resin - Nanotube Composite. **Science**, v. 265, n. 5176, p. 1212–1214, 1994.
- ALLAOUI, A *et al.* Mechanical and electrical properties of a MWNT/epoxy composite. **Composites Science and Technology**, v. 62, n. 15, p. 1993–1998, 2002. ISSN 0266-3538.
- ANGÉLICO, Ricardo Afonso. **Avaliação de modelos de falhas progressivas para estruturas em material compósito**. 2009. Diss. (Mestrado) – Universidade de São Paulo, Escola de engenharia de São Carlos, Curso de Pós Graduação, São Carlos.
- ARAUJO, Rogério Gomes. **Compósitos pvc/nanotubos de carbono: Preparação e caracterização de propriedades elétricas, térmicas e mecânicas**. 2010. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).
- CALLISTER, W.D.Jr. **Ciência e engenharia de materiais : uma introdução**. [S.l.]: LTC, 2008. ISBN 9788521615958.
- COLEMAN, Jonathan N. *et al.* Small but strong: A review of the mechanical properties of carbon nanotube–polymer composites. **Carbon**, v. 44, n. 9, p. 1624–1652, 2006. ISSN 0008-6223.
- COLLINS, Philip G; AVOURIS, Phaedon. Nanotubes for electronics. **Scientific american**, JSTOR, v. 283, n. 6, p. 62–69, 2000.
- COTIUGA, Irina *et al.* Block-copolymer-assisted solubilization of carbon nanotubes and exfoliation monitoring through viscosity. **Macromolecular Rapid Communications**, Wiley Online Library, v. 27, n. 13, p. 1073–1078, 2006.
- FERREIRA, Odair Pastor. **Nanotubos de Carbono: Preparação e caracterização**. Campinas: [s.n.], 2003.
- FIEDLER, Bodo *et al.* Fundamental aspects of nano-reinforced composites. **Composites Science and Technology**, v. 66, p. 3115–3125, dez. 2006.
- FILHO, Antonio S; FAGAN, Solange. Funcionalização de nanotubos de Carbono. **Química Nova - QUIM NOVA**, v. 30, jan. 2007.
- GREENE, Eric. **Marine Composites**. [S.l.]: Eric Greene Associates, nov. 1999. ISBN 9780967369204.

HAMEED, Asad *et al.* Thermal and Mechanical Properties of Carbon Nanotube/Epoxy Nanocomposites Reinforced With Pristine and Functionalized Multiwalled Carbon Nanotubes. **Polymer Composites**, v. 36, jun. 2014.

HARPER, C.A. **Handbook of Plastics, Elastomers, and Composites**. [S.l.]: McGraw-Hill, 2002. (HANDBOOK OF PLASTICS, ELASTOMERS & COMPOSITES). ISBN 9780071384766.

HARRIS, Peter JF; HARRIS, Peter John Frederick. **Carbon nanotube science: synthesis, properties and applications**. [S.l.]: Cambridge university press, 2009.

HONG, S.-G; WU, C.-S. DSC and FTIR Analyses of The Curing Behavior of Epoxy/dicy/solvent Systems on Hermetic Specimens. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 59, p. 711–719, mar. 2000.

IJIMA, Sumio. Helical microtubules of graphitic carbon. **nature**, Nature Publishing Group, v. 354, n. 6348, p. 56–58, 1991.

KASALI WAL, Gaurav *et al.* Influence of material and processing parameters on carbon nanotube dispersion in polymer melts. *In*: [S.l.: s.n.], mar. 2011. P. 92–132. ISBN 9781845697617.

KROTO, Harold W *et al.* C 60: buckminsterfullerene. **nature**, Nature Publishing Group, v. 318, n. 6042, p. 162–163, 1985.

LAU, Kin-tak *et al.* Thermal and mechanical properties of single-walled carbon nanotube bundle-reinforced epoxy nanocomposites: the role of solvent for nanotube dispersion. **Composites Science and Technology**, v. 65, n. 5, p. 719–725, 2005. ISSN 0266-3538.

LEVY NETO, Flaminio; PARDINI, Luiz Claudio. **Compósitos estruturais : ciência e tecnologia**. [S.l.]: Blucher, 2018. 2a. edição revista e ampliada. ISBN 9788521210788.

LIAO, Yu-Hsuan *et al.* Investigation of the dispersion process of SWNTs/SC-15 epoxy resin nanocomposites. **Materials Science and Engineering: A**, v. 385, n. 1, p. 175–181, 2004. ISSN 0921-5093.

LOOS, Marcio R *et al.* Effect of carbon nanotubes addition on the mechanical and thermal properties of epoxy matrices. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 11, p. 347–352, 2008.

LOOS, Marcio R *et al.* The effect of acetone addition on the properties of epoxy. **Polimeros**, SciELO Brasil, v. 18, p. 76–80, 2008.

LOPES, Elaine C; SOARES, Bluma G. Efeitos da radiação ultrassônica e do misturador turrax sobre dispersões de nanotubos de carbono na resina epóxi. *In*: 12º Congresso Brasileiro de Polímeros (12ºCBPol). [S.l.: s.n.], 2013.

MA, Peng-Cheng *et al.* Dispersion and functionalization of carbon nanotubes for polymer-based nanocomposites: A review. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 41, n. 10, p. 1345–1367, 2010. ISSN 1359-835X.

MARTINS, Silvana; REIS, João; DA COSTA MATTOS, Heraldo. Estudo das propriedades mecânicas e elétricas do compósito epóxi/grafite. *In:*

MCNALLY, T. *et al.* **Polymer-Carbon Nanotube Composites: Preparation, Properties and Applications**. [S.l.: s.n.], mar. 2011. P. xv–xx. ISBN 9781845697617. DOI: 10.1016/B978-1-84569-761-7.50028-9.

MIRJALILI, V; HUBERT, P. Effect of carbon nanotube dispersion on the fracture toughness of polymers. *In:* ICCM-17 17th International Conference on Composite Materials. [S.l.: s.n.], 2009. P. 27–31.

MITCHELL, Brian S. **An introduction to materials engineering and science for chemical and materials engineers**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2004.

NASSEH, J. **Manual de Construção de Barcos**. [S.l.]: Barracuda Composites, 2011. ISBN 9788590711230.

NETO, P D. **Avaliação das propriedades físicas e mecânicas de nanocompósitos a base de epóxi/nanotubos de carbono**. [S.l.: s.n.], 2018. Trabalho de Conclusão de Curso - TCC, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Joinville.

ODOM, Teri Wang *et al.* Structure and Electronic Properties of Carbon Nanotubes. **The Journal of Physical Chemistry B**, v. 104, n. 13, p. 2794–2809, 2000.

PIZZUTTO, Caio Enrico *et al.* Study of epoxy/CNT nanocomposites prepared via dispersion in the hardener. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 14, n. 2, p. 256–263, 2011.

RIBEIRO, Bruno; BOTELHO, Edson; COSTA, Michelle. Estudo das propriedades elétricas e térmicas de compósitos nanoestruturados de poli(sulfeto de fenileno) reforçados com nanotubos de carbono. **Polímeros**, v. 25, p. 94–100, fev. 2015.

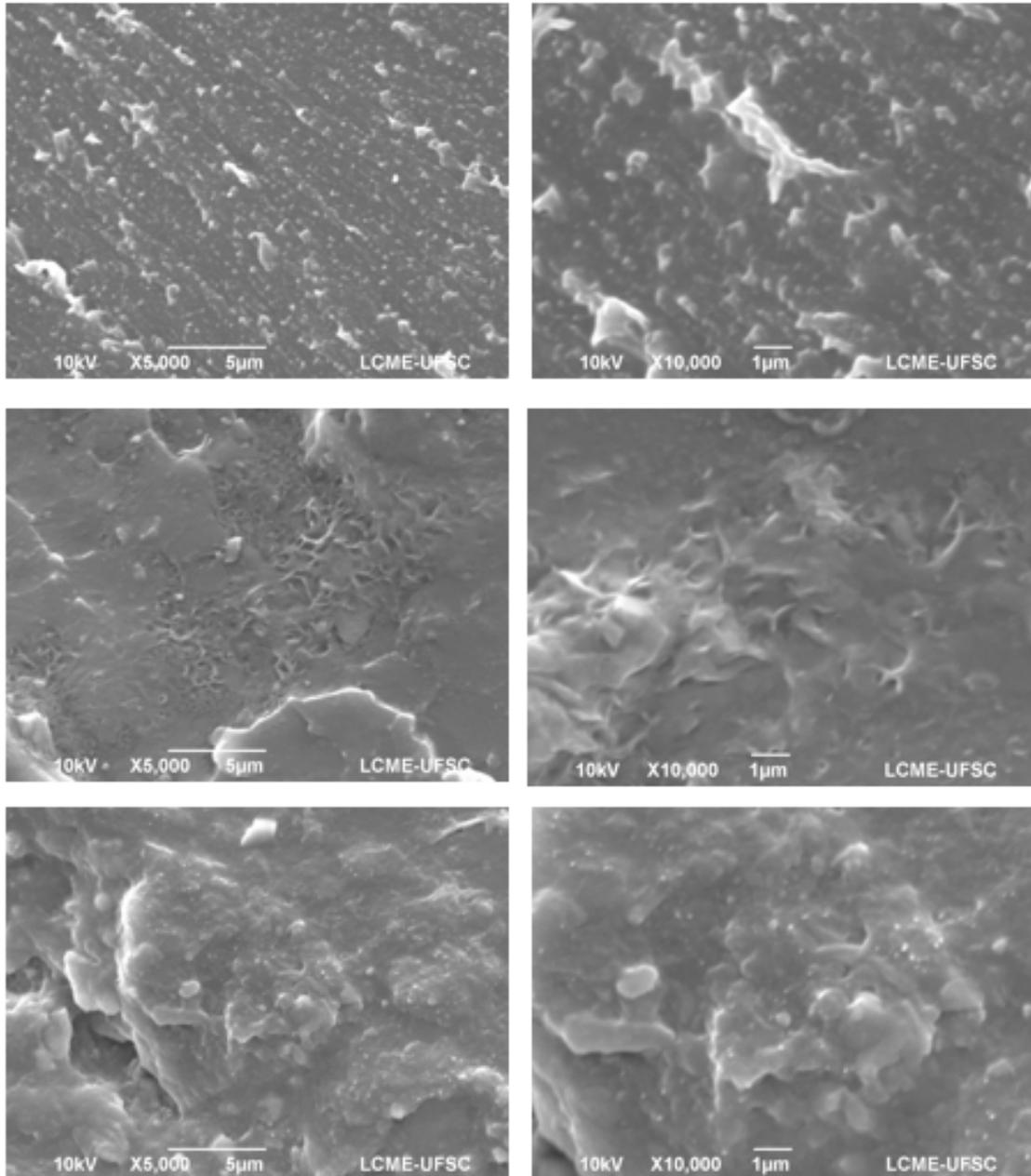
SANTOS, Adriana R. Dos. **Síntese de nanocompósitos de polipropileno com catalisadores metalocênicos suportados em argilas**. 2006. Diss. (Mestrado) – Universidade de Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, Mestrado em Ciência e Tecnologia de Polímeros, Rio de Janeiro.

SISTO, Thomas J. *et al.* Towards pi-extended cycloparaphenylenes as seeds for CNT growth: investigating strain relieving ring-openings and rearrangements. **Chem. Sci.**, The Royal Society of Chemistry, v. 7, p. 3681–3688, 6 2016.

- SONG, Young; YOUN, Jae. Influence of dispersion states of carbon nanotubes on physical properties of epoxy nanocomposites. **Carbon**, v. 43, p. 1378–1385, jun. 2005.
- SPITALSKY, Zdenko *et al.* Carbon nanotube–polymer composites: Chemistry, processing, mechanical and electrical properties. **Progress in Polymer Science**, v. 35, n. 3, p. 357–401, 2010. ISSN 0079-6700.
- SUN, Xuemei *et al.* Developing polymer composite materials: carbon nanotubes or graphene? **Advanced Materials**, Wiley Online Library, v. 25, n. 37, p. 5153–5176, 2013.
- THOSTENSON, Erik T; REN, Zhifeng; CHOU, Tsu-Wei. Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review. **Composites Science and Technology**, v. 61, n. 13, p. 1899–1912, 2001. ISSN 0266-3538.
- TSOTRA, P; FRIEDRICH, K. Electrical and mechanical properties of functionally graded epoxy-resin/carbon fibre composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 34, n. 1, p. 75–82, 2003. ISSN 1359-835X.
- TUCKER, Charles L.; LIANG, Erwin. Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites: Review and evaluation, 1999.
- VIDOTTI, Izabel C.R; FREITAS, Liane L; SAMIOS, Dimitrios. Physical aging behavior of a DGEBA/DDM system studied by thermal analysis (DSC/DMTA). **Polímeros**, v. 9, p. 58–64, set. 1999.
- VILLMOW, Tobias *et al.* Influence of twin-screw extrusion conditions on the dispersion of multi-walled carbon nanotubes in a poly(lactic acid) matrix. **Polymer**, v. 49, p. 3500–3509, jul. 2008.
- WANG, Zhe *et al.* Effective Functionalization of Carbon Nanotubes for Bisphenol F Epoxy Matrix Composites. **Materials Research**, v. 15, p. 510–516, ago. 2012.
- ZARBIN, Aldo J. G. **Química de (nano)materiais**. [S.l.]: Sociedade Brasileira de Química, dez. 2007.

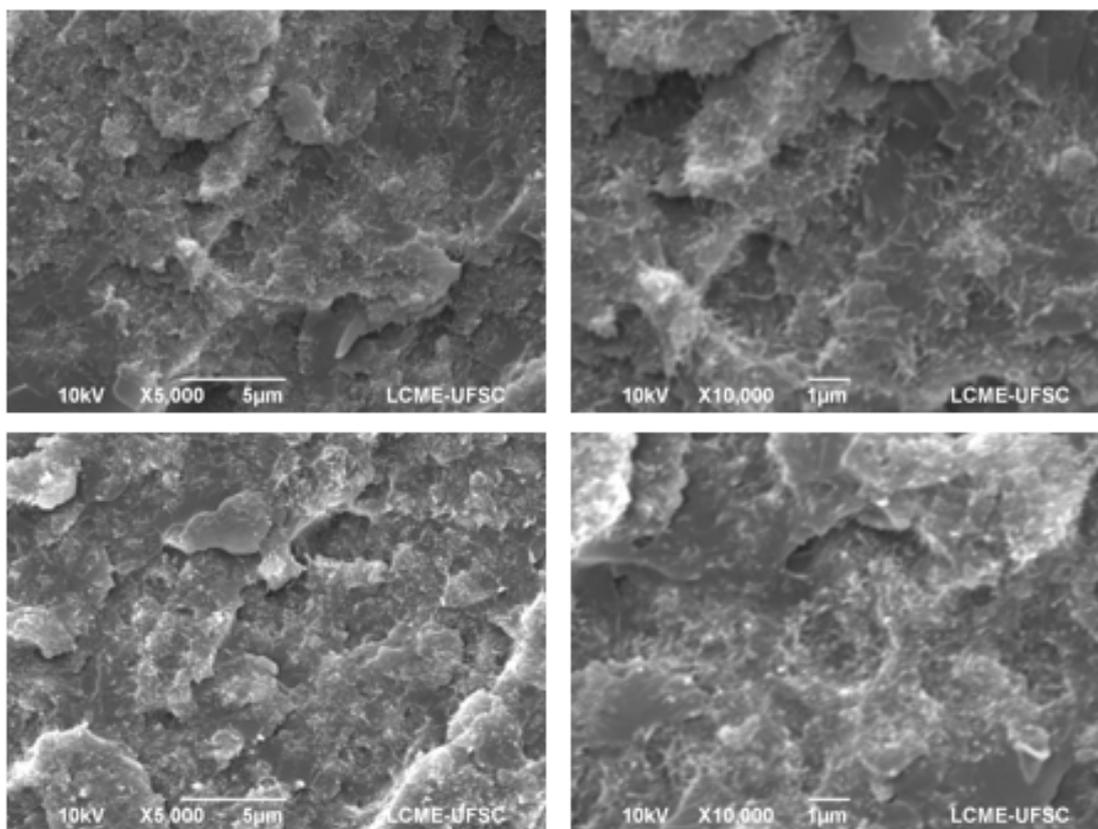
**APÊNDICE A – IMAGENS MEV**

Figura 19 – Imagens MEV - 0,0 %NTC; 0,1%NTC; 0,2%NTC.



Fonte: Autor (2022).

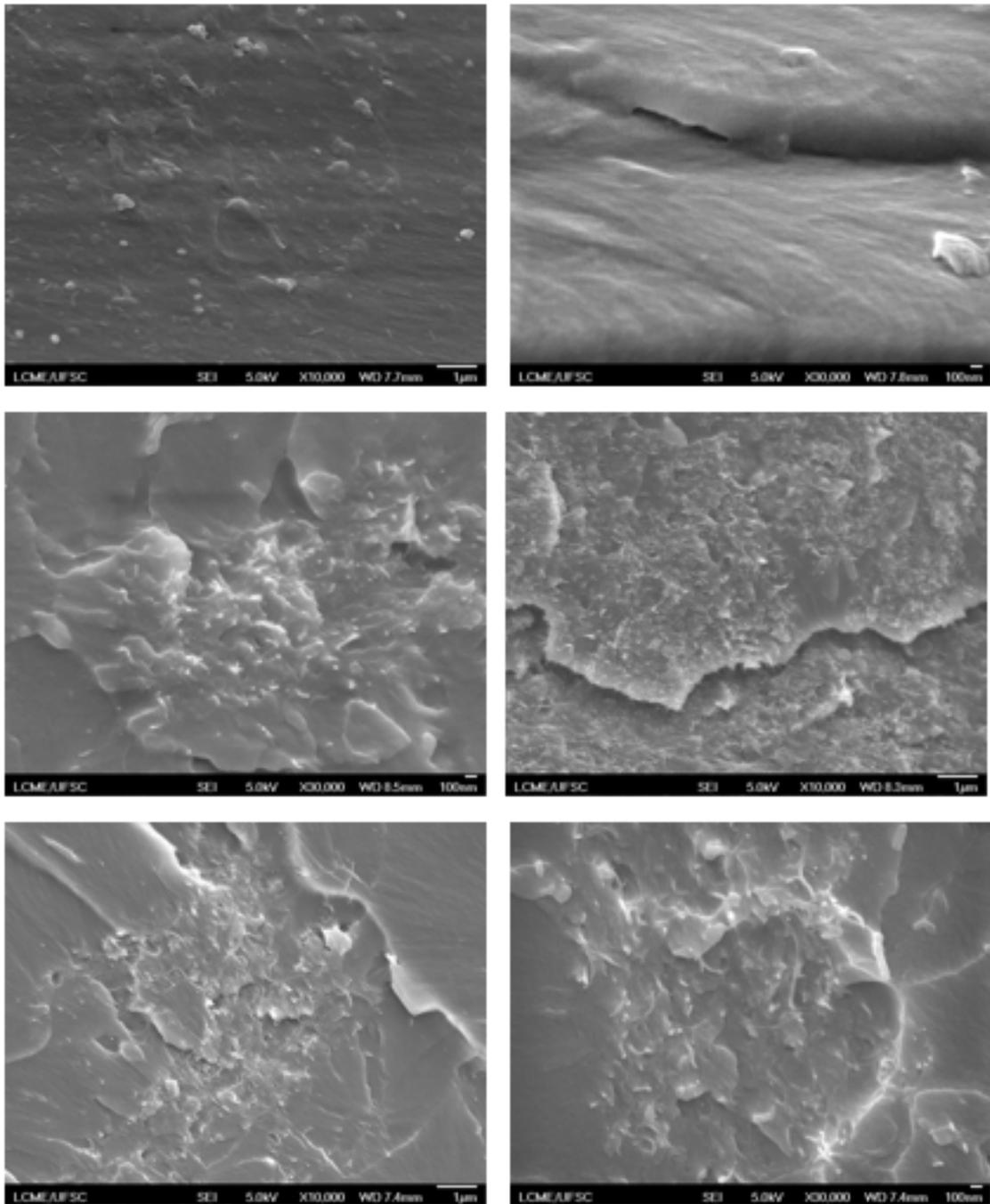
Figura 20 – Imagens MEV - 0,5 %NTC; 0,8%NTC.



Fonte: Autor (2022).

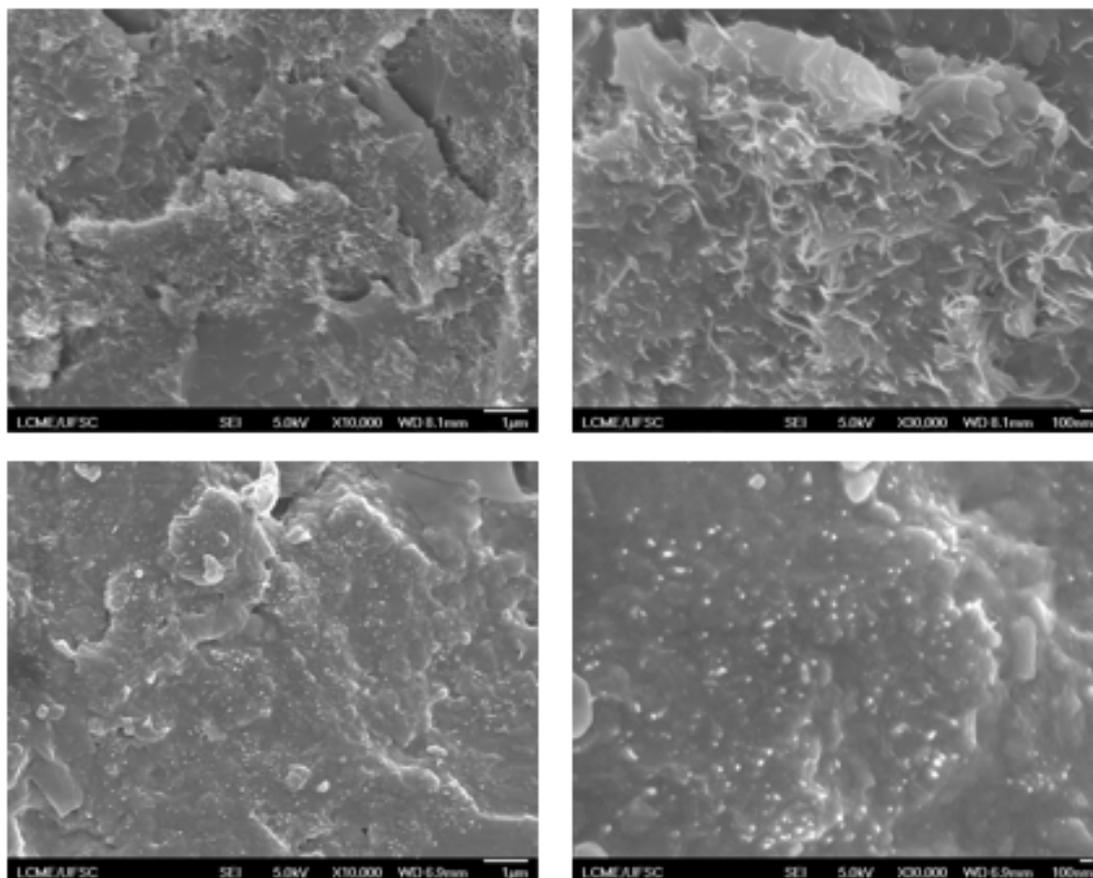
**APÊNDICE B – IMAGENS FEG**

Figura 21 – Imagens FEG - 0,0 %NTC; 0,1%NTC; 0,2%NTC.



Fonte: Autor (2022).

Figura 22 – Imagens FEG - 0,5 %NTC; 0,8%NTC.



Fonte: Autor (2022).

## ANEXO A – RIGIDEZ ENSAIO DE TRAÇÃO

Figura 23 – Valores encontrados por (NETO, 2018) após ensaio de tração.

Conjunto de Amostras A	A1	A2	A3	A4	A5	Média	$\sigma$	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	$\sigma$	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	$\sigma$	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	$\sigma$	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%

Conjunto de Amostras E	E1	E2	E3	E4	E5	Média	$\sigma$	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: Adaptado (NETO, 2018).

## ANEXO B – RIGIDEZ EXCITAÇÃO POR IMPULSO

Figura 24 – Valores encontrados por (NETO, 2018) após ensaio de excitação por impulso.

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

Conjunto de Amostras E	0,8% NTC					
	CDP 1	CDP 2	CDP 3	CDP 4	CDP 5	Média
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: Adaptado (NETO, 2018).