



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Efeitos da adição de nanotubos de carbono de parede simples nas propriedades mecânicas de compósitos de fibra de carbono/epóxi

RAFAEL LEAL DA COSTA

**Dissertação apresentada como parte dos requisitos para
obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientador:
Prof. Dr. **Leonardo Gondim de Andrade e Silva**

São Paulo
2023

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Efeitos da adição de nanotubos de carbono de parede simples nas propriedades mecânicas de compósitos de fibra de carbono/epóxi

Versão Corrigida

Versão Original disponível no IPEN

RAFAEL LEAL DA COSTA

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador:

Prof. Dr. **Leonardo Gondim de Andrade e Silva**

São Paulo

2023

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

COSTA, R. L. d. ***Efeitos da adição de nanotubos de carbono de parede simples nas propriedades mecânicas de compósitos de fibra de carbono/epóxi***. 2023. 45 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN, São Paulo. Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br/>> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Costa, Rafael Leal da
Efeitos da adição de nanotubos de carbono de parede simples nas propriedades mecânicas de compósitos de fibra de carbono/epóxi / Rafael Leal da Costa; orientador Leonardo Gondim de Andrade e Silva. -- São Paulo, 2023.
45 f.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2023.

1. Nanocompósitos. 2. Compósito hierárquico. 3. Compósitos de fibra de carbono/epóxi. 4. Nanotubos de carbono. 5. Enrolamento filamental. I. Gondim de Andrade e Silva, Leonardo, orient. II. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: Rafael Leal da Costa

Título: Efeitos da adição de nanotubos de carbono de parede simples nas propriedades mecânicas de compósitos de fibra de carbono/epóxi

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências.

Data: ___/___/___

Banca Examinadora

Prof. Dr.: _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador, Leonardo Gondim de Andrade e Silva, por toda a ajuda, ensinamentos e sabedoria transmitida durante o trabalho, sempre de maneira extremamente solícita e de fácil acessibilidade. Com sua orientação, o trabalho árduo da presente pesquisa foi realizado de forma muito mais facilitada e agradável.

Ao professor doutor Gerson Marinucci por todos os conhecimentos técnicos ensinados, pelas correções e parceria durante todo o trabalho, estando sempre presente na etapa experimental e teórica.

Ao engenheiro Delmo Amari por toda a ajuda técnica, disponibilização de insumos e ajuda significativa na parte experimental.

Aos integrantes da banca, composta pelo professor doutor Gerson Marinucci, pela doutora Maria Cecília Conceição Evora e pelo doutor Cassius Riul, por aceitarem o convite para comporem a minha banca examinadora.

Aos meus pais, Carlos Roberto da Costa e Mariza Leal da Costa, por terem me dado todo o suporte que edificou meus alicerces morais e intelectuais que me permitiram trilhar meu caminho e alcançar vários objetivos relevantes, incluindo a execução do presente trabalho.

À minha esposa Camila Maria Zenzi, me auxiliando com sua experiência acadêmica e que está todo tempo ao meu lado, compartilhando muita coisa, inclusive a tarefa de proporcionar aos nossos filhos os mesmos bons alicerces que tivemos.

Aos meus filhos, Milena Zenzi da Costa e Rafael Zenzi da Costa que representam inspirações que me motivam em tudo que eu faço.

À minha sogra Rita de Cássia Liparini Zenzi, por estar sempre disposta a ajudar no cuidado aos meus filhos e à minha esposa, me dando mais tranquilidade e disponibilidade para dedicar ao presente trabalho.

À Jamile por toda ajuda técnica e instrução na parte experimental oferecida durante todo o trabalho.

Ao José Ferreira da Silva Filho, Marcos Augusto e Luciano Souza pela ajuda com a preparação dos corpos de prova e execução dos ensaios mecânicos.

À Léa Sarita Montagna pela ajuda com a microscopia.

À Sueli Virgílio e à Ana Claudia Vaz Carolino pela ajuda com as análises das

composições dos compósitos.

Ao Osni e toda sua equipe de produção pela ajuda com a produção das placas de compósitos.

À Marinha do Brasil e a todos que colaboraram com a viabilização do meu mestrado em regime de dedicação exclusiva, que me deu oportunidade de desenvolver o presente trabalho com disponibilidade total.

E, por fim, agradeço principalmente a Deus, que sempre me faz sentir sua presença de várias maneiras, incluindo ao me fazer cruzar o caminho com todos citados neste tópico, ao me fazer notar como tudo no presente trabalho fluiu e atingiu o objetivo da maneira adequada no momento certo e ao me proporcionar todas as oportunidades que sempre surgem em minha vida.

EPÍGRAFE

"Você deve ser a mudança que deseja
ver no mundo."

Mohandas Karamchand
Gandhi (1869 – 1948)

RESUMO

COSTA, R. L. Efeitos da adição de nanotubos de carbono de parede simples nas propriedades mecânicas de compósitos de fibra de carbono/epóxi. 2023. 45 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

Foi desenvolvido um roteiro de fabricação de compósito hierárquico de matriz epoxy e reforços de fibra de carbono e nanotubos de carbono de paredes únicas. Buscou-se utilizar insumos acessíveis e de fácil aquisição, além de minimizar a complexidade e o número de etapas de fabricação do processo, para que o roteiro seja facilmente implementável em grande escala. Desenvolveu-se um roteiro utilizando um produto comercial composto de uma mistura de nanotubos com agentes dispersantes, foi utilizado um misturador planetário para dispersão do produto na resina em uma única etapa e as placas de compósito foram produzidas por enrolamento filamentar. Os ensaios de flexão mostraram uma melhoria de mais de 10% na resistência à flexão com adição de 87 ppm de nanotubos, além disso a dispersão se mostrou de boa qualidade, ao ser avaliada por microscopia eletrônica de varredura e outros métodos.

Palavras chave: Nanotubos de carbono, compósito hierárquico, enrolamento filamentar, compósito de fibra de carbono, nanocompósitos, resina epóxi, fibra de carbono

ABSTRACT

COSTA, R. L. **Effects of the Addition of Single-Walled Carbon Nanotubes on the Mechanical Properties of Carbon Fiber/Epoxy Composites.** 2023. 45 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

A fabrication protocol for a hierarchical composite consisting of an epoxy matrix reinforced with carbon fibers and single-walled carbon nanotubes was developed. The aim was to use readily available and easily procured materials while minimizing the complexity and number of fabrication stages, so that the protocol can be easily scaled up. A procedure was developed using a commercial product composed of a mixture of nanotubes with dispersing agents. A planetary mixer was used to disperse the product into the resin in a single step, and the composite plates were produced via filament winding. Flexural tests indicated an improvement of over 10% in flexural strength with the addition of 87 ppm of nanotubes. Furthermore, the dispersion quality was found to be high, as assessed by scanning electron microscopy and other methods.

Keywords: Carbon nanotubes, hierarchical composite, filament winding, carbon fiber composite, nanocomposites, epoxy resin, carbon fiber.

LISTA DE TABELAS

	Página
Tabela 1 – Composição dos corpos de prova e respectivas frações mássicas.....	24
Tabela 2 – Resultados médios dos ensaios de flexão.....	26

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 1 – Números de artigos publicados, por área de conhecimento, nos 12 países que mais publicam, mostrando o crescimento exponencial do número de publicações.....	2
Figura 2 – Representação de um compósito laminado com várias camadas unidirecionais com diferentes orientações de fibra.....	7
Figura 3 – Imagem da falha interlaminar (delaminação) e da trinca da matriz (intralaminar) e da fratura da fibra (translaminar).....	8
Figura 4 - Materiais baseados na estrutura do carbono sp^2	10
Figura 5 - Ilustração da estrutura básica das partículas da família do carbono sp^2	11
Figura 6 – Representação esquemática do funcionamento do misturador planetário.....	13
Figura 7 – Produto comercial TUBALL™ MATRIX 301 contendo 10% de nanotubos de carbono de parede simples.....	15
Figura 8 - Misturador planetário THINKY MIXER ARE310 utilizado para a dispersão dos nanotubos.....	16
Figura 9 - Misturador ARROW ENGINEERING Modelo 6000 de alta rotação para dispersão de nanopartículas.....	17
Figura 10 – Disco Cowles e formato de vórtice para dispersão do produto TUBALL™ MATRIX 300 indicados pelo fabricante.....	17
Figura 11 – (A) Impregnação da resina e (B) molde rotativo do processo de enrolamento filamentar.....	18
Figura 12 - Analisador termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851e utilizado para determinação de fração de fibra de carbono das placas.....	20

Figura 13 – (A) Procedimento de controle de qualidade / (B) Exemplo de dispersão ruim / (C) Exemplo de boa dispersão.....	20
Figura 14 – Teste mecânico de flexão montado em um equipamento de ensaio universal Instron 5500R, seguindo a norma ASTM D7264/D7264M-21.....	21
Figura 15 – Processo de agitação com alta rotação, apresentando um vórtice com o formato e características seguindo o que indica o fabricante.....	22
Figura 16 – Dispersão de TUBALL™ MATRIX 301 na resina LY 5052 observada na lupa ZEISS Discovery.V8, mostrando a presença de apenas um aglomerado de 16,84 µm (aumento 80X).....	23
Figura 17 – O resultado do teste simples recomendado pelo Guia de Processamento da série TUBALL™ MATRIX 300-x, apresentando boa qualidade de dispersão.....	24
Figura 18 - Nanotubos dispersos na matriz observados usando um microscópio eletrônico de varredura.....	25
Figura 19 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do corpo de prova sem nanotubos de carbono.....	27
Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do corpo de prova com nanotubos de carbono.....	27
Figura 21 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do corpo de prova com nanotubos de carbono.....	28
Figura 22 – Detalhes da dispersão de nanotubos na superfície de fratura, mostrando boa adesão com retenção de estilhaços da matriz.....	29
Figura 23 – Detalhes da dispersão de nanotubos na superfície de fratura, mostrando que os nanotubos não estão aglomerados.....	29
Figura 24 - Detalhe do nanotubo, sendo possível medir a espessura de 27,9 nm de um dos nanotubos.....	30

LISTA DE ABREVIATURAS

CFRP: Polímero Reforçado com Fibra de Carbono (*Carbon Fiber Reinforced Polymer*)

ppm: Partes por milhão

rpm: Rotações por minuto

wt %: Fração mássica

SUMÁRIO

	Página
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Desenvolvimento dos materiais e o avanço tecnológico.....	1
1.2 Compósitos.....	3
1.3 Compósitos de Matriz Polimérica Reforçados com Fibra de Carbono.....	5
1.4 Falhas em Compósitos por Delaminação.....	6
2 OBJETIVOS	9
2.1 Objetivo geral.....	9
2.2 Objetivos específicos.....	9
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
3.1 Compósitos com reforços hierárquicos utilizando nanopartículas.....	9
3.2 Funcionalização dos nanotubos de carbono.....	11
3.3 Dispersão dos nanotubos de carbono.....	12
3.4 Significância Estatística e as Hipóteses em Testes de Significância.....	13
4 MATERIAIS E MÉTODOS	14
4.1 Materiais e equipamentos.....	14
4.2 Preparação das amostras.....	18
4.3 Análises.....	19
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	21
6 CONCLUSÕES	31
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	32
APÊNDICE	36
ANEXO	37

1 INTRODUÇÃO

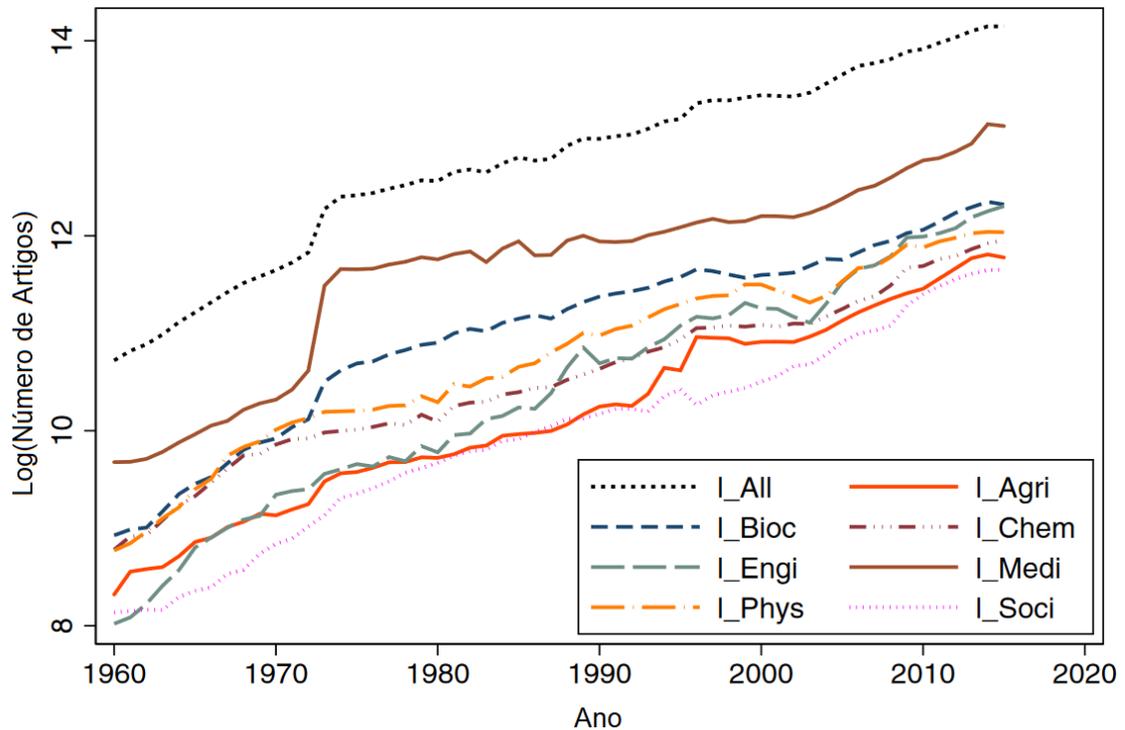
1.1 Desenvolvimento dos materiais e o avanço tecnológico

O domínio da tecnologia de fabricação e manufatura de materiais está diretamente relacionado com o desenvolvimento da humanidade. Um indicativo da grande relevância dos materiais na evolução humana é o fato do domínio da tecnologia de materiais ser um dos vários critérios de classificação dos períodos de desenvolvimento da humanidade, denominando períodos da história como Idade da Pedra, Idade do Cobre, Idade do Bronze, Idade do Ferro, por exemplo, baseado no material utilizado nos artefatos produzidos em cada período.

Embora este método de classificação não seja utilizado para se referir aos períodos atuais, os materiais ainda são determinantes nos avanços tecnológicos e na evolução da humanidade.

Nas últimas décadas houve uma grande expansão do número de artigos publicados em periódicos internacionais, indicando o grande avanço que tem ocorrido em todas as áreas da pesquisa científica. Na Figura 1 é mostrado o gráfico do crescimento exponencial em todas as áreas de conhecimento que vem sendo sustentado por todo o período, que se inicia em 1960, em escala logarítmica. As curvas representam as quantidades de publicações dos 12 países que mais publicaram em 2015 (Alemanha, Austrália, Canadá, China, Coreia do Sul, Espanha, Estados Unidos, França, Índia, Itália, Japão, Reino Unido) divididas pelas áreas de Ciências Agrícolas e Biológicas (Agri); Bioquímica, Genética e Biologia Molecular (Bioc); Química (Chem); Engenharia (Engi); Medicina (Medi); Física e Astronomia (Phys); Ciências Sociais (Soci). A soma de todas as áreas está representada pela curva superior (All) (MONROY e DIAZ, 2018).

Figura 1 – Números de artigos publicados, por área de conhecimento, nos 12 países que mais publicam, mostrando o crescimento exponencial do número de publicações



Fonte: adaptado de MONROY e DIAZ, 2018.

Entre os fatores que influenciaram o crescimento mostrado na Figura 1, destaca-se o domínio de tecnologias decorrente do desenvolvimento de certos tipos de materiais, como os semicondutores, os polímeros, os materiais compósitos, além de novas descobertas envolvendo as classes de materiais já conhecidos, como as novas ligas metálicas e as novas cerâmicas. Muitas das tecnologias derivadas do domínio desses novos materiais, além de mudar vários aspectos da vida cotidiana, também facilitaram a pesquisa e desenvolvimento, conseqüentemente, a geração de um grande conhecimento tecnológico.

Um dos exemplos de classe de material, que foi recentemente dominada e que proporcionou grandes desenvolvimentos tecnológicos, é a dos semicondutores, que permitiu a ascensão e popularização das tecnologias computacionais. Lembrando que os processadores, discos rígidos, memórias e vários outros componentes dos computadores têm como base os semicondutores, em especial os baseados em silício (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH 2012). Estas tecnologias influenciam bastante no volume de produção científica e tecnológica, pois tornam os cálculos mais rápidos, equipamentos mais precisos,

armazenagem de dados mais organizada e compacta, acesso à informação mais fácil e abrangente, comunicação mais eficiente, dentre outros ganhos. É difícil imaginar trabalhar em pesquisa sem computadores, internet, câmeras digitais e telefones móveis, por exemplo. Sendo assim, tecnologias que estão presentes em praticamente toda pesquisa científica e tecnológica de ponta, também na vida cotidiana da população, só foram possíveis por conta do desenvolvimento de novos materiais.

Além disso, a resistência mecânica associada à densidade dos materiais é um dos fatores limitantes tecnológicos para alguns projetos e o rápido crescimento tecnológico aumentou significativamente a demanda por materiais com maior resistência e menor densidade em muitos segmentos. Para muitas aplicações, como na indústria aeronáutica, automobilística, química, papel e celulose, petróleo e gás, por exemplo, o limite de alguns materiais eram barreiras para o desenvolvimento, o que levou a recente popularização dos materiais compósitos em projetos mais recentes.

1.2 Compósitos

Os materiais compósitos resultam da combinação de dois ou mais constituintes dissimilares em relação às propriedades químicas e/ou físicas, resultando em um novo material com propriedades superiores aos materiais individuais. É importante salientar que para ser considerado um compósito, os materiais individuais necessitam estar em fases distintas, unidos por uma interface bem definida. Esse é um ponto que distingue os compósitos dos outros tipos de combinações de materiais e substâncias, como as misturas, soluções sólidas, blendas poliméricas, copolímeros, entre outros (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH, 2012; MARINUCCI, 2011).

A utilização de materiais compósitos não é uma novidade, na verdade, assim como o conhecimento de técnicas de produção utilizando metais e cerâmicas, seu uso também é milenar. Os compósitos são fabricados há muito tempo na forma de madeira compensada (utilizada há mais de 5 milênios), paredes de argila com reforço de palha, papiro com resinas utilizadas em embarcações egípcias, entre outras. Sendo assim, a técnica de combinar diferentes materiais para obtenção de propriedades desejadas vem sendo empregada desde a pré-história. No entanto,

apenas na metade do século XX os compósitos multifásicos começaram a ser tratados como uma classe de material distinta e passaram a ser fabricados com base em estudos mais profundos, com destaque para a rápida evolução dos polímeros reforçados com fibra de vidro (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH, 2012).

Esta classe de materiais possibilita obter combinações de propriedades não encontradas em nenhuma liga metálica, cerâmica ou polímero conhecidos. Os compósitos, como material de engenharia, têm uma história recente e oferecem inúmeras possibilidades de combinações dos materiais constituintes. Por conta disso, sua utilização vêm aumentando em muitas áreas antes reservada aos outros materiais e, por conta disso, tiveram grande ascensão comercial e tecnológica, atraindo grande atenção da comunidade científica (MARINUCCI, 2011).

Estes materiais são de interesse especial de indústrias cujos limitantes são a resistência e/ou densidade dos materiais, como a indústria aeronáutica, aeroespacial, automobilística, náutica, nuclear, submarina, transporte, bioengenharia, esportiva de alto desempenho, militar, entre outras que, historicamente, estão na vanguarda tecnológica (JOSHI e CHATTERJEE, 2016; KIM, 2019).

Em relação à natureza multifásica do compósito, apesar dela permitir propriedades únicas, por meio da combinação das propriedades das matrizes e dos reforços, para se obter o resultado esperado, existem duas condições muito importantes a serem cumpridas: o reforço precisa estar aderido à matriz e a matriz deve manter a integridade. Caso não ocorra um dos requisitos anteriores, a distribuição de tensão entre reforço e matriz não ocorre adequadamente e, portanto, o princípio da ação combinada que rege os compósitos fica prejudicado, pois um dos constituintes do material acaba simplesmente não atuando de maneira satisfatória (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH, 2012; COSTA, 2019; ELHAJJAR et al., 2017; MARINUCCI, 2011).

Embora, materiais compósitos, por definição, envolva a combinação multifásica de quaisquer classes de materiais, inclusive de dois ou mais materiais da mesma classe, o presente trabalho vai abordar mais profundamente apenas os compósitos de matriz de resina epóxi reforçados com fibra de carbono (CFRP – Carbon Fiber Reinforced Polymer).

1.3 Compósitos de Matriz Polimérica Reforçados com Fibra de Carbono

Os compósitos de CFRP são bastante empregados e conhecidos. Popularmente chamados apenas de “fibra de carbono”, podem ser facilmente encontrados em lojas de produtos esportivos, embora tenha volume de mercado menor que os compósitos de matriz polimérica reforçados com fibra de vidro.

Os compósitos de CFRP são tipicamente utilizados onde o alto desempenho é necessário, por isso acaba sendo aplicado onde os compósitos de fibra de vidro não conseguem atender as demandas do projeto. Algumas características da fibra de carbono justificam sua escolha, em relação à fibra de vidro (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH 2012; MARINUCCI, 2011):

- As fibras de carbono possuem módulo de elasticidade e resistência mecânica muito maior que a fibra de vidro, sendo possível alcançar valores de módulo que nenhum outro tipo de fibra é capaz;
- As propriedades são pouco afetadas sob temperaturas elevadas;
- Em temperatura ambiente, as fibras de carbono têm resistência química em ambientes ácidos, alcalinos e contra grande variedade de solventes;
- Embora ainda com custo superior às fibras de vidro, com os processos modernos, tanto o custo da fibra quanto o do processo de fabricação dos CFRP se tornaram competitivos e atraentes, quando a necessidade de desempenho justifica sua adoção; e
- Existem no mercado fibras de carbono com diferentes módulos e características, tornando assim um reforço versátil e capaz de atender vários tipos de projetos.

A matriz polimérica de um compósito pode ser um polímero termoplástico ou termofixo, no entanto, os polímeros termoplásticos raramente são utilizados, pois os termofixos possuem rigidez e limite de resistência superiores. A maioria dos compósitos de CFRP usam matrizes termofixas a base de resina epóxi, que será usada no presente trabalho. Características importantes como propriedades

mecânicas, resistência química, baixa retração durante a cura, baixa demanda de pressão durante o processamento, baixa tensão residual, dentre outras, são o motivo dessa resina ser tão relevante no mercado de polímeros e compósitos (BHATNAGAR, 1993; RATNA, 2009).

Para atender o objetivo do trabalho, foram escolhidas tanto fibra de carbono quanto resina comumente utilizadas e facilmente encontrada no mercado, favorecendo que o presente trabalho tenha interesse da comunidade científica e do mercado.

1.4 Falhas em Compósitos por Delaminação

Nos tópicos anteriores, foi citado que a particularidade de ser constituído por combinações de diferentes materiais proporciona aos compósitos propriedades não encontradas em nenhuma outra classe de material. Essa particularidade e as microestruturas complexas únicas, por outro lado, também são responsáveis por tipos de falhas não encontrados em outras classes de materiais.

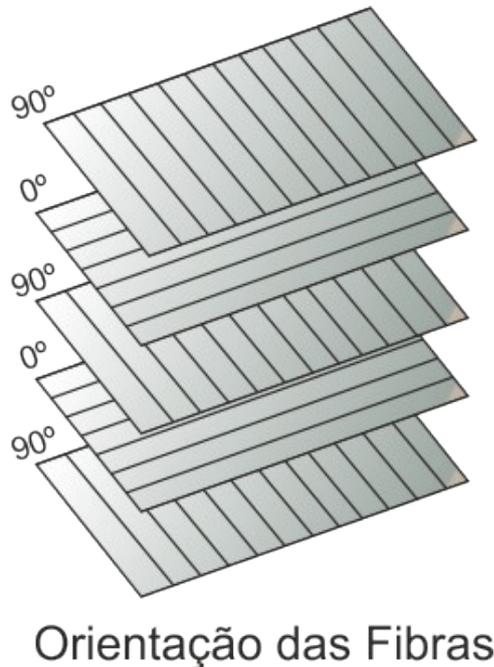
Várias possibilidades de falhas são encontradas apenas em compósitos, por conta de serem inerentemente constituídos por mais de uma fase, possuem interfaces internas e haver possibilidades de serem fabricados com diferentes orientações, concentrações e distribuições de reforços. A complexidade estrutural do produto final está relacionada também a um processo de fabricação mais complexo, ou seja, mais suscetível a erros. Por exemplo, condições incorretas de processamento, ar retido na peça, poeira ou impurezas podem levar a adesão heterogênea entre matriz e reforço (MARINUCCI, 2011).

Dentre as várias possíveis falhas que ocorrem nos compósitos, uma das mais frequentes e graves é a fratura interlaminar (ou delaminação), que basicamente é a falha da matriz entre camadas de fibras geralmente com orientações diferentes. Essa falha ocorre exatamente em uma região tida como um dos “pontos fracos” dos compósitos laminados (COSTA, 2019; ELHAJJAR et al. 2017; MARINUCCI, 2011; ZHANG et al. 2021).

As fibras de carbono e a matrizes poliméricas utilizadas nos CFRP possuem resistências mecânicas muito diferentes. Enquanto que a fibra de carbono Toray T300, por exemplo, possui uma resistência à tração de 3500 MPa, a matriz a base de resina epóxi Huntsman GY260 possui uma resistência à tração próxima de

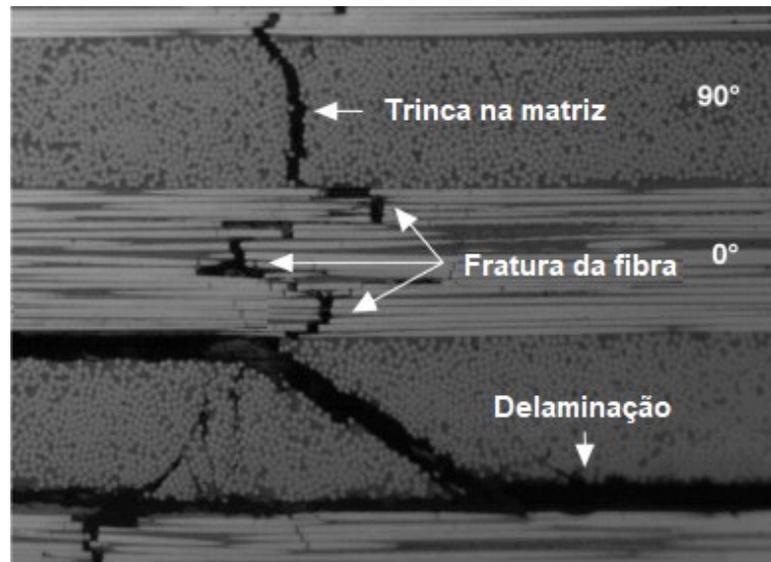
50 MPa, segundo os dados dos fabricantes (TORAY, 2022; HUNTSMAN, 2022). Sendo assim, regiões do compósito onde a matriz sofre maior carga acabam sendo áreas potenciais de falhas. Tais regiões aparecem nos planos entre camadas com ângulos diferentes, como mostrado na Figura 2, onde ocorre a falha por delaminação, que é uma falha essencialmente da fina camada de matriz polimérica existente entre as camadas das fibras, conforme ilustra a Figura 3 (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH 2012; COSTA, 2019; ELHAJJAR, LA SAPONARA e MULIANA, 2017; MARINUCCI, 2011).

Figura 2 – Representação de um compósito laminado com várias camadas unidirecionais com diferentes orientações de fibra



Fonte: OXYBLACK, 2021.

Figura 3 – Imagem da falha interlaminar (delaminação) e da trinca da matriz (intralaminar) e da fratura da fibra (translaminar)



Fonte: adaptado de OLSSON, 2012.

Ainda que a falha seja apenas na matriz, todo o material é comprometido, pois haverá perda da capacidade do compósito de sustentar o carregamento, afetando, com isso, o desempenho da estrutura. Assim, para aplicações onde os esforços podem causar falha na matriz, elevar a resistência dela reduz as possibilidades da ocorrência dessas falhas (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH 2012; ELHAJJAR, LA SAPONARA e MULIANA, 2017; MARINUCCI, 2011).

Para estas e outras finalidades foram desenvolvidos os compósitos com reforços hierárquicos, que podem utilizar diferentes tipos de reforços com diferentes finalidades, entre elas, aumentar a resistência mecânica da matriz (ELHAJJAR, LA SAPONAR e MULIANA, 2017; GAO et al., 2020; KARGER-KOCSIS, MAHMOOD e PEGORETTI, 2019; RODRIGUEZ et al. 2011; VALOROSI et al. 2019).

Por conta da delaminação estarem comumente relacionadas a falhas em compósitos, é de grande relevância o desenvolvimento de métodos para preveni-las ou ao menos reduzir suas incidências. Desta forma, ressalta-se a importância do desenvolvimento de processos de produção de compósitos hierárquico, utilizando nanopartículas para reforçar a matriz e aumentar a resistência à delaminação e a tenacidade.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Desenvolver um roteiro de fabricação de um compósito de fibra de carbono de fácil implementação, com adição de nanotubos de carbono para melhoria de propriedades mecânicas.

2.2 Objetivos específicos

- Obter dispersão de nanotubos de carbono em resina epóxi em concentração adequada para melhoria das propriedades mecânicas;
- Realizar fabricação de amostras de compósitos;
- Caracterizar estruturalmente e por ensaio de flexão os compósitos de matriz de resina epóxi, com reforços de fibra de carbono e nanotubos de carbono;
- Tratar, organizar e analisar os dados obtidos;
- Comparar as propriedades e avaliar possíveis ganhos decorrentes da adição de nanotubos de carbono.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Compósitos com reforços hierárquicos utilizando nanopartículas

Como citado anteriormente, é de importância crítica prevenir falha na matriz, que possui resistência mecânica muito menor que os reforços de fibra, entende-se que os métodos que possam aumentar os limites de resistência da matriz são essenciais para contribuir com o aumento da resistência do compósito e, conseqüentemente, viabilizar avanços tecnológicos cujo limitante é a resistência dos materiais existentes. Este aumento de resistência da matriz é uma das finalidades do desenvolvimento dos compósitos com adição de nanopartículas, em complemento

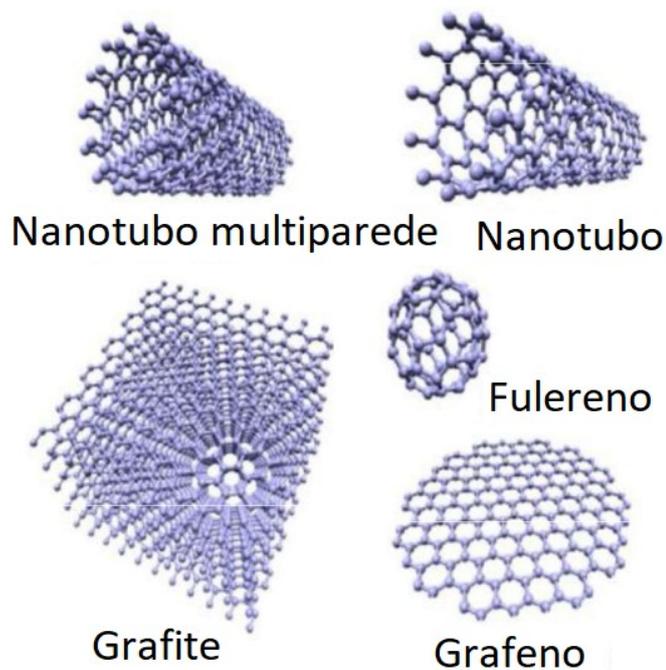
aos reforços tradicionais (KARGER-KOCSIS et al., 2019; RODRIGUEZ et al. 2011).

Existem casos antigos de produtos com nanopartículas, como o Cálice de Licurgo (DROZDOVA et. al., 2021) e as espadas de aço damasco utilizadas pelos muçulmanos durante a guerra das cruzadas, em que apenas em 2006 foi publicada uma análise que identificou nanotubos de carbono e nanopartículas de cementita que, teoricamente, era um dos segredos para o corte excepcional obtido por tais espadas (REIBOLD et al., 2006).

Apesar de tais casos isolados, o estudo dos compósitos com nanopartículas é recente. Verifica-se que, por exemplo, duas das nanopartículas mais importantes para reforço de compósitos foram isoladas e caracterizadas há pouco tempo, os nanotubos de carbono em 1991 (IILIMA, 1991) e o grafeno em 2004 (ELHAJJAR et al. 2017; GAO Z. et al.,2020).

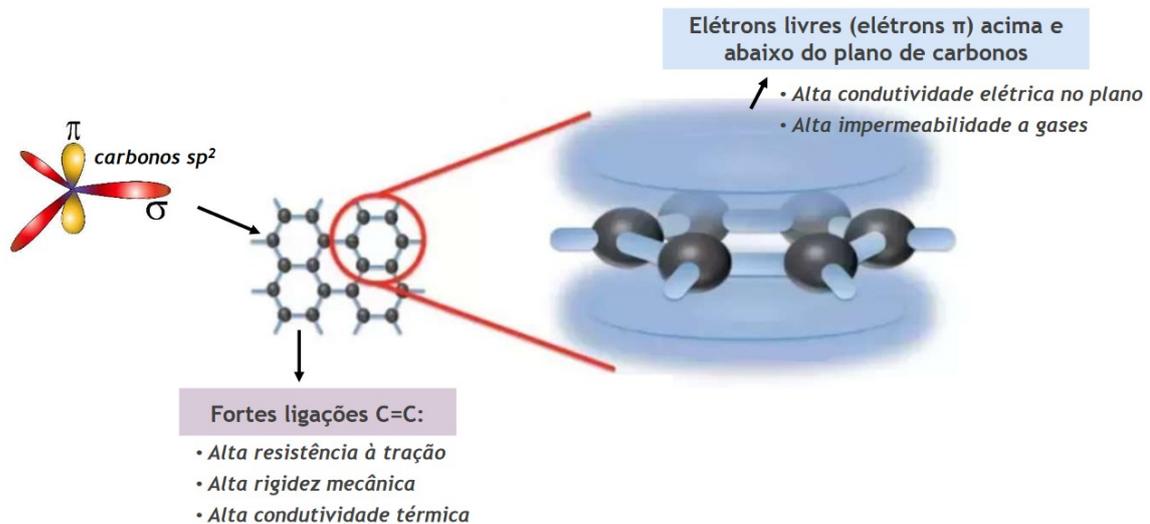
Os nanotubos de carbono e o grafeno fazem parte da família das nanopartículas baseadas no carbono sp^2 , junto com o grafeno e o fulereno (Figura 4), que têm em comum os átomos de carbono realizando 3 ligações com outros átomos de carbono, em estado de hibridização sp^2 (Figura 5). A ligação C-C dos compostos de carbono sp^2 é alta, o que confere elevadas resistências mecânica e química (KARGER-KOCSIS et al., 2019; QIAN et al. 2010).

Figura 4 - Materiais baseados na estrutura do carbono sp^2



Fonte: adaptado de: LIAO; LI e TJONG, 2018.

Figura 5 - Ilustração da estrutura básica das partículas da família do carbono sp^2



Fonte: adaptado de MGgrafeno.

A tecnologia dos CFRP com nanopartículas ainda está em estágio inicial, passando recentemente de produtos de aplicação estrutural específicas, como turbinas eólicas e aeronaves de alto desempenho, para produtos mais populares, como a recente adoção por grandes montadoras de automóveis. É esperada uma grande expansão nos próximos anos (VALOROSI et al. 2019).

3.2 Funcionalização dos nanotubos de carbono

Atualmente, está provado que, para a utilização de nanotubos de carbono em compósitos, deve-se funcionalizar quimicamente a nanopartícula, pois isso aumenta a adesão entre matriz e partícula, além de reduzir o problema da aglomeração. Grupos funcionais na superfície dos nanotubos aumentam a compatibilidade entre a matriz de epóxi e as nanopartículas funcionalizadas, o que resulta no aumento da resistência dos compósitos de nanotubos. Também foi demonstrado que a funcionalização pode ser capaz de manter os nanotubos bem dispersos e reduzir aglomerações (JIN, MA e PARK 2011; MOASERI et al. 2015; ZEHUA e GUOJIAN, 2012). Existem fortes evidências que a dispersão é um dos fatores mais relevantes na resistência a flexão de um compósito de nanotubos e matriz epoxy (GARG et al. 2011).

3.3 Dispersão dos nanotubos de carbono

Métodos e técnicas para obter nanotubos dispersos em compósitos laminados podem ser divididos em cinco categorias: mistura de resina, montagem de superfície, método de síntese in-situ, inserção de intercamadas e modificação de pré-impregnados (ZHANG et al. 2022).

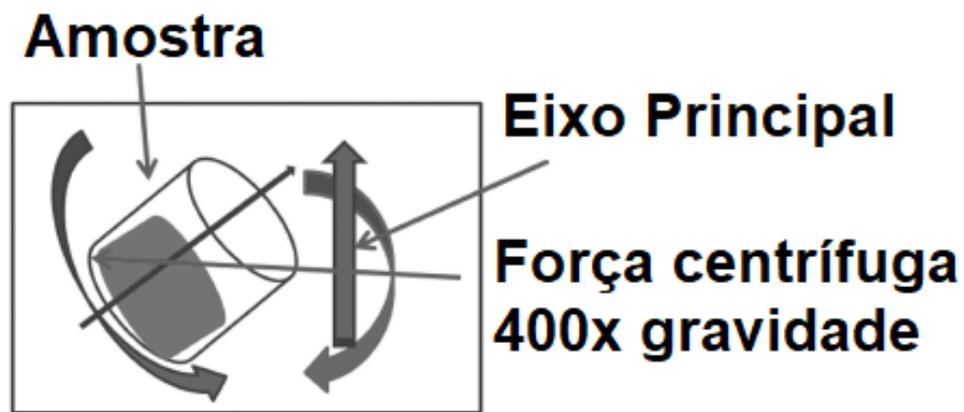
Dentre as categorias citadas, a metodologia da mistura de resina foi escolhida para o presente trabalho, por ser a mais simples de executar, com menos etapas e a mais popular para introduzir nanotubos em compósitos até o momento (LENG et al. 2008; ZHANG et al. 2022). A mistura de resina pode ser realizada utilizando solvente (ZHAO et al. 2017) ou com métodos especiais de alta agitação (FU et al. 2009; ZHOU et al. 2008). Ambas são soluções para vencer a dificuldade de processo imposta por conta da viscosidade da resina, que dificulta a dispersão uniforme dos nanotubos na resina. No método utilizando solvente, os nanotubos são dispersos em um solvente com boa compatibilidade com a resina, sendo a acetona comumente utilizada. Posteriormente a mistura nanotubos e solventes são adicionados à resina e, por último, o solvente é evaporado para obtenção da mistura de nanotubos e resina. Um exemplo de processo utilizando tais conceitos, é a produção de uma suspensão uniforme de nanotubos utilizando o solvente acetona e depois a mistura com a matriz utilizando ultrassom de alta potência até toda a acetona se volatilizar (ZHAO et al. 2017). Embora a etapa de dispersão com presença de solvente seja mais fácil, a posterior necessidade de evaporação do solvente insere mais etapas e maior complexidade no processo, pois é necessário assegurar que a retirada total do solvente para não comprometer as propriedades mecânicas finais do compósito. Sendo assim, para o presente de trabalho foi descartada a utilização de solvente.

Por outro lado, dispersão de alta energia, como a agitação de alta velocidade, é um dos métodos mais simples e convenientes para a dispersão. Este método não introduz novas impurezas na matriz de resina e pode fazer com que os nanotubos fiquem bem dispersos. No entanto, os resultados de um estudo mostraram que alterações indesejadas na morfologia das nanopartículas (FU et al. 2009). A manutenção do comprimento dos nanotubos de carbono durante a dispersão é importante, pois influencia nas propriedades mecânicas finais do compósito. Existe também a possibilidade de utilizar as tecnologias combinadas de

agitação de alta velocidade e ultrassom, para dispersar nanotubos (ZHOU et al. 2008).

A utilização de misturador planetário é um método simples de dispersão por agitação, de fácil execução e eficaz que, em apenas um ciclo, o equipamento realiza dispersão e a retirada de microbolha da dispersão. Durante o processo, o recipiente de mistura gira na direção oposta ao eixo principal rotativo a uma velocidade menor (800 rpm) do que o tambor rotativo central (2000 rpm) (Figura 6), gerando assim forças de cisalhamento elevadas no recipiente, o que proporciona uma dispersão homogênea (GUPTA et al. 2012).

Figura 6 – Representação esquemática do funcionamento do misturador planetário



Fonte: adaptado de GUPTA et al. 2012.

O processo de dispersão com misturador planetário foi o escolhido para o presente trabalho, por ter apenas uma etapa, ser de fácil execução e possibilitar alcançar boa dispersão.

3.4 Significância Estatística e as Hipóteses em Testes de Significância

Para ensaios que possuem grande dispersão, como geralmente ocorre em testes mecânicos de materiais compósitos, é uma boa prática realizar a validação estatística dos resultados.

Uma das maneiras de fazer tal validação é por meio do teste de hipótese, utilizando a significância estatística, que é um conceito fundamental em estatística que nos ajuda a diferenciar entre um efeito real e um que poderia ter ocorrido simplesmente por acaso.

Existem inicialmente duas hipóteses:

- Hipótese nula, que é uma declaração de que não existe diferença ou efeito. Por exemplo, pode afirmar que um novo medicamento não tem efeito diferenciado em relação ao tratamento padrão;
- Hipótese Alternativa: que é o oposto da hipótese nula. Afirma que existe uma diferença ou efeito. No contexto do medicamento, poderia afirmar que o novo tratamento é mais eficaz que o padrão.

O valor-p é uma ferramenta comumente usada para avaliar a significância estatística. Ele representa a probabilidade de observar um resultado tão extremo quanto (ou mais extremo que) o resultado observado, assumindo que a hipótese nula é verdadeira. Um valor-p muito baixo (geralmente menor que um limite pré-definido, como 0,05) indica evidência contra a hipótese nula, levando-nos a considerar a hipótese alternativa (CASELLA e BERGER, 2021).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais e equipamentos

Para atender o objetivo principal do presente trabalho, as matérias-primas da fabricação dos corpos de prova foram escolhidas considerando também a disponibilidade e facilidade de acesso, portanto, foram utilizados produtos de catálogo, dando preferência a fabricantes renomados e com presença considerável no mercado brasileiro.

A resina escolhida foi a **LY 5052 da Huntsman**, uma resina epóxi Bisfenol A (Bis-A) de alto desempenho e baixa viscosidade, segundo a classificação do fabricante. A escolha por uma resina de baixa viscosidade se deu por conta do aumento da viscosidade ocorrido com a adição dos nanotubos de carbono, dificultando o processamento. O endurecedor **HY 2918** e acelerador **DY 062** também da Huntsman foram escolhidos por conta da compatibilidade com a resina.

A fibra de carbono utilizada no trabalho foi a **Tenax HTA40**, uma das fibras de mais alto desempenho que podem ser adquiridas sem controle

internacional de comercialização, o que é comum em materiais com aplicações estratégicas.

Para a adição dos nanotubos de carbono, foi utilizado o produto comercial **TUBALL™ MATRIX 301** (Figura 7), um composto com 10% de nanotubos de carbono de parede simples pré-dispersos, compatível com resinas epóxi Bisfenol A (Bis-A). Para atender os objetivos do trabalho é importante que o produto tenha processo de fabricação pouco complexo, por conta disso foram escolhidas nanopartículas prontas para dispersão, ou seja, com agente dispersante já incluído. Outros produtos também atendiam o requisito técnico do trabalho, mas foram descartados por conta de dificuldade de aquisição e falta de representantes no Brasil, como por exemplo, o Epocyl 128-06, que é uma dispersão pronta contendo alta concentração de nanotubos de carbono produzida pela Nanocyl e o E-GO Powder, que é um pó de óxido de grafeno funcionalizado com dispersante integrado produzido pela MITO Materials.

Figura 7 – Produto comercial TUBALL™ MATRIX 301 contendo 10% de nanotubos de carbono de parede simples



Fonte: adaptado do Guia de Processamento da série TUBALL™ MATRIX 300-x.

Para a dispersão do TUBALL™ MATRIX 301 na resina, foi utilizado um **misturador planetário THINKY MIXER ARE310** (Figura 8) e, para comparação, foi também utilizado o método com mistura de alta rotação (3800 rpm) em um misturador da **ARROW ENGINEERING Modelo 6000** (Figura 9), com um disco Cowles de 5 cm de diâmetro, indicado pelo fabricante, para produzir o vórtice na configuração descrita no manual de processamento (Figura 10).

Figura 8 - Misturador planetário THINKY MIXER ARE310
utilizado para a dispersão dos nanotubos



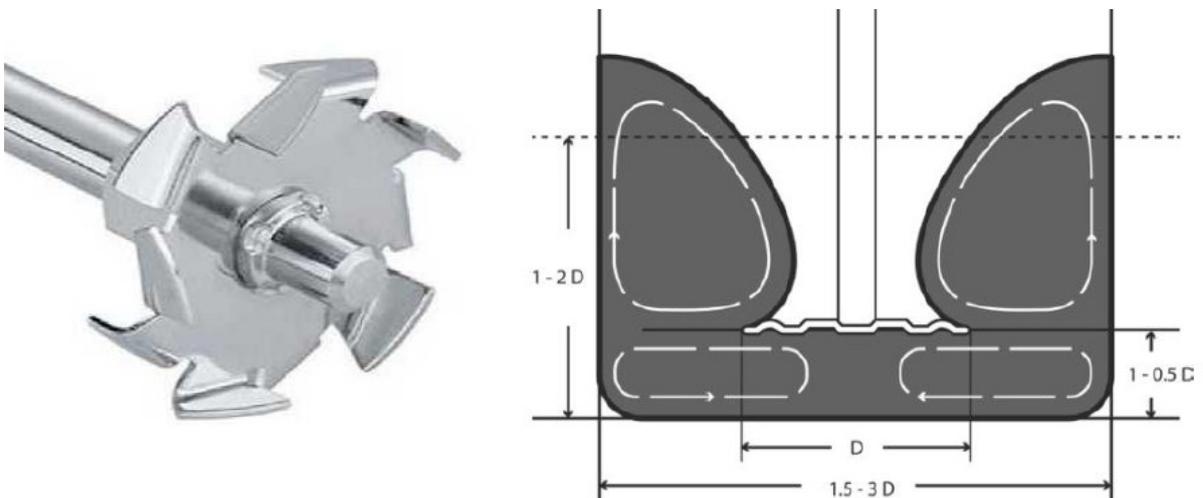
Fonte: próprio autor.

Figura 9 - Misturador ARROW ENGINEERING Modelo 6000
de alta rotação para dispersão de nanopartículas



Fonte: próprio autor.

Figura 10 – Disco Cowles e formato de vórtice para dispersão do
produto TUBALL™ MATRIX 300 indicados pelo fabricante



Fonte: adaptado do Guia de Processamento da série TUBALL™ MATRIX 300-x.

O processo de agitação de alta rotação indicado pelo fabricante insere uma quantidade considerável de bolhas e microbolhas na mistura, por conta disso, diferentemente da dispersão realizada por misturador planetário, o método indicado pelo fabricante necessita de uma posterior etapa de degaseificação em vácuo, que foi realizado em dissecador acoplado em bomba de vácuo por 5 minutos.

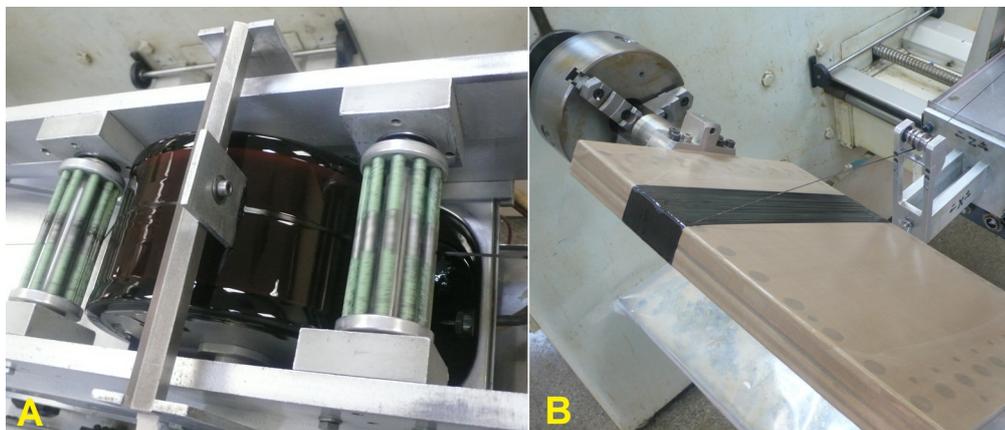
Para a produção das placas para confecção de corpos de prova, foi utilizada a linha de produção do processo de enrolamento filamental da Marinha do Brasil, localizada nas dependências do Centro Tecnológico de Desenvolvimento de Materiais Compósitos (CTMatComp) no Centro Industrial Nuclear de Aramar (CINA).

4.2 Preparação das amostras

O método de dispersão selecionado para a produção de placas foi utilizando o misturador planetário, por conta da menor complexidade de processamento, por não necessitar de uma posterior etapa de degaseificação em vácuo, por já realizar um ciclo de degaseificação nos segundos finais do processo.

Inicialmente foram fabricadas placas sem a adição de nanotubos pelo processo de enrolamento filamental (*filament winding*), conforme ilustra a Figura 11, com a matriz polimérica formada pela resina LY 5052, endurecedor HY 2918 e acelerador DY 062 e fibra de carbono Tenax HTA40. Os corpos de prova retirados dessas placas foram estabelecidos como referência para efeito de comparação com os corpos de prova fabricados com a incorporação dos nanotubos.

Figura 11 – (A) Impregnação da resina e (B) molde rotativo do processo de enrolamento filamental



Fonte: próprio autor.

Para o cálculo da proporção de resina e endurecedor, foi utilizado o conceito de equivalente epóxi, que representa a massa da resina que possui um mol de grupos funcionais epóxi. Para determinar a proporção adequada de resina epóxi e endurecedor, é preciso considerar o equivalente epóxi da resina e a quantidade reativa do endurecedor, que constam nas fichas técnicas dos produtos (FLICK, 2012).

Para a resina LY 5052, o equivalente epóxi é 148 g/Eq, isso significa que 148 gramas dessa resina contêm um mol de grupos epóxi. A quantidade reativa do endurecedor HY 2918, que é a quantidade de grupos funcionais no endurecedor que reagem com os grupos epóxi da resina é de 169 g/Eq.

Com base nesses dois valores, a proporção do sistema polimérico da matriz foi calculada da seguinte forma:

$$\text{Proporção} = \frac{\text{Equivalente da Edurecedor}}{\text{Equivalente da Resina}} = \frac{169}{148} = 1,14$$

Diante disso, os corpos de prova foram preparados seguindo a seguinte proporção: 100 g de LY 5052, 114 g de HY 2918 e 0,5 g de DY 062 e a fração da fibra buscada foi a máxima que o processo de enrolamento filamentar foi capaz de proporcionar. Tal composição foi utilizada nas amostras referências e para as amostras com nanopartículas, tal proporção foi mantida e apenas foi adicionado TUBALL™ MATRIX 300.

O ciclo de cura da matriz polimérica foi um patamar a 100°C por uma hora, uma rampa de 100°C a 145°C ao longo de 3 horas, um patamar a 145°C por 8 horas e resfriamento de 145°C a 25°C ao longo de 4 horas.

Posteriormente, as amostras de teste foram fabricadas em condições semelhantes às das amostras de referência, com a adição de 0,428 g e 0,856 g de TUBALL™ MATRIX 301, o equivalente a 0,2% e 0,4% da matriz, usando o misturador planetário THINKY MIXER ARE310 para dispersão.

4.3 Análises

A fração mássica foi determinada seguindo a norma ASTM D792-98, utilizando um equipamento analisador termogravimétrico Mettler-Toledo modelo

851e com padrões de índio e alumínio (Figura 12) e balanças analíticas Mettler-Toledo modelos XP6 e AB 204S.

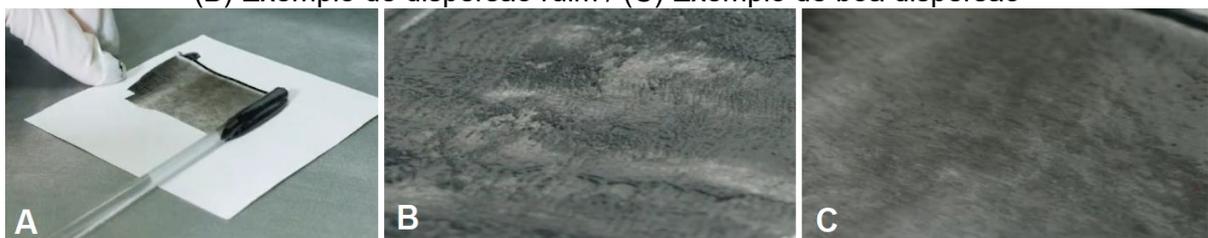
Figura 12 - Analisador termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851e utilizado para determinação de fração de fibra de carbono das placas



Fonte: próprio autor.

A qualidade da dispersão foi avaliada utilizando um microscópio eletrônico de varredura FESEM JEOL JSM-7401F, uma Lupa ZEISS Discovery.V8 e um método simples recomendado pelo fabricante, depositando a resina dispersa em papel branco (Figura 13).

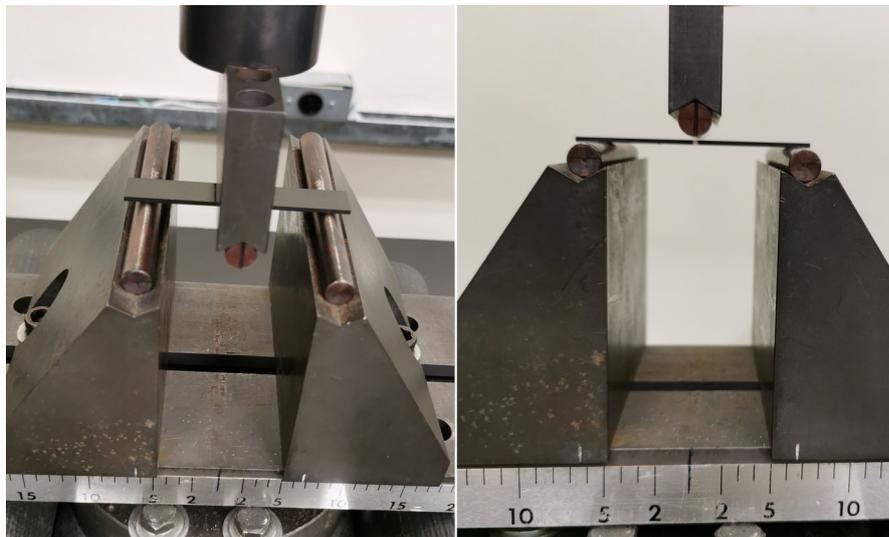
Figura 13 – (A) Procedimento de controle de qualidade /
(B) Exemplo de dispersão ruim / (C) Exemplo de boa dispersão



Fonte: adaptado do Guia de Processamento da série TUBALL™ MATRIX 300-x.

A propriedade mecânica foi avaliada usando teste mecânico de flexão montado em um equipamento de ensaio universal Instron 5500R, seguindo a norma ASTM D7264/D7264M-21 (Figura 14), que é considerada um método adequado para avaliar a resistência de matrizes de compósitos laminados (ADAMS, KING e BLACKKETTER 1990; ARNDT, CARVALHO e CZABAJ, 2020; BLACKKETTER, UPADHYAYA e KING, 1993).

Figura 14 – Teste mecânico de flexão montado em um equipamento de ensaio universal Instron 5500R, seguindo a norma ASTM D7264/D7264M-21



Fonte: próprio autor.

A superfície de fratura foi observada utilizando o microscópio eletrônico de varredura FESEM JEOL JSM-7401F.

Para a avaliação da validade estatística dos resultados dos ensaios mecânicos, foi realizado o teste de hipótese utilizando o conceito de significância estatística. O cálculo foi realizado utilizando um programa elaborado na linguagem de programação Python, utilizando a biblioteca estatística “statsmodels”, que fornece uma forma conveniente de realizar a análise de variância (ANOVA) e obter o valor-p.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a agitação de alta rotação, com agitação seguindo a configuração indicada pelo fabricante com rotação de 3800 rpm por 30 minutos, o vórtice (Figura 15) manteve as características ideais apresentadas na Figura 10. A dispersão

resultante apresentou muitas bolhas e precisou passar por uma posterior degaseificação a vácuo.

Figura 15 – Processo de agitação com alta rotação, apresentando um vórtice com o formato e características seguindo o que indica o fabricante

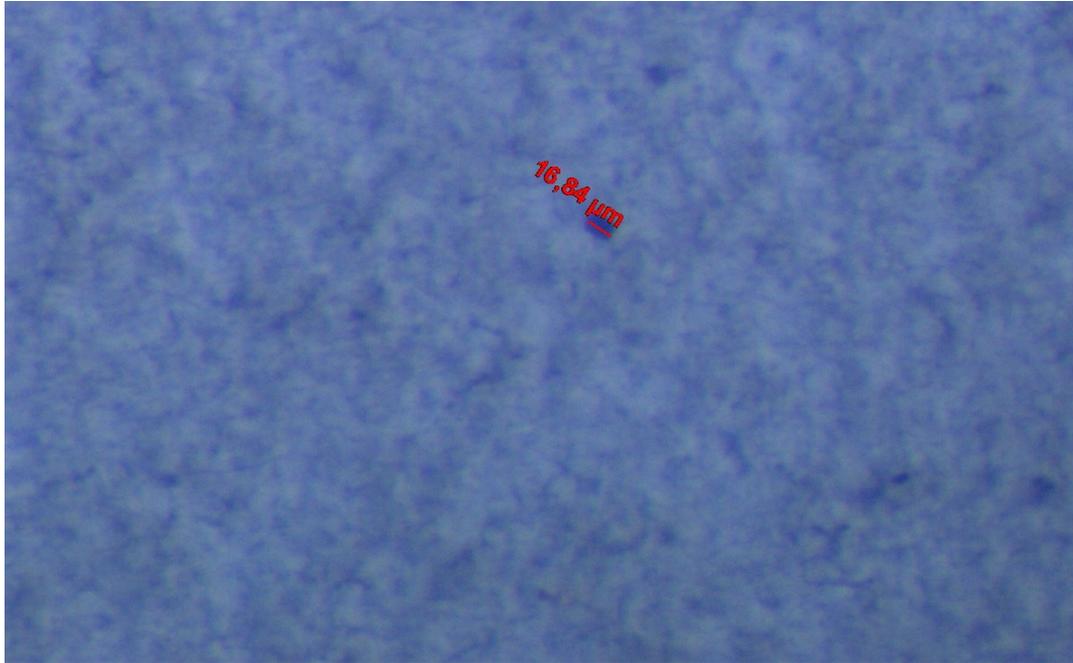


Fonte: próprio autor.

O ciclo com duração de 30 minutos a 2000 rpm (rotação máxima do equipamento) no THINKY MIXER ARE310 apresentou um padrão sem bolhas visíveis, isso se deve ao procedimento de degaseificação já executado no próprio misturador durante o ciclo, o que elimina a necessidade de degaseificação a vácuo pós dispersão que a agitação de alta rotação requer.

Em ambos os casos pequenos aglomerados foram observados na dispersão do TUBALL™ MATRIX 301 na resina LY 5052 (sem a adição de endurecedor e acelerador) usando a lupa ZEISS Discovery.V8 (Figura 16).

Figura 16 – Dispersão de TUBALL™ MATRIX 301 na resina LY 5052 observada na lupa ZEISS Discovery.V8, mostrando a presença de apenas um aglomerado de 16,84 μm (aumento 80X)



Fonte: próprio autor.

Como observado na Figura 16, a dispersão de nanotubos, que é uma etapa crítica na fabricação de nanocompósitos, exibiu apenas pequenos e raros aglomerados, indicando excelente qualidade de dispersão.

No caso do teste usando o método simples indicado pelo Guia de Processamento da série TUBALL™ MATRIX 300-x, fornecido pelo fabricante (Figura 17), a dispersão também se mostrou adequada para ambos os processos de dispersão.

Figura 17 – O resultado do teste simples recomendado pelo Guia de Processamento da série TUBALL™ MATRIX 300-x, apresentando boa qualidade de dispersão



Fonte: próprio autor.

Conforme mostrado na Figura 17, o padrão segue o que é considerado adequado de acordo com o manual do fabricante (Figura 13).

Para a produção de placas para confecção de corpos de prova, foi utilizada apenas dispersão com misturador planetário, por conta da menor complexidade de execução e menor número de etapas, em relação à dispersão por agitação de alta rotação. No entanto, ressalta-se que ambas apresentaram boa dispersão na lupa e no teste de qualidade indicado pelo fabricante.

A composição das placas fabricadas por enrolamento filamentar estão representadas na Tabela 1 (laudos das análises no Anexo).

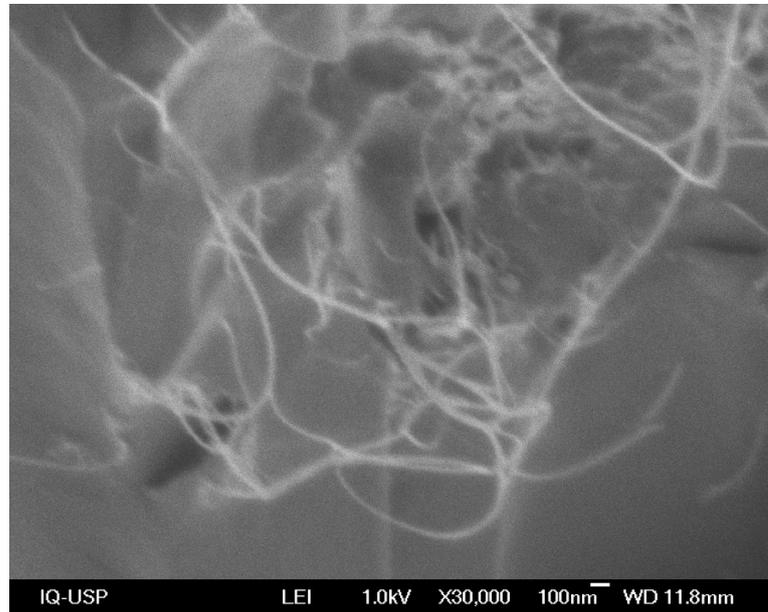
Tabela 1 – Composição dos corpos de prova e respectivas frações mássicas

Corpo de prova	Fibra de carbono	Resina LY 5052	Endurecedor HY 2918	Acelerador DY 062	TUBALL™ MATRIX 301
0 wt% TUBALL™	718,1 g	100,0 g	114 g	0,5 g	-
MATRIX 301	(77,00 wt%)	(10,72 wt%)	(12,22 wt%)	(0,05 wt%)	
0,046 wt% TUBALL™	719,5 g	100,0 g	114 g	0,5 g	0,428 g
MATRIX 301	(77,00 wt%)	(10,70 wt%)	(12,20 wt%)	(0,05 wt%)	(0,046 wt%)
0,087 wt% TUBALL™	763,5 g	100 g	114 g	0,5 g	0,856 g
MATRIX 301	(78,00 wt%)	(10,22 wt%)	(11,65 wt%)	(0,05 wt%)	(0,087 wt%)

Analisando um corte da placa, o detalhe do nanotubo disperso pode ser observado na imagem obtida a partir do microscópio eletrônico de varredura FESEM

JEOL JSM-7401F (Figura 18).

Figura 18 - Nanotubos dispersos na matriz observados usando um microscópio eletrônico de varredura



Fonte: próprio autor.

Considerando que o desafio tecnológico da dispersão das nanopartículas é uma das dificuldades de processo dos compósitos com nanopartículas, a boa qualidade da dispersão apresentada após um processo de produção com poucos passos, utilizando um processo de execução e controle simples, mostra que a seleção das matérias-primas e da metodologia de produção atendeu o objetivo principal do trabalho, para a etapa de dispersão.

No entanto, uma boa dispersão tem pouca relevância, se não for acompanhada por melhorias nas propriedades mecânicas. Para avaliá-las foi realizado o ensaio de flexão com a fibra de carbono a 90° com 10 corpos de prova de cada condição (laudo dos ensaios no Anexo), que obteve os resultados médios apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Resultados médios dos ensaios de flexão

Composição (Detalhes na Tabela 1)	Resistência à flexão 90° (MPa)	Desvio padrão	Número de amostras
0 wt% TUBALL™ MATRIX 301	93	4	10
0,046 wt% TUBALL™ MATRIX 301	101	2	9*
0,087 wt% TUBALL™ MATRIX 301	103	4	9*

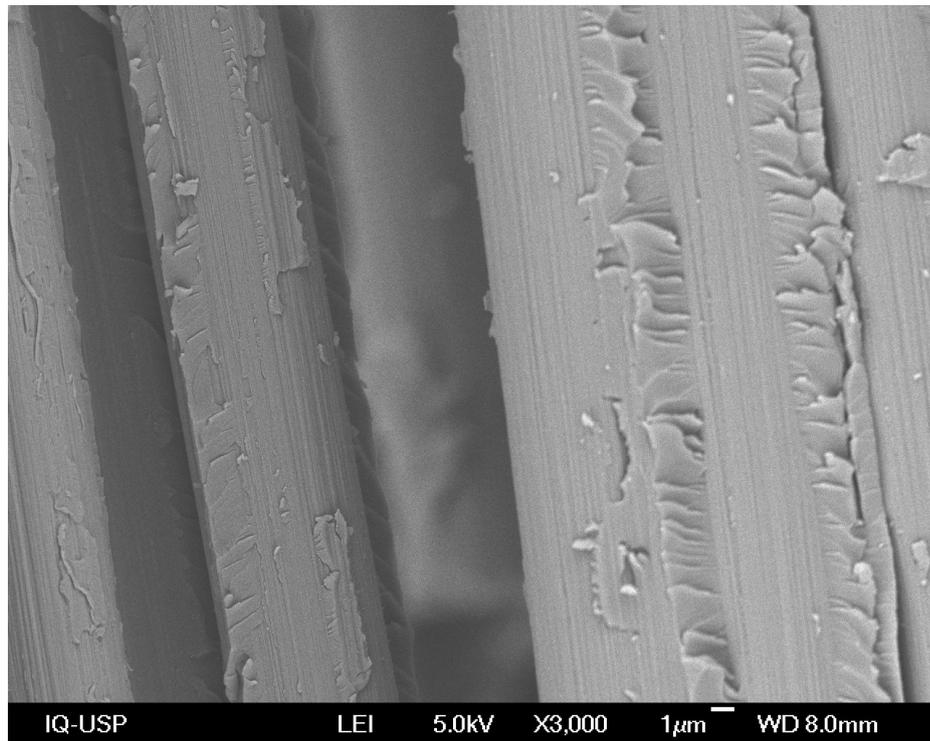
* foi descartado um corpo de prova por falha fora dos critérios da norma.

Na tabela 2, pode-se verificar que a resistência à flexão melhorou consideravelmente, mesmo com adições TUBALL™ MATRIX 301 sem ultrapassar 0,1% da massa total dos corpos de provas, ou seja, a adição de nanotubos proporcionou o efeito desejado de melhoria das propriedades mecânicas. Considerando que a suspensão comercial é composta de apenas 10% de nanotubos, as duas formulações de corpos de prova com TUBALL™ MATRIX 301 correspondem a 0,0046% (46 ppm) e 0,0087% (87 ppm) de nanotubos.

O cálculo da significância estatística realizado pelo programa em Python (Apêndice) resultou em um valor-p de 0,000011. Como padrão, considera-se um valor abaixo de 0,05 já suficiente para rejeitar a hipótese nula (salvo em estudos de grande criticidade, como alguns da área médica, por exemplo), diante disso, o resultado obtido é um valor que indica uma significância estatística muito elevada, ratificando a validade dos resultados obtidos (CASELLA e BERGER, 2021).

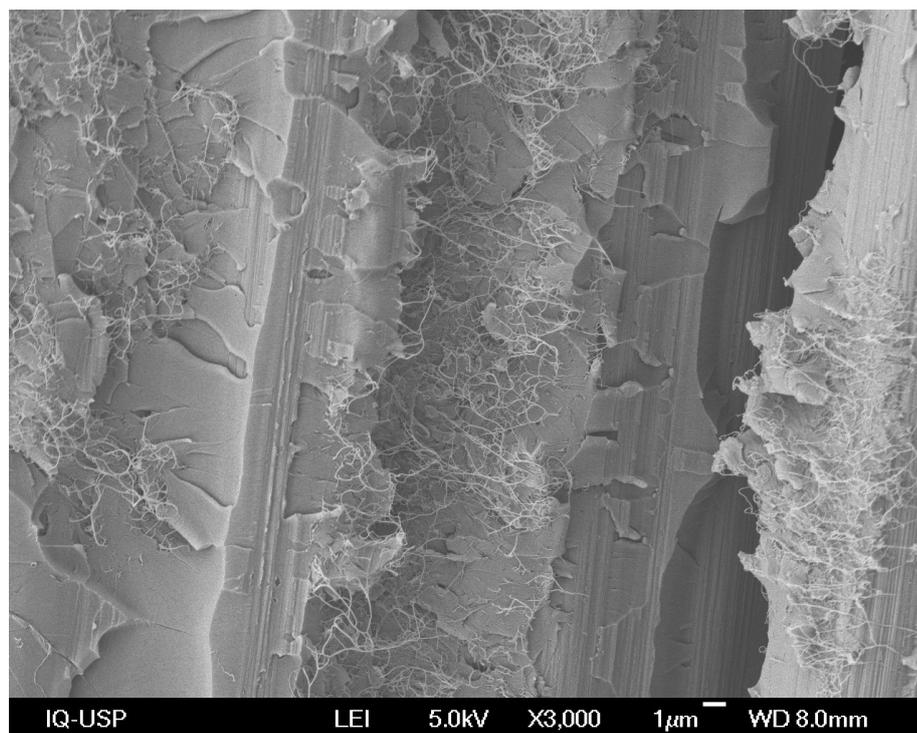
Em relação à superfície de fratura, é possível verificar a presença de nanotubos de carbono, mostrando a atuação das nanopartículas dispersas na matriz, aumentando a resistência à propagação de trincas. A microscopia eletrônica de varredura com o equipamento FESEM JEOL JSM-7401F mostra a diferença da superfície de fratura do compósito sem nanotubos (Figura 19) e com nanotubos (Figuras 20 e 21), onde nota-se a presença de grande quantidade de nanopartículas atuando nas superfícies de fraturas.

Figura 19 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do corpo de prova sem nanotubos de carbono



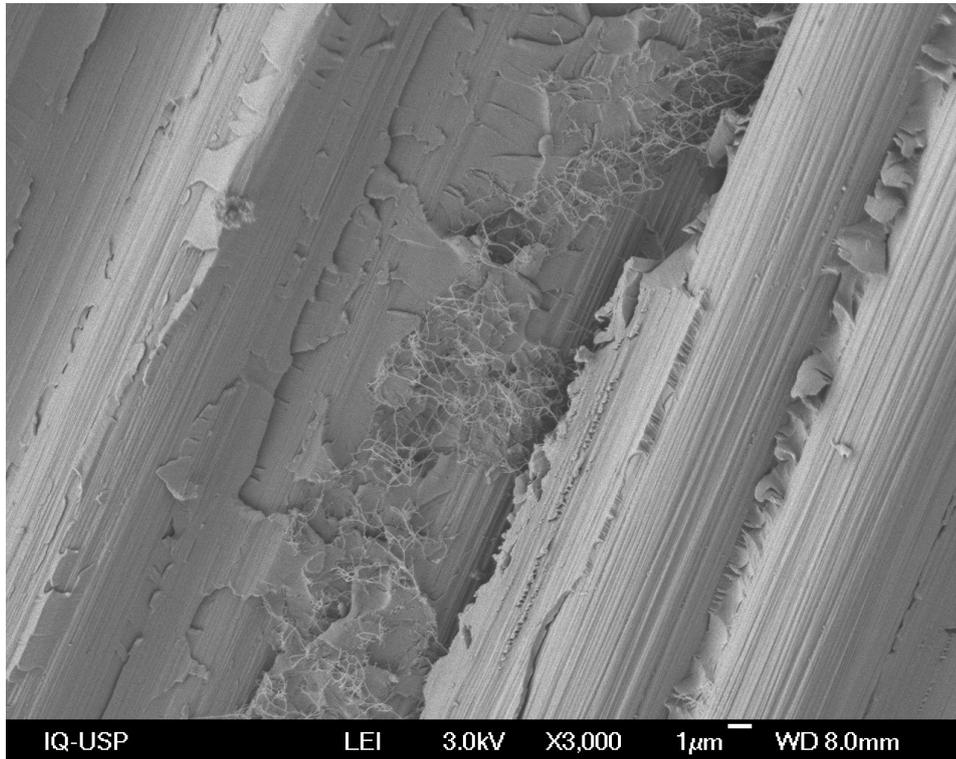
Fonte: próprio autor.

Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do corpo de prova com nanotubos de carbono



Fonte: próprio autor.

Figura 21 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do corpo de prova com nanotubos de carbono

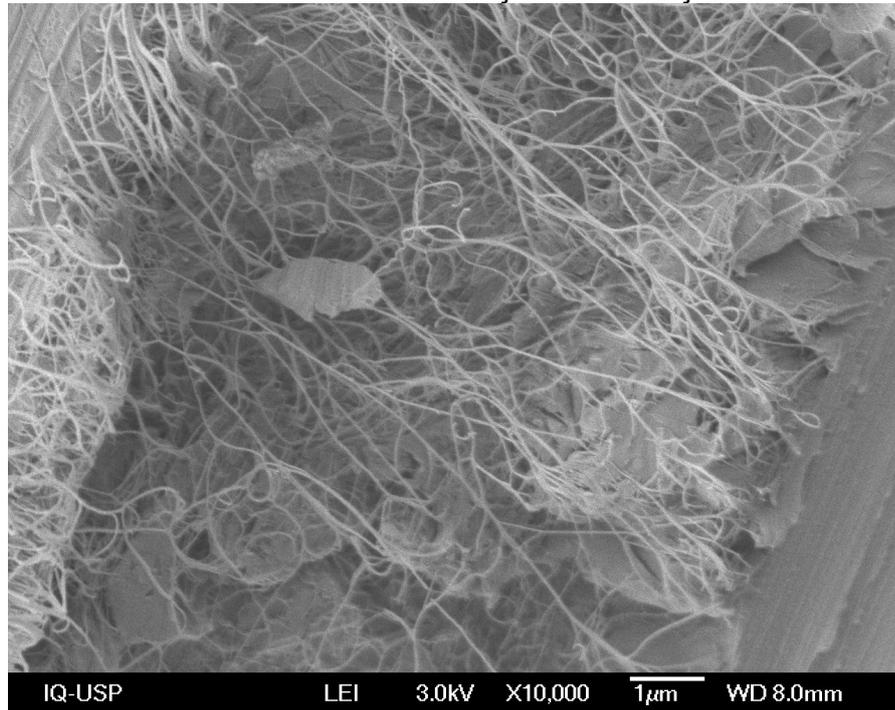


Fonte: próprio autor.

As presenças dos nanotubos de carbono de parede simples dispersos na superfície de fratura, como mostradas nas Figuras 20 e 21, mostra que o processo de dispersão e enrolamento filamental foram bem executados,

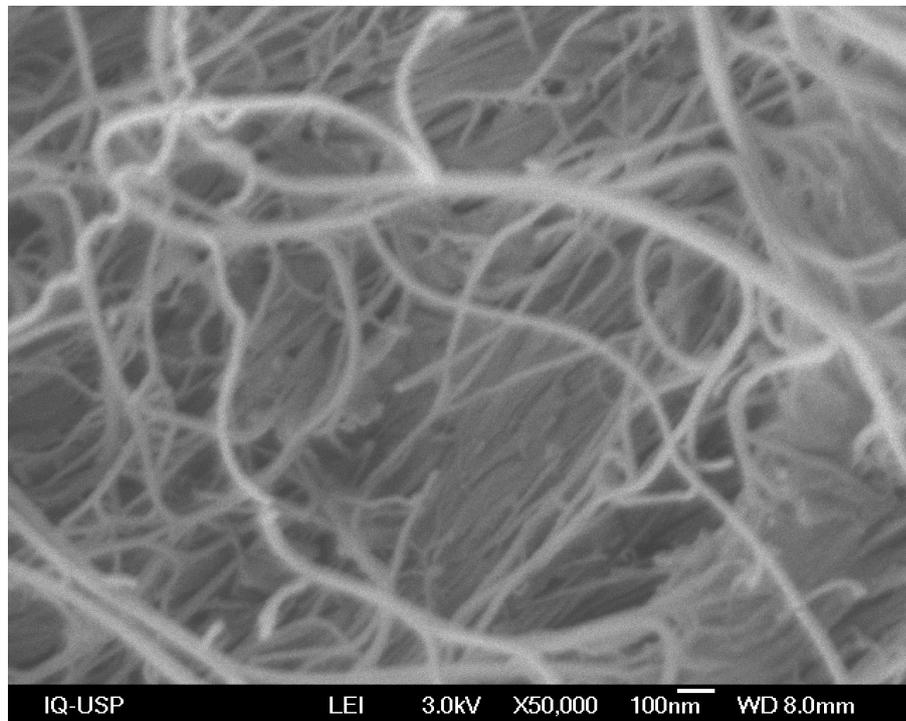
Mais detalhes dos nanotubos e da morfologia da dispersão podem ser observados nas Figuras 22, 23 e 24.

Figura 22 – Detalhes da dispersão de nanotubos na superfície de fratura, mostrando boa adesão com retenção de estilhaços da matriz



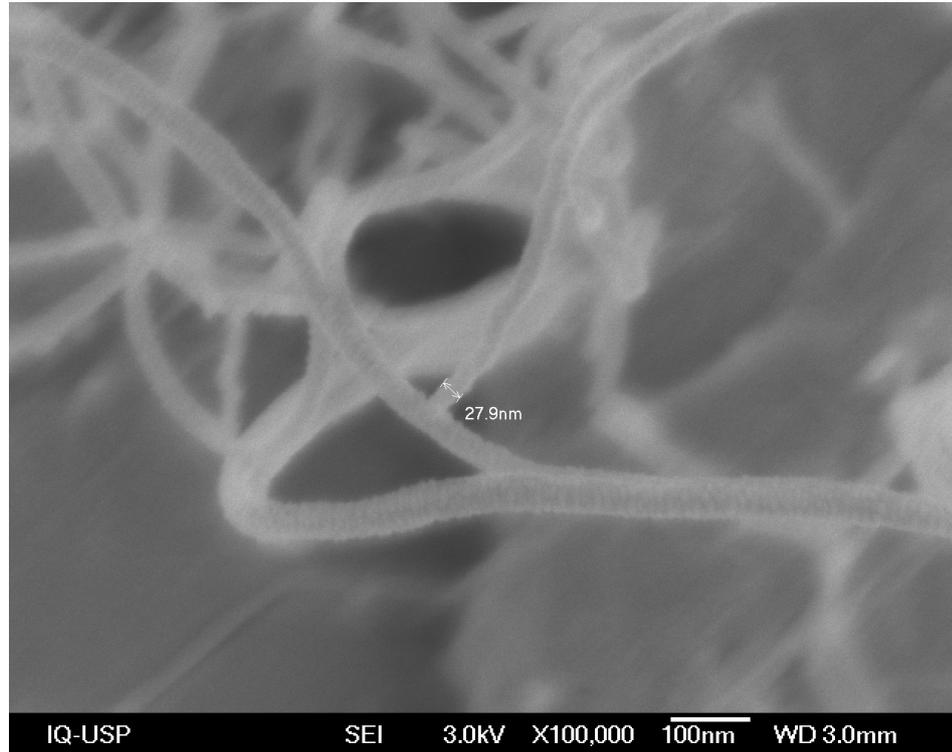
Fonte: próprio autor.

Figura 23 – Detalhes da dispersão de nanotubos na superfície de fratura, mostrando que os nanotubos não estão aglomerados



Fonte: próprio autor.

Figura 24 - Detalhe do nanotubo, sendo possível medir a espessura de 27,9 nm de um dos nanotubos



Fonte: próprio autor.

As Figuras 22 e 23 confirmam a boa qualidade da dispersão e na Figura 24 é possível mensurar o diâmetro de 27,9 nm de um dos nanotubos. Sendo assim, a microscopia eletrônica de varredura ratificou a boa qualidade de dispersão observada na microscopia óptica e no teste indicado pelo fabricante, pois foram observados os nanotubos atuando nos locais esperados e sem aglomeração significativa. Tal fato exerceu importante contribuição para que a adição das nanopartículas, por meio do produto TUBALL™ MATRIX 301, melhorasse a resistência à flexão 90° em 8,6% com apenas 0,046% (46 ppm) em massa de nanotubos e melhorasse 10,7% com apenas 0,087% (87 ppm) em massa de nanotubos, o que é um resultado notável.

A melhoria de propriedades mecânica pela adição de nanotubos de carbono corrobora o comportamento já consagrado pela literatura (GARG, et al. 2010; GUPTA, et al. 2012; JIN, MA e PARK, 2011; KARGER-KOCSIS, MAHMOOD e PEGORETTI, 2019; QIAN, et al., 2010; ZEHUA e GUOJIAN, 2011; ZHANG, et al., 2022; ZHAO, et al., 2017; ZHOU, et al., 2008).

Desta forma, o objetivo do trabalho foi alcançado. Cabe aqui ressaltar que

a fabricação dos corpos de prova foi realizada em uma planta fabril, em equipamento para produção em grande escala e sem apresentar qualquer dificuldade. Sendo assim, a produção de peças de dimensões maiores podem ser fabricadas utilizando o mesmo roteiro, sem qualquer alteração.

6 CONCLUSÕES

O método de dispersão em misturador planetário se mostrou capaz de proporcionar dispersões homogêneas e com baixo índice de aglomeração do produto TUBALL™ MATRIX 301 na resina LY5052.

A dispersão de boa qualidade obtida, quando incorporada ao sistema polimérico com endurecedor HY 2918 e acelerador DY 062, alcançou características físico-químicas que possibilitou ser processada por enrolamento filamentar.

O roteiro de fabricação desenvolvido alcançou uma melhoria superior a 10% na resistência à flexão a 90°, utilizando matérias-primas de fácil aquisição, processo com etapas pouco complexas, com metodologia que foi executada sem dificuldade em uma linha de produção industrial e com adição de uma quantidade de nanopartículas inferior a 90 ppm. Diante disso, o trabalho obteve sucesso no objetivo proposto.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMS, D. F.; KING, T. R.; BLACKKETTER, D. M. Evaluation of the transverse flexure test method for composite materials. **Composites Science and Technology**, v. 39, n. 4, p. 341–353, 1990.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials ASTM. 2021. (ASTM D7264/D7264M-21).

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement ASTM. 1998. (ASTM D792-98).

ARNDT, C. M.; CARVALHO, N. V.; CZABAJ, M. W. Experimental reexamination of transverse tensile strength for IM7/8552 tape-laminate composites. v. 54, n. 23, p. 3297–3312, 24 mar. 2020.

BHATNAGAR, M. S. Epoxy Resins from 1980 to Date. Part 1. **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, v. 32, n. 1-2, p. 53–113, jan. 1993.

BLACKKETTER, D. M.; UPADHYAYA, D.; KING, T. R. Micromechanics prediction of the transverse tensile strength of carbon fiber/epoxy composites: The influence of the matrix and interface. **Polymer Composites**, v. 14, n. 5, p. 437–446, out. 1993.

CALLISTER JÚNIOR, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8.Ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda. p. 534 – 565. 2012.

CASELLA, G.; BERGER, R. L. **Statistical Inference**. 2.Ed [s.l.] Cengage Learning, 2021.

COSTA, S. **Physically based constitutive models for crash of composites**. Tese (Doctor of Philosophy in Solid and Structural Mechanics). Department of Industrial and Materials Science. Chalmers University of Technology; Gothenburg. Sweden. 2019.

DEBDATTA RATNA. **Handbook of Thermoset Resins**. [s.l.] Smithers Rapra Technology, 2009.

DROZDOVA, A.; ANDREEVA, M.; KOZLOVA, M.; PETUKHOVA, D.; KLIMONSKYA, S.; PETTINARI, P. Lycurgus cup: the nature of dichroism in a replica glass having similar composition. **Journal of Cultural Heritage**, v. 51, p. 71–78, set. 2021.

ELHAJJAR, R.; LA SAPONARA, V.; MULIANA, A. Smart Composites: Mechanics and Design. **Composite Materials**. CRC Press. 2017.

FLICK, E. W. **Epoxy Resins, Curing Agents, Compounds, and Modifiers**, Second Edition. [s.l.] William Andrew, 2012.

FU S.Y.; CHEN Z.K.; HONG S.; HAN C. C. The reduction of carbon nanotube (CNT) length during the manufacture of CNT/polymer composites and a method to simultaneously determine the resulting CNT and interfacial strengths. **Carbon**, v. 47, n. 14, p. 3192–3200, nov. 2009.

GAO Z.; ZHU J.; RAJABPOUR S.; JOSHI K.; KOWALIK M.; CROOM B.; SCHWAB Y.; ZHANG L.; BUMGARDNER C.; BROWN K. R.; BURDEN D.; KLETT J. W.; VAN DUIN A. C. T.; ZHIGILEI L. V.; LI X. Graphene reinforced carbon fibers. **Science Advances**, v. 6, 2020.

GARG P.; SINGH B. P.; KUMAR G.; GUPTA T.; PANDEY I.; SETH R. K.; TANDON R. P.; MATHUR R. B. Effect of dispersion conditions on the mechanical properties of multi-walled carbon nanotubes based epoxy resin composites. **Journal of Polymer Research**, v. 18, n. 6, p. 1397–1407, 14 dez. 2010.

GUPTA M. L.; SYDLIK S. A.; SCHNORR J. M.; WOO D. J.; OSSWALD S.; SWAGER T. M.; RAGHAVAN D. The effect of mixing methods on the dispersion of carbon nanotubes during the solvent-free processing of multiwalled carbon nanotube/epoxy composites. **Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics**, v. 51, n. 6, p. 410–420, 10 dez. 2012.

HUNTSMAN – **Datasheet ARADUR® HY 917 / 2918**.

HUNTSMAN – **Datasheet ARALDITE® GY 260**.

HUNTSMAN – **Datasheet ARALDITE® LY 5052**.

IJJIMA, S. Helical microtubules of graphitic carbon. **Nature**, v. 354, n. 6348, p. 56–58, nov. 1991.

JIN, F.-L.; MA, C.-J.; PARK, S.-J. Thermal and mechanical interfacial properties of epoxy composites based on functionalized carbon nanotubes. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 29-30, p. 8517–8522, nov. 2011.

JOSHI, M.; CHATTERJEE, U. Polymer nanocomposite. **Advanced Composite Materials for Aerospace Engineering**, p. 241–264, 2016.

KARGER-KOCSIS, J.; MAHMOOD, H.; PEGORETTI, A. All-carbon multi-scale and

hierarchical fibers and related structural composites: A review. **Composites Science and Technology**. Art. 107932. 2019.

LIAO, C.; LI, Y.; TJONG, S. Graphene Nanomaterials: Synthesis, Biocompatibility, and Cytotoxicity. **International Journal of Molecular Sciences**. v. 19, n. 11, p. 3564, 2018.

MARINUCCI, G.; **Materiais Compósitos Poliméricos: fundamentos e tecnologia**. Editora Artliber. 2011.

MOASERI E.; HASANABADI S.; MAGHREBI M.; BANIADAM M. Improvements in fatigue life of amine-functionalized multi-walled carbon nanotube-reinforced epoxy composites: Effect of functionalization degree and microwave-assisted precuring. **Journal of Composite Materials**. v. 49, n. 16, p. 1961–1969, 26 jun. 2014.

MONROY, S. E.; DIAZ, H. Time series-based bibliometric analysis of the dynamics of scientific production. **Scientometrics**. 115, p 1139–1159, 2018.

QIAN, H.; GREENHALGH E. S.; SHAFFER, M. S. P.; BISMARCK, A. Carbon nanotube-based hierarchical composites: a review. **Journal of Material Chemistry**. v. 20, n. 23, p. 4729–4956, 2010.

REIBOLD, M.; PAUFLER, P.; LEVIN, A. Carbon nanotubes in an ancient Damascus sabre. **Nature** v. 444. p. 286. 2006.

RODRIGUEZ, A. J.; GUZMAN, M. E.; LIM, C.-S.; MINAIE, B. Mechanical properties of carbon nanofiber/fiber-reinforced hierarchical polymer composites manufactured with multiscale-reinforcement fabrics. **Carbon**. v. 49, n. 3, p. 937–948, 2011.

Sítio da empresa Oxyblack. Disponível em: <<https://www.oxyblack.com/index.php/pt/produtos-e-servicos/placas-fibra-de-carbono>>. Acesso em: 21 de julho de 2023.

Sítio do Museu Britânico. Disponível em: <https://media.britishmuseum.org/media/Repository/Documents/2014_10/1_7/de840b03_cba3_44d3_a7be_a3b700793d2e/mid_00036154_001.jpg>. Acesso em: 07 de janeiro de 2023.

TORAY – **Datasheet T300 Standard Modulus Carbon Fiber**.

VALOROSI F.; DE MEO, E.; BLANCO-VARELA, T., MARTORAMA, B.; VECA, A.; PUGNO, N.; KINLOCH, I. A.; ANAGNOSTOPOULOS, G.; GALIOTIS, C.; BERTOCCHI, F.; GOMEZ, J.; TROSSI, E; YOUNG, R, J; PALERMO, V. Graphene and related materials in hierarchical fiber composites: production techniques and key industrial benefits. **Composites Science and Technology**. Art. 107848. 2019

XIE, G.; ZHOU, G.; BAO, X. Mechanical behaviour of advanced composite laminates embedded with carbon nanotubes: review. 25 jul. 2009.

YONG JIN KIM; VIJAYA CHALIVENDRA. Natural fibre composites (NFCs) for construction and automotive industries. p. 469–498, 1 jan. 2020.

ZEHUA, Q.; GUOJIAN, W. A comparative study on the properties of the different amino-functionalized multiwall carbon nanotubes reinforced epoxy resin composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 124, n. 1, p. 403–411, 4 out. 2011.

ZHANG Z.; FU K.; LI; Y. Improved interlaminar fracture toughness of carbon fiber/epoxy composites with a multiscale cellulose fiber interlayer. **Composites Communications**. v. 27. Art. 100898. 2021.

ZHANG C.; ZHANG G.; SHI X.; WANG X.. Effects of carbon nanotubes on the interlaminar shear strength and fracture toughness of carbon fiber composite laminates: a review. **Journal of Materials Science**, v. 57, n. 4, p. 2388–2410, jan. 2022.

ZHAO Z.; TENG K.; LI N.; LI X.; XU Z.; CHEN L.; NIU J.; FU H.; ZHAO L.; LIU Y. Mechanical, thermal and interfacial performances of carbon fiber reinforced composites flavored by carbon nanotube in matrix/interface. **Composite Structures**, v. 159, p. 761–772, jan. 2017.

ZHOU Y.; PERVIN F.; LEWIS L.; JEELANI S. Fabrication and characterization of carbon/epoxy composites mixed with multi-walled carbon nanotubes. **Materials Science and Engineering: A**, v. 475, n. 1-2, p. 157–165, fev. 2008.

APÊNDICE – Código fonte do programa em Python para cálculo do valor-p

```

import numpy as np
import statsmodels.api as sm
from statsmodels.formula.api import ols
import pandas as pd

# Dados
condicao_1 = [95.18, 87.04, 90.33, 98.02, 91.73, 87.21, 89.51, 96.46, 99.19, 92.86]
condicao_2 = [100.79, 97.52, 98.60, 102.67, 100.21, 103.72, 101.14, 97.79, 103.98]
condicao_3 = [100.53, 94.17, 105.58, 107.28, 99.71, 101.23, 104.45, 107.12, 106.30]

# Combinando os dados
valores = condicao_1 + condicao_2 + condicao_3
condicoes = ['Condição 1']*len(condicao_1) + ['Condição 2']*len(condicao_2) +
['Condição 3']*len(condicao_3)

# Criando uma tabela
df = pd.DataFrame({'Condição': condicoes, 'Valor': valores})

# Realizando ANOVA
modelo = ols('Valor ~ C(Condição)', data=df).fit()
resultado_anova = sm.stats.anova_lm(modelo, typ=2)

print(resultado_anova)

```

Resultado (saída) da execução do programa:

	sum_sq	df	F	PR(>F)
C(Condição)	550.801561	2.0	18.621628	0.000011
Residual	369.732410	25.0	NaN	NaN

ANEXO – Versão digital dos laudos da determinação da fração de fibra de carbono por termogravimetria e dos ensaios mecânicos de flexão

 <p>DDNM</p>	<p align="center">RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p align="center">SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p align="center">Nº:064R/2023</p> <p align="center">Pág. 1/2</p>
--	--	---

SOLICITANTE:

Nome: Gerson	Procedência: LACAM - CTMSP
Solicitação nº: 064	Telefone: (11) 3817-7568

AMOSTRAS:

Cps de ILSS
Tenax E HTA E 12 6k
LY 5052 HY 2918 DY 062 branco sem nanotubo.

ANÁLISE/ ENSAIO:

Temperatura de transição vítrea por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Determinação da porcentagem de fibra por Termogravimetria (TGA) e densidade volumétrica.

NORMAS, ESPECIFICAÇÕES, CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO:

Procedimento A da ASTM D 792-98 (densidade) e ASTM D3418-03 (DSC).

EQUIPAMENTOS E PADRÕES UTILIZADOS:

Analizador Termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851^e (padrões de índio e alumínio), Calorímetro Mettler-Toledo modelo DSC 3 (padrões metálicos de índio e zinco), Balança analítica Mettler-Toledo modelo XP6 e Balança Analítica Mettler-Toledo modelo AB 204S.

RESULTADOS E OBSERVAÇÕES:

- A tabela a seguir apresenta os resultados obtidos:

 <p>DDNM</p>	<p>RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p>SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p>Nº: 064R/2023</p> <p>Pág. 2/2</p>
--	--	--------------------------------------

Cps de ILSS
 Tenax E HTA E 12 6k
 LY 5052 HY 2918 DY 062 branco sem nanotubo.

AMOSTRA	Vf (%)	Vm (%)	Vv (%)	Mf (%)	Mm (%)	dc (g/cm ³)	dfibra (g/cm ³)	dmatriz (g/cm ³)
22°C								
Cps sem nanotubo	68	31	1	76	24	1,56	1,75	1,22

Amostra	Tg (° C)
Cps sem nanotubo	(116 ± 3)

São Paulo, 07 de julho de 2023.

Ana Claudia Vaz Carolino
 Química

Álvaro Augusto S. de Carvalho
 Técnico Químico

Delmo A. Nishitsuji
 Gerente Técnico

 <p>DDNM</p>	<p align="center">RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p align="center">SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p align="center">Nº:065R/2023</p> <p align="center">Pág. 1/2</p>
--	--	---

SOLICITANTE:

Nome: Gerson	Procedência: LACAM - CTMSP
Solicitação n°: 065	Telefone: (11) 3817-7568

AMOSTRAS:

Cps de ILSS
Tenax E HTA E 12 6k
LY 5052 HY 2918 DY 062 com aditivo Tuball 301 0,2%

ANÁLISE/ ENSAIO:

Temperatura de transição vítrea por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Determinação da porcentagem de fibra por Termogravimetria (TGA) e densidade volumétrica.

NORMAS, ESPECIFICAÇÕES, CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO:

Procedimento A da ASTM D 792-98 (densidade) e ASTM D3418-03 (DSC).

EQUIPAMENTOS E PADRÕES UTILIZADOS:

Analisador Termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851^e (padrões de índio e alumínio), Calorímetro Mettler-Toledo modelo DSC 3 (padrões metálicos de índio e zinco), Balança analítica Mettler-Toledo modelo XP6 e Balança Analítica Mettler-Toledo modelo AB 204S.

RESULTADOS E OBSERVAÇÕES:

- A tabela a seguir apresenta os resultados obtidos:

 <p>DDNM</p>	<p>RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p>SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p>Nº: 065R/2023</p> <p>Pág. 2/2</p>
--	--	--------------------------------------

Cps de ILSS
 Tenax E HTA E 12 6k
 LY 5052 HY 2918 DY 062 com aditivo Tuball 301 0,2%

AMOSTRA	Vf (%)	Vm (%)	Vv (%)	Mf (%)	Mm (%)	dc (g/cm ³)	dfibra (g/cm ³)	dmatriz (g/cm ³)
22°C								
Cps Tuball 0,2%	68	31	1	76	24	1,56	1,75	1,22

Amostra	Tg (° C)
Cps de ILSS tuball 0,2%	(111 ± 3)

São Paulo, 07 de julho de 2023.

 Ana Claudia Vaz Carolino
 Química

 Álvaro Augusto S. de Carvalho

 Delmo A. Nishitsuji

 <p>DDNM</p>	<p align="center">RESULTADO DE ANÁLISE</p> <p align="center">SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502</p>	<p align="center">Nº:066R/2023</p> <p align="center">Pág. 1/2</p>
--	---	---

SOLICITANTE:

Nome: Gerson	Procedência: LACAM - CTMSP
Solicitação nº: 066	Telefone: (11) 3817-7568

AMOSTRAS:

Cps de ILSS
Tenax E HTA E 12 6k
LY 5052 HY 2918 DY 062 com aditivo Tuball 301 0,4%

ANÁLISE/ ENSAIO:

Temperatura de transição vítrea por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Determinação da porcentagem de fibra por Termogravimetria (TGA) e densidade volumétrica.

NORMAS, ESPECIFICAÇÕES, CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO:

Procedimento A da ASTM D 792-98 (densidade) e ASTM D3418-03 (DSC).

EQUIPAMENTOS E PADRÕES UTILIZADOS:

Analizador Termogravimétrico Mettler-Toledo modelo 851^e (padrões de índio e alumínio), Calorímetro Mettler-Toledo modelo DSC 3 (padrões metálicos de índio e zinco), Balança analítica Mettler-Toledo modelo XP6 e Balança Analítica Mettler-Toledo modelo AB 204S.

RESULTADOS E OBSERVAÇÕES:

- A tabela a seguir apresenta os resultados obtidos:

	RESULTADO DE ANÁLISE SEÇÃO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS DIVISÃO DE DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS DIRETORIA DESENVOLVIMENTO NUCLEAR DA MARINHA Av. Prof. Lineu Prestes, 2468 - São Paulo - SP Telefones: (11) 3817-7502	Nº: 066R/2023 Pág. 2/2
---	--	---

Cps de ILSS
 Tenax E HTA E 12 6k
 LY 5052 HY 2918 DY 062 com aditivo Tuball 301 0,4%

AMOSTRA	Vf (%)	Vm (%)	Vv (%)	Mf (%)	Mm (%)	dc (g/cm ³)	dfibra (g/cm ³)	dmatriz (g/cm ³)
22°C								
Cps Tuball 0,4%	69	31	-	76	24	1,58	1,75	1,22

Amostra	Tg (° C)
Cps de ILSS tuball 0,4%	(115 ± 3)

São Paulo, 07 de julho de 2023.

Ana Claudia Vaz Carolino
Química

Álvaro Augusto S. de Carvalho
Técnico Químico

Delmo A. Nishitsuji
Gerente Técnico

DDNM

- CERTIFICADO DE ENSAIO DE FLEXÃO -

LACAM

Nº do Certificado	230053
Data	12/06/23
Solicitante	Costa (1000-CMA-008)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

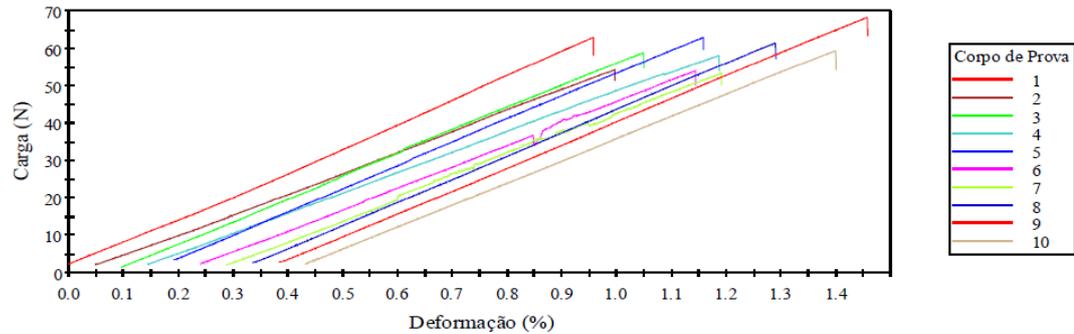
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 E 13 - 6K

Amostra: Placa 0009/23 - Lote 190920110 - Novelo 3B07

Matriz: LY 5052 / HY 2918 / DY 062 (Branco)

Placa 009/23 - Branco



	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
	01	62.87	95.18	0.010	8928	3.00	TAR
	02	54.13	87.04	0.009	8659	3.08	TAL
	03	58.82	90.33	0.010	9253	3.01	TAL
	04	58.07	98.02	0.010	9127	3.46	TAM
	05	62.89	91.73	0.010	9125	2.94	TAM
	06	53.93	87.21	0.009	9201	2.93	TAR
	07	53.25	89.51	0.009	9636	2.99	TAR
	08	61.42	96.46	0.010	9710	3.05	TAM
	09	68.25	99.19	0.011	8931	3.26	TAM
	10	59.35	92.86	0.010	9200	3.06	TAR
Média		59.30	92.75	0.010	9177	3.08	
Desvio Padrão		5	4	0	316	0	

Obs:

- 1.) Comprimento total dos cps = 80 mm.
Largura (b) dos cps = 13 mm.
Espessura (h) dos cps = 2,0 mm.
- 2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.

Luciano Sousa
2343-AZ-104)
Executor

Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

DDNM

- CERTIFICADO DE ENSAIO DE FLEXÃO -

LACAM

Nº do Certificado	230054
Data	12/06/23
Solicitante	Costa (1000-CMA-008)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

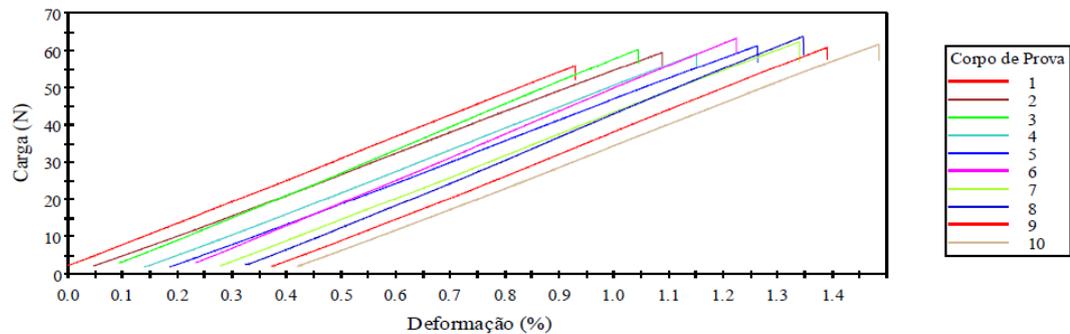
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 E 13 - 6K

Amostra: Placa 0011/23 - Lote 190920110 - Novelo 3B016

Matriz: LY 5052 / HY 2918 / DY 062 - (Com aditivo Tuball 301 0.2%)

Placa 0011/23 - C/ aditivo Tuball 301 0.2%



	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
1	01	55.80	87.54	0.009	9016	2.93	TAL
2	02	59.37	100.79	0.010	9138	3.43	TAR
3	03	60.24	97.52	0.009	9729	3.07	TAM
4	04	59.09	98.60	0.010	9298	3.32	TAM
5	05	61.22	102.67	0.011	9137	3.54	TAM
6	06	63.25	100.21	0.010	9619	3.18	TAL
7	07	62.32	103.72	0.011	9445	3.48	TAL
8	08	63.75	101.14	0.010	9379	3.27	TAR
9	09	60.84	97.79	0.010	9109	3.29	TAL
10	10	61.64	103.98	0.011	9335	3.52	TAM
Média		60.75	99.39	0.010	9320	3.30	
Desvio Padrão		2	5	0	231	0	

Obs:

- Comprimento total dos cps = 80 mm.
Largura (b) dos cps = 13 mm.
Espessura (h) dos cps = 2,0 mm.
- O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.

Luciano Sousa
2343-AZ-104)
Executor

Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável

DDNM

- CERTIFICADO DE ENSAIO DE FLEXÃO -

LACAM

Nº do Certificado	230055
Data	12/06/23
Solicitante	Costa (1000-CMA-008)
Velocidade da Ponte (Vp)	1.000 mm/min
Support Span (L)	64.0 mm

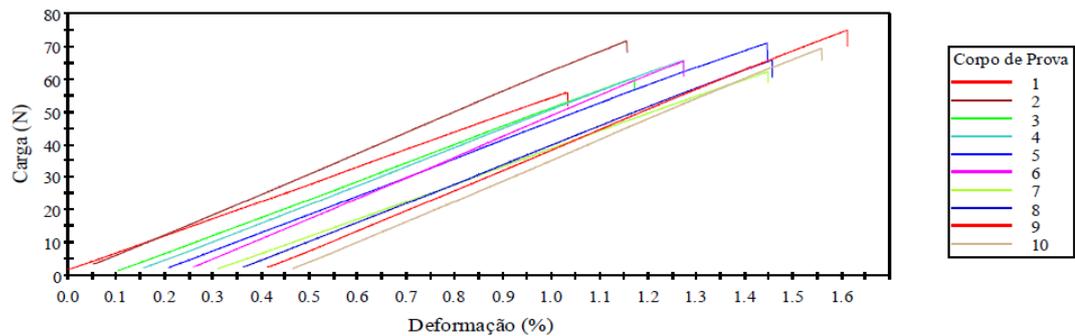
Ensaio de Flexão em Fibra de Carbono - ASTM D7264 (Procedimento A)

Material: Fibra de Carbono - Tenax E HTA 40 E 13 - 6K

Amostra: Placa 0013/23 - Lote 190920110 - Novelo 3B16

Matriz: LY 5052 / HY 2918 / DY 062 - (Com aditivo Tuball 301 0.4%)

Placa 0013/23 - C/ aditivo Tuball 301 0.4%



	Corpo de Prova	Carga Máxima (N)	Resistência à Flexão (MPa)	Deformação Máxima (mm/mm)	Módulo de Elasticidade (Corda 0,1% - 0,3%) (MPa)	Flexão (mm)	Tipo de Falha
	1	55.92	91.92	0.010	8598	3.36	TAL
	2	71.71	100.53	0.011	8668	3.25	TAM
	3	60.34	94.17	0.011	8608	3.39	TAM
	4	65.76	105.58	0.011	9185	3.61	TAR
	5	71.02	107.28	0.012	8431	3.80	TAL
	6	65.56	99.71	0.010	9374	3.18	TAL
	7	62.20	101.23	0.011	8572	3.69	TAL
	8	65.88	104.45	0.011	9142	3.51	TAL
	9	74.96	107.12	0.012	8798	3.57	TAL
	10	69.43	106.30	0.011	9502	3.45	TAL
	Média	66.28	101.83	0.011	8888	3.48	
	Desvio Padrão	6	5	0	379	0	

Obs:

1.) Comprimento total dos cps = 80 mm.

Largura (b) dos cps = 13 mm.

Espessura (h) dos cps = 2,0 mm.

2.) O ensaio foi realizado com a célula de carga de 500 Kg.

Luciano Sousa
2343-AZ-104)
Executor

Marcos Augusto
(2343-AZ-000)
Responsável



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.

