

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
CAMPUS CURITIBA
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ANNE BASTOS NOGUEIRA

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA
EPOXÍDICA À BASE D'ÁGUA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO
(Tcc2 - Nº de Inscrição - 17)

CURITIBA

2017

ANNE BASTOS NOGUEIRA

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA
EPOXÍDICA À BASE D'ÁGUA**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia Mecânica do Campus Curitiba da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientador: Profa. Ph.D Márcia Silva de Araújo

CURITIBA

2017

TERMO DE ENCAMINHAMENTO

Venho, por meio deste termo, encaminhar para apresentação a Proposta do Projeto de Pesquisa “DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA EPOXÍDICA À BASE D’ÁGUA”, realizada pela aluna ANNE BASTOS NOGUEIRA, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia Mecânica do Campus Curitiba da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Orientador: Profa. Ph.D. Márcia Silva de Araújo
UTFPR - Damec

Curitiba, 16 de novembro de 2017.

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a Monografia do Projeto de Pesquisa “DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA EPOXÍDICA À BASE D’ÁGUA”, realizada pela aluna ANNE BASTOS NOGUEIRA, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso – TCC2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Profa. Ph.D. Márcia Silva de Araújo
Departamento Acadêmico de Mecânica, UTFPR
Orientador

Prof. Dr. Carlos Henrique da Silva
Departamento Acadêmico de Mecânica, UTFPR
Avaliador

Prof. Dr. Marcos Flávio de Oliveira Schiefler Filho
Departamento Acadêmico de Mecânica, UTFPR
Avaliador

Curitiba, 06 de dezembro de 2017.

DEDICATÓRIA

A minha família que sempre acreditou em mim.

AGRADECIMENTOS

A Deus que me permitiu chegar até aqui.

Aos familiares e amigos, pelo incentivo e apoio constante.

A professora Ph. D. Márcia Silva de Araújo por ter aceitado a tarefa de ser minha orientadora, mais uma vez.

Ao professor Dr. José Alberto Cerri, pela paciência.

Ao professor Dr. Aldo Santos Pereira que se mostrou sempre solícito.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná pelo auxílio financeiro a este projeto e também pela estrutura física, material e pessoal utilizados.

RESUMO

NOGUEIRA, Anne Bastos. Desenvolvimento e caracterização de espuma epoxidica a base d'água. 2017. 75 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Departamento acadêmico de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2017.

O avanço tecnológico da engenharia causou um importante impacto na vida moderna com o surgimento e desenvolvimento dos materiais poliméricos. Atualmente estes materiais possuem uma vasta aplicação que vai desde a indústria alimentícia até a fabricação de compósitos empregados na indústria aeroespacial. Espumas poliméricas, por sua vez, são mais conhecidas como isolantes e flutuadores ou como recheios em almofadas e embalagens. Sua aplicabilidade é pouco explorada e estudos, como este trabalho, continuam sendo realizados para se conhecer melhor suas propriedades e expandir suas aplicações, como por exemplo na indústria aeronáutica, de fabricação cerâmica e automobilística. O uso de moldes porosos poliméricos é uma realidade no mundo da fabricação de peças cerâmicas, por meio do método de colagem sob pressão. Este método não é muito difundido nacionalmente, no processo de fabricação de louças de mesa, devido ao alto custo dos moldes. A obtenção de peças por um processo mais rápido, cujo molde seja executado na própria empresa, é o estímulo para a confecção de um molde poroso com uma espuma epoxidica à base d'água. Três métodos de confecção da espuma foram testados e após a obtenção dos corpos de prova foram feitas avaliações de densidade aparente, módulo de elasticidade, amortecimento e microscopia. Estes ensaios foram feitos com métodos não destrutivos e após um ensaio de resistência a compressão foi realizado. Uma análise de custo relativo pelo módulo de elasticidade também foi feita para as composições com corpos de prova. Todos estes ensaios foram realizados visando a caracterização para aplicação direta deste polímero de engenharia na indústria.

Palavras-chave: Resina Epóxi. Célula Aberta. Base D'água. Molde Poroso. Colagem Sob Pressão.

ABSTRACT

NOGUEIRA, Anne Bastos. Desenvolvimento e caracterização de espuma epoxidica a base d'água. 2017. 75 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Departamento acadêmico de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2017.

The technological advancement of engineering has had an important impact in modern life with the emergence and development of polymeric materials. Currently these materials have a wide application ranging from the food industry to the manufacture of composites used in the aerospace industry. Polymeric foams, in turn, are better known as insulators and floats or as fillings in cushions and packaging. Its applicability is little explored and studies, such as this monograph, continue to be carried out to better understand its properties and to expand its applications, such as in the aeronautical, ceramic and automobile manufacturing industries. The use of polymeric porous molds is a reality in the world of the manufacture of ceramic, by means of the method of slip casting. This method is not widespread nationally, in the process of manufacturing tableware, due to the high cost of molds. The production of parts by a faster process, whose mold is executed in the company itself, is the stimulus for the production of a porous mold with a water-based epoxy foam. Three foam preparation methods were tested and the samples were evaluated for apparent density, modulus of elasticity, damping and microscopy. These tests were done with non-destructive methods and after a compression strength test was performed. A relative cost analysis for the modulus of elasticity was also made for compositions with specimens. All these tests were carried out aiming the characterization for the direct application of this polymer of engineering in the industry.

Keywords: Epoxy Resin. Open Cell. Water Base. Porous Mold. slip casting.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1: ESPUMA DE ALUMÍNIO COM CÉLULA ABERTA.....	16
FIGURA 2: EXEMPLO DE ESPUMA COM CÉLULA FECHADA.....	17
FIGURA 3: COMPARAÇÃO ENTRE UM MODELO DE CÉLULA ABERTA E FECHADA, NO QUAL O INTERIOR NÃO CONTÉM O MATERIAL DA MATRIZ	17
FIGURA 4: DIAGRAMAS DE BOLHAS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE (E) VERSUS DENSIDADE (ρ) ENTRE DIFERENTES MATERIAIS	18
FIGURA 5: DIAGRAMA DE BOLHAS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE (E) VERSUS CUSTO RELATIVO/VOLUME (C _{V,R}) DE DIFERENTES TIPOS DE MATERIAIS.....	19
FIGURA 6: CLASSIFICAÇÃO PRINCIPAL DOS PLÁSTICOS	20
FIGURA 7: DIAGRAMA DE BOLHAS COMPARATIVO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE (E) VERSUS DENSIDADE (ρ) ENTRE POLÍMEROS (E _s ; ρ _s), ELASTÔMEROS E ESPUMAS (\tilde{E} ; $\tilde{\rho}$)	22
FIGURA 8: GRUPAMENTO EPÓXI.....	23
FIGURA 9: COMPONENTES DE FORMAÇÃO DA RESINA EPÓXI.....	23
FIGURA 10: PROPRIEDADES DA RESINA APÓS A RETICULAÇÃO.....	24
FIGURA 11: ÁREAS DE APLICAÇÃO DA RESINA EPOXÍDICA	25
FIGURA 12 - SISTEMA SONELASTIC UTILIZADO PARA OS ENSAIOS	30
FIGURA 13 - POSICIONAMENTO DO EQUIPAMENTO NO CORPO DE PROVA.	31
FIGURA 14 - RESPOSTA AO IMPULSO PARA UM OSCILADOR SIMPLES.	31
FIGURA 15 - FLUXOGRAMA COM AS ETAPAS DO TRABALHO.	34
FIGURA 16 - MOLDES DE SILICONE CONFECCIONADOS PARA OS CORPOS DE PROVA.....	39
FIGURA 17 - HÉLICE CONFECCIONADA PARA ADAPTAR AO EQUIPAMENTO QUIMIS, À ESQUERDA, E A USADA NO MISTURADOR DA BLACK E DECKER M100, À DIREITA.....	40
FIGURA 18 - REAÇÃO QUÍMICA.....	48
FIGURA 19 - VISTA SUPERIOR DA COMPOSIÇÃO	52
FIGURA 20 - IMAGENS DAS MISTURAS 25% (A), 50% (B) E 75% (C) DE ÁGUA SEM AGENTE DE CURA NA PARTE SUPERIOR E CORPOS DE PROVA DOS COMPOSTOS COM AGENTE DE CURA NA PARTE INFERIOR	53
FIGURA 21 - CORPOS DE PROVA DA COMPOSIÇÃO C100.30 COLAPSADOS APÓS A CURA ...	54
FIGURA 22 - PRIMEIRA SEQUÊNCIA DE ADIÇÃO E SEUS TEMPOS DE MISTURA PARA A FABRICAÇÃO DAS ESPUMAS.....	54
FIGURA 23 - ESPUMA COM 200% DE ÁGUA E VARIAÇÃO DE TWEEN 20, DA ESQUERDA PARA A DIREITA AS CONCENTRAÇÕES FORAM DE 10%, 15% E 20%	55
FIGURA 24 - ESPUMA COM 200% DE ÁGUA E VARIAÇÃO DE TWEEN 20 APÓS A CURA, DA ESQUERDA PARA A DIREITA AS CONCENTRAÇÕES FORAM DE 10%, 15% E 20%.....	55

FIGURA 25 - ESPUMAS COM 150% DE ÁGUA E TWEEN 20 E CARGA MINERAL, A IMAGEM 2(A) REPRESENTA A COMPOSIÇÃO COM 10% DE TWEEN E 1(A) COM 20%.....	56
FIGURA 26 - NOVA SEQUÊNCIA DE ADIÇÃO DOS COMPONENTES E SEUS TEMPOS DE MISTURA.....	56
FIGURA 27 - ASPECTO DA COMPOSIÇÃO C100 ANTES (ACIMA) E DEPOIS (ABAIXO) DA CURA	57
FIGURA 28 - IMAGEM DA PARTE DOS CORPOS DE PROVA EM CONTATO COM O MOLDE, AS IMPERFEIÇÕES QUE FICARAM SÃO DA CARGA MINERAL QUE SAIU	57
FIGURA 29 - SEQUÊNCIA SELECIONADA PARA AS COMPOSIÇÕES COM CARGA.....	58
FIGURA 30 - CORPO DE PROVA DA COMPOSIÇÃO C2.2TCM APÓS DESMOLDE	59
FIGURA 31 - VISTA INFERIOR DA PARTE DOS CORPOS DE PROVA EM CONTATO COM O MOLDE COM VARIAÇÃO DE 0, 15 E 30% DE CARGA MINERAL, DA ESQUERDA PARA A DIREITA.....	59
FIGURA 32 - VISTA SUPERIOR DA PARTE DOS CORPOS DE PROVA DEIXADOS AO AR COM VARIAÇÃO DE 0, 15 E 30% DE CARGA MINERAL, DA ESQUERDA PARA A DIREITA.....	59
FIGURA 33 - SEQUÊNCIA ADOTADA PARA CONFECÇÃO DAS ESPUMAS SEM CARGA MINERAL	60
FIGURA 34 - CORPOS DE PROVA DA COMPOSIÇÃO C075.10 ANTES E APÓS A CURA.....	60
FIGURA 35 - CORPOS DE PROVA DA COMPOSIÇÃO C100.10 ANTES E APÓS A CURA.....	61
FIGURA 36 - CORPOS DE PROVA DA COMPOSIÇÃO C125.10 ANTES E APÓS A CURA.....	61
FIGURA 37 - DIAGRAMAS DE BOLHAS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE (E) VERSUS DENSIDADE (ρ) (VERSÃO ADAPTADA). FONTE: (ASHBY, SHERCLIFF E CEBON, 2012)....	63
FIGURA 38 - DIAGRAMA DE BOLHAS ADAPTADO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE (E) VERSUS CUSTO RELATIVO/VOLUME ($C_{V,R}$) DE DIFERENTES TIPOS DE MATERIAIS.	64
FIGURA 39 - 3D DO ENSAIO DE AMORTECIMENTO.	65
FIGURA 40 - CORPOS DE PROVA PRONTOS PARA MICROSCOPIA	67
FIGURA 41 - MICROSCOPIA DA COMPOSIÇÃO 100% DE ÁGUA, AUMENTO DE 5X (A), 10X (B) E 20X (C)	67
FIGURA 42 - MICROSCOPIA DA COMPOSIÇÃO 125% DE ÁGUA, AUMENTO DE 5X (A), 10X (B) E 20X (C)	68
FIGURA 43 - MICROSCOPIA DA COMPOSIÇÃO 150% DE ÁGUA, AUMENTO DE 5X (A), 10X (B) E 20X (C)	68
FIGURA 44 - CENTRO DO CORPO DE PROVA DA COMPOSIÇÃO 125.10, DA ESQUERDA PARA A DIREITA, AUMENTO DE 5X, 10X E 20X	69
FIGURA 45 - CORPO DE PROVA APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO	71

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - EQUAÇÕES, PARÂMETROS REOLÓGICOS E EXEMPLOS DE FLUIDO NEWTONIANO E NÃO NEWTONIANOS	29
TABELA 2 - VALORES DAS CONSTANTES PARA O DISCO.....	32
TABELA 3 - SEQUÊNCIA DE EQUAÇÕES PARA O DISCO	33
TABELA 4 - VISCOSIDADE E DENSIDADE FORNECIDOS PELO FABRICANTE	35
TABELA 5 - PROPORÇÃO ENTRE RESINA E ENDURECEDOR PARA REAÇÃO.....	35
TABELA 6 - COMPOSIÇÃO DE ESPUMA COM PAA EM PARTES EM RELAÇÃO A MASSA DA RESINA	37
TABELA 7 - COMPOSIÇÃO DA ESPUMA EM RELAÇÃO PERCENTUAL À MASSA DA RESINA....	38
TABELA 8 - COMPOSIÇÃO DE ESPUMA COM SURFACTANTE. PARTES EM RELAÇÃO A MASSA DA RESINA.	38
TABELA 9: CUSTO DE MATERIAIS ADQUIRIDOS.	42
TABELA 10 - VISCOSIDADE E ÍNDICE DA LEI DAS POTÊNCIAS DAS MISTURAS RESINA E ÁGUA	43
TABELA 11 - TEMPO DE INÍCIO DE CURA E DE CURA DAS MISTURAS RESINA, AGENTE DE CURA E ÁGUA EM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES.....	46
TABELA 12 - COMPOSIÇÃO DAS AMOSTRAS DE TESTE DA MASSA DE ÁGUA EM RELAÇÃO A RESINA.	51
TABELA 13 - COMPOSIÇÕES PARA TESTE DE VELOCIDADE DE CURA.	53
TABELA 14 – RESULTADOS DO TESTE DE PROCEDIMENTO DE FABRICAÇÃO	58
TABELA 15 - COMPOSIÇÃO COM VARIAÇÃO DE CARGA.....	58
TABELA 16 - DENSIDADE APARENTE DE CADA CORPO DE PROVA	62
TABELA 17 - MÓDULO DE ELASTICIDADE, COEFICIENTE DE POISSON E AMORTECIMENTO DAS COMPOSIÇÕES.....	63
TABELA 18 - VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DO SOM NOS CORPOS DE PROVA.....	65
TABELA 19 - TENSÃO MÁXIMA DOS CORPOS DE PROVA.....	69
TABELA 20 - NOVA DENSIDADE APARENTE	71
TABELA 21 - DADOS DO SOFTWARE SONELASTIC PARA A COMPOSIÇÃO C075.10	81
TABELA 22 - DADOS DO SOFTWARE SONELASTIC PARA A COMPOSIÇÃO C100.10	81
TABELA 23 - DADOS DO SOFTWARE SONELASTIC PARA A COMPOSIÇÃO C125.10	81

LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1 - CURVAS TENSÃO VERSUS TAXA DE CISALHAMENTO DE MISTURAS RESINA E ÁGUA.....	44
GRÁFICO 2 - VISCOSIDADE VERSUS CONCENTRAÇÃO DE ÁGUA.....	45
GRÁFICO 3 - CURVAS DE VISCOSIDADE VERSUS TEMPO DE CURA DE MISTURAS DE RESINA COM AGENTE DE CURA E ÁGUA	45
GRÁFICO 4 - CURVAS DE VISCOSIDADE VERSUS TEMPO DE CURA DE RESINA PURA E COM 75% DE ÁGUA MISTURADA DEPOIS (A) E AO MESMO TEMPO QUE O AGENTE DE CURA (B)	47
GRÁFICO 5 - CURVAS DE CURA PARA CONCENTRAÇÕES DE ATÉ 150% DE ÁGUA EM RELAÇÃO A RESINA.....	49
GRÁFICO 6 - TESTE DO POLI (ACRILATO DE AMÔNIA) COMO ENDURECEDOR.....	49
GRÁFICO 7 - REAÇÃO DE CURA DO TWEEN + RESINA + AGENTE DE CURA	50
GRÁFICO 8 - ANÁLISE AMPLITUDE X TEMPO DA COMPOSIÇÃO C075.10	66
GRÁFICO 9 - ANÁLISE AMPLITUDE X TEMPO DA COMPOSIÇÃO C100.10	66
GRÁFICO 10 - ANÁLISE AMPLITUDE X TEMPO DA COMPOSIÇÃO C125.10	66
GRÁFICO 11 - CURVAS DE FORÇA X DEFORMAÇÃO	70

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS

DAMEC – *Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica*

DGEBA - *Éter diglicidílico do bisfenol-A*

kN – *Quilo Newton*

N – *Newton*

MPa – *Mega Pascal*

Pa – *Pascal*

PR - *Paraná*

RPM – *Rotação por minuto*

TCC – *Trabalho de Conclusão de Curso*

UTFPR - *Universidade Tecnológica Federal do Paraná*

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
1.1	Problemas e Premissas	15
1.2	Objetivos.....	15
2	REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1	Espumas.....	16
2.1.1	Espumas Poliméricas.....	20
2.2	Resina Epóxi	22
2.2.1	Generalidades	22
2.2.2	Espumas epoxídicas	25
2.3	Comportamento Reológico	28
2.4	Amortecimento	29
3	MATERIAIS E MÉTODOS	34
3.1	Materiais	34
3.2	Caracterização Reológica.....	36
3.3	Composições da espuma com dispersante - Liosperse 511	37
3.4	Composições da espuma sem surfactante	37
3.5	Composições da espuma com surfactante - Tween 20.....	38
3.6	Obtenção de corpos de prova	39
3.7	Densidade aparente	40
3.8	Ensaio de amortecimento.....	41
3.9	Microscopia óptica	41
3.10	Ensaio de resistência à compressão	41
3.11	Orçamento	41
4	RESULTADOS	43
4.1	Ensaio reológico.....	43
4.2	Espuma com o dispersante - Liosperse 511	51
4.3	Espuma sem adição de surfactante	51
4.4	Espumas com adição de surfactante - Tween 20.....	54
4.5	Densidade aparente	61
4.6	Ensaio de Amortecimento	62
4.7	Microscopia óptica	67
4.8	Ensaio de Compressão.....	69

5	CONCLUSÃO.....	72
6	REFERÊNCIAS	75
7	Apêndice A – Dados do Software Sonelastic	81
8	Apêndice B – Dados do Software Tesc	82

1 INTRODUÇÃO

O avanço tecnológico da engenharia causou um importante impacto na vida moderna com o surgimento e desenvolvimento dos materiais poliméricos (SHACKELFORD, 2008). Entretanto, ainda que os avanços sejam recentes, os polímeros estão presentes na vida do homem, na forma de graxas e outros materiais resinosos, desde a Antiguidade (JÚNIOR, 2002).

O termo polímero (“*poly*” + “*mer*”, muitas partes) vem do grego e foi criado, em 1832, por Berzelius¹, em contraposição ao termo isômero (“*iso*” + “*mer*”), empregado para composições de estruturas diferentes, mas de mesmo peso molecular (MANO e MENDES, 1999) . Apesar disso, o conceito de polímero atualmente empregado só ocorreu na década de 1920, com os trabalhos de Staudinger² que possibilitaram a criação e desenvolvimento dos polímeros sintéticos amplamente empregados na indústria moderna (FONTANILLE e GNANOU, 2002).

Durante a Segunda Grande Guerra Mundial o mundo passou a usar os polímeros em substituição a outros materiais (JÚNIOR, 2002) e devido a uma má empregabilidade sua reputação foi comprometida (FONTANILLE e GNANOU, 2002). Ainda que fosse observada uma ressalva do público leigo, os polímeros continuaram a fazer parte do desenvolvimento da humanidade e hoje possuem uma vasta aplicação que vai desde a fabricação de compósitos empregados na indústria alimentícia (MANO e MENDES, 1999) até a indústria aeroespacial (FONTANILLE e GNANOU, 2002)

Espumas poliméricas são mais conhecidas como isolantes e flutuadores ou como recheios em almofadas e embalagens (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012), mas sua aplicabilidade é pouco explorada (GIBSON e ASHBY, 1997) e estudos continuam a serem feitos para conhecer melhor suas propriedades (SELLAK, 2014) (GARCIA-LOERA, 2002) (GIBSON e ASHBY, 1997) (ZHAO, CUI e WANG, 2015) e expandir suas aplicações (ERGU`N, DIRIER e TANOG`LU, 2004), como por exemplo para a indústria de aviação (CALIRI JR, 2010), de fabricação cerâmica (GALHARDI,

¹ Jons J. Berzelius (Suécia) (1779-1848)

² Hermann Staudinger (Alemanha) (1881- 1965) – Prêmio Nobel, 1953

1998) (NOGUEIRA, DE ARAÚJO e CERRI, 2012) (PALUCH, 2015) e automobilística (CARDOSO e DE OLIVEIRA, 2009).

Embora sua perspectiva de aplicação seja muito ampla (GIBSON e ASHBY, 1997), será por meio dos resultados de ensaios mecânicos e outros testes, como porosidade e permeabilidade, que a verdadeira aplicação de uma espuma pode vir a ser definida. Mas tanto na indústria aeronáutica (CALIRI JR, 2010), quanto na de fabricação cerâmica (WENG, 2009) a escolha e aplicabilidade das espumas poliméricas se deve ao baixo custo de aquisição e fabricação de material, juntamente com a facilidade no controle das variáveis de produção (CALIRI JR, 2010).

1.1 Problemas e Premissas

Enquanto a aplicação de espumas poliméricas na indústria de aviação se encontra na fase de pesquisas (CALIRI JR, 2010), na indústria de fabricação cerâmica (GALHARDI, 1998) esta aplicação é uma realidade, por meio do método de colagem sob pressão (REED, 1995). Embora amplamente utilizado internacionalmente (REED, 1995), no Brasil este método se atém à fabricação de louças sanitárias e não se encontra tão difundido devido ao alto custo (WENG, 2009). Sendo assim, a possibilidade de aplicação de espumas poliméricas na fabricação destes moldes, pode vir a ser uma boa alternativa devido ao baixo custo de aquisição de material (NOGUEIRA, DE ARAÚJO e CERRI, 2012).

Este trabalho é uma continuação de um projeto de iniciação tecnológica, realizado anteriormente, que apesar de ter conseguido fabricar uma espuma, não conseguiu uma uniformidade para confecção de corpos de prova para ensaios mecânicos (NOGUEIRA, DE ARAÚJO e CERRI, 2012). Na sequência, um trabalho de conclusão de curso deu continuidade à mesma proposta e conseguiu resultados satisfatórios (PALUCH, 2015). Parte dos resultados aqui obtidos foi publicada em forma de artigo (NOGUEIRA, ARAÚJO e CERRI, 2016) em um congresso da área de materiais.

1.2 Objetivos

O objetivo deste trabalho é a obtenção de uma espuma microporosa, na qual foram feitos ensaios de reologia, densidade, amortecimento e microscopia óptica. Essa caracterização é a referência para uma futura aplicação prática na indústria.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Espumas

Espumas são materiais porosos que podem ser feitos de praticamente qualquer classe de materiais (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012). Suas propriedades podem ser definidas por dois tipos de parâmetros. O primeiro se refere a geometria e estrutura da espuma – tamanho e forma das células, a distribuição do material entre as estruturas celulares, densidade e porosidade. O segundo grupo é relacionado as propriedades do material utilizado como matriz para a espuma (densidade, módulo de Young, tensão de escoamento, tensão de ruptura, calor específico e condutividade térmica) (GIBSON e ASHBY, 1997).

Materiais porosos podem ser definidos como materiais bifásicos (GARCIA-LOERA, 2002) ou como uma rede interconectada de uma estrutura sólida que serve como aresta e face para as células (GIBSON e ASHBY, 1997). Seu processo de fabricação se assemelha ao dos pães: mistura-se um material matriz (a massa) com um agente espumante (o fermento), e controla-se o que acontece de modo a aprisionar as bolhas (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012). Parte importante deste processo é conseguir controlar o tamanho, a distribuição e geometria das células que podem ser distinguidas como abertas (Figura 1) e fechadas (Figura 2) (GARCIA-LOERA, 2002).

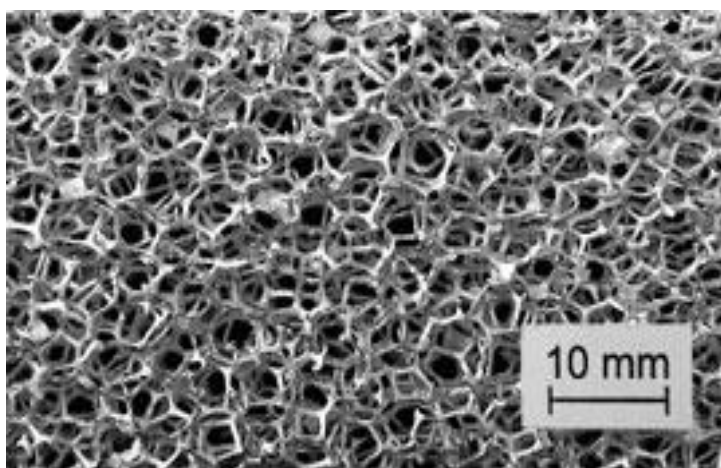


Figura 1: Espuma de alumínio com célula aberta
Fonte: (OLIVEIRA *et al.*, 2007)

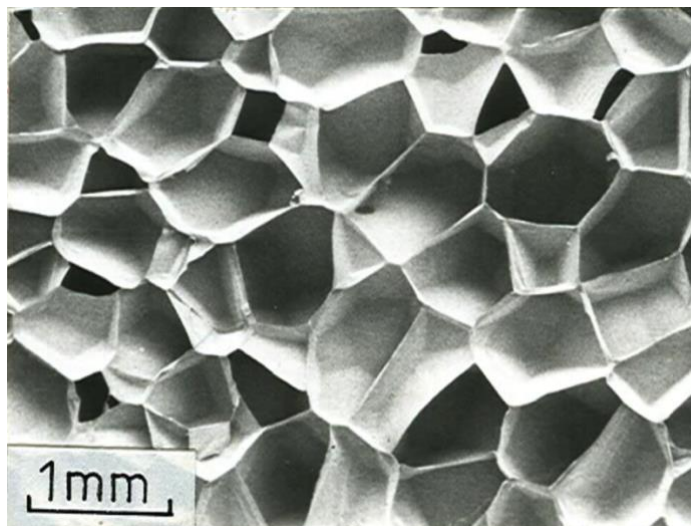


Figura 2: Exemplo de espuma com célula fechada
 Fonte: (GIBSON e ASHBY, 1997)

Materiais porosos são de interesse crescente da indústria, devido às suas características de baixa densidade e bom isolamento térmico e elétrico (GARCIA-LOERA, 2002). As espumas poliméricas são muito utilizadas como isolantes, flutuadores, recheio em pranchas de surf e embalagens (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012). Por sua vez as espumas metálicas são utilizadas na indústria automobilística devido a sua relação custo benefício em substituição às estruturas metálicas tradicionais (OLIVEIRA *et al.*, 2007), além do desempenho satisfatório na absorção de energia em testes de impacto (OLIVEIRA *et al.*, 2007). Elas são leves, pois possuem 90% de espaço vazio (Figura 3).

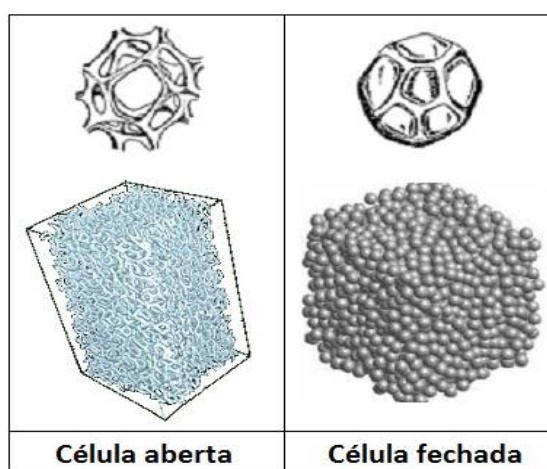


Figura 3: Comparação entre um modelo de célula aberta e fechada, no qual o interior não contém o material da matriz
 Fonte: (ISOVOLTA, 2005)

Se uma célula consiste em paredes ou arestas de células sólidas ao redor de um vazio que contém algum gás, é de se esperar que não possua uma densidade muito grande, por isso a leveza citada anteriormente. Esse vazio intracelular caracteriza o sólido celular por sua densidade relativa, que é a fração de espuma ocupada pelo composto matriz do sólido (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012) (GIBSON e ASHBY, 1997).

Espumação cria novos materiais com módulo de elasticidade e densidade mais baixos, conforme pode ser observado no diagrama da Figura 4. Módulo de elasticidade baixo é bom para fabricar embalagens e blindagens de proteção (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012) (CARDOSO e DE OLIVEIRA, 2009). Baixa densidade é boa para projetos de baixo peso e para flutuação (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012).

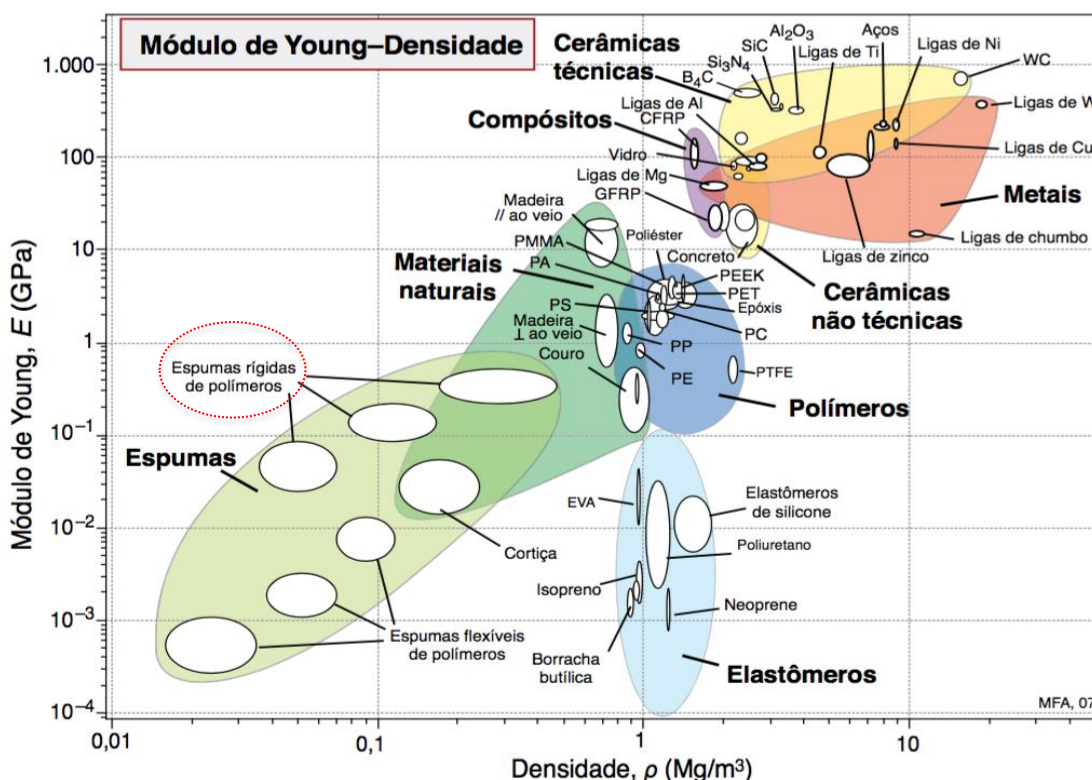


Figura 4: Diagramas de bolhas do módulo de elasticidade (E) versus densidade (ρ) entre diferentes materiais
 Fonte: (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012)

Pouco pode ser feito em um sólido para mudar seu peso atômico ou a rigidez da ligação. Entretanto, os módulos e as densidades dos materiais existentes podem ser

2.1.1 Espumas Poliméricas

Os polímeros são classificados em elastômeros e plásticos. Os plásticos são uma classe de materiais resistentes que podem ser divididos em duas categorias: termoplásticos e termofixos (SHACKELFORD, 2008).

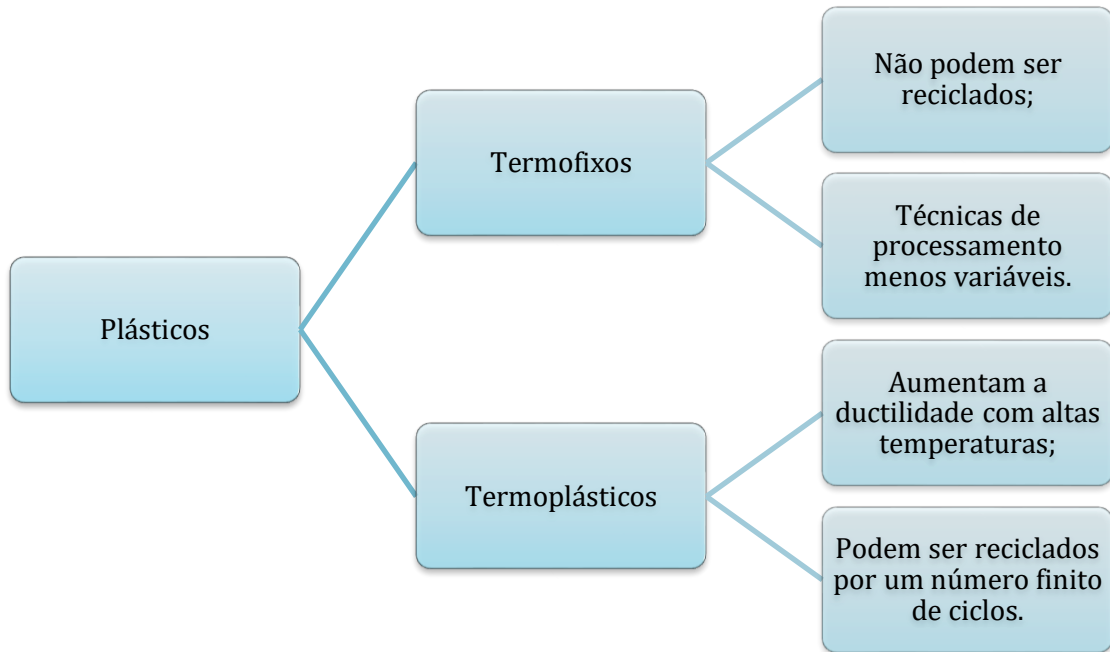


Figura 6: Classificação principal dos plásticos

Fonte: (HARPER, 1999)

Os polímeros termorrígidos apresentam, devido à estrutura reticulada, uma boa estabilidade termomecânica e uma boa resistência aos solventes embora, suas fragilidades (baixa resistência ao impacto e a fratura) limitem as áreas de aplicação. Uma estratégia para melhorar as propriedades mecânicas consiste na fabricação de materiais bifásicos, em que a matriz termofixa é modificada pela introdução de uma segunda fase. Essa segunda fase pode ser constituída de um termoplásticos (BELONE e DE SOUZA, 2015), de um elastômero, uma carga mineral ou ainda de vazio (material oco) (BARBOZA e DE PAOLI, 2002).

Inicialmente a concepção de termorrígidos bifásicos foi motivada pela melhoria das propriedades mecânicas, notadamente da tenacidade e da resistência ao impacto (BUCKNALL e PARTDRIDGE, 1983). Todas essas observações beneficiaram o desenvolvimento do processo de confecção de espumas como um todo.

Existem quatro maneiras básicas de se fazer espumas (Tabela 1) (GIBSON e ASHBY, 1997). Três favorecem a formação de células fechadas e uma a de células abertas (MARKLEY, 1972). Cada uma tem a sua utilidade, dependendo principalmente da aplicação final do produto.

Quadro 1: Principais grupos de produção de espumas poliméricas

Métodos		Tipo de Célula
1	Aeração por agitação mecânica.	célula fechada
2	Dissolução de um gás ou de um líquido de baixo ponto de fusão na resina base da espuma polimérica.	célula fechada
3	Adição de um agente espumante ou de expansão que irá liberar um gás inerte na resina quando a temperatura é aumentada.	célula fechada
4	Sinterização de uma massa de partículas leves com o uso ou não de adesivos.	célula aberta

Fonte: (MARKLEY, 1972)

Embora o quarto procedimento seja indicado para células abertas, não é muito utilizado comercialmente devido ao alto custo e porque seu processo de fabricação é muito mais complicado que os outros para ser feito no dia-a-dia. Assim, normalmente, quando se deseja uma espuma polimérica de célula aberta, fabrica-se uma de poros fechados e depois se rompe as membranas entre os poros por processos mecânicos ou térmicos (BUTYLEVA *et al.*, 1966). Patentes (MARKLEY, 1972) e trabalhos (BARBOZA e DE PAOLI, 2002) buscando novas formas de confecção de espumas continuam a serem desenvolvidas e aprimoradas, tanto para células abertas (MARKLEY, 1972) quanto fechadas (AASE e BOLSTAD, 1958).

Este tipo de trabalho só vem a corroborar a importância das espumas poliméricas como polímeros de engenharia. Mesmo quando comparadas aos plásticos tradicionais e elastômeros (Figura 7) pode-se observar que o módulo de elasticidade e densidade das espumas são menores. Assim, com a escolha certa do método de confecção e polímero base, esta classe de materiais pode substituir os metais nas aplicações certas.

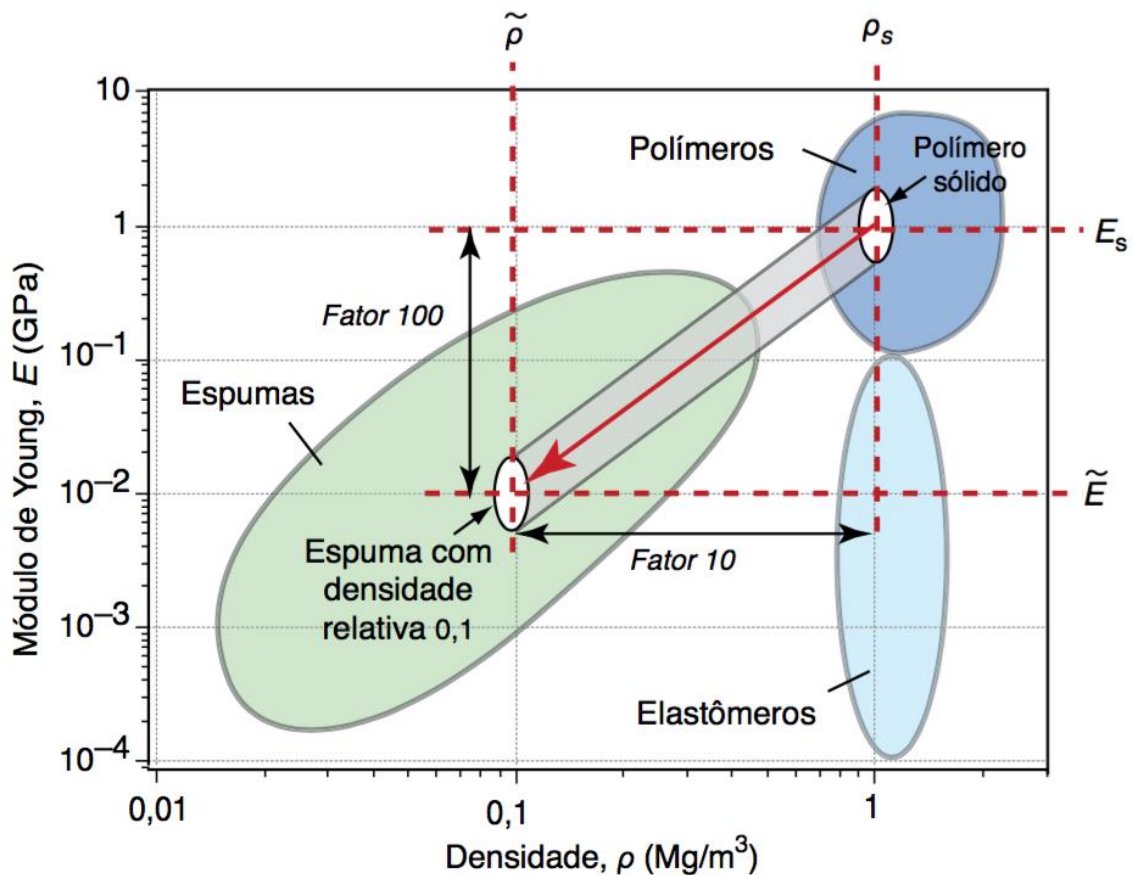


Figura 7: Diagrama de bolhas comparativo do módulo de elasticidade (E) versus densidade (ρ) entre polímeros (E_s ; ρ_s), elastômeros e espumas (\tilde{E} ; $\tilde{\rho}$)
 Fonte: (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012)

2.2 Resina Epóxi

2.2.1 Generalidades

Inicialmente, aplicava-se o termo resina (“*resin*”) a exsudações de plantas, que se apresentam na forma de seiva ou de aparência de âmbar, encontrados no tronco de pinheiros, limoeiros e outras árvores. Se caracterizam por serem materiais solúveis, de peso molecular intermediário a alto, que aumentam a viscosidade à medida que são aquecidos e são imiscíveis na água. Polímeros sintéticos que apresentam estas características possuem, conseqüentemente, a mesma nomenclatura (MANO e MENDES, 1999).

Resinas epoxídicas são uma classe de materiais poliméricos versáteis caracterizada pela presença de dois ou mais grupos epóxi dentro de sua estrutura

molecular (Figura 8) (STEVENS, 1999). A resina pode vir a ser fabricada com vários produtos químicos simples e básicos que são facilmente encontrados. A Sua forma mais utilizada se encontra esquematizada na Figura 9 (AUGUSTSSON, 2004).

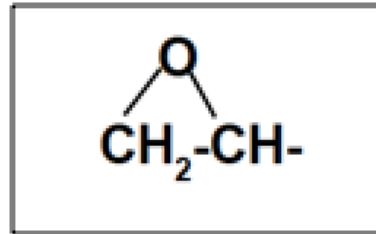


Figura 8: Grupamento epóxi
Fonte: (HARPER, 1999)

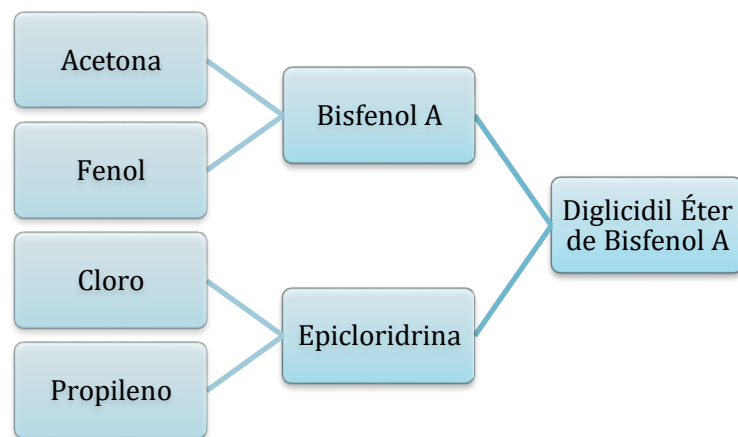


Figura 9: Componentes de formação da resina epóxi
Fonte: (LEE e NEVILLE, 1967)

A resina epoxídica, como outros termorrígidos, também reage com uma variedade de agentes de cura, tais como aminas, anidridos, tióis, etc. Esta seleção é feita de forma criteriosa, sendo que o agente deve possuir um bom controle sobre o grau de reticulação (COSTA, REZENDE e PARDINI, 1999). Os agentes de cura de amina são os mais amplamente utilizados devido à melhor compreensão e controle das reações epóxi-amina (FONTANILLE e GNANOU, 2002).

O grupamento epóxi é caracterizado por sua versatilidade em uma gama de reações químicas e propriedades usuais dos polímeros de rede, tais como alta resistência, baixa fluência, capacidade de serviço a elevadas temperaturas e adequadas propriedades elétricas (HARPER, 1999). As resinas epóxis possuem propriedades únicas entre as resinas termorrígidas (Figura 10), no qual é necessário

uma pressão mínima para fabricação de produtos, quando comparado a outros termorrígidos (RATNA, 2005). Outro ponto a ser levado em consideração na resina são os fenômenos macroscópicos que ocorrem na cura de sistemas termorrígidos: gelificação e vitrificação, pois são pontos essenciais para entender seu funcionamento e a melhor maneira de aplicação da mesma. Na gelificação o sistema passa de um líquido viscoso à um gel elástico. Após a gelificação o processo de cura continua mais lentamente, devido ao aumento das ligações cruzadas, que provocam um aumento na temperatura de transição vítrea e nas propriedades mecânicas do material (MANSON e SPERLING, 1976). A vitrificação é o processo no qual a reação química é resfriada durante o ciclo de cura, sendo que a resina não atinge o estado de cura total (PARDINI, 1990). Essas mudanças ocorrem irreversivelmente por meio de reações químicas, acompanhadas pela ação de calor e sob condições variadas de pressão e vácuo (J.K.GILHAM, 1986) (LOOS e SPRINGER, 1983).

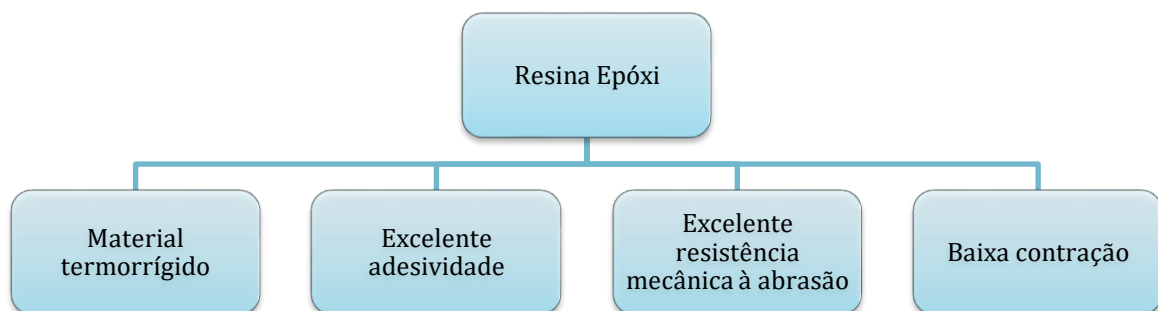


Figura 10: Propriedades da resina após a reticulação
 Fonte: (MANO e MENDES, 1999)

A resina epoxídica possui alta viscosidade a baixas temperaturas (menos de 25°C) e por isso, nem sempre ela pode ser utilizada em sua forma pura. Existem algumas maneiras de driblar este problema, que são adotadas pelos fabricantes, como o uso de diluentes que podem ser reativos ou não. A preocupação com sua aplicação em áreas abertas ou sem controle de temperatura existe devido a variedade de aplicações que esta resina possui, que vai desde a tinta para construção naval, até o concreto epoxídico para a construção civil. Na Figura 11 é observado a gama de áreas em que a resina é mais utilizada e em que concentração (AUGUSTSSON, 2004).

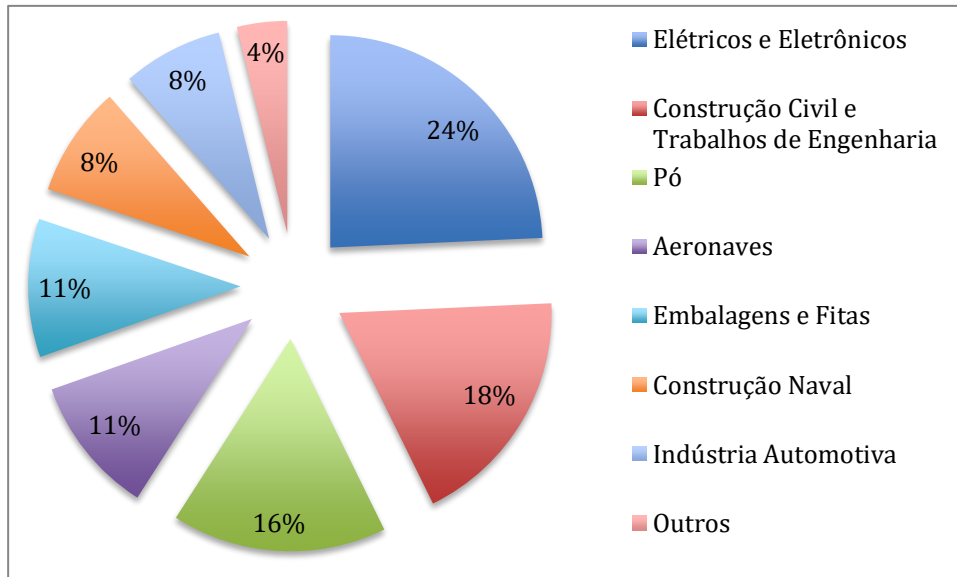


Figura 11: Áreas de aplicação da resina epoxídica
 Fonte: (AUGUSTSSON, 2004)

Quando a Shell Chemical Corporation introduziu, em 1941, a resina epóxi ao mercado dos Estados Unidos, eles não imaginavam que aquele material com tão boas qualidades teria tantas aplicações. A facilidade de trabalho com baixos fluxos e o longo tempo de geleificação a tornou mais adaptável em várias técnicas de moldagem e encapsulamento de componentes eletrônicos. As áreas industriais e comerciais também pegaram as suas fatias (bobinas, enchimentos, placas de circuito impressos, etc), assim como os militares que não perderam tempo e logo encontraram a sua utilidade para outros fins (LEE e NEVILLE, 1967).

2.2.2 Espumas epoxídicas

Espumas epoxídicas possuem uma composição que normalmente inclui a resina, o agente de cura, o surfactante, o agente espumante e um agente nucleante. A resina, o agente de cura, o surfactante, assim como as condições de cura, são escolhidos de acordo com o tipo de estrutura que se deseja na espuma. A espuma vai ser formada após a reação cruzada entre resina e agente de cura que forma uma rede tridimensional covalente (FINTER e JENDOUBI, 2012). Essa reação de cura, normalmente gera uma grande quantidade de calor, que deve vir a ser considerada, porque a espuma é um isolante térmico (devido a baixa condutividade térmica), o calor não consegue escapar do centro da amostra e talvez carbonize ou queime o interior da espuma. Entre as diferentes técnicas de preparação de espumas poliméricas três

se destacam para a confecção das epoxídicas. A primeira consiste na utilização de um gás como agente espumante. A segunda utiliza emulsões ou micro-emulsões. A terceira usa um processo de separação de fases (GARCIA-LOERA, 2002).

Na primeira técnica, o gás utilizado pode ser introduzido diretamente ou pela ação de um espumante. Neste caso eles são classificados como físicos ou químicos. Os agentes químicos são substâncias criadas por uma reação química ou por decomposição térmica. Os agentes físicos são as moléculas que podem passar de um estado líquido para gasoso por meio da redução da pressão ou pelo aumento da temperatura. Esta técnica quando aplicada em polímeros termoplásticos produz estruturas interconectadas.

As emulsões utilizadas na segunda técnica possuem três principais componentes: uma fase contínua, uma fase dispersante e um surfactante. O surfactante é o responsável por diminuir a tensão entre as outras duas fases. A fase dispersante é um líquido volátil ou um polímero (KIEFER *et al.*, 1996). A fase contínua é um monômero reativo que vai ser polimerizado para formar a matriz rígida. Uma vez que a matriz é formada a fase dispersante é extraída por evaporação, termodegradação ou pela ação de um solvente. Se a fração volumétrica da fase dispersante superar a densidade máxima de empilhamento das células (74%) os poros obtidos serão parecidos com uma estrutura interconectada (KIEFER e HILBORN, 1997) Este tipo de morfologia foi estudada primeiro por Lissat e Mayhan (LISSANT e MAYHAN, 1973). Uma estrutura com poros fechados pode ser obtida com o uso de micro-emulsões, se a fração volumétrica da fase dispersa for inferior a 30%. O tamanho destes poros fechados varia entre 10 à 100nm (GARCIA-LOERA, 2002).

A terceira técnica de fabricação de espumas consiste na separação de fase seguido de uma solidificação para manter a morfologia, para então ocorrer a extração da fase menor. A separação de fase pode ocorrer por têmpera térmica, TIPS (separação de fase induzida termicamente) ou por têmpera química, RIPS (Separação de fase induzida por reação). O método TIPS é limitado aos materiais termoplásticos (AERTS, KUNZ, *et al.*, 1993) (LLOYD, KIM e KINZER, 1987). O método RIPS só passou a ser utilizado recentemente para fabricação de materiais porosos por Kiefer e colaboradores (KIEFER e HILBORN, 1997) (KIEFER *et al.*, 1996), para a confecção de termofixos macroporosos. Nesta técnica o sistema inicial é composto por

monômeros reativos (DGEBA e aminas) e de um solvente reativo (alcalino). Após polimerização se obtém uma matriz polimérica e uma fase rica em solvente que será extraída por evaporação. Este método permite a obtenção de poros entre 1 e 50 μm (GARCIA-LOERA, 2002).

Após a breve análise destas três técnicas torna-se claro que para a fabricação de espumas em resina epóxi é necessário o uso de um agente espumante, pois a resina pura não consegue obter as propriedades necessárias para o processo de espumação sem o auxílio de aditivos. Os agentes espumantes podem ser a base de carbonatos, bicarbonatos, hidrazinas e outros químicos que se decompõem durante a reação exotérmica e liberam gases. Esses agentes também podem reagir com a resina e/ou endurecedor e gerar os gases necessários para a reação de formação de espuma (GIBSON e ASHBY, 1997). Agentes espumantes também podem ser agentes físicos como tolueno, fluorocarbonetos, e semelhantes, que simplesmente vaporizam durante reações exotérmicas e os vapores liberados ajudam na formação da estrutura espumosa (AASE e BOLSTAD, 1958).

Uma outra opção para as espumas epóxicas é a utilização de micro esferas ocas de vidro (EL-HADEK e TIPPUR, 2003) (LI *et al.*, 2009). Ao adicionar as esferas o uso de agentes espumantes se torna dispensável, pois as esferas serão as responsáveis pela formação dos espaços vazios, dentro da matriz sólida. Além das esferas ocas também é comum o uso de líquidos com moléculas de baixas massas molares, como a água para a fabricação de materiais porosos pelo método de RIPS que se torna interessante devido a facilidade de extração do líquido. A introdução deste tipo de aditivo diminui a viscosidade da composição que provoca o aumento do diâmetro médio das células dispersadas (WILLIAMS, ROZENBERG e PASCAULT, 1997). Assim, o uso de um surfactante se mostra necessário quando é desejado diminuir o tamanho dos poros. Seu uso também permite aumentar a fração volumétrica inicial de água do sistema antes da polimerização e a temperatura ambiente.

Surfactantes são importantes para ajudar a misturar ou dispersar o agente espumante, controlar o tamanho e estrutura das células. Os surfactantes podem ser à base de silicone ou poliol (COSTA, REZENDE e PARDINI, 1999). Normalmente, o surfactante abaixa a tensão de superfície durante a fase de pré-cura e ao mesmo

tempo promove a expansão de pequenas células. A estrutura celular é intimamente ligada a escolha do surfactante que influencia diretamente o tamanho e estrutura da espuma.

As cargas são adicionadas por diversas razões que incluem desde o barateamento da espuma (quanto mais carga, menos resina se usa) até a mudança de cor, podendo ainda ajudar a diminuir as reações exotérmicas e a taxa de retração. Algumas cargas também podem servir como agente nucleantes: pequenas partículas que proveem superfície de nucleação heterogênea para as células.

O processamento de espumas à base de resina epóxi é um desafio que requer sincronização de vários parâmetros, como reologia da mistura, velocidade de cura e velocidade de reação do agente espumante. Um aumento apropriado da viscosidade durante as reações permite a formação de estruturas celulares uniformes (COSTA, REZENDE e PARDINI, 1999).

A utilização de mais de um tipo de resina epoxídica, agentes de cura e espumantes às vezes é necessário para evitar reações indesejáveis, dependendo da formulação. Dois agentes espumantes permitem que um comece a reagir antes da reação exotérmica, e outro, após. Dois tipos de resinas e endurecedor também permitem que a nucleação ocorra em momentos diferentes da cura, facilitando a formação das células e promovendo a interconectividade entre elas.

A massa unitária da espuma depende de vários fatores, como a seleção da resina, endurecedor, tipo e quantidade de agente espumante, reforços, e parâmetros de processamento como temperatura, massa da mistura, e tamanhos e formatos dos moldes. O controle do tamanho do poro e da densidade combinado com o controle dos constituintes escolhidos para combinar a espuma também permitem o controle das propriedades mecânicas, térmicas e elétricas do sistema (LI *et al.*, 2009).

2.3 Comportamento Reológico

Rheologia é a ciência da deformação e do fluxo da matéria. Ao considerar a etimologia da palavra tem-se que reologia é a ciência que estuda como a matéria se deforma ou escoia quando está submetida a esforços originados por forças externas (MACHADO, 2002) .

Fluidos viscosos podem ser classificados de acordo com a relação entre a tensão cisalhante e a taxa de cisalhamento. A “equação de fluxo” é a equação matemática que relaciona estas duas variáveis e as “curvas de fluxo” são as representações gráficas que mostram como a tensão cisalhante varia em função da taxa de cisalhamento (MACHADO, 2002).

De uma maneira geral os fluidos podem ser classificados entre newtonianos e não newtonianos. Nos fluidos newtonianos a viscosidade só é influenciada pela temperatura e pressão. Fluidos não newtonianos são aqueles que não possuem uma relação constante entre tensão cisalhante e taxa de cisalhamento (MACHADO, 2002). Na Tabela 2 é possível ver a equação para fluidos newtonianos e não newtonianos, seus parâmetros reológicos de obtenção e exemplos de cada comportamento.

Tabela 1 - Equações, parâmetros reológicos e exemplos de fluido Newtoniano e não Newtonianos

Modelo	Equação	NDE*	Parâmetro	Exemplos
Newton	$\tau = \mu \dot{\gamma}$	01	Viscosidade dinâmica absoluta	Água, soluções, glicerina, mel
Bingham	$\tau = \mu_p \dot{\gamma} + \tau_l$	02	Viscosidade plástica e limite de escoamento	Dispersões coloidais concentradas
Ostwald	$\tau = K \dot{\gamma}^n$	02	Índice de consistência e índice de fluxo	Dispersões de polímeros e emulsões
Herschell-Buckley	$\tau = K \dot{\gamma}^n + \tau_0$	03	K, n e τ_0	Dispersões de polímeros e/ou argilas
Robertson-Stiff	$\tau = a (\dot{\gamma} + \dot{\gamma}_0)^b$	03	a, b e $\dot{\gamma}_0$	
Casson	$\tau^n = (\mu_\infty \dot{\gamma})^{1/2} + \tau_0^{1/2}$	02	μ_∞ e τ_0	Dispersões coloidais

*NDE: número mínimo de determinações experimentais

Fonte: (MACHADO, 2002)

2.4 Amortecimento

O ensaio de amortecimento ou *damping* é um ensaio mecânico não destrutivo. Nesta técnica de excitação por impulso, o módulos elástico e o amortecimento são calculados a partir do som emitido pelo corpo de prova ao sofrer uma pequena pancada mecânica. Este som, ou resposta acústica, é composto pelas frequências

naturais de vibração do corpo que são proporcionais aos módulos elásticos e sua amplitude decai de acordo com o amortecimento do material (BRASIL, 2012).

Para geometrias simples, como barra, cilindro, disco, anel e placa, existe uma relação unívoca entre as frequências naturais de vibração com as dimensões, a massa e os módulos de elasticidade do corpo de prova. As dimensões e a massa são parâmetros facilmente mensuráveis com um paquímetro e uma balança. Conhecendo-se as dimensões, a massa e as frequências naturais de vibração, o cálculo dos módulos elásticos é imediato (BRASIL, 2012).

Para a realização da caracterização, o corpo de prova deve ser posicionado e apoiado por um suporte adequado à sua geometria e às condições de contorno e precisão desejadas (BRASIL, 2012).

Estando devidamente posicionado, o corpo de prova é excitado através de uma leve pancada mecânica por um pulsador que pode ser manual ou automático (pulsador eletromagnético) (Figura 12).

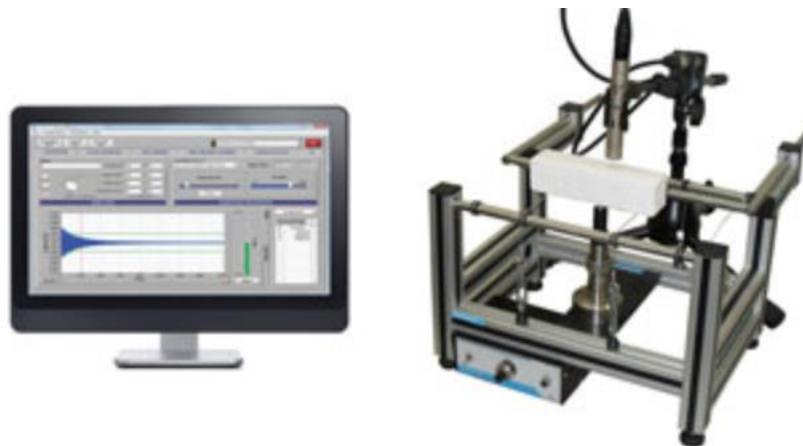


Figura 12 - Sistema Sonelastic utilizado para os ensaios

Fonte: (BRASIL, 2012)

A resposta acústica é captada por um captador acústico (Figura 13) e processada pelo software (tecnologia PC Based) ou hardware (tecnologia Stand Alone), que calcula os módulos elásticos e o amortecimento a partir das frequências naturais de vibração (frequências de ressonância) (BRASIL, 2012).

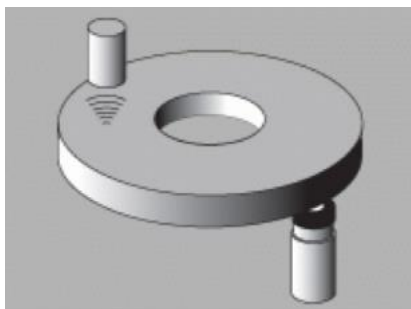


Figura 13 - Posicionamento do equipamento no corpo de prova.
Fonte: (BRASIL, 2012)

O amortecimento é calculado pelo método do decremento logarítmico a partir da taxa de atenuação do sinal. O decremento logarítmico, que é consequência de um simples impulso provocado no sistema (em vibração livre) é obtido por meio da razão entre duas amplitudes sucessivas do sinal. O termo decremento logarítmico refere-se à taxa de redução logarítmica, relacionada com a redução do movimento após o impulso, pois a energia é transferida para outras partes do sistema ou é absorvida pelo próprio elemento. Representa o método mais utilizado para calcular o amortecimento (COSSOLINO e PEREIRA, 2010).

Quando um sistema oscilatório com um grau de liberdade, com amortecimento viscoso é excitado por um impulso (técnica de excitação por impulso, Sonelastic®) sua resposta vem na forma de decaimento no tempo (Figura 14).

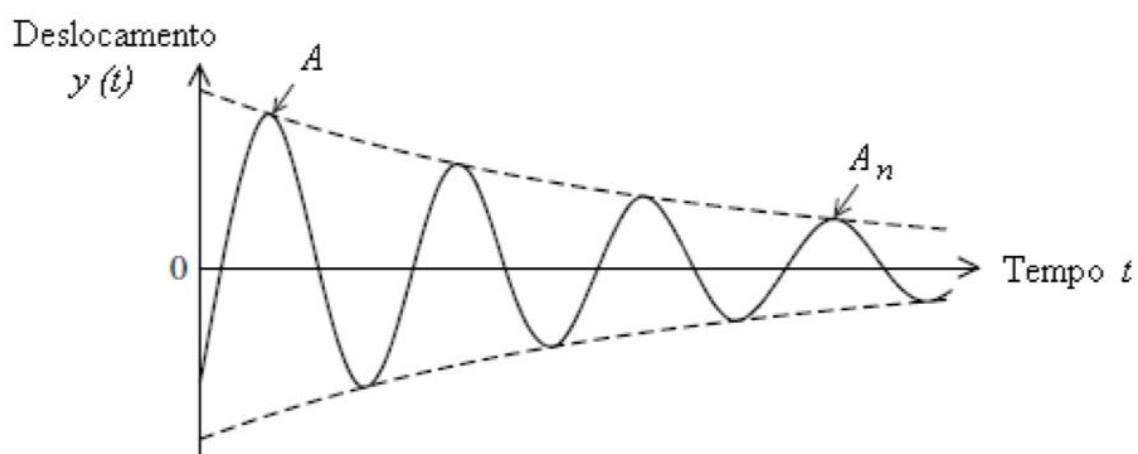


Figura 14 - Resposta ao impulso para um oscilador simples.
Fonte: (COSSOLINO e PEREIRA, 2010)

Para corpos de prova de formato de discos o software disponibiliza as equações utilizadas para os cálculos.

A Equação 1 foi a utilizada para o cálculo do Módulo de Young.

$$E = \frac{C_e C_d m f^2}{t(1-\frac{h^2}{d^2})\mu^2} \quad (1)$$

Sendo:

E= módulo elástico;

d= diâmetro externo (mm);

t= espessura (mm);

h= diâmetro interno (mm);

m= massa(g);

f= frequência (Hz);

Os valores das constantes se encontram na Tabela 3.

Tabela 2 - Valores das constantes para o disco

$$C_1 = 59.8713 \quad C_7 = 67.758 \quad C_c = 0.0049$$

$$C_4 = 61.00 \quad C_8 = 9.42 \quad C_d = 1273.24$$

$$C_5 = 1.5 \quad C_9 = 42.443 \quad C_e = 12983.95$$

$$C_6 = 0.63 \quad C_0 = -26.0 \quad C_c = 0.0049$$

Fonte: (BRASIL, 2012)

A incerteza do Módulo de Young é feita através da Equação 2.

$$\Delta E = \frac{2E}{1,73205} \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(2\frac{\Delta f_t}{f_t}\right)^2 + \left(2\frac{\Delta t}{t}\right)^2 + \left(2\frac{\Delta h}{h}\right)^2 + \left(2\frac{\Delta d}{d}\right)^2} \quad (2)$$

O software ainda conta com outra sequência de equações para o disco (Tabela 4).

Tabela 3 - Sequência de equações para o disco

$$\alpha = (5 t/d)^2$$

$$\beta = (h/d)^2$$

$$\gamma = (C_0\alpha - C_9) \beta$$

$$\delta = (C_7 + C_8\alpha^2 + \gamma) \beta$$

$$\varepsilon = \delta - \alpha (C_5 + \alpha / C_6)$$

$$\omega = \beta (\varepsilon - C_4)$$

$$\psi = \alpha (\alpha - 8) + \omega + C_1$$

$$\mu = \psi t/d - C_c$$

Fonte: (BRASIL, 2012)

A incerteza do coeficiente de Poisson é dada pela Equação 3.

$$\Delta\mu = \frac{2\mu}{\sqrt{3}} \sqrt{\left(\frac{\Delta E}{E}\right)^2 + \left(\frac{\Delta G}{G}\right)^2}$$

(3)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O sistema proposto para confecção da espuma é uma junção do utilizado por Paluch em seu trabalho de conclusão de curso (PALUCH, 2015), com um refinamento baseado na patente USA 3.661.267 de Finley W. Markley (MARKLEY, 1972) e o trabalho de Garcia-Loera em sua tese de Doutorado (GARCIA-LOERA, 2002).

Durante o trabalho experimental (Figura 15) foram testadas 3 técnicas de obtenção de espuma. A primeira consistiu no uso do Liosperse 511 com a dupla função de agente de cura e dispersante, mas em testes ele não conseguiu curar as composições. A segunda técnica foi o uso da composição resina + agente de cura + surfactante + água + carga mineral. Nessa composição houve deposição da carga o que levou a terceira técnica da composição de resina + agente de cura + surfactante + água que formou uma espuma.



Figura 15 - Fluxograma com as etapas do trabalho³.

3.1 Materiais

Foram utilizadas duas resinas epóxi, ambas à base de éter diglicídico do bisfenol-A (DGEBA), cujos nomes comerciais são D.E.R.™ 324 e D.E.R.™ 331, e o agente de cura, também conhecido como endurecedor, foi o D.E.H.™ 39, todos fabricados pela Dow Químicos. Dados sobre a densidade e viscosidade das Resinas e Endurecedor, foram fornecidos pelo fabricante (Tabela 4). Há também uma sugestão do fabricante sobre a correlação de partes em massa entre a resina e o endurecedor, conforme a Tabela 5. Essa correlação também se aplica a resina D.E.R.™ 331. Esses dados serviram de referência para os encontrados durante a análise experimental da espuma.

³ Figuras, gráficos e tabelas sem indicação de fonte são de Autoria Própria.

Tabela 4 - Viscosidade e densidade fornecidos pelo fabricante

Material	Densidade		Material	Viscosidade	
	g/ml			mPa.s	
Resina D.E.R.™ 324	1,1		Resina D.E.R.™ 324	600 - 800	
Resina D.E.R.™ 331	1,16		Resina D.E.R.™ 331	11000-14000	
Endurecedor D.E.H.™ 39	0,98		Endurecedor D.E.H.™ 39	010 - 015	

Tabela 5 - Proporção entre resina e endurecedor para reação

Material	Partes em massa
D.E.R.™ 324 Resina Epóxi Líquida	100
D.E.H.™ 39 Endurecedor	21,5

Fonte: (Produtos | Dow Brasil, 1995)

Apesar da formulação de Garcia-Loera (2002) não incluir o uso de um dispersante, foi proposto o uso de Liosperse 511, um dispersante da empresa Miracema-Nuodex que foi utilizado para substituir parte da água e obter um controle mais fino da distribuição e tamanho dos poros. Este dispersante é a base de poli(acrilato de amônia) (PAA) e segundo dados do fabricante possui baixo peso molecular para sistemas aquosos, com dosagem indicada de 0,3% a 1% de partes em massa em relação a resina.

As cargas são adicionadas por diversas razões que incluem desde o barateamento da espuma (quanto mais carga, menos resina se usa) até a mudança de cor, podendo ainda ajudar a diminuir as reações exotérmicas e a taxa de retração. Algumas cargas também podem servir como agente nucleantes: pequenas partículas que proveem superfície de nucleação heterogênea para as células. Assim adotou-se o carbonato de cálcio tratado com 8% de estearato de cálcio. Para o tratamento foi utilizada a proporção de 0,5g de carga para 1ml de álcool isopropílico. Após misturar a composição no agitador mecânico da marca Quimis, modelo Q250M1, à 200 rpm, a mesma foi parcialmente seca com o auxílio da filtragem à vácuo. A carga terminou de secar na estufa à 40°C por 12 horas.

O surfactante adotado na segunda e terceira composições foi o Tween 20, comercializado pela Vetec. Este surfactante foi escolhido por possuir menos hidroxilas

livres que o Tween 80, dessa forma afetando menos a cura da resina e agindo melhor como surfactante.

3.2 Caracterização Reológica

Para o estudo reológico foi feita uma análise da viscosidade das composições com o viscosímetro da marca Brookfield, modelo DV-III + RHEOMETER. Todas os ensaios foram realizados a temperatura de 25°C e com amostras de 8ml. Devido ao tamanho das amostras um misturador Black e Decker M100 foi utilizado para melhor homogeneização de todas as composições. Para garantir a confiabilidade dos resultados foram realizados dois ensaios para cada composição caracterizada reologicamente. Havendo discrepância entre os resultados uma terceira curva era levantada afim de se obter valores confiáveis.

A viscosidade (μ) e o índice da lei das potencias (n) foram determinados por meio da Equação 4 e a partir dos valores da tensão de cisalhamento (τ) e da taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$).

$$\tau = \mu \dot{\gamma}^n \quad (4)$$

Um primeiro ensaio foi realizado para determinar o comportamento da mistura da resina com água em diferentes proporções. A programação para o ensaio consistia em variar a rotação de 1 a 100 rpm e ao completar essa etapa diminuir a rotação até 1 rpm. A velocidade variou 1 rpm a cada 30 segundos. Após esta análise um estudo do comportamento de cura da resina com o dispersante foi feito a princípio com a resina D.E.R.™ 324 e depois com a resina D.E.R.™ 331.

Novas análises foram feitas para estudar o tempo de cura e o comportamento da composição resina + água + endurecedor (variando a quantidade de água em 25%, 50%, 75% e 100% em relação a massa da resina) e por último foram realizados testes para o comportamento da composição resina + surfactante + endurecedor (variando a quantidade de surfactante em 5%, 10%, 15% e 20% em relação a massa da resina). Para o ensaio do tempo de cura a velocidade de 1rpm foi adotada devido a viscosidade da resina utilizada. Neste ensaio o fabricante do viscosímetro recomenda que seja feita a leitura do torque a cada 5 minutos até o aumento de 85% do torque inicial.

Estes resultados se aplicam na determinação da ordem e tempo para efetuar as misturas, além de ajudar na determinação da influência de cada componente na composição.

3.3 Composições da espuma com dispersante - Liosperse 511

Em uma primeira análise as composições estudadas (Tabela 6) foram definidas segundo um planejamento experimental fatorial completo 2². Em que a variável independente era o dispersante a base de poli(acrilato de amônia) (PAA) (Liosperse 511).

Para elaborar esta espuma uma sequência foi estudada para realizar os ensaios reológicos. Primeiro foi analisada a reação entre a resina e o agente de cura e o PAA, depois a influência do PAA na resina.

Tabela 6 - Composição de espuma com PAA em partes em relação a massa da resina

Composição	Resina	Agente de Cura	PAA	C. de Cálcio	Água
C00.30.50	100%	40%	0%	30%	50%
C02.30.50	100%	40%	2,5%	30%	50%
C05.30.50	100%	40%	5%	30%	50%
C07.30.50	100%	40%	7,5%	30%	50%
C10.30.50	100%	40%	10%	30%	50%
C12.30.50	100%	40%	12,5%	30%	50%

Os testes começaram com a resina sendo aquecida em estufa por 15 minutos à temperatura de 60°C, com o intuito de diminuir a sua viscosidade e assim tornar a mistura mais homogênea. Após este passo estudou-se a sequência ideal de mistura entre agente de cura e dispersante. A cada vez que um novo componente era adicionado a amostra era homogeneizada por mais 1 minuto.

3.4 Composições da espuma sem surfactante

Considerando os resultados obtidos na análise da espuma anterior uma nova proposta foi estudada. A variável independente passou a ser a água. Para esta análise primeiro foi estudado a melhor proporção de água em relação a resina.

Com os dados obtidos no ensaio reológico da espuma anterior optou-se por fazer a espuma, a princípio, sem o surfactante. Considerando que a resina escolhida era

mais viscosa (D.E.R. TM 331) a opção de aumentar a quantidade de água se fez presente. Assim as composições iniciais foram as da Tabela 7.

Tabela 7 - Composição da espuma em relação percentual à massa da resina

Composição	Resina	Agente de cura	Água	Carga Mineral
C000.30	100%	40%	0%	30%
C025.30	100%	40%	25%	30%
C050.30	100%	40%	50%	30%
C075.30	100%	40%	75%	30%
C100.30	100%	40%	100%	30%
C125.30	100%	40%	125%	30%
C150.30	100%	40%	150%	30%
C200.30	100%	40%	200%	30%

A sequência de preparação foi definida com base na homogeneização do sistema. Assim o passo a passo, após a pesagem, era:

1. Aquecer a resina a 60°C;
2. Aquecer a água por 5 minutos na estufa;
3. Misturar a resina com o endurecedor por 30 segundos;
4. Acrescentar a carga mineral;
5. Acrescentar a água e misturar até homogeneizar.

Como esperado o tempo de homogeneização variou com a quantidade de água do sistema e foi considerado nas análises.

3.5 Composições da espuma com surfactante - Tween 20

Após a última composição uma nova abordagem foi adotada visando a melhor distribuição do material. O uso do surfactante foi uma opção a princípio para se trabalhar com grandes volumes de água. Ensaios reológicos foram realizados sem o uso de água e carga mineral resultando na melhor proporção resina/surfactante. A Tabela 8 apresenta as composições da espuma.

Tabela 8 - Composição de espuma com surfactante. Partes em relação a massa da resina.

Composição	Resina	Agente de Cura	Água	Tween 20
C075.10	100%	40%	75%	10%
C100.10	100%	40%	100%	10%
C125.10	100%	40%	125%	10%

Para preparar esta composição uma nova sequência foi definida:

1. Aquecer a resina a 60°C;
2. Aquecer a água por 5 minutos na estufa;
3. Misturar a resina com o Tween 20 por 1 minuto;
4. Acrescentar o endurecedor e misturar por 1 minuto;
5. Colocar a água (em pequenas quantidades) e misturar por 7 minutos.

A adição de água ocorre de maneira gradual ao longo dos 7 minutos. A rotação adotada foi de 300 rpm no microprocessador da marca Quimis, modelo Q250M1.

3.6 Obtenção de corpos de prova

As espumas foram fabricadas em moldes de silicone. Eles foram feitos de acordo com as instruções do fabricante. O molde adotado para as espumas serviu para fazer corpos de prova com 60 mm de diâmetro e 30 mm de altura (Figura 16).



Figura 16 - Moldes de silicone confeccionados para os corpos de prova.

Para os ensaios reológicos, devido ao pequeno volume necessário, buscou-se uma solução de homogeneização que foi a utilização do misturador Black e Decker, que tem uma hélice diferente da utilizada no misturador da Quimis. Buscando a reprodução do processo em larga escala, uma hélice foi confeccionada para ser usada no misturador microprocessador e viabilizar a confecção de volumes maiores (Figura 17). O uso da hélice se tornou padrão para a obtenção de todas as composições.



Figura 17 - Hélice confeccionada para adaptar ao equipamento Quimis, à esquerda, e a usada no misturador da Black e Decker M100, à direita

A hélice foi feita no laboratório de soldagem da Universidade com o auxílio do estagiário do laboratório e dos professores da disciplina que tiraram dúvidas com relação ao melhor material a ser utilizado.

Foram confeccionados 6 corpos de prova de cada composição. Cada conjunto de corpos de prova aguardou 7 dias em um desumidificador com temperatura controlada antes de ser desmoldado. Cada lado do corpo de prova foi lixado por 30 segundo, e posteriormente lavado. Esse tempo foi estipulado com a intenção de apenas retirar a camada vítrea de resina que se formou em contato com o ar, e não causar um desgaste.

Os corpos de prova foram lavados sob pressão nas dependências da universidade utilizando uma lavadora da marca Lavor, modelo TX 2000. Sua pressão nominal é de 13,8 MPa. Todos os corpos de prova foram submetidos a esse sistema por 5 minutos cada um. O objetivo dessa lavagem foi interconectar os poros para assim obter uma espuma de célula aberta.

Após a lavagem os corpos foram colocados na estufa à 60°C por 24 horas para retirada da água. A estufa era da Nova Ética, modelo 400/4NDE.

3.7 Densidade aparente

A densidade das composições foi obtida com o Software Sonelastic fabricado pela empresa ATCP Engenharia Física. As medidas e o peso dos corpos de prova foram inseridos no software que calculou a densidade aparente (g/cm^3) de cada corpo

de prova antes de outros ensaios. A densidade aparente leva em consideração os poros no volume. Este dado é importante para avaliar como a composição interferiu na densidade já que ela também depende da porosidade.

3.8 Ensaio de amortecimento

Esta técnica é baseada nas frequências naturais de vibração. Ao sofrer um leve impacto mecânico, o corpo de prova emitiu um som que dependia de suas dimensões, massa e as propriedades elásticas. A atenuação e as frequências presentes nesta resposta acústica permitiram a determinação do módulo elástico e do amortecimento. Estes dados serviram para avaliar a presença de poros nos corpos das composições e o módulo elástico de maneira não destrutiva. O software utilizado no ensaio foi o Sonelastic, fabricado pela empresa ATCP Engenharia Física.

3.9 Microscopia óptica

A distribuição dos poros e o tamanho é importante na análise das espumas. Para a análise óptica foi utilizado o microscópio da marca *Olympus*, modelo *BX51*, que pode fazer ampliações entre 5 e 1000x. Seu sistema é acoplado ao computador, fazendo comunicação com o *software ImagePro-Plus®*, que serviu como ferramenta para a análise das imagens capturadas.

3.10 Ensaio de resistência à compressão

O ensaio mecânico de resistência à compressão foi executado em uma máquina de ensaios *DL-5000/10000* da *EMIC* de 100 k.N. Os dados foram obtidos por meio do programa *Tesc* e os gráficos foram gerados com auxílio do programa *Microsoft Office Excel*.

Foi utilizada uma célula de carga de 100.000 N e o ensaio foi feito a 22°C em uma taxa de deslocamento de cabeçote de 2,5mm/min. Foram comparadas as deformações em relação a força para cada corpo de prova das composições.

3.11 Orçamento

Este projeto participou do programa de financiamento de Trabalho de Conclusão de Curso – TCC da universidade (Edital 08/2016), tendo ficado em terceiro lugar geral do campus Curitiba e em primeiro lugar no Departamento de Mecânica. O valor da

bolsa constituiu em R\$ 800,00 e foi totalmente empregado no custeio do projeto, conforme o custo total apresentado na Tabela 9.

Os itens não discriminados na Tabela 9 já se encontravam no laboratório ou foram adquiridos com recursos próprios. Os equipamentos que foram utilizados neste trabalho são pertencentes à Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como os microscópios óptico, o viscosímetro, a máquina de ensaios mecânicos, assim como estufa, misturador e ferramentas gerais para manipulação e realização dos corpos de prova que serão objeto de estudo.

Tabela 9: Custo de materiais adquiridos.

Material	Quantidade	Unidade	Custo unitário	Custo parcial
Resina 331	6	kg	R\$ 40,00	R\$ 240,00
Kit Resina 324 + Endurecedor	7	unidade	R\$ 68,00	R\$ 476,00
Álcool isopropílico	5	litros	R\$ 11,00	R\$ 55,00
Caixa de luvas	1	unidade	R\$ 25,00	R\$ 25,00
Filtro de máscara protetora	1	unidade	R\$ 25,00	R\$ 25,00
Espátula plástica	1	unidade	R\$ 4,00	R\$ 4,00
Copo becker polip. 400ml	1	unidade	R\$ 8,00	R\$ 8,00
Custo Total:				R\$ 833,00

4 RESULTADOS

4.1 Ensaio reológico

Como a intenção do trabalho era a confecção de uma espuma com água um dos primeiros ensaios reológicos a ser realizado foi o do comportamento da resina com a água. Os comportamentos reológicos da resina epóxi 331, tal como as misturas dela com água nas proporções 25, 50, 75% e 100% de água em relação à massa da resina, são apresentados no Gráfico 1. Na Tabela 10 são apresentados os parâmetros obtidos a partir da Equação 4 e da quarta equação da Tabela 1, que obtiveram altos valores de coeficiente de determinação (R^2) quando aplicados em gráficos log-log.

Tabela 10 - Viscosidade e índice da lei das potências das misturas Resina e água

Quantidade de Água		Viscosidade (m Pa.s)	n	R^2
(% m de resina)	(% v)			
0	0	9.020	1,12	0,9987
25	22,5	13.338	0,97	0,9945
50	36,7	13.777	0,94	0,9896
75	46,5	15.062	0,99	0,9824
100	53,7	23.561	0,83	0,9945

Observa-se um comportamento não Newtoniano e sem limite de escoamento (pois a curva começa em 0,0), com valores de n muito próximos à 1, indicando que os fluidos sofrem uma pequena variação na viscosidade com a taxa de cisalhamento. Com base nos valores do índice n encontrados, pode-se afirmar que a Resina 331 é dilatante e as composições com água são pseudoplásticas. Somente a resina pura e as composições com 75% e 100% de água apresentam claramente o fenômeno de histerese. No caso da Resina 331, ela pode ser considerada um fluido reopexo, visto que a curva de fluido inferior é a de aceleração e a de desaceleração é a superior, enquanto as misturas com 75% e 100% de água têm o comportamento contrário de tixotropia.

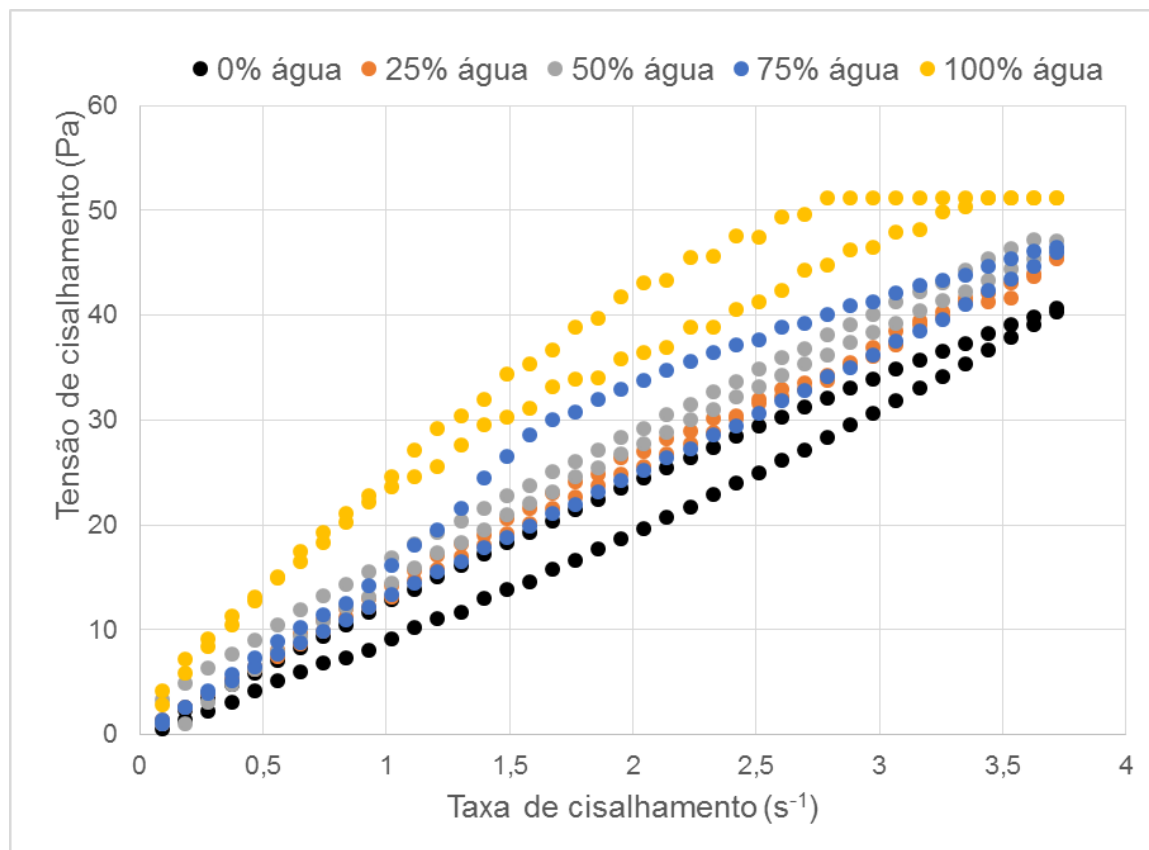


Gráfico 1 - Curvas tensão versus taxa de cisalhamento de misturas resina e água

É importante salientar que as **composições** de resina com água sem PAA e sem agente de cura foram misturadas sob agitação, entretanto não houve miscibilidade, mas a formação de 2 fases, ou seja, de gotículas de água em resina. Uma diminuição da viscosidade era esperada devido a adição da água, que possui viscosidade igual a 1000 m Pa.s (1 cP). **Entretanto, a formação** de ponte de hidrogênio pode ter gerado a formação de um gel. A viscosidade aumenta um pouco com a adição de 25% água, se mantém como em um patamar até 75%, e depois, tem um **aumento significativamente maior a 100%**, tal como pode ser visto no Gráfico 2. Isto pode ser **devido ao início** de uma mudança morfológica da espuma, pois a inversão completa de fase ocorre com 100% de água que representa 53,7% da mistura.

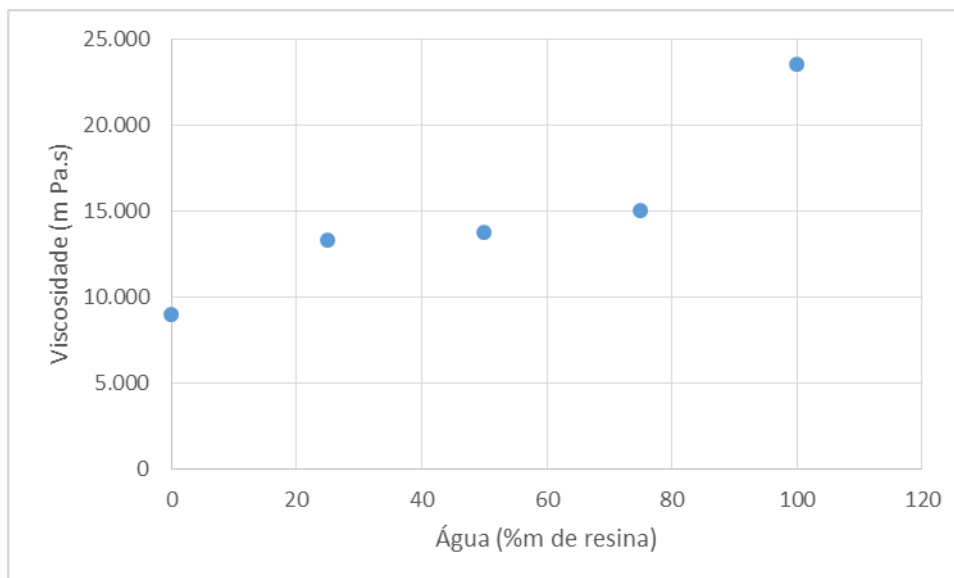


Gráfico 2 - Viscosidade versus concentração de água

Os tempos de cura são apresentados no Gráfico 3. Ocorreu aumento do tempo para as composições com 25 e 50% e diminuição acima de 75% em relação a resina pura com o agente de cura.

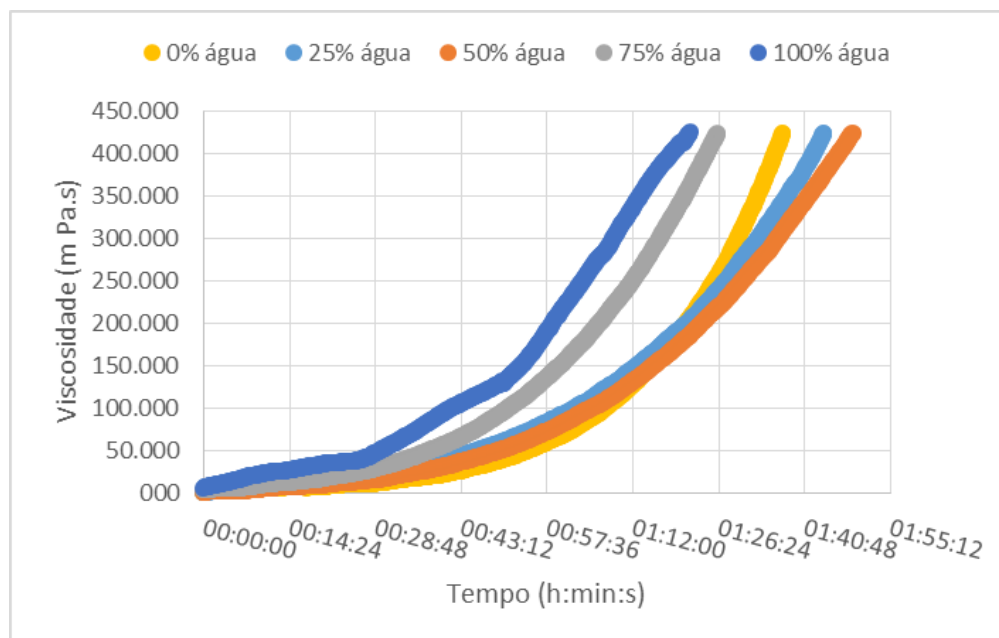


Gráfico 3 - Curvas de viscosidade versus tempo de cura de misturas de resina com agente de cura e água

Segundo Garcia-Loera (GARCIA-LOERA, 2002), em espumas obtidas por micro-emulsão, uma estrutura com poros fechados pode ser obtida se a fração volumétrica da fase dispersa, no nosso caso água, for inferior a 30% com tamanho de

poros fechados variando entre 10 e 100 nm. Em presença de agente de cura, somente as composições com 75% e 100% de água são esperadas a formação de poros abertos, por uma inversão de fase localizada, pois a percentagem volumétrica passa a ser de 37,1 % para 75% e 44% para 100% de água (Tabela 11).

Tabela 11 - Tempo de início de cura e de cura das misturas Resina, agente de cura e água em diferentes concentrações

Quantidade de Água		Mistura	Viscosidade inicial	Início de cura (h:min:s)	Tempo de cura	Taxa
(% m de resina)	(% v)	(min)	(m Pa.s)	(h:min:s)	(h:min:s)	(m Pa)
0	0	0,5	1.500	01:06:39	01:37:10	258,3
25	16,4	1	1.500	01:08:19	01:44:04	176
50	28,2	3	1.500	01:07:33	01:48:51	157,3
75	37,1	5	4.000	00:55:35	01:26:08	204,3
100	44	10	6.500	00:45:42	01:21:31	170,2

A dificuldade na obtenção de espumas homogêneas ocorre com o aumento da quantidade de água, sendo necessário aumentar o tempo de mistura, como pode ser visto na Tabela 11. O ponto de inflexão das curvas apresentadas no Gráfico 3, foi considerado como o início da reação de cura (Tabela 11) pois está associado a um aumento significativo da viscosidade. Como o tempo de início de cura é bem maior que o tempo de mistura, pode-se atribuir o aumento da viscosidade inicial à presença da água, pois o mesmo comportamento foi observado na mistura sem agente de cura (Tabela 11). Assim, mesmo contabilizando o tempo extra com a homogeneização para as composições com 75 e 100% de água, houve uma aceleração da reação. Em estudos realizados por Garcia-Loera (GARCIA-LOERA, 2002), com até 10%v de água em resina epóxi, também foi constatado o efeito acelerador desta na reação de cura entre o epóxi e o agente de cura a base de amina, por facilitar o ataque nucleofílico, e facilitar a abertura do anel.

O tempo de cura é definido quando o torque atinge 85% do torque máximo alcançado pelo equipamento, já a taxa de aumento de viscosidade pode ser comparada à velocidade de cura. Assim percebe-se que há uma diminuição da velocidade de cura com a água, se comparada à resina pura. Porém, a 75% de água a taxa é a maior de todas as misturas com água, igual a 204 mPa com um intervalo

entre o início e o fim do tempo de cura medidos de 31 minutos, tal como a resina pura, sendo que as outras composições apresentam intervalos de tempo maiores.

Observou-se a clara formação de bolhas de água maiores na composição com 75% de água, as quais se transformaram em defeitos superficiais nos corpos de prova. Para regular o tamanho das gotículas de água e evitar a sua coalescência é necessário um tensoativo. Para verificar a influência da ordem de adição da água em relação ao agente de cura, foi realizado um teste com a composição 75% de água, o qual pode ser visto no Gráfico 4.

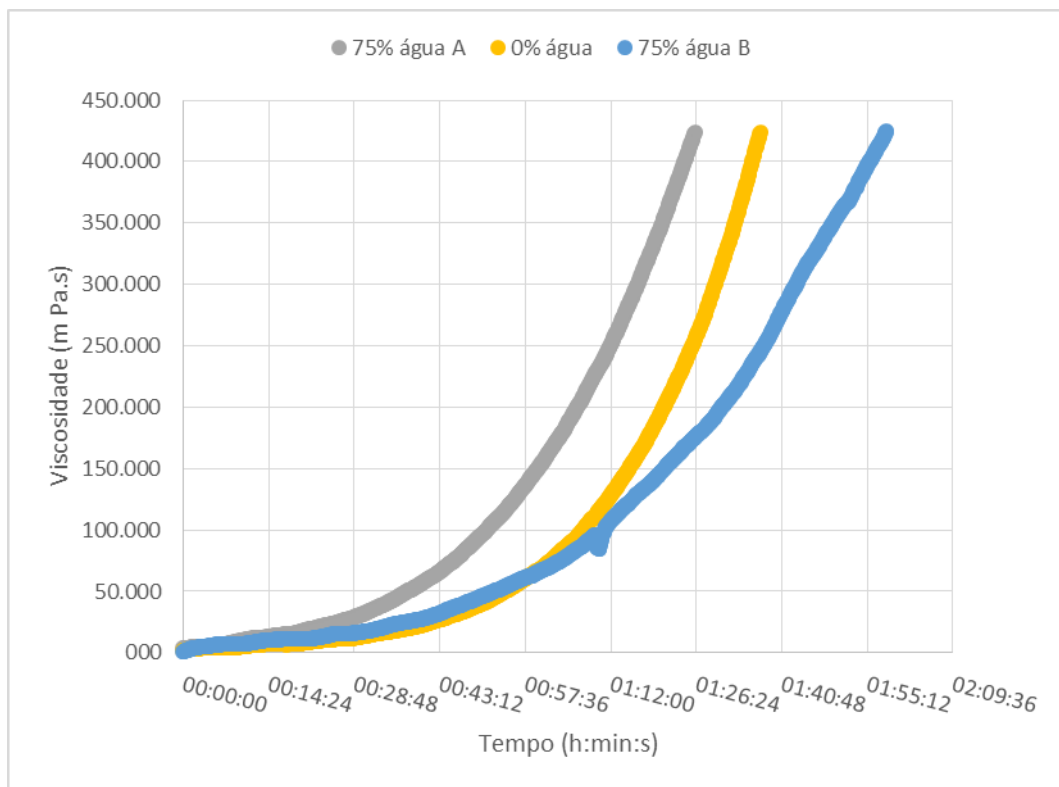


Gráfico 4 - Curvas de viscosidade versus tempo de cura de resina pura e com 75% de água misturada depois (A) e ao mesmo tempo que o agente de cura (B)

No composto 75% de água (A), a água foi adicionada após a mistura da resina com o agente de cura, tal como as composições anteriores, enquanto na composição 75% de água (B) a água foi vertida ao mesmo tempo que o agente de cura. A viscosidade inicial da composição B foi de 1000 mPa.s. Ao que parece o modo de mistura B desacelerou o aumento da viscosidade, pois o início da cura se deu em 1:12: 29 e taxa de viscosidade por tempo foi de 139,7 mPa, sendo que o tempo de cura foi o maior de todos, igual a 1:58:26. A água adicionada à resina depois do agente de cura propicia a diluição do sistema resina/agente de cura, aumentando a

mobilidade dessa fase e favorecendo um ataque nucleofílico ao anel do epóxi na interface com a água, tal como pode ser visto na reação química da Figura 18. Entretanto, a água ao ser acrescentada ao mesmo tempo que o agente de cura, à base de amina primária, resulta na diluição do agente de cura, com conseqüente diminuição da reatividade junto ao epóxi.

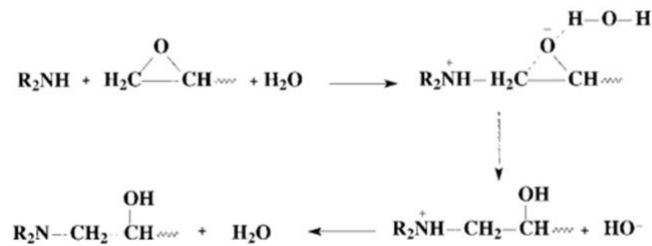


Figura 18 - Reação química

Após a falta de resultados satisfatórios da análise da cura com o surfactante o próximo passo foi adicionar mais água à composição e tentar trabalhar com valores acima de 100% de água em relação a resina. Novos ensaios reológicos foram feitos e os resultados podem ser vistos no Gráfico 5.

No gráfico as concentrações com mais de 100% de água se encontram deslocadas no eixo vertical. Esse aumento na viscosidade não ocorre a nenhuma reação diferente, mas apenas porque para fazer a homogeneização da composição antes do ensaio reológico mais tempo foi gasto, interferindo até mesmo no processo de cura da composição. Levando isto em consideração, os ensaios com 200% de água se mostraram inviáveis.

Um ensaio reológico com o surfactante de poli(acrilato de amônia) (PAA) foi feito para se verificar a reação de cura com a resina (a resina usada nesse ensaio foi a D.E.R.™ 234), mas após meia hora de ensaio nenhuma diferença significativa foi notada e o ensaio foi interrompido. Pela Gráfico 6 pode-se perceber que a viscosidade se manteve praticamente constante, com pequenas oscilações.

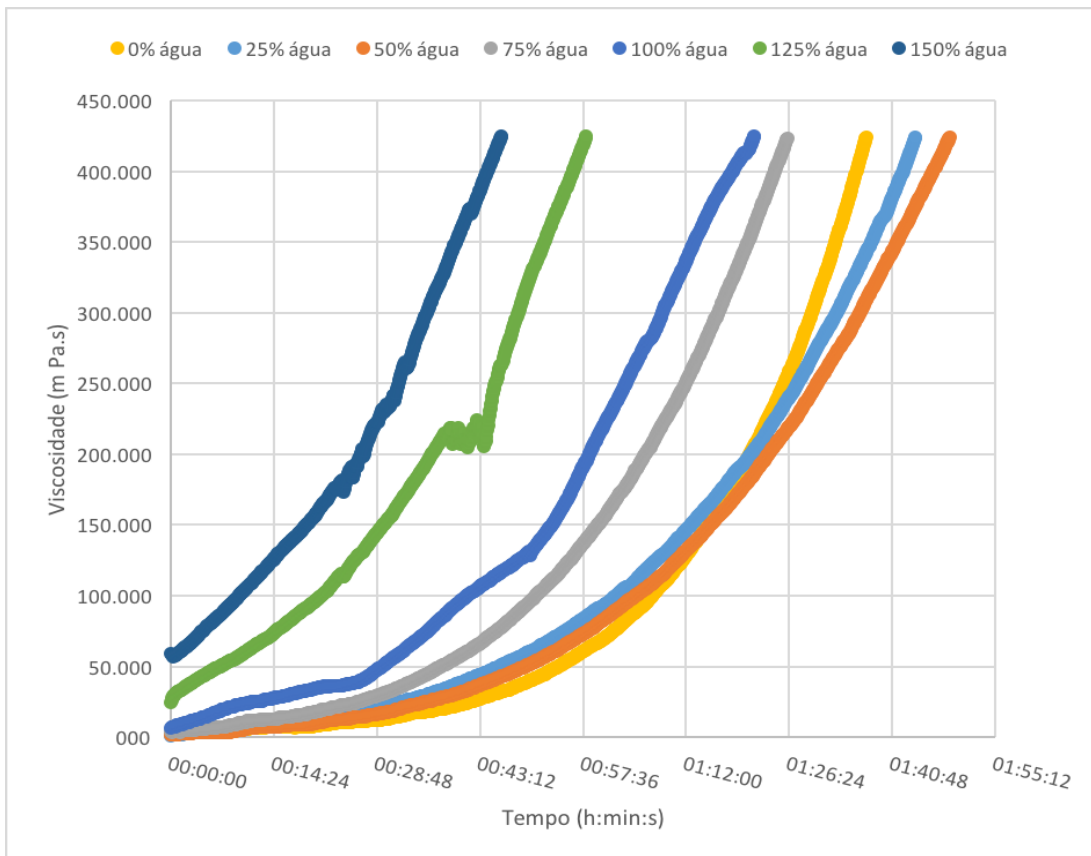


Gráfico 5 - Curvas de cura para concentrações de até 150% de água em relação a resina

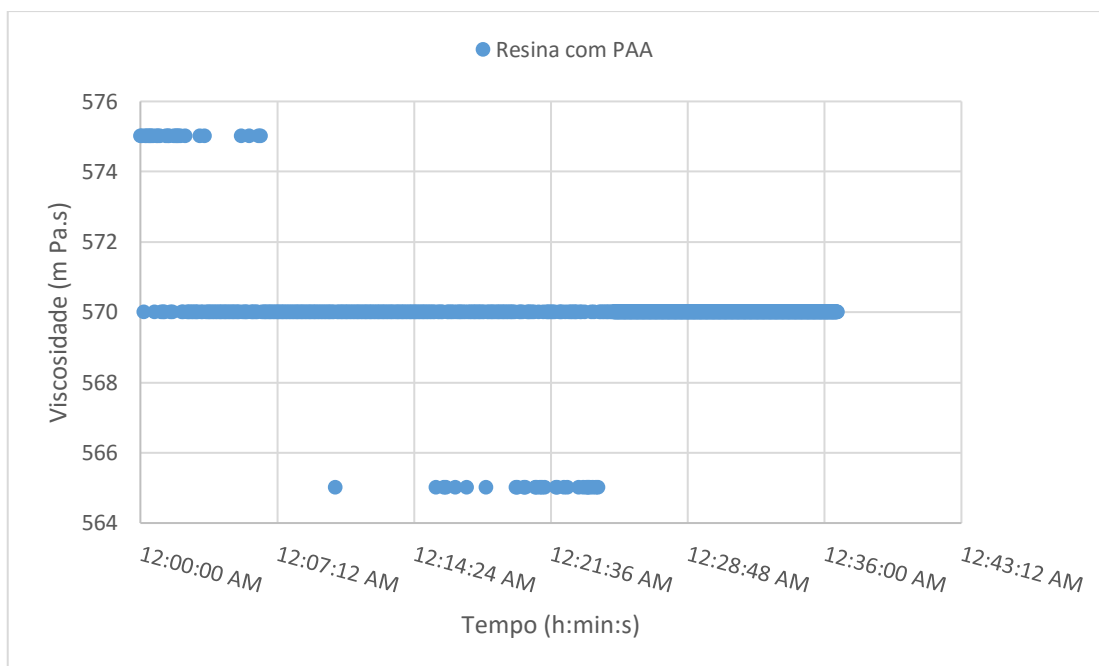


Gráfico 6 - Teste do poli (acrilato de amônia) como endurecedor

Definido a reação de cura entre resina + água + endurecedor e o resultado para valores acima de 100% de água em relação a resina foram feitos ensaios com o surfactante Tween 20 variando de 0%, 5%, 10%, 15% e 20%, conforme Gráfico 7. Este ensaio não teve a componente água na composição pois o objetivo era estudar o efeito do surfactante no processo de cura da resina já que a água só seria adicionada a mistura após os outros componentes.

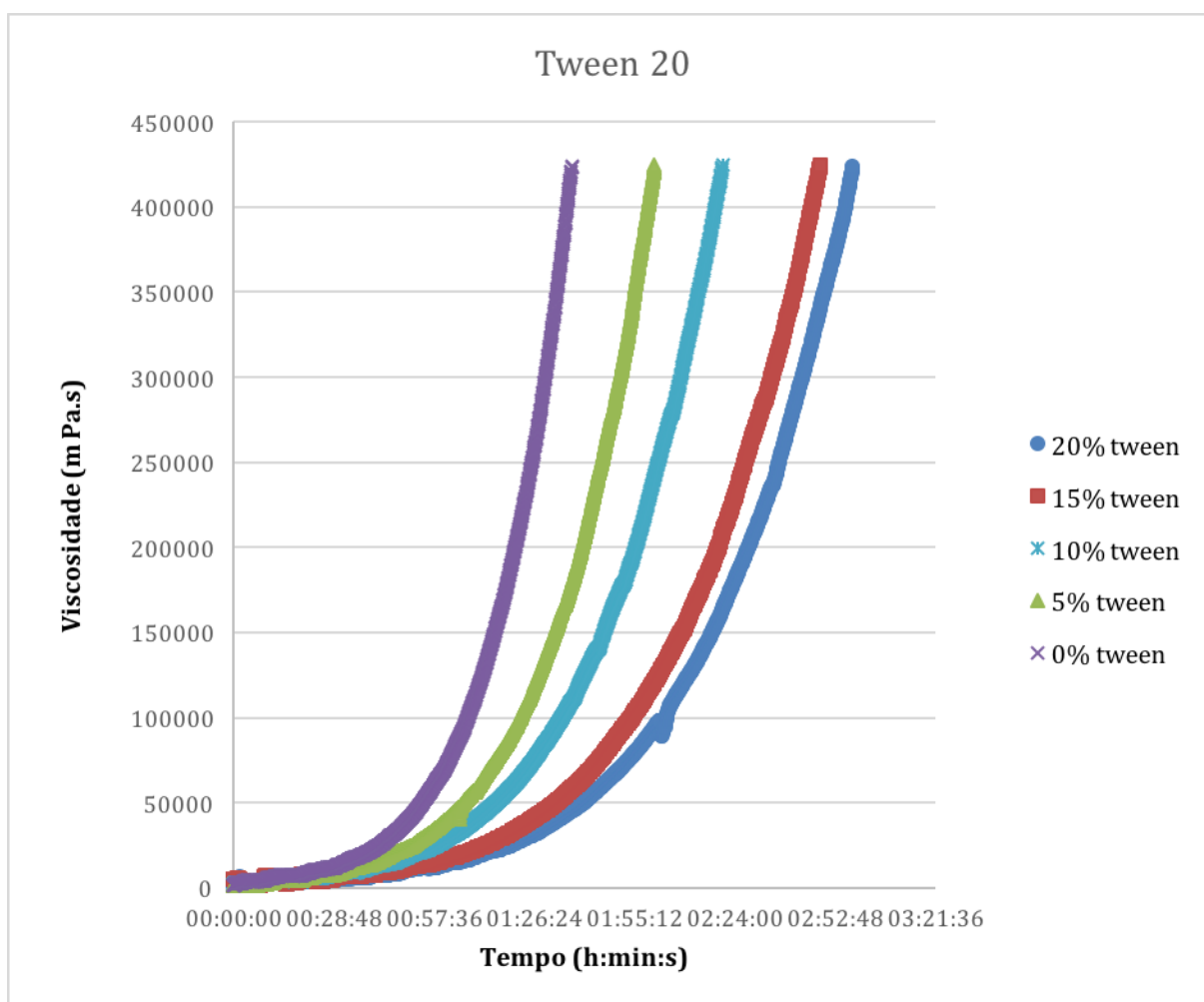


Gráfico 7 - Reação de cura do tween + resina + agente de cura

Com o gráfico da reação de cura do tween + resina + agente de cura foi adotado o tempo de até 8 minutos para a mistura da composição, pois após este tempo a viscosidade da composição dobra de valor dificultando a homogeneização.

4.2 Espuma com o dispersante - Liosperse 511

Pequenas amostras de teste foram feitas para testar o poli(acrilato de amônia) (PAA) (Liosperse 511) como agente de cura. Mesmo após 24 horas ela não endureceu ou mostrou alguma modificação na forma (Figura 16).

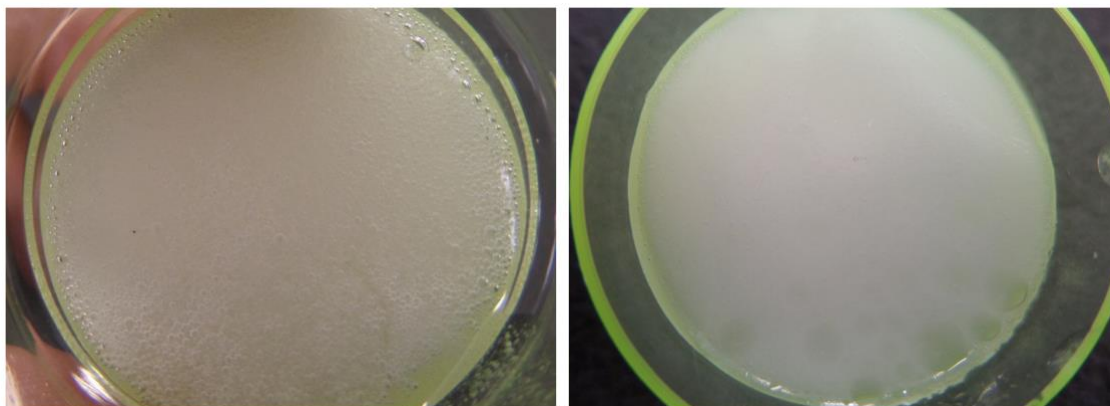


Figura 16 - Demonstrativo da composição Resina com PAA. Antes (foto a esquerda) e 24 horas depois (foto a direita)

Outros ensaios foram feitos para analisar o efeito do Liosperse 511 como dispersante, mas nenhum deles ajudou na confecção de uma espuma e por isso esse dispersante foi descartado.

4.3 Espuma sem adição de surfactante

As composições de água + resina + agente de cura possuíam um aspecto uniforme, mesmo sem o surfactante para as amostras com até 75% de água. Assim foi feito o registro fotográfico da mistura no início da reação e depois de 24 horas foi realizado misturando a resina + água. Na Figura 17 aparece a composição logo após mistura e na Figura 18 as mesmas composições 24 horas depois. A Tabela 12 mostra os componentes das composições. **Mesmo olhando as amostras por cima tem-se a visão de uma mistura homogênea, conforme Figura 19.**

Tabela 12 - Composição das amostras de teste da massa de água em relação a resina.

Composição	Resina	Água
25% água	100%	25%
50% água	100%	50%
75% água	100%	75%



Figura 17 – Aspecto inicial das composições de água + resina + agente de cura



Figura 18 – Aspecto após 24 h das composições de água + resina + agente de cura

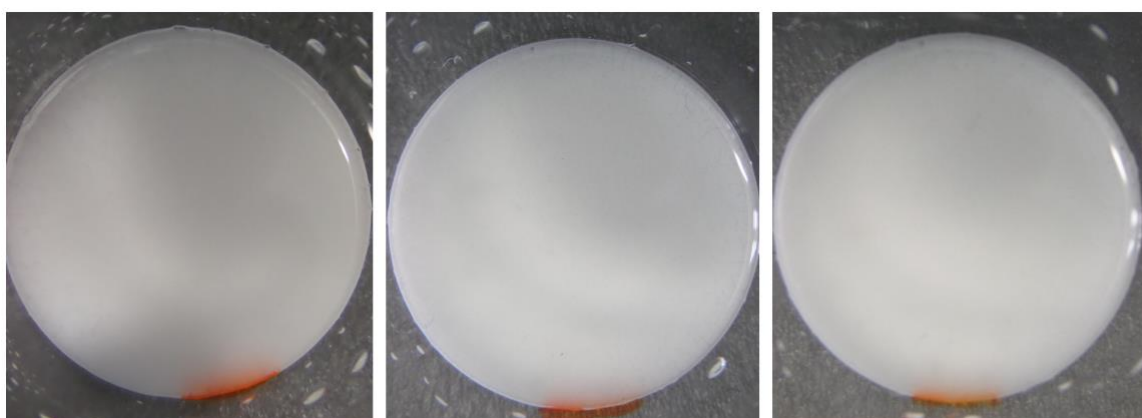


Figura 19 - Vista superior da composição

Após os ensaios reológicos e os testes de estabilidade (Figura 20) das composições (Tabela 13) foram feitos corpos de prova (Figura 20).

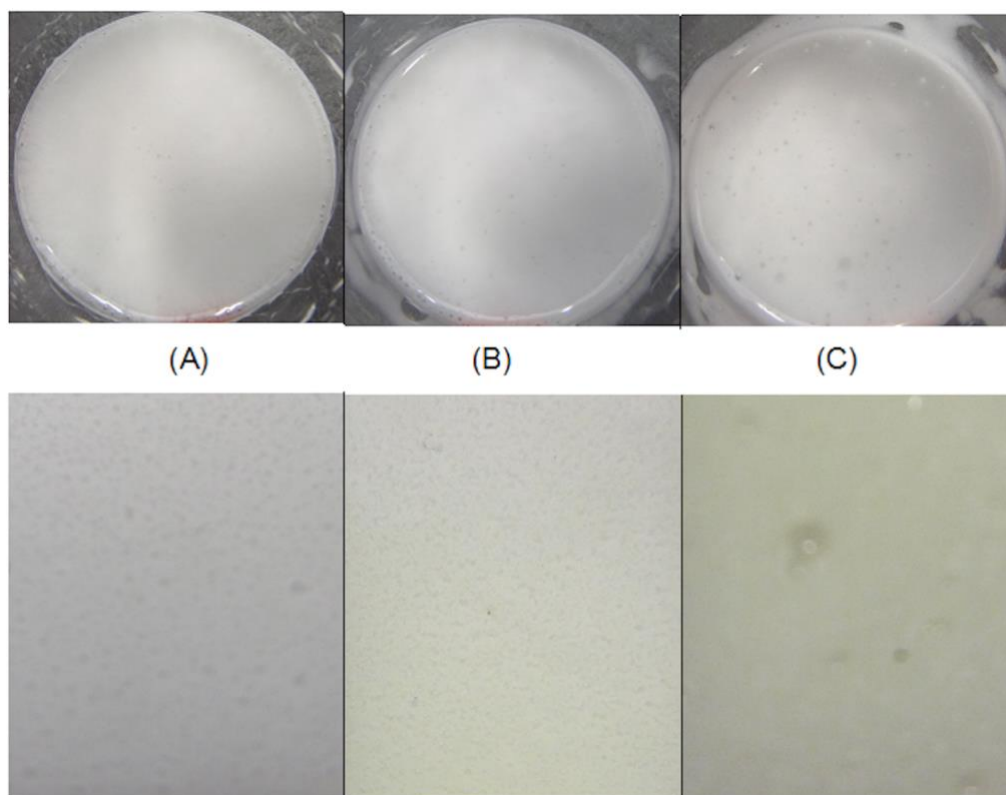


Figura 20 - Imagens das misturas 25% (A), 50% (B) e 75% (C) de água sem agente de cura na parte superior e corpos de prova dos compostos com agente de cura na parte inferior

Tabela 13 - Composições para teste de velocidade de cura.

Composição	Resina	Agente de Cura	Água
25% água	100	40	25%
50% água	100	40	50%
75% água	100	40	75%

Ficou visível que algumas bolhas maiores estavam sendo formadas e a carga mineral foi adicionada para ajudar na dispersão dos poros (Tabela 6), mas o resultado final não foi satisfatório (Figura 21).



Figura 21 - Corpos de prova da composição C100.30 colapsados após a cura

4.4 Espumas com adição de surfactante - Tween 20

A terceira espuma foi desenvolvida, à princípio, para incorporar mais água às composições, pois a ação do surfactante permitiria uma melhor miscibilidade entre água e resina. De posse dos dados dos ensaios reológicos do Tween, novos testes foram feitos com maiores quantidades de água e carga mineral. Os resultados obtidos podem ser observados nas Figuras 23, 24 e 25. A sequência de adição dos componentes e os tempos de misturas é apresentada na Figura 22, sendo que todas as misturas foram feitas à velocidade de 600 rpm.

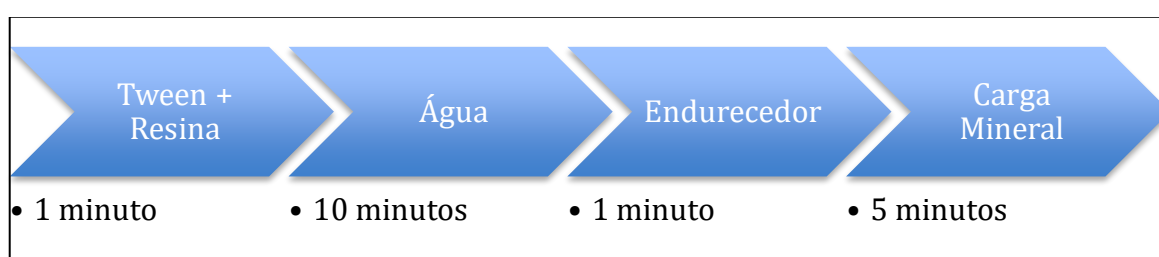


Figura 22 - Primeira sequência de adição e seus tempos de mistura para a fabricação das espumas

As composições foram vertidas nos copos após a fabricação. A marcação superior representa a altura da espuma logo após ser vertida, e, a marcação inferior representa o líquido que ficou acumulado no fundo.

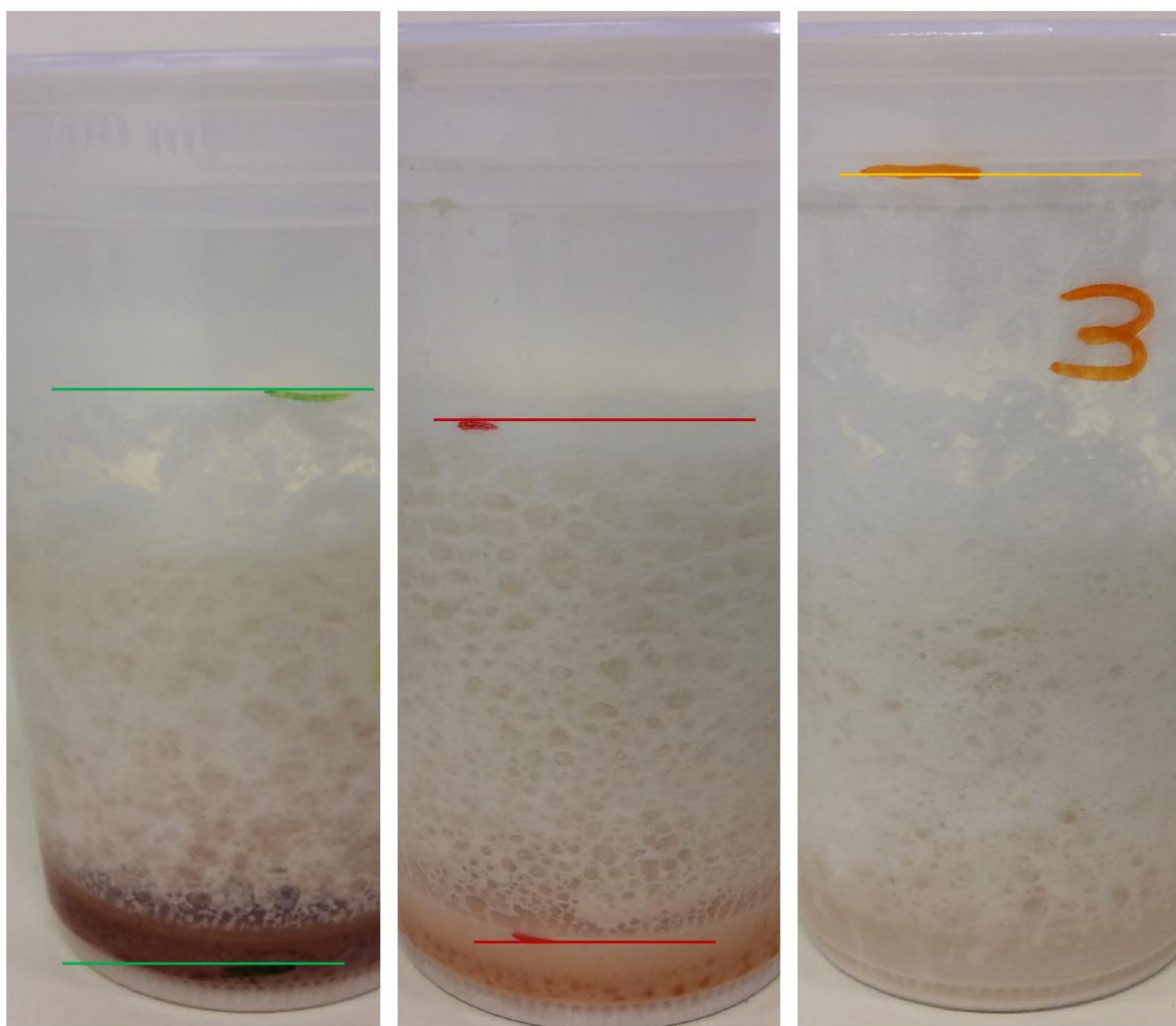


Figura 23 - Espuma com 200% de água e variação de Tween 20, da esquerda para a direita as concentrações foram de 10%, 15% e 20%

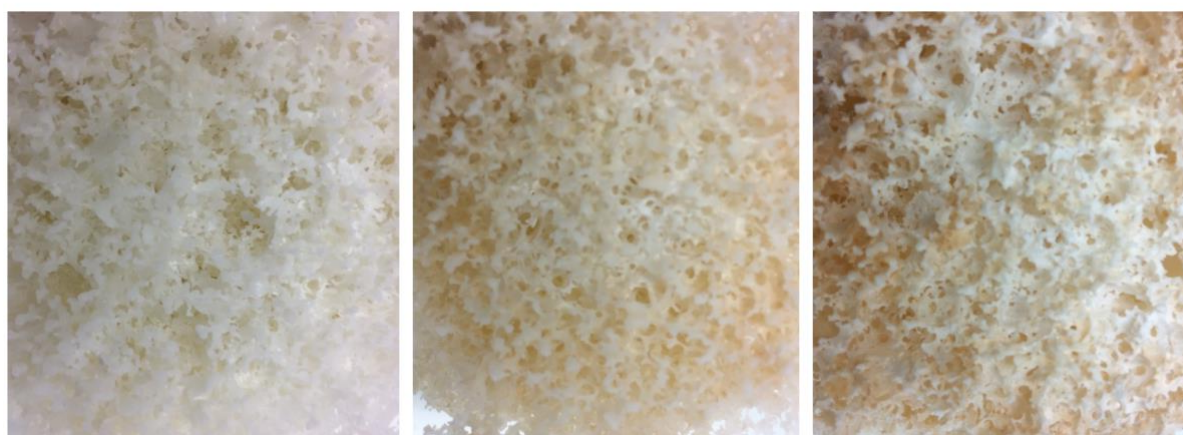


Figura 24 - Espuma com 200% de água e variação de Tween 20 após a cura, da esquerda para a direita as concentrações foram de 10%, 15% e 20%

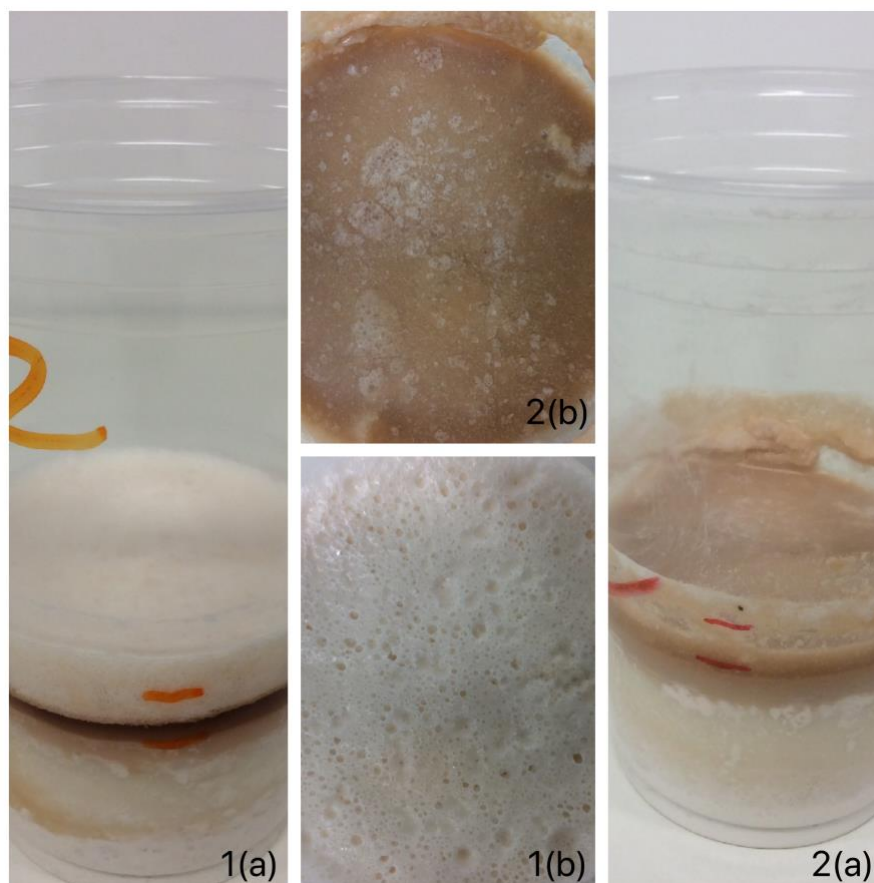


Figura 25 - Espumas com 150% de água e Tween 20 e carga mineral, a imagem 2(a) representa a composição com 10% de Tween e 1(a) com 20%.

Como estes testes foram feitos com 200% e 150% de água o próximo passo foi fazer para 100% de água em relação à resina, mas antes de fazer esta nova composição os ensaios reológicos com o Tween 20 foram feitos e adotou-se a quantidade de 10% de Tween 20 em relação a massa de resina para composições seguintes. Uma nova sequência de fabricação foi seguida (Figura 26). Os resultados foram composições aparentemente homogêneas (Figura 27), mas que após a cura apresentaram deposição de carga no fundo do copo (Figura 28).

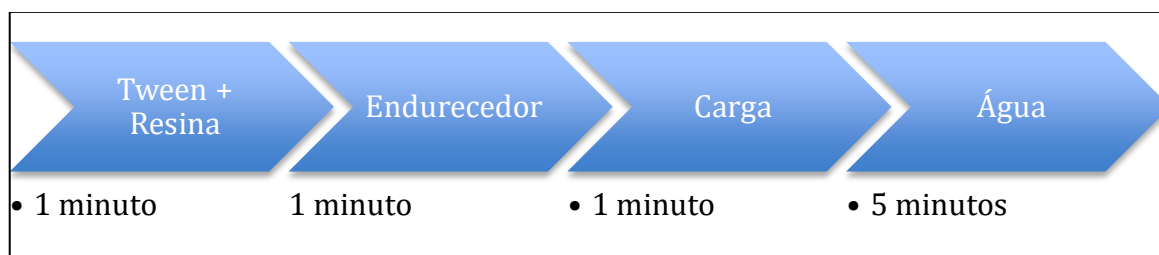


Figura 26 - Nova sequência de adição dos componentes e seus tempos de mistura



Figura 27 - Aspecto da composição C100 antes (acima) e depois (abaixo) da cura



Figura 28 - Imagem da parte dos corpos de prova em contato com o molde, as imperfeições que ficaram são da carga mineral que saiu

Considerando que houve o acúmulo de carga mineral na parte dos corpos de prova em contato com o fundo do molde, uma outra sequência de mistura dos componentes foi proposta (Figura 29) misturando a carga com a resina para evitar o acúmulo de carga no fundo. O resultado pode ser visto na Figura 30 e Tabela 14.

Tabela 14 – Resultados do teste de procedimento de fabricação

Teste de ordem da carga na fabricação			
Composição	Ao verter	7 dias depois	Medidas adotadas
C1.0TCM	Presença de grumos de carga ao verter no molde	Carga mineral acumulada após a cura	Bater a carga por mais tempo com a resina para ver se o problema é de homogeneização
C2.0TCM	Sem a presença de grumos de carga.	Sobrou menos carga no fundo e o corpo de prova aparenta estar mais homogêneo	Manter o método de fabricação e estudar a diminuição da carga.

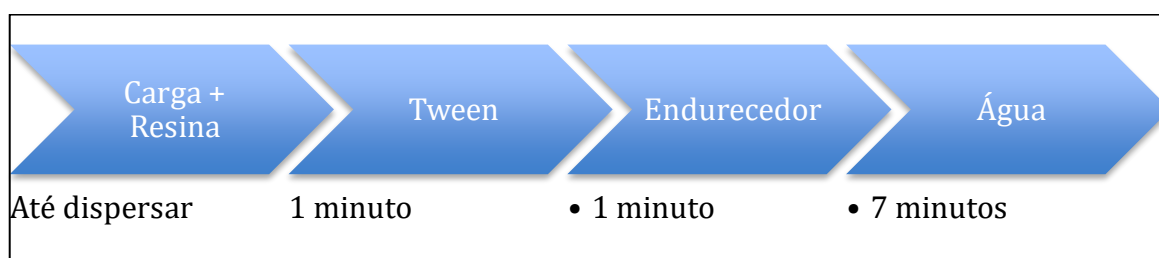


Figura 29 - Sequência selecionada para as composições com carga

Como o acúmulo de carga não foi muito grande uma nova proposta foi feita: a de diminuir a concentração de carga mineral na composição (Tabela 15). A sequência de mistura se mostrou eficiente para utilização da carga mineral, então foi mantida. Uma nova variação foi feita com 0%, 15% e 30% de carga em relação a resina. O resultado pode ser visto nas Figuras 31 e 32.

Tabela 15 - Composição com variação de carga

Composição	Resina	Ag. De Cura	Tween 20	Água	Carga
C2.1TCM	100%	40%	10%	100%	30%
C2.2TCM	100%	40%	10%	100%	15%
C2.3TCM	100%	40%	10%	100%	0%



Figura 30 - Corpo de prova da composição C2.2TCM após desmolde

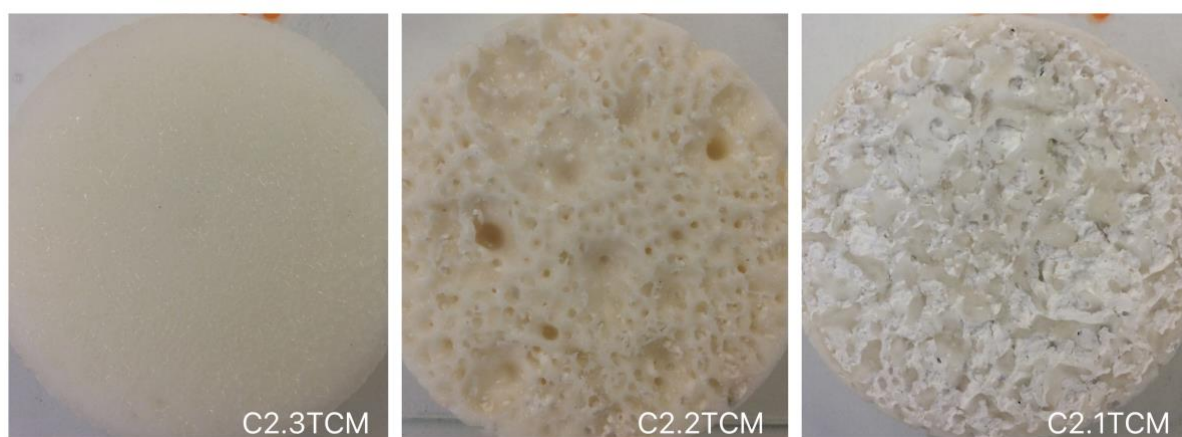


Figura 31 - Vista inferior da parte dos corpos de prova em contato com o molde com variação de 0, 15 e 30% de carga mineral, da esquerda para a direita

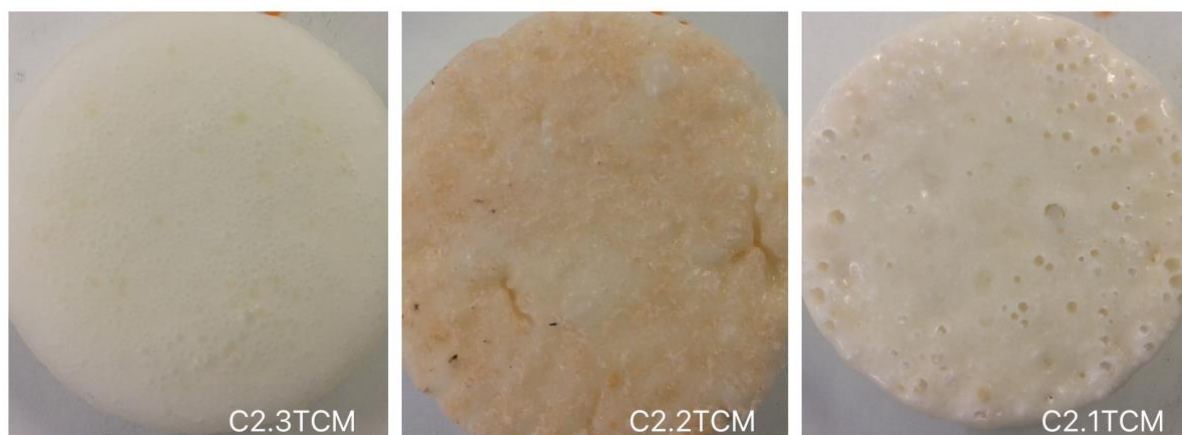


Figura 32 - Vista superior da parte dos corpos de prova deixados ao ar com variação de 0, 15 e 30% de carga mineral, da esquerda para a direita

A composição C2.1TCM não formou grumos ao ser vertida e possuía um aspecto homogêneo. Após a cura não possuía um acúmulo muito grande de carga mineral no fundo e a carga aparentava estar nos poros. A composição C2.2TCM possuía o mesmo aspecto que a C2.1TCM ao ser vertida e possuía quase o mesmo aspecto após sete dias. A composição C2.3TCM possuía aspecto homogêneo ao ser vertida e resultou em um corpo de prova uniforme.

O corpo de prova com 0% de carga mostrou uma aparência homogênea e assim foi adotado como padrão de composição, seguindo a sequência de mistura da Figura 33. A partir deste ponto uma variação de água foi proposta e novos corpos de prova foram feitos com a variação de água de 75%, 100% e 125% (Tabela 7) em relação a resina. As Figuras 34, 35 e 36 representam as composições antes e após a cura. Na Figura 36 é possível ver a contração do corpo de prova. Com uma altura final média de 20,76mm resultando em uma diminuição de 30,8% da altura do corpo de prova.



Figura 33 - Sequência adotada para confecção das espumas sem carga mineral



Figura 34 - Corpos de prova da composição C075.10 antes e após a cura

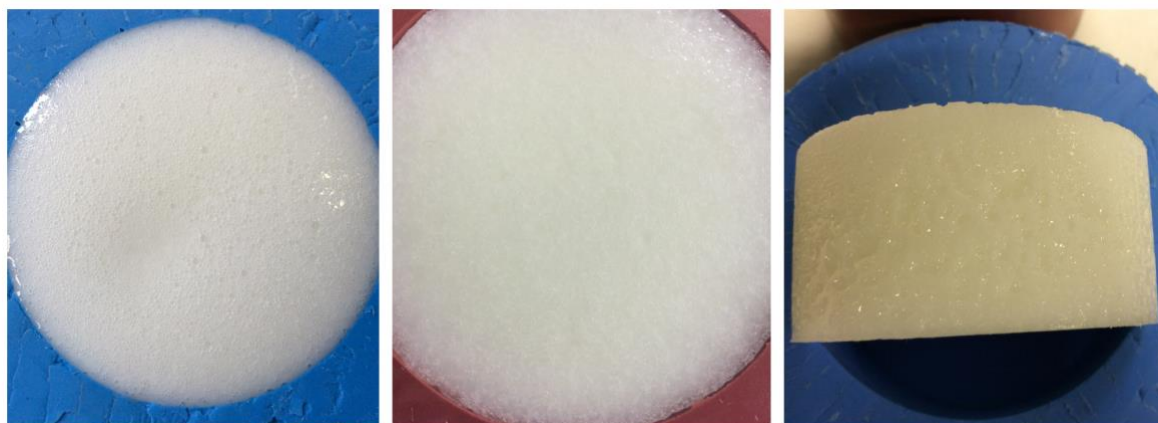


Figura 35 - Corpos de prova da composição C100.10 antes e após a cura

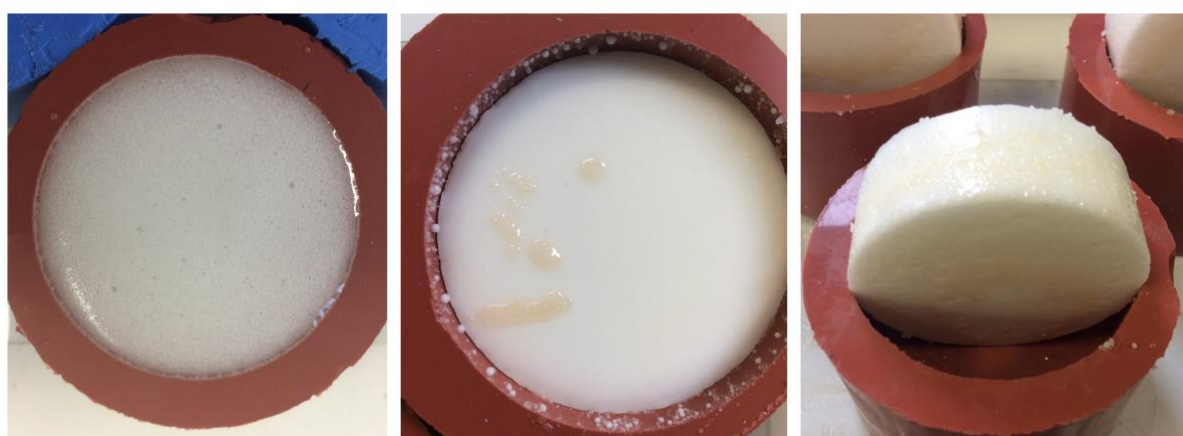


Figura 36 - Corpos de prova da composição C125.10 antes e após a cura

4.5 Densidade aparente

Com o auxílio do software Sonelastic foi possível obter a densidade aparente de cada corpo de prova. Para tanto foi necessário entrar com o valor da altura, diâmetro e massa de cada um.

Após uma média aritmética chegou-se aos valores encontrados na Tabela 16. O coeficiente de variação (CV) pode ser interpretado como a variabilidade dos dados em relação a média e que quanto menor mais homogêneo é o conjunto de dados. Os valores da Tabela 16 são menores que 25% indicando um CV baixo e uma homogeneidade entre os corpos de prova.

Tabela 16 - Densidade aparente de cada corpo de prova

	C075.10		C100.10		C125.10	
	C01.075	1,06	C01.100	0,99	C01.125	1,1
	C02.075	1,06	C02.100	1	C02.125	1,08
	C03.075	1,06	C03.100	0,99	C03.125	1,09
	C04.075	1,05	C04.100	0,99	C04.125	1,08
	C05.075	1,07	C05.100	1	C05.125	1,09
	C06.075	1,07	C06.100	1	C06.125	1,09
Média (g/cm ³)	1,06		0,99		1,08	
Desvio Padrão (%)	0,69		0,50		0,69	
Coefficiente de variação (%)	0,65		0,50		0,63	

Pelos dados da Tabela 16 é possível constatar que a composição C100.10 é a que possui a menor densidade indicando uma presença maior de poros. A diferença entre a densidade da composição C075.10 e C125.10 é de 0,02667g/cm³, entre a composição C075.10 e C100.10 é de 0,06667g/cm³ e 0,09333g/cm³ entre as composições C100.10 e C125.10. Essa diferença entre densidades mostra o quanto que a porosidade pode variar de uma composição para outra. Observando as Figuras 35 a 37, é possível ver que o volume dos corpos de prova com 75 e 100% em massa de água com relação a quantidade de resina se mantiveram após a cura, a exceção foi a composição C125 com 125% de água, que sofreu visível retração causando aumento da densidade aparente com relação a composição com 100% de água.

4.6 Ensaio de Amortecimento

O ensaio de amortecimento foi realizado com a intenção de se caracterizar não-destrutivamente os módulos elásticos e de amortecimento da espuma.

No Apêndice A podem ser vistos os valores para cada corpo de prova das diferentes composições com os dados encontrados no Software Sonelastic. O erro encontrado pelo software foi de 0,01 GPa para o Módulo de Young.

Na Tabela 17 foram colocadas as médias de cada composição para facilitar a análise dos dados. A maior rigidez pode ser devido a reação com água descrita na reologia. A composição C075.10 possui o menor módulo de elasticidade e o menor

amortecimento. A composição C100.10 possui o maior amortecimento e um módulo de elasticidade intermediário quando comparado as outras composições.

Tabela 17 - Módulo de elasticidade, Coeficiente de Poisson e Amortecimento das composições

Composição	Módulo de elasticidade E plan (GPa)	Coeficiente de Poisson μ (Ad.)	Frequência de amortecimento (Hz)	Amortecimento (Ad.)	Amplitude (V)
C075.10	0,70	0,24	5518,2	0,006664	0,002677
C100.10	1,07	0,24	6258,1	0,010919	0,001847
C125.10	1,33	0,24	3341,8	0,010732	0,003978

Já a composição C125.10 possui o maior módulo de elasticidade e um amortecimento muito próximo a composição C100.10. O material com menor densidade é o de maior amortecimento (C100.10). O amortecimento é função da alta rigidez e porosidade, assim a composição com o segundo maior amortecimento (C125.10) é a que apresenta maior rigidez e o último (C075.10) é o de menor rigidez e maior densidade. Todas as composições possuem o módulo de elasticidade maior do que a média das espumas apresentadas na Figura 37.

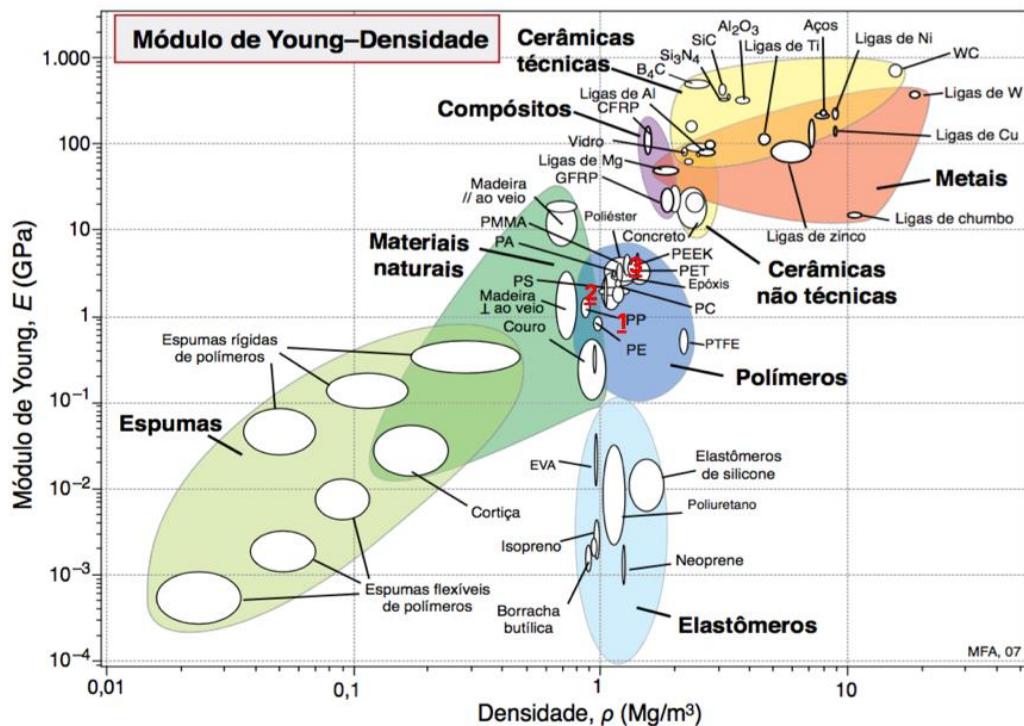


Figura 37 - Diagramas de bolhas do módulo de elasticidade (E) versus densidade (ρ) (versão adaptada). Fonte: (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012)

Colocando esses valores na Figura 37 pode-se perceber que eles se enquadram na faixa de polímeros ao se considerar a densidade aparente e o módulo de elasticidade, mas aparentam melhores resultados que outras espumas também consideradas rígidas. Na Figura 37 a Composição C075.10 é **1**, C100.10 é **2** e C125.10 é **3**. Aproveitando as informações da densidade e módulo de elasticidade um custo relativo foi feito e esses dados foram colocados no diagrama de bolhas (Figura 38). O cálculo de custo foi feito considerando o gasto com resina, agente de cura e Tween 20 por composição.

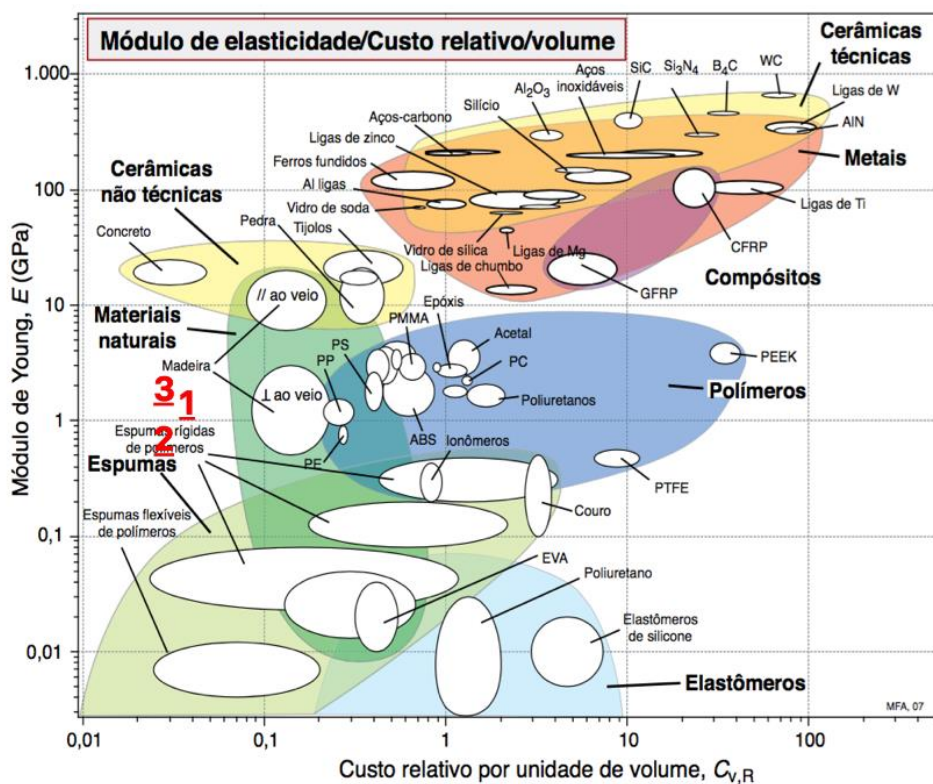


Figura 38 - Diagrama de bolhas adaptado do Módulo de elasticidade (E) versus Custo relativo/volume ($C_{v,R}$) de diferentes tipos de materiais.

Fonte: (ASHBY, SHERCLIFF e CEBON, 2012)

O Software oferece ainda uma análise tridimensional comparativa entre a Amplitude, Tempo e Frequência (Figura 39). O comportamento das 3 composições é parecido, mudando apenas os valores.

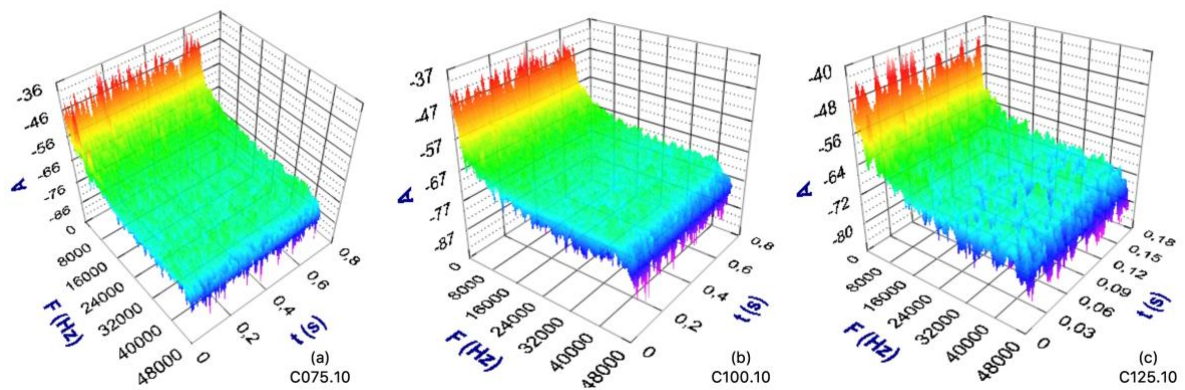


Figura 39 - 3D do ensaio de amortecimento.

A propagação do som em um meio sólido é em geral mais rápida que em um meio líquido e neste mais rápida do que no gás. Com a análise das velocidades de propagação do som (Tabela 18) no ensaio de amortecimento e com base nos Gráficos 8, 9 e 10 pode-se concluir que a composição C125.10 é a mais densa e mais rígida dentre as 3 composições visto que o tempo de resposta é o menor.

Tabela 18 - Velocidade de Propagação do som nos corpos de prova

Composição	Vp (m/s)	Composição	Vp (m/s)	Composição	Vp (m/s)
C01.075	996,27	C01.100	1446,1	C01.125	1185,89
C02.075	934,71	C02.100	1476,74	C02.125	1206,48
C03.075	980,6	C03.100	911,57	C03.125	1184,98
C04.075	1006,11	C04.100	877,84	C04.125	1217,27
C05.075	1004,55	C05.100	899,4	C05.125	1211,54
C06.075	915,45	C06.100	951,22	C06.125	1195,6
Média	972,95		1093,81		1200,29

Considerando a velocidade de propagação do som a composição C075.10 é a que possui a menor velocidade, embora seja a composição com a menor quantidade de água na composição. Esse fato indica que o corpo de prova possui mais meio líquido (água) ou gasoso (ar) em seu interior que a composição C100.10.

Ao analisar os valores da Tabela 18, para cada corpo de prova, é possível ver que a composição C01.100 possui dois corpos de provas com um valor discrepante das outras composições. Os valores da velocidade quase dobram indicando que estes corpos são mais rígidos que os outros, mas como são apenas dois em seis essa

análise será a princípio desconsiderada. A média cairia para 910,0075 m/s tornando-a a amostra com menor velocidade de propagação das três.

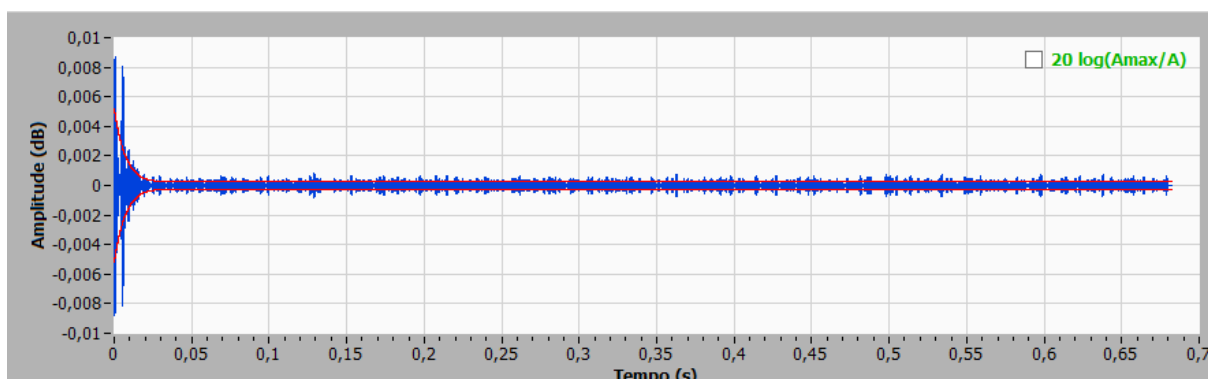


Gráfico 8 - Análise Amplitude x Tempo da composição C075.10

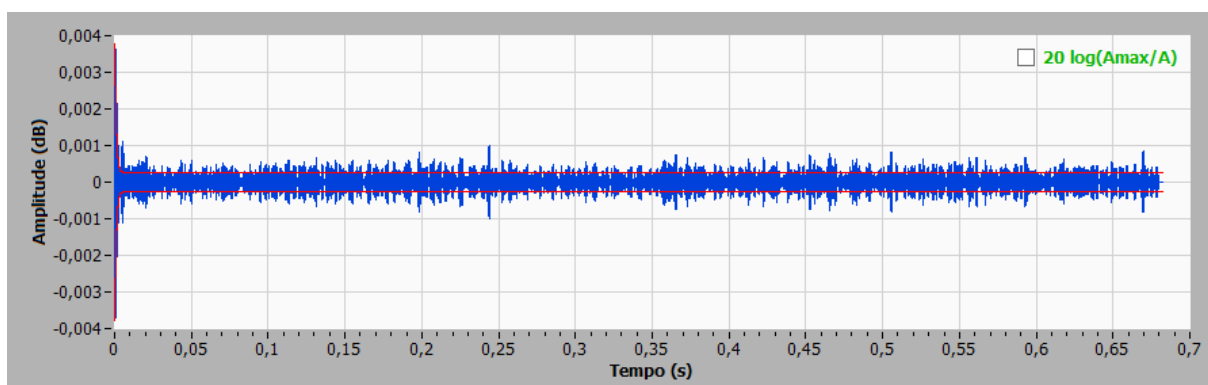


Gráfico 9 - Análise Amplitude x Tempo da composição C100.10

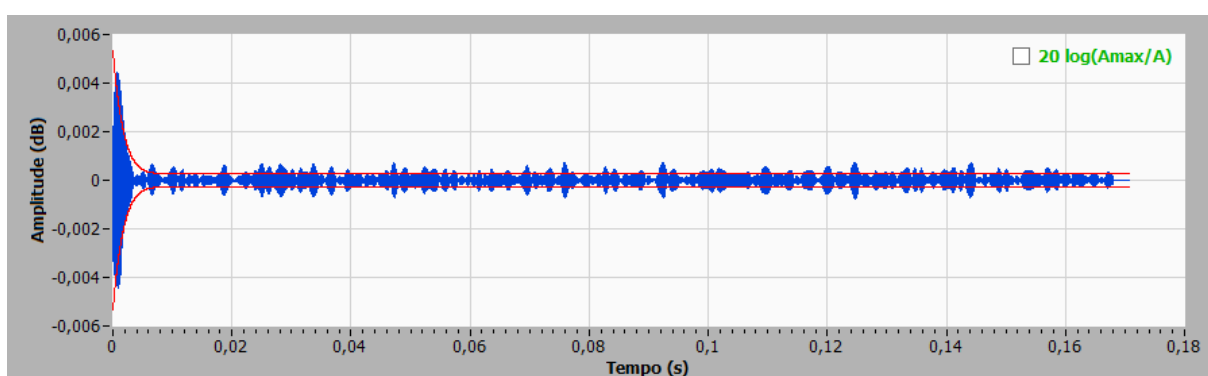


Gráfico 10 - Análise Amplitude x Tempo da composição C125.10

As composições C075.10 e C100.10 possuem mais ou menos o mesmo tempo de resposta (Gráficos 8,9 e 10) e isso pode se explicar porque as duas composições

tiveram seus volumes mantidos após a cura, ou seja, mantiveram dentro de seus poros a água com que foram fabricadas ao contrário da composição C125.10 que diminuiu de volume após a cura.

4.7 Microscopia óptica

O objetivo da microscopia óptica é visualizar o tamanho e a interconectividade dos poros. Essa verificação só foi possível para o teste da espuma com mais de 100% de água (Figura 40) da composição água+resina+endurecedor.



Figura 40 - Corpos de prova prontos para microscopia

Na Figura 41 (a) a composição com 100% de água em relação a resina, sem surfactante e sem carga mineral, é possível ver os poros internos da composição. Na Figura 41 (b) é perceptível que o sistema contém bolhas dentro de bolhas indicando uma possível conectividade.

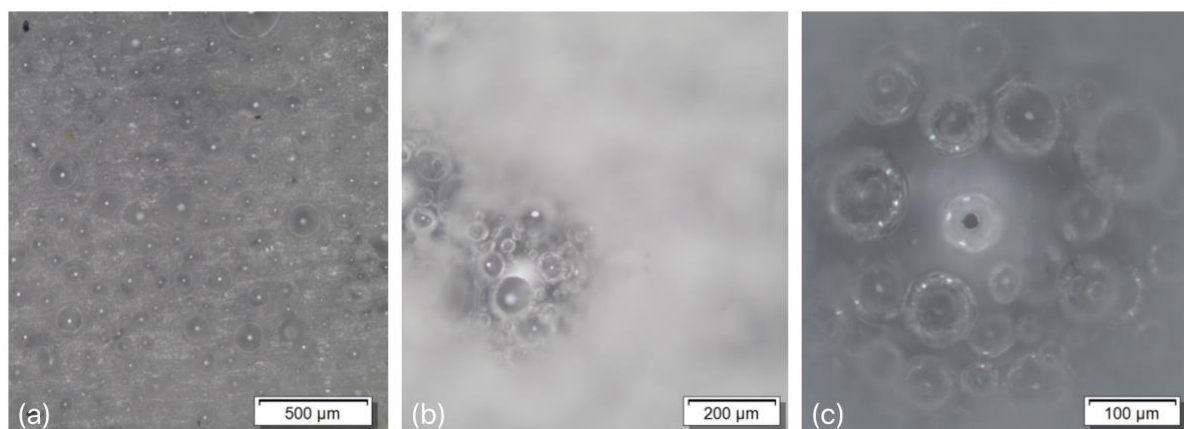


Figura 41 - Microscopia da composição 100% de água, aumento de 5X (a), 10X (b) e 20X (c)

A Figura 41 (c) mostra que os poros estão fechados. Deve se considerar que este corpo de prova foi sujeito a um sistema de água em alta pressão.

A Figura 42 (a) mostra corpos de prova da composição com 125% de água em relação a resina, sem surfactante e sem carga mineral, no qual existem poros maiores que na composição da Figura 41 (a). A Figura 42 (b) mostra poros dentro de poros, mas com a ampliação da última imagem (Figura 42 (c)) é possível ver que eles não estão conectados também.

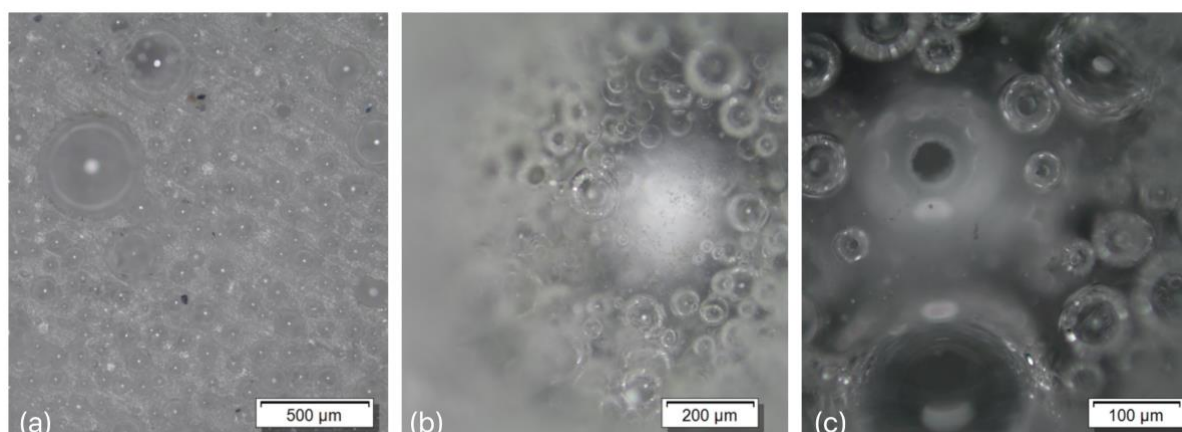


Figura 42 - Microscopia da composição 125% de água, aumento de 5X (a), 10X (b) e 20X (c)

A última composição a ser analisada foi a de concentração de 150% de água. Assim como a de 125% possui uma quantidade superior de poros maiores (Figura 43 (a)) e como todas as composições possui poros dentro de poros, mas eles continuam não sendo conectados (Figura 43 (b),(c)).

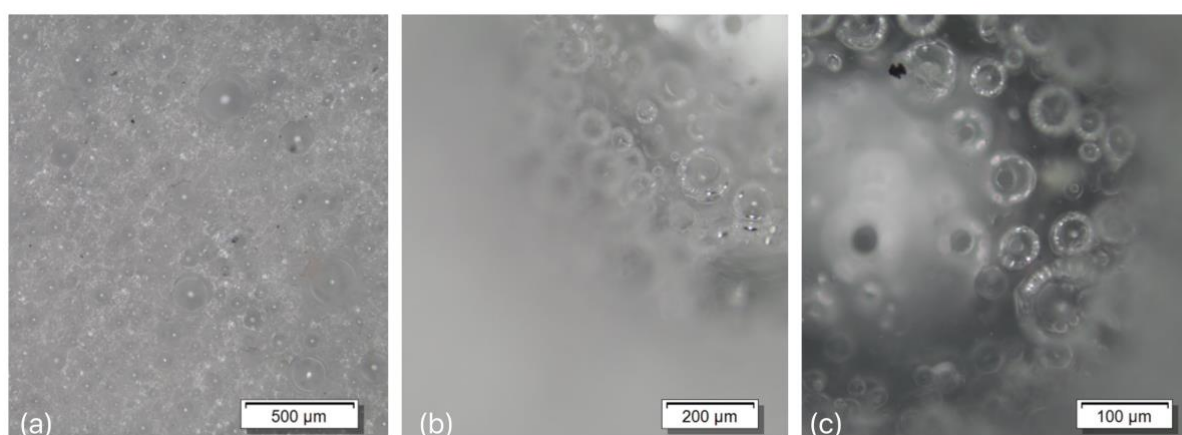


Figura 43 - Microscopia da composição 150% de água, aumento de 5X (a), 10X (b) e 20X (c)

Uma análise foi feita na superfície da composição C125.10 pois era a única com corpo de prova de tamanho adequado para o microscópio. Poros podem ser observados desde a primeira ampliação, mas a ampliação de 20X é mais clara com relação aos poros (Figura 44) que aparentam estar interconectados e mais dispersos. Não se deve comparar a Figura 44 com a Figura 42 porque na Figura 44 foi realizada apenas uma análise superficial dos poros enquanto na Figura 42 esta análise foi feita na parte interna do corpo de prova.

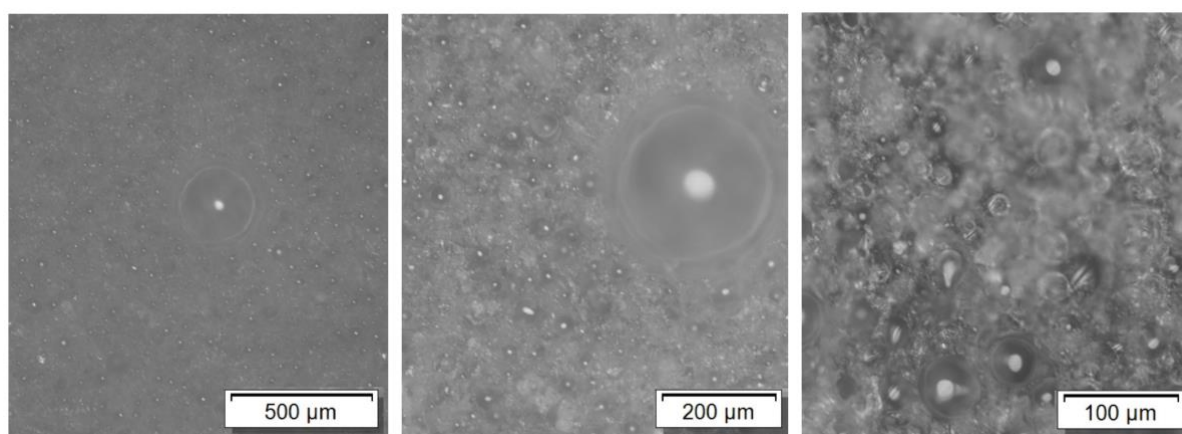


Figura 44 - Centro do corpo de prova da composição 125.10, da esquerda para a direita, aumento de 5X, 10X e 20X

4.8 Ensaio de Compressão

Ensaio de resistência a compressão foram realizados com os corpos de prova de cada composição. A princípio uma carga de 10KN foi aplicada, mas não obteve-se deformação do corpo de prova e por isto foi adotada a carga de 100KN, a máxima permitida pelo equipamento (Com a carga limite para o ensaio de 90KN). Com esse novo parâmetro os ensaios foram realizados e os valores de Tensão podem ser encontrados na Tabela 19.

Tabela 19 - Tensão máxima dos corpos de prova

Tensão Máxima [Mpa]					
C01.125	31,75	C01.100	31,67	C01.075	31,51
C02.125	31,64	C02.100	30,2	C02.075	31,92
C03.125	31,87	C03.100	28,15	C03.075	31,78
C04.125	31,39	C04.100	30,45	C04.075	31,13
C05.125	31,48	C05.100	30,1	C05.075	31,64
C125	31,63	C100	30,11	C075	31,59

O Gráfico 11 representa as curvas de Força x Deformação de um corpo de prova de cada composição. Os gráficos com as representações individuais dos corpos de prova estão disponíveis no Apêndice 8. Todos os corpos de prova das composições C125.10 e C100.10 tiveram os ensaios interrompidos por limite de deformação. Os corpos de prova da composição C075.10 tiveram seus ensaios interrompidos por limite de força.

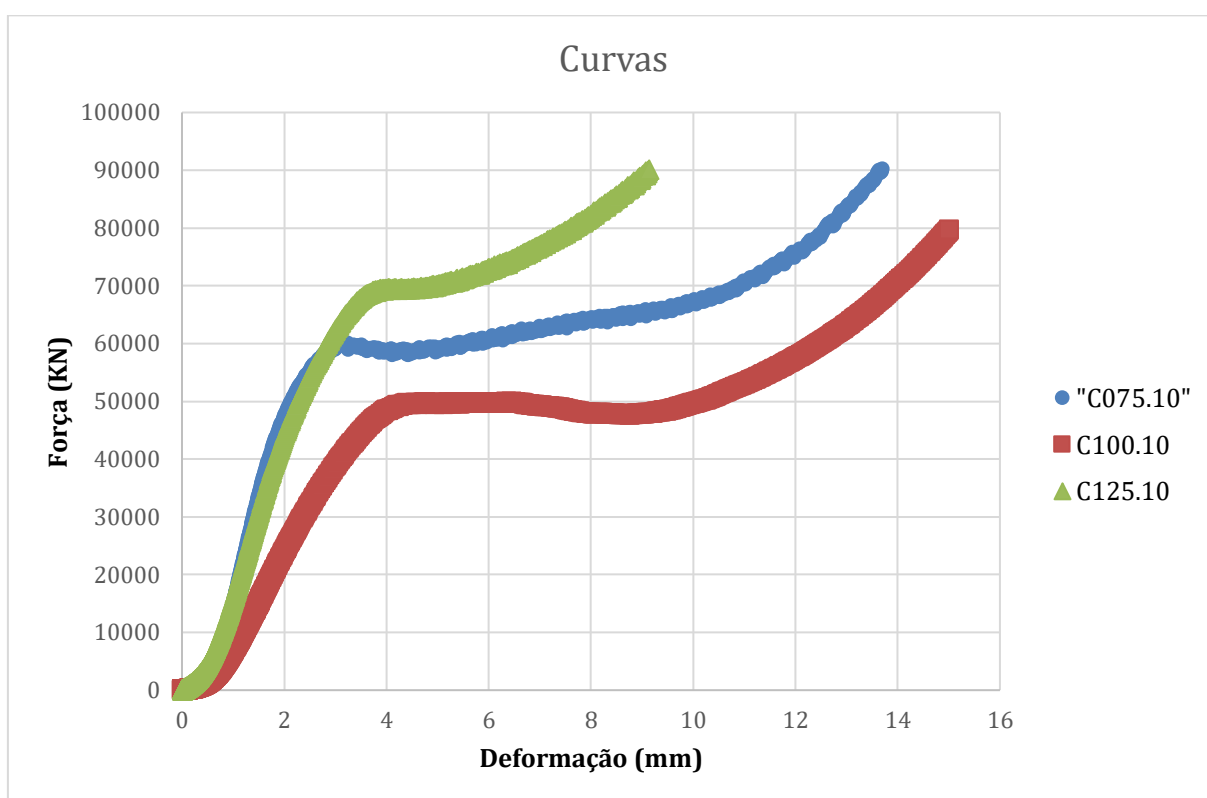


Gráfico 11 - Curvas de Força x Deformação

Ao se começar o ensaio da composição C125.10 foi observado que água saia dos corpos de prova (Figura 45). Esse evento ocorreu com todas os corpos prova em todas as composições.



Figura 45 - Corpo de prova após ensaio de compressão

Com essa perda de massa sendo observada em todos os corpos de prova houve a necessidade de recalcular a densidade aparente das composições e os valores podem ser encontrados na Tabela 20.

Tabela 20 - Nova densidade aparente

	Densidade Inicial (g/cm ³)	Densidade Final(g/cm ³)	Variação (%)
C125.10	1,08	1,08	0
C100.10	0,99	0,84	15
C075.10	1,06	0,83	22

De posse desses novos valores pode-se considerar que os valores encontrados para o módulo de elasticidade dos corpos de prova pelo software Sonelastic não são os reais e as considerações feitas nas Figuras 37 e 38 estão um pouco deslocadas no eixo vertical.

5 CONCLUSÃO

A água é imiscível em epóxi e sob agitação formou uma emulsão com visíveis gotículas de água dispersas na resina. A água favoreceu um aumento na viscosidade da resina epóxi pura. A reação de cura das composições com mais que 75 % de água foram aceleradas em relação a resina pura. A concentração de 75% de água apresentou a maior taxa de aumento de viscosidade com o tempo, para as composições com água, porém menor que a composição somente da resina com agente de cura. Quando a água foi adicionada simultaneamente ao agente de cura o efeito de aceleração da cura não foi observado, ao contrário, apresentou o maior tempo de início de cura de todas as composições estudadas.

A proposta do trabalho era a confecção de uma espuma com células abertas. Por isso que ao se obter as imagens da microscopia optou-se por acrescentar o surfactante nas composições para ajudar na dispersão dos poros e a carga mineral para ajudar na estrutura.

O uso do Poli(acrilato de amônia) – PAA (Liosperse 511) como agente de cura foi ineficaz após testes em variadas concentrações. Partindo desse resultado optou-se por uma abordagem mais conservadora. Como já se tinha um estudo do efeito da água na cinética de cura da resina, optou-se por tentar fazer uma espuma sem o surfactante (Tween 20), pois um dos objetivos do trabalho era fazer uma espuma com um custo não tão elevado, entretanto para acrescentar mais água o uso do surfactante se fez obrigatório.

A carga mineral foi desconsiderada após alguns ensaios, pois o que se percebeu foi que ela estava criando os poros grandes por aglomeração e não a água em forma de gotículas. A ideia sempre foi que a água servisse como canal entre os poros, e por isso o uso de grandes quantidades deste componente. Tendo visto a inviabilidade dessa proposta optou-se pelo modelo mais conservador de 100% de água em relação a resina que se mostrou viável com o uso do surfactante.

Apesar de se ter deixado o uso da carga mineral de lado observou-se que a melhor maneira de trabalhar com ela seria seguindo o método de fabricação proposto

na Figura 29. Para futuras referências serve como ponto de partida para o trabalho com a carga e sua melhor homogeneização com a resina.

Ainda foi estudado uma diminuição de carga mineral, mas a constatação anterior se manteve, desta vez corroborada por testes (Figura 33 e 34). Outra opção de futuro estudo seria um ajuste fino na quantidade ideal de carga mineral para a espuma. Esse ajuste deverá ser feito com valores entre 0% e 15% de carga mineral em relação a massa da resina para se achar o ponto ótimo de concentração em que a carga não formaria os poros da espuma, mas serviria como reforço estrutural da mesma, ajudando na diminuição do custo de fabricação.

Como a análise microscópica da composição com 100% e 150% de água mostra a existência de poros é possível concluir que as composições C075.10, C100.10 e C125.10 formaram espumas epoxídicas à base d'água com altos módulo de elasticidade e densidade para uma espuma. A Figura 44 mostra a existência de poros na composição C125.10, a mesma que sofreu retração de volume após a cura. A presença do surfactante Tween 20 é validada com a melhor distribuição dos poros ao se comparar as imagens da Figura 44 com a Figura 42.

Considerando o custo de fabricação, as composições C075.10, C100.10 e C125.10 possuem uma estimativa de custo dentro da faixa de outras espumas (Figura 38). Os valores de velocidade de propagação do som para os corpos de prova demonstraram a existência de líquido ou ar em quantidades variadas. Essa análise foi confirmada pelo ensaio de compressão.

15 corpos de prova foram submetidos ao ensaio de compressão e os resultados demonstraram que a água ainda estava encapsulada nos poros. Assim a conclusão é de que espuma possui poros fechados e que na composição C075.10 o volume de poros deve ser maior que nas outras composições se considerarmos a variação de densidade que ocorreu (Tabela 20).

Os ensaios de compressão ainda demonstraram que a espuma possui uma alta resistência a ruptura, já que nenhum dos ensaios foi interrompido por este tipo de falha, mas apenas por limite de força (90KN) ou limite de deformação (15mm). As tensões máximas foram muito similares para as três composições sendo de aproximadamente 30MPa.

Três corpos de prova, um de cada composição, foram separados para posterior análise microscópica. Já que a análise microscópica superficial da composição C125.10 mostra a existência de poros uma sugestão para o tempo na lavadora de alta pressão é feita. Ao se cortar os corpos de prova e analisar no microscópio será possível ver até que profundidade os poros estavam interconectados e assim fazer uma correlação entre o tempo utilizado na lavadora e a distância desde a superfície que ele interconectou. Com essa correlação será possível fazer uma extrapolação sobre o tempo necessário para cada corpo de prova, sem carga, na lavadora de alta pressão.

A análise do microscópio eletrônico de varredura (MEV) deve ser feita nos corpos para que seja possível uma melhor análise interna da estrutura. Após esta análise será possível dizer com certeza se houve alguma interconectividade entre os poros e se a distribuição deles ocorreu de forma homogênea.

6 REFERÊNCIAS

AASE, A. S.; BOLSTAD, L. L. **Foamed Epoxy Resin Composition and Method of Making**. 2831820, 22 Abril 1958.

AERTS, L.; KUNZ, M.; BERGHMANS, H.; KONINGSVELD, R. Relation between phase behaviour and morphology in polyethylene/diphenyl ether systems. **Die Makromolekulare Chemie**, v. 194, n. 10, p. 2697-2712, 1993.

ASHBY, M.; SHERCLIFF, H.; CEBON, D. **Materiais: Engenharia, Ciência, Processamento e Projeto**. Tradução de Arlete Simille Marques. 2a Edição. ed. Rio de Janeiro: Elsevir, 2012.

AUGUSTSSON, C. **NM Epoxy Handbook**. 3rd Edition. ed. Ytterby: Nils Malmgren AB, v. 1, 2004.

BARBOZA, A. C. R. N.; DE PAOLI, M. A. Polipropileno carregado com Microesferas Ocas de Vidro (Glass Bubbles™): Obtenção de Espuma Sintática. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Paulo, 12, 2002. 130-137.

BELONE, M. C. L.; DE SOUZA, A. R. **Influência da temperatura de cura nas propriedades mecânicas e na temperatura de distorção térmica de misturas de resina epóxi e silicone**. Anais do 13o Congresso Brasileiro de Polímeros. Natal: [s.n.]. 2015.

BERNABEI, A.; SCARDOVI, S. **High pressure casting method for articles of sanitaryware and a machine implementing the method**. USA 7780885, 24 Agosto 2010.

BUCKNALL, C. B.; PARTDRIDGE, I. K. Phase separation in epoxy resins containing polyethersulfone. **Polymer**, 24, 1983. 639-644.

BUTYLEVA, E. S.; SERGEEVA, V.A.; DEMIN, G.G.; KANAEVA, V.I.. Using epoxide foamed plastics instead of plaster. **Journal Glass and Ceramis**, v. 23, n. 5, p. 255-257, Janeiro 1966.

CALIRI JR, M. F. **Modelos de material para espumas poliméricas aplicadas a estruturas aeronáuticas em material compósito sanduíche**. Universidade de São Paulo. São Carlos, p. 168. 2010.

CARDOSO, E.; DE OLIVEIRA, B. F. Estudo do emprego da espuma metálica no *design* automotivo. **Aluauto - Alumínio em Automotivos**, São Paulo, 2o Trimestre 2009.

COSTA, M. L.; REZENDE, M. C.; PARDINI, L. C. Método de estudo da cinética de cura de resinas epóxi. **Polímeros: Ciência e tecnologia**, Abr/Jun 1999. 37-44.

D'ALMEIDA, J. R. M.; MONTEIRO, S. N. Efeito da Variação da Razão Resina/Endurecedor sobre a Resistência ao Impacto de uma Resina Epóxi. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, Janeiro/Março 1996. 44-49.

EL-HADEK, M. A.; TIPPUR, H. V. Dynamic fracture behavior of syntactic epoxy foams: optical measurements using coherent gradient sensing. **Optics and Lasers in Engineering**, n. 40, p. 353-369, 2003.

ERGU'N, Y.; DIRIER, C.; TANOG'LU, M. Polymethyl methacrylate based open-cell porous plastics for high-pressure ceramic casting. **Materials Science and Engineering A**, v. 385, p. 279-285, 2004.

FINTER, J.; JENDOUBI, E. **Heat curable epoxy resin composition with water foaming agent**. 0055631, 8 Março 2012.

FONTANILLE, M.; GNANOU, Y. **Chimie et physico-chimie des polymères**. 3a Edição. ed. Paris: Dunod, 2002.

GALHARDI, A. C. **Desenvolvimento e Caracterização de Espumas Rígidas com Poros Intercomunicantes de Polimetacrilato de Metila, e suas Aplicação na Indústria Cerâmica**. Universidade Estadual de Campinas. Campinas. 1998.

GALHARDI, A. C.; DE ARRUDA, A. C. F. **O processo de colagem de barbotina sob pressão, sob a ótica da teoria geral de filtração**. XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica. Águas de Lindóia: [s.n.]. 1999.

GARCIA-LOERA, A. **Mélanges réactifs Thermodurcissable/Additifs extractibles: Phénomènes de Séparation de Phase et Morphologies. Application aux matériaux poreux**. L'institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Lyon. 2002.

GIBSON, L. J.; ASHBY, M. F. **Cellular Solids: Structure and Properties**. 2nd Edition. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1997. Cambridge Solid State Science Series.

HARPER, C. A. (Ed.). **Modern Plastics Handbook**. 1. ed. New York: McGraw-Hill, 1999.

ISOVOLTA. Isovoluta Group. **ISOVOLTA GATEX**, 2005. Disponível em: <<http://www.isovolta.de/englisch/Kunststoffe>>. Acesso em: Maio 2016.

J.K.GILHAM. Curing. In: _____ **Encyclopedia of Polymer Science and Engineering**. 2nd Edition. ed. [S.l.]: [s.n.], v. 4, 1986.

JÚNIOR, S. V. C. **Ciência dos Polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 2a Edição. ed. São Paulo: Artliber Editora, 2002.

KIEFER, J.; HILBORN, J. G. **Macroporous thermosets synthesized via chemmically induced phase separation: A new approach towards void toughening**. 10th International Conference On deformation yield and Fracture. Cambridge: Cambridge University Press. 1997. p. 390-393.

KIEFER, J.; POROUCHANI, R.; MENDELS, D.; FERRER, J.B.; FOND, C.; HEDRICK, J.L.; KAUSH, H.H.; HILBORN, J.G. Macroporous epoxies via chemically induced phase separation. **MRS Proceedings**, Cambridge, v. 431, p. 527-532, 1996.

KINGERY, D. W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to Ceramics**. 2nd Edition. ed. Nova York: [s.n.], 1976.

LEE, H.; NEVILLE, K. **Handbook of Epoxy Resins**. 1st Edition. ed. New York: McGraw-Hill, v. 1, 1967.

LI, P.; PETRINIC, N.; SIVIOUR, C. R.; FROUD, R.; REED, J. M. Strain rate dependent compressive properties of glass microballoon epoxy syntactic foams. **Materials Science and Engineering A**, n. A 509, p. 19-25, 2009.

LIRMAN, J. C. **Projeto de aparato medidor de permabilidade e formação de parede para caracterização da colagem sob pressão**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba. 2012.

LISSANT, K. J.; MAYHAN, K. G. A study of medium and high internal phase ratio water-polymer emulsions. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 42, n. 1, p. 201-208, Janeiro 1973.

LLOYD, D. R.; KIM, S. S.; KINZER, K. Low surface energy polymers and surface-active block polymers: II. Rigid microporous foams by emulsion polymerization. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 115, n. 2, p. 312-329, Fevereiro 1987.

LOOS, A. C.; SPRINGER, G. S. **Curing of graphite/epoxy composites**. Michigan University. Ann Arbor. 1983.

MANO, E. B.; MENDES, L. C. **Introdução a Polímeros**. 2a Edição. ed. São Paulo: Editora Edigard Blücher, 1999.

MANSON, J. A.; SPERLING, L. N. **Polymer blends and composites**. New York: Plenum Press, 1976.

MARKLEY, F. W. **Solid Filters**. USA 3661267, 9 May 1972.

NOGUEIRA, A. B.; DE ARAÚJO, M. S.; CERRI, J. A. **Planejamento experimental para estudo de composição de espumas em resina epóxi de células abertas**. 20o Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Joinville: [s.n.]. 2012.

NORTON, D. F. H. **Elements of Ceramics**. 2nd Edition. ed. Massachussets: Wesley Publishing Co., 1974.

OLIVEIRA, B. F.; CUNDA, L. A. B.; ÖCHSNER, A.; CREUS, G. J. **Comparison between RVE and Full Mesh Approaches for the Simulation of Compression Tests on Cellular Metals**. ACE-X - 2007 Advanced Computational Engineering and Experimenting. Algarve: [s.n.]. 2007.

PALUCH, M. P. **Obtenção de espuma microporosa para uso em um molde de colagem sob pressão de peças cerâmicas**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, p. 75. 2015.

PARDINI, L. C. **Comportamento dinâmico mecânico e fratura de materiais compostos epóxi/elastômero/fibra de carbono**. Universidade Federal de São Carlos. São Carlos. 1990.

PRODUTOS | Dow Brasil. **Website da Dow Brasil**, 1995. Disponível em: <<http://www.dow.com/brasil/produtos/>>. Acesso em: 10 Maio 2016.

RATNA, D. Epoxy Composites: Impact Resistance and Flame Retardancy. **Rapra Review Reports**, 16, 2005.

REED, J. S. **Principles of Ceramics Processing**. 2nd Edition. ed. New York: Wiley – Interscience , 1995.

SELLAK, R. **Elaboration et caractérisation d'une résine thermodurcissable conductrice**. Université du Maine. Le Mans, p. 193. 2014.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais**. Tradução de Daniel Vieira. 6a Edição. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008.

STEVENS, M. P. **Polymer Chemistry: An Introduction**. 3a Edição. ed. New York: Oxford University Press, 1999.

WENG, L. Y. ; JACICHEN, G.; DE ARAÚJO, M. S.; CERRI, J. A. **A tecnologia de colagem sob pressão como o fortalecimento competitivo para a indústria de louça de mesa nacional**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba.

WILLIAMS, R.; ROZENBERG, B.; PASCAULT, J.-P. Reaction-induced phase separation in modified thermosetting polymers. **Polymer Analysis Polymer Physics**, v. 128, p. 95-156, 1997.

ZHAO, W.; CUI, H.; WANG, K. Numerical Calculation of Transient Flow of Polymer Foam in Porous Media. **Open Journal of Fluid Dynamics** , v. 5, p. 215-223, 2015.

7 APÊNDICE A – DADOS DO SOFTWARE SONELASTIC

Tabela 21 - Dados do Software Sonelastic para a composição C075.10

Composição	Módulo de elasticidade	Coefficiente de Poisson	Frequência de amortecimento	Amortecimento	Amplitude
	E plan (GPa)	μ (Ad.)	(Hz)	(Ad.)	(V)
C01.075	0,896	0,24	5392,9	0,003931	0,003865
C02.075	0,78	0,24	5590,4	0,003019	0,002669
C03.075	0,86	0,24	5590,2	0,017847	0,001893
C04.075	0,9	0,24	5432,5	0,004433	0,002469
C05.075	0,92	0,24	5473,7	0,006405	0,002285
C06.075	0,76	0,24	5629,4	0,004348	0,00288
Média	0,70	0,24	5518,2	0,006663	0,002677

Tabela 22 - Dados do Software Sonelastic para a composição C100.10

Composição	Módulo de elasticidade	Coefficiente de Poisson	Frequência de amortecimento	Amortecimento	Amplitude
	E plan (GPa)	μ (Ad.)	(Hz)	(Ad.)	(V)
C01.100	1,78	0,24	8136,5	0,0001	0,001359
C02.100	1,86	0,24	8308,9	0,000025	0,001358
C03.100	0,7	0,24	5243,3	0,008211	0,002623
C04.100	0,65	0,24	5331,5	0,002581	0,001672
C05.100	0,69	0,24	5326,7	0,029171	0,002162
C06.100	0,76	0,24	5200,9	0,025425	0,001906
Média	1,07	0,24	6258,0	0,010919	0,001847

Tabela 23 - Dados do Software Sonelastic para a composição C125.10

Composição	Módulo de elasticidade	Coefficiente de Poisson	Frequência de amortecimento	Amortecimento	Amplitude
	E plan (GPa)	μ (Ad.)	(Hz)	(Ad.)	(V)
C01.125	1,31	0,24	0	0	0,002852
C02.125	1,34	0,24	5004,1	0,01831	0,005199
C03.125	1,29	0,24	5190,0	0,014553	0,005211
C04.125	1,36	0,24	0	0	0,00324
C05.125	1,36	0,24	4922,3	0,014775	0,002882
C06.125	1,32	0,24	4934,2	0,016756	0,004483
Média	1,33	0,24	3341,8	0,010732	0,003978

