



Instituto Superior de Engenharia de Lisboa
Departamento de Engenharia Mecânica

Desenvolvimento e avaliação de propriedades mecânicas de compósitos recicláveis

MIGUEL QUENTAL NUNES
(Licenciado em Engenharia Mecânica)

Trabalho Final de Mestrado para obtenção do grau de Mestre
em Engenharia Mecânica

Orientador (es):

Doutor Ivo Manuel Ferreira de Bragança
Doutora Ana Catarina Cardoso de Sousa
Doutora Maria Amélia Ramos Loja

Júri:

Presidente: Doutora Cláudia Sofia Séneca da Luz Casaca
Vogais:
Doutor Afonso Manuel Costa Sousa Leite
Doutor Ivo Manuel Ferreira de Bragança

Maio de 2023



**Instituto Superior de Engenharia de Lisboa
Departamento de Engenharia Mecânica**

Desenvolvimento e avaliação de propriedades mecânicas de compósitos recicláveis

MIGUEL QUENTAL NUNES
(Licenciado em Engenharia Mecânica)

Trabalho Final de Mestrado para obtenção do grau de Mestre
em Engenharia Mecânica

Orientador (es):

Doutor Ivo Manuel Ferreira de Bragança
Doutora Ana Catarina Cardoso de Sousa
Doutora Maria Amélia Ramos Loja

Júri:

Presidente: Doutora Cláudia Sofia Séneca da Luz Casaca
Vogais:
Doutor Afonso Manuel Costa Sousa Leite
Doutor Ivo Manuel Ferreira de Bragança

Maio de 2023

Agradecimentos

O presente trabalho final de mestrado representa o culminar do meu percurso académico, que seria impossível de concretizar sem todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para o meu sucesso. Desta forma, agradeço a todos os que me acompanharam neste longo percurso. No entanto, não poderia deixar fazer alguns agradecimentos especiais.

Em primeiro lugar, agradecer aos docentes Professor Ivo Bragança, Professora Catarina Sousa e Professora Maria Amélia, pela disponibilidade, profissionalismo e rigor que demonstraram no desenvolvimento deste trabalho e, foram sem dúvida, quem mais contribuiu para finalizar esta etapa.

Ao Instituto Superior de Engenharia de Lisboa, Departamento de Engenharia Mecânica e Departamento de Engenharia Química pela realização do trabalho experimental no Laboratório de Química Inorgânica e Área Departamental de Tecnologia Mecânica e Gestão Industrial do Instituto Superior Técnico por disponibilizar o acesso a grande parte dos equipamentos utilizados no desenvolvimento experimental do presente trabalho.

Um especial obrigado à minha família, nomeadamente aos meus pais e à minha irmã, que sempre me ajudaram, apoiaram, encaminharam e aconselharam no decorrer, não só deste projeto, mas de todo o meu percurso.

Aos meus colegas e amigos pelo companheirismo e pela motivação que sempre me transmitiram no desenvolvimento deste projeto, nomeadamente, o Bernardo Oliveira, o João Alvalá, a Sónia Moreira, o José Magalhães e o André Patrício.

Por fim, mas não menos importante, um especial agradecimento à Beatriz Constantino por toda a paciência, motivação e companheirismo durante todo este percurso.

Resumo

A utilização de materiais compósitos de polímeros de origem sintética reforçados com fibras (FRP) causa um impacto ambiental considerável. A consciencialização das indústrias e a aplicação de políticas ambientais que visam contrariar o impacto causado, impulsionaram a investigação e o desenvolvimento de materiais provenientes de recursos naturais. Assim, surgiu a necessidade de encontrar materiais economicamente viáveis, que satisfizessem as necessidades industriais e ambientais - os materiais compósitos eco sustentáveis.

Este projeto visa o desenvolvimento de um material compósito eco sustentável, produzido através de matérias-primas derivadas de recursos naturais, utilizando uma resina natural, derivada de óleo de soja, AESO, e dois tipos de reforço, o *Kaolin* e a celulose microcristalina (MCC) e, como fotoiniciador, a benzofenona. A radiação ultra-violeta foi utilizada para o processo de cura. Foram produzidas diferentes misturas de materiais e caracterizadas através de ensaios mecânicos.

Inicialmente, foram produzidos provetes utilizando resina AESO, variando apenas as quantidades dos dois tipos de enchimento (0-15%) e do fotoiniciador (0-1%).

Posteriormente, foi efetuada a caracterização mecânica dos materiais através de testes mecânicos, tais como ensaios de Dureza e Tração, e obtidas propriedades como a dureza, resistência à tração, módulo de *Young* e coeficiente de *Poisson*. Os ensaios de Tração foram efetuados com recurso a um equipamento de correlação de imagem digital. Foi ainda avaliada a sua capacidade de absorção de água.

Caracterizados todos os materiais compósitos produzidos, recorreu-se à regra das misturas como método de homogeneização. Posteriormente, foram efetuadas análises de elementos finitos com o propósito de comprovar os dados obtidos experimentalmente.

De acordo com as propriedades mecânicas obtidas verifica-se que os materiais produzidos apenas terão aplicação em situações bastante específicas. No entanto, considera-se que, tendo em conta a sustentabilidade das matérias-primas utilizadas, poderão ser considerados um bom ponto de partida para a diminuição do impacto ambiental causado pelos materiais compósitos convencionais.

Palavras-chave: Compósitos biodegradáveis, Óleo de soja, Resinas naturais, Cura por UV, Celulose microcristalina, Kaolin, Propriedades Mecânicas.

Abstract

The use of synthetic fiber-reinforced polymer composite materials (FRP) causes a considerable environmental impact. The awareness of industries and the application of environmental policies aimed at countering the impact have driven research and development of materials derived from natural resources. Thus, the need arose to find economically viable materials that met industrial and environmental needs - eco-sustainable composite materials.

This project aims to develop an eco-sustainable composite material produced using raw materials derived from natural resources, using a natural resin derived from soybean oil, AESO, and two types of reinforcement, Kaolin and microcrystalline cellulose (MCC), and as a photoinitiator, benzophenone. Ultra-violet radiation was used for the curing process. Different material mixtures were produced and characterized through mechanical tests.

Initially, test specimens were produced using AESO resin, varying only the amounts of the two types of filler (0-15%) and the photoinitiator (0-1%). Subsequently, mechanical characterization of the materials was carried out through mechanical tests such as hardness and tensile tests, and properties such as hardness, tensile strength, Young's modulus, and Poisson's ratio were obtained. Tensile tests were carried out using a digital image correlation equipment. Its water absorption capacity was also evaluated.

After characterizing all the produced composite materials, the rule of mixtures was used as a method of homogenization. Subsequently, finite element analysis was carried out to verify the experimentally obtained data.

According to the obtained mechanical properties, it is evident that the produced materials will only have application in very specific situations. However, considering the sustainability of the raw materials used, they can be considered a good starting point for reducing the environmental impact caused by conventional composite materials.

Keywords: Biodegradable composites, Soybean oil, Natural resins, UV curing, microcrystalline cellulose, Kaolin Mechanical properties.

Lista de abreviaturas, siglas e acrónimos

AESO – Óleo de Soja Epoxidado e Acrilado;

DIC – Digital Image Correlation (Correlação de imagem digital);

CMM - Compósitos de matriz metálica;

CMC - Compósitos de matriz cerâmica;

FDM – Fused Deposition Modeling;

FEA – Finite Elements Analysis (Análise de elementos finitos);

FRP – Fiber Reinforced Polymers (Polímeros reforçados por fibras);

MCC – Microcrystalline Cellulose (Celulose microcristalina);

PMC - Compósitos de matriz polimérica;

ROM – Rule of Mixtures (Regra das Misturas);

rpm – Rotações por minuto;

UV – Ultra-Violeta

xMMCyB – Compósito de resina AESO com percentagem x de celulose microcristalina e percentagem y de bezofenona;

xKyB – Compósito de resina AESO com percentagem x de kaolin e percentagem y de bezofenona;

σ_c – Tensão de tração máxima do compósito, em MPa;

σ_m – Tensão de tração máxima da matriz, em MPa;

σ_r – Tensão de tração máxima do reforço, em MPa;

ρ – densidade, em g/cm³

Índice

| | | |
|-------|---|----|
| 1 | Introdução | 1 |
| 2 | Estado da arte | 5 |
| 2.1 | Enquadramento..... | 5 |
| 2.2 | Materiais Compósitos Convencionais | 8 |
| 2.2.1 | Matriz | 9 |
| 2.2.2 | Reforço sintético | 11 |
| 2.3 | Materiais compósitos eco sustentáveis..... | 12 |
| 2.3.1 | Matriz biodegradável..... | 13 |
| 2.3.2 | Reforço Natural | 14 |
| 2.4 | Processos de fabrico..... | 16 |
| 3 | Desenvolvimento e Metodologia..... | 17 |
| 3.1 | Seleção de materiais | 17 |
| 3.1.1 | Matriz | 17 |
| 3.1.2 | Materiais de enchimento | 18 |
| 3.1.3 | Fotoiniciador | 20 |
| 3.2 | Equipamentos Experimentais..... | 21 |
| 3.2.1 | Equipamentos associados ao fabrico dos provetes | 21 |
| 3.2.2 | Equipamentos de ensaios para caracterização dos materiais..... | 23 |
| 3.3 | Produção dos provetes..... | 26 |
| 3.3.1 | Conceção e Produção dos moldes | 26 |
| 3.3.2 | Preparação das misturas e produção dos provetes..... | 29 |
| 3.4 | Ensaaios para caracterização dos provetes de resina reforçada | 30 |
| 3.4.1 | Plano de Ensaaios..... | 31 |
| 3.5 | Método de homogeneização e análise de elementos finitos | 32 |
| 3.5.1 | Regra das misturas | 32 |
| 3.5.2 | Análise de elementos finitos | 33 |
| 4 | Resultados e discussão | 39 |
| 4.1 | Ensaaios exploratórios | 39 |
| 4.2 | Caracterização dos provetes de resina reforçada..... | 41 |
| 4.2.1 | Dureza | 41 |
| 4.2.2 | Resistência à tração | 44 |
| 4.2.3 | Coefficiente de <i>Poisson</i> | 50 |
| 4.2.4 | Absorção de Água | 53 |
| 4.2.5 | Reciclagem..... | 54 |
| 4.3 | Regra das misturas | 55 |
| 4.4 | Análise de Elementos Finitos..... | 59 |
| 4.4.1 | Estudo estático através das propriedades resultantes dos ensaios | 59 |
| 4.4.2 | Estudo estático através das propriedades resultantes da aplicação da ROM..... | 62 |
| 4.4.3 | Estudo estático de uma “nova” mistura com recurso à ROM | 64 |
| 5 | Conclusão e trabalhos futuros | 67 |
| | Referências..... | 71 |

Índice de Figuras

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Comparação do impacto da reciclagem nos compósitos em fim de vida [5] | 7 |
| Figura 2 - Etapas do ciclo de vida dos materiais [7] | 7 |
| Figura 3 - Diagrama das fases constituintes de um material compósito (adaptado de [11])..... | 8 |
| Figura 4 - Classificação dos materiais compósitos tendo em conta a sua matriz (adaptado de [17])..... | 9 |
| Figura 5 - Classificação dos materiais compósitos tendo em conta a forma do material de reforço (adaptado de [14])..... | 12 |
| Figura 6 - Classificação das fibras naturais de acordo com a sua origem (adaptado de [31]) | 14 |
| Figura 7 - Resina AESO..... | 18 |
| Figura 8 - Estrutura da celulose..... | 19 |
| Figura 9 - Estrutura do kaolin | 19 |
| Figura 10 - Kaolin e MCC em forma de pó | 20 |
| Figura 11 - Benzofenona em forma de cristais..... | 20 |
| Figura 12 – Impressora 3D - Ender 3 Pro | 21 |
| Figura 13 - a) Placa de aquecimento com agitador; b) Mistura em preparação com auxílio da placa com agitador | 22 |
| Figura 14 - Diferentes montagens utilizadas para efetuar a cura por UV; a) montagem inicial com lâmpadas de 280 nm; b) montagem com lâmpadas de 405 nm. c) montagem com lâmpadas de 356 nm; d) montagem com lâmpadas de 405 nm com a utilização de uma câmara de cura. . | 23 |
| Figura 15 - Durómetro ZWICK | 24 |
| Figura 16 - Equipamento de Tração INSTRON 5966..... | 25 |
| Figura 17 - Preparação dos provetes para o ensaio de DIC..... | 25 |
| Figura 18 - Equipamento da DANTEC DYNAMICS..... | 26 |
| Figura 19 - Proвете de Tração: Dimensões para conceção do provete de tração retiradas da Norma ASTM D638..... | 27 |
| Figura 20 - Molde obtido com recurso ao FDM | 28 |
| Figura 21 – “Caixa de Petri” utilizada para os ensaios exploratórios | 28 |
| Figura 22 - Testes iniciais (incidência da luz UV)..... | 28 |
| Figura 23 - Câmara de Cura e Molde otimizados | 29 |
| Figura 24 - Volume da matriz e material de reforço para a regra das misturas. m - matrix; f - fibre (adaptado de [38])..... | 33 |
| Figura 25 - Caracterização dos provetes no software Solidworks (imagem retirada do software) | 35 |
| Figura 26 - Criação de "Restrains"..... | 35 |
| Figura 27 - Aplicação das solicitações de acordo com os resultados dos ensaios realizados | 36 |
| Figura 28 - Criação de malha | 36 |
| Figura 29 - Primeira montagem de projetores UV | 39 |
| Figura 30 - Primeiros testes efetuados em caixas de Petri | 40 |
| Figura 31 - a) resultados do ensaio exploratório da resina AESO. b) resultado do ensaio exploratório da resina AESO + endurecedor "luperox". c) resultado do ensaio exploratório da resina AESO + endurecedor de Amina | 40 |
| Figura 32 - Resultados obtidos nos ensaios de dureza Shore A nos provetes de resina reforçada com Kaolin..... | 42 |
| Figura 33 - Resultados obtidos nos ensaios de dureza Shore A nos provetes de resina reforçada com MCC..... | 43 |
| Figura 34 - Resistência à tração dos provetes de resina reforçada com Kaolin | 45 |
| Figura 35 - Resistência à tração dos provetes de resina reforçada com MCC | 46 |

| | |
|--|----|
| Figura 36 - a) Resultados extensão provetes de resina reforçada com MCC; b) Resultados extensão provetes de resina reforçada com Kaolin (nas barras estão indicadas as diferentes percentagens de fotoiniciador) | 48 |
| Figura 37 - a) Resultados Módulo de Young resina reforçada com MCC; b) Resultados Módulo de Young resina reforçada com Kaolin..... | 48 |
| Figura 38 – Defeitos interiores verificados da zona de tração do provete após a realização do ensaio..... | 49 |
| Figura 39 - Defeitos na zona de tração..... | 49 |
| Figura 40 - a) Gráfico de Tensão - Extensão do provete 10K0,5B_1; b) Gráfico de Tensão - Extensão do provete 10MCC1B_2..... | 50 |
| Figura 41 - Extensões nas direções y e z medidas com recurso ao sistema DIC | 51 |
| Figura 42 - Valores de extensão nas direções y e z após o tratamento de dados | 52 |
| Figura 43 - a) Resultados Absorção de Água resina reforçada com MCC; b) Resultados Absorção de Água resina reforçada com Kaolin..... | 53 |
| Figura 44 - Ensaio de dissolução após 3 horas; a) 10K0.5B; b) 10MCC0.5B | 54 |
| Figura 45 - Ensaio de dissolução após 16 horas; a) 10K0.5B; b) 10MCC0.5B | 55 |
| Figura 46 - Exemplo gráfico tensão-extensão..... | 59 |
| Figura 47 - Resistência à tração – 5K1B_3 (simulação SolidWorks)..... | 60 |
| Figura 48 – Deformação – 5K1B_3 (simulação SolidWorks) | 61 |
| Figura 49 - Extensão – 5K1B_3 (simulação SolidWorks) | 61 |
| Figura 50 - Resistência à tração – 5K1B – ROM (simulação SolidWorks)..... | 63 |
| Figura 51 – Deformação – 5K1B – ROM (simulação SolidWorks) | 63 |
| Figura 52 - Extensão – 5K1B – ROM (simulação SolidWorks)..... | 63 |

Índice de Tabelas

| | |
|--|----|
| Tabela 1 - Biopolímeros derivados de óleos vegetais e sua aplicação (adaptado de [28])..... | 14 |
| Tabela 2 - Propriedades mecânicas do material compósito produzido por Kwaśniewska et al. 2020 (retirado de [32]) | 16 |
| Tabela 3 - Misturas realizadas, quantidades utilizadas por provete na produção de compósitos de AESO com MCC e Kaolin | 30 |
| Tabela 4 - Plano de ensaios | 32 |
| Tabela 5 - Comparação valores médios de dureza Kaolin vs MCC..... | 43 |
| Tabela 6 - Resultados máximos de resistência à tração (Kaolin)..... | 46 |
| Tabela 7 - Resultados máximos para resistência à tração (MCC)..... | 46 |
| Tabela 8 - Resultados de Coeficiente de Poisson..... | 52 |
| Tabela 9 - Propriedades das resinas produzidas | 56 |
| Tabela 10 - Propriedades das resinas considerando os provetes de menor resistência | 56 |
| Tabela 11 - Propriedades teóricas das partículas de Kaolin e MCC. | 57 |
| Tabela 12 - Resultados regra das misturas VS experimentais para as misturas produzidas..... | 58 |
| Tabela 13 - Comparação entre os resultados obtidos experimentalmente VS FEA..... | 62 |
| Tabela 14 - Comparação entre os resultados médio com base nos resultados experimentais VS regra das misturas (5K1B)..... | 64 |
| Tabela 15 - Propriedades teóricas dos provetes 2,5MCC0,5B, 12MCC0,5B, 2,5K0,5B e 12K0,5B (ROM) | 64 |
| Tabela 16 - Resultados de caracterização dos provetes 2,5MCC0,5B, 12MCC0,5B, 2,5K0,5B e 12K0,5B (simulação SolidWorks) | 65 |

1 Introdução

A incorporação dos materiais compósitos nas mais variadas indústrias deve-se às vantagens que estes trazem face à utilização de materiais convencionais. Estes conferem, principalmente, uma redução de peso, ainda que mantendo boas propriedades, como a resistência à tração, elevada rigidez e estabilidade estrutural e resistência à corrosão.

As grandes vantagens inerentes à utilização de materiais compósitos em detrimento dos materiais ditos convencionais têm vindo a originar um grande desenvolvimento e investimento nessa área. No entanto, a dificuldade de reciclar estes materiais tem vindo a tornar-se num grande entrave, sendo que os principais métodos utilizados para os materiais compósitos em fim de vida são a deposição em aterros e a incineração [1]. A associar a esta grande desvantagem, os materiais compósitos convencionais são compostos por materiais derivados de recursos finitos, como é o petróleo. Assim, a crescente utilização dos mesmos causa um impacto significativo no meio ambiente.

Para colmatar este impacto causado, surgiu a necessidade de criar alternativas viáveis que permitissem substituir os materiais compósitos convencionais, por materiais compósitos produzidos através de materiais biodegradáveis e de fontes renováveis. Nesse sentido, grandes esforços têm sido feitos no desenvolvimento de materiais compósitos eco sustentáveis.

A escolha do tema para o desenvolvimento deste projeto advém do paradigma económico e ambiental que a sociedade mundial enfrenta, no qual existem neste momento duas vertentes distintas: (i) por um lado, a necessidade de melhorar a eficiência e produtividade, que direcionam as indústrias na procura de soluções que lhes sejam economicamente viáveis; (ii) por outro lado, o facto de a exponencial exploração de recursos finitos ter consequências ambientais irreversíveis. Destas duas vertentes resulta a necessidade de realizar investimentos para a criação de alternativas que apoiem a sustentabilidade.

O tema deste trabalho assenta precisamente nesse dilema, onde as excelentes potencialidades dos materiais compósitos e a sua crescente aplicação começam a representar um problema ambiental, especialmente no final do seu ciclo de vida. A dificuldade de reciclar a maioria destes materiais evidencia a necessidade de desenvolvimento de materiais compósitos sustentáveis e recicláveis. Tendo em conta esta

realidade, o principal objetivo deste trabalho consiste i) na concepção de um material compósito eco sustentável, produzido a partir de materiais com origem em fontes naturais, ii) obter experimentalmente as suas propriedades mecânicas e iii) efetuar análises de elementos finitos utilizando as propriedades mecânicas resultantes dos ensaios mecânicos e também as propriedades resultantes da utilização de métodos de homogeneização.

Para a concepção deste material compósito formado por uma matriz (resina), reforçada por microfibras, foram utilizadas diferentes combinações de materiais, cuja base foi a resina derivada do óleo de soja (AESO). Para reforço, foram utilizadas percentagens distintas de dois tipos de reforço naturais, a celulose microcristalina (material orgânico) e o silicato de alumínio (material inorgânico).

Para além da criação de um material compósito sustentável, foi também objetivo e particularidade deste projeto, a seleção do processo de cura a utilizar - Radiação UV. A escolha deste processo de cura baseou-se no facto de não produzir calor, permitindo a manutenção das características individuais dos materiais de base, bem como de possíveis elementos a adicionar.

O conhecimento adquirido no desenvolvimento deste trabalho poderá ser transferido para a área do fabrico aditivo, através de tecnologias de estereolitografia, revelando-se como uma mais-valia do trabalho desenvolvido.

O desenvolvimento destes materiais compósitos sustentáveis visa ir ao encontro das necessidades *infra* apresentadas por parte das indústrias, fornecendo assim materiais que, através das suas características, contribuam para a substituição dos materiais compósitos convencionais, atendendo às atuais necessidades ambientais.

O presente documento reflete o processo de desenvolvimento de um material compósito eco sustentável, a sua caracterização mecânica e finalmente uma análise de elementos finitos.

No Capítulo 1, encontra-se um enquadramento deste tema no contexto atual, revelando a sua importância tendo em conta as preocupações ambientais e também o principal objetivo do desenvolvimento de materiais provenientes de recursos naturais.

Já no Capítulo 2 é apresentado o Estado-da-Arte dos materiais compósitos. São abordados os materiais compósitos convencionais e quais os principais motivos para a sua utilização exponencial, processos de fabrico, as limitações da sua reciclagem, e seguidamente, os

materiais compósitos eco sustentáveis. Será também demonstrada a necessidade da criação de materiais compósitos eco sustentáveis uma vez que grande utilização dos materiais compósitos provenientes de recursos finitos e derivados de petróleo causa um impacto negativo pela dificuldade de os reciclar.

No Capítulo 3 encontram-se descritos todos os passos percorridos desde a produção destes materiais até à sua caracterização. Para a produção dos materiais compósitos eco sustentáveis, será apresentada a escolha dos materiais a incorporar neste novo material, processo de cura a utilizar, produção de moldes e câmara de cura. Posteriormente, é apresentada uma descrição dos ensaios a realizar para a caracterização dos provetes produzidos. Já numa fase final, é enunciado o método de homogeneização a utilizar e quais as condições e particularidades da sua utilização, permitindo efetuar uma análise de elementos finitos. Ao longo de todo o Capítulo 3 serão também apresentados todos os equipamentos utilizados no decurso deste trabalho.

No Capítulo 4, apresentam-se os resultados obtidos através dos ensaios de caracterização efetuados e respetiva análise.

Por fim, o Capítulo 5, diz respeito à apresentação das principais conclusões retiradas no decurso do desenvolvimento do presente trabalho. Serão também, neste capítulo, apresentados desenvolvimentos futuros que permitam prosseguir com o importante processo de desenvolvimento de materiais compósitos eco sustentáveis.

2 Estado da arte

2.1 Enquadramento

A primeira utilização de materiais compósitos na história já data de há muitos anos. Desde então, foram utilizadas combinações de vários materiais individuais com o propósito de obter um novo material compósito, de propriedades reforçadas, por forma a satisfazer um determinado fim.

Estes materiais têm estado presentes desde sempre, já que, a madeira, é considerada o primeiro material compósito na natureza, a qual é composta por fibras de celulose e lignina que atua como matriz. Ainda assim, desde muito cedo, foram desenvolvidas diversas misturas entre alguns materiais com o propósito de criar um material final com melhores características [2].

A utilização dos materiais compósitos remonta ao antigo Egipto, há cerca de 3000 anos, onde eram utilizados materiais compósitos através da combinação entre palha e lama para serem, posteriormente, utilizados para construir paredes e colunas [1].

Com o passar dos anos foram surgindo cada vez mais exemplos da utilização de materiais compósitos, os quais continham diversas combinações de materiais abundantes nas épocas em que foram desenvolvidos. Eram utilizados, por exemplo, madeira, ossos, entre outros [3].

Desde então, tem havido bastantes desenvolvimentos relativamente a estes materiais, procurando a obtenção de materiais com maior período de vida útil.

A criação dos plásticos, por volta dos anos 1930, permitiu a sua utilização como resina nos materiais compósitos, o que resultou no desenvolvimento dos *Fiber Reinforced Polymers* (FRP), os materiais compósitos mais utilizados nos dias que correm [1], [3].

As suas características estiveram fortemente relacionadas com o seu grande desenvolvimento, pois foram sempre vistas como alternativas que conferiam redução de peso, boa resistência mecânica e resistência à corrosão, bem como a transparência às frequências de rádio. Todas estas características proporcionam uma vasta possibilidade de utilizações dos materiais compósitos em diferentes indústrias [3].

Em meados dos anos 1950, começaram a emergir os materiais compósitos de fibra de carbono, tendo em vista a substituição do metal por este novo material [3]. A criação de novos materiais está também associada ao desenvolvimento de processos tecnológicos utilizados para a sua produção [1].

Todo o processo de desenvolvimento de materiais compósitos, apesar de apresentar várias vantagens relativamente aos materiais anteriormente utilizados, trouxe também algumas desvantagens. Apesar do grande período de vida útil que estes apresentam, o seu fim de vida revelou-se uma grande desvantagem do ponto de vista da sustentabilidade. Isto porque, a reciclagem destes materiais contribui fortemente para o desenvolvimento sustentável dos processos industriais e, ao contrário dos materiais convencionais, como os metais, vidro, entre outros, que podem ser reciclados, tendo assim uma vida útil mais prolongada, a reciclagem dos materiais compósitos ainda não permite, eficazmente, o prolongamento da sua vida útil pela dificuldade de separar os seus constituintes, afetando, assim, a sustentabilidade das indústrias que os utilizam. Para além do indicado acima, surgem também problemas ambientais, o que, no contexto atual, constitui um grande entrave à sua utilização. A exploração intensiva dos recursos finitos gera consequências irreversíveis na natureza e, tendo em conta que existem grandes quantidades de materiais compósitos em utilização nas várias indústrias (desde a indústria da energia, aeronáutica, automóvel) que estão neste momento a atingir o seu fim de vida, as consequências ambientais serão ainda maiores. Com vista à minimização dos danos causados à natureza, foi criada legislação específica cujo propósito assenta na gestão dos desperdícios resultantes da utilização dos materiais na engenharia. Esta legislação impõe que os materiais em fim de vida sejam totalmente reciclados para que possam servir novos propósitos [4].

Os materiais compósitos em fim de vida continuam a oferecer excelentes propriedades, no entanto, a dificuldade, atualmente, continua a residir na reciclagem destes materiais [1].

As soluções, mais comuns, empregadas a estes materiais em fim de vida são a incineração, a deposição em aterros ou a reciclagem. No entanto, as primeiras apresentam impactos bastante mais negativos nas alterações climáticas e na qualidade dos ecossistemas, quando comparadas com a reciclagem (Figura 1 e Figura 2). Nos últimos anos tem havido um aumento de preços e foi, inclusivamente, imposta a proibição de utilização, quer da incineração, quer da deposição em aterros, por parte de alguns dos países da Europa, o

que tem contribuído em grande escala para a consciencialização relativamente à necessidade de desenvolver processos de reciclagem eficazes e desenvolver a produção de materiais eco sustentáveis [1].

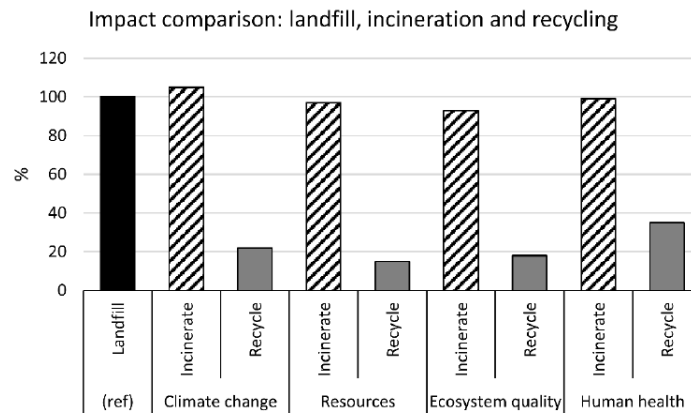


Figura 1 - Comparação do impacto da reciclagem nos compósitos em fim de vida [5]

Tendo em conta o acima referido relativamente à dificuldade em efetuar a reciclagem dos materiais compósitos, ditos “convencionais”, derivados de recursos finitos e, também ao facto de estes materiais demorarem bastante tempo para se decomporem, surgiu a necessidade de inovar, combatendo estas premissas. Posto isto, o contexto atual aponta para um enorme esforço no desenvolvimento de materiais compósitos, total ou parcialmente de origem natural. Isto é, com os novos desenvolvimentos neste campo, surgiram dois grupos diferentes de biocompósitos - os verdes e os *eco-friendly*. Os materiais compósitos verdes são materiais que têm na sua composição materiais de origem renovável. No que se refere aos materiais compósitos *eco-friendly*, ou a sua fibra ou a sua matriz serão de origem natural [6].

Não deixa de ser interessante o facto de que, após tantos desenvolvimentos nesta área, estejamos, neste momento, a voltar a utilizar materiais de origem natural, tal como os primeiros materiais compósitos que surgiram na história.

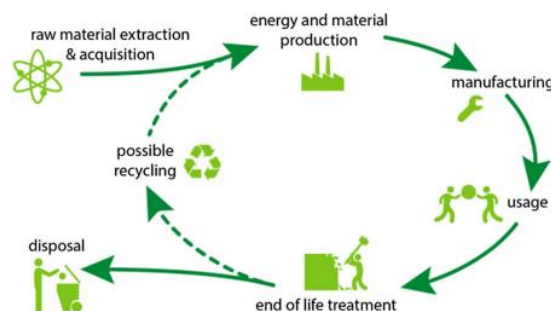


Figura 2 - Etapas do ciclo de vida dos materiais [7]

2.2 Materiais Compósitos Convencionais

Os materiais compósitos podem ser definidos pela combinação, numa escala macroscópica, de dois ou mais materiais, distintos entre si e, por sua vez, com propriedades distintas, com o objetivo de criar um material único, com as propriedades desejadas, superiores às dos seus constituintes [8]. O propósito da criação de materiais compósitos é, não só, aproveitar as vantagens que cada material individual apresenta, mas também tentar eliminar os pontos fracos de cada um, através da sua combinação. A seleção dos materiais a combinar para a obtenção do material compósito é feita com base na aplicação que este terá. Uma característica única, que aumenta grandemente a procura e utilização destes materiais é a possibilidade de serem produzidos para cumprirem os requisitos de design ao selecionar os seus constituintes, tendo em vista a sua utilização final [9].

Os materiais compósitos são compostos por uma matriz e por um material de reforço [10].

Um material compósito é constituído por três fases, conforme se apresenta na Figura 3 abaixo. A matriz é a fase contínua e pode ser polimérica, metálica ou cerâmica. O reforço é considerado a fase descontínua e pode apresentar-se na forma de fibras, longas ou curtas, ou partículas. A ligação entre a matriz e o material de reforço dá-se por intermédio de uma nova fase, denominada de interface [11].

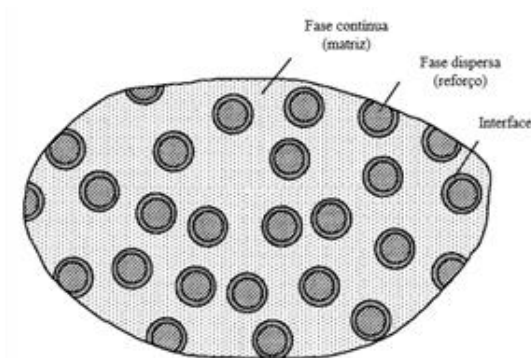


Figura 3 - Diagrama das fases constituintes de um material compósito (adaptado de [11])

Por se revelar de extrema importância no desempenho dos materiais compósitos, a interface, deve ser otimizada, uma vez que dela dependem propriedades, tais como a rigidez ou resistência mecânica do material compósito. Assim sendo, a adesão entre a fase contínua e a fase descontínua é parte preponderante para conferir boas características a estes materiais e potenciar as características combinadas dos seus constituintes, como é a transferência de cargas aplicadas, da matriz para o reforço [12], [13].

Materiais com boa capacidade para suportar tensões, com capacidade de incorporação de um reforço e capazes de oferecer fortes uniões, são materiais que poderão ser utilizados como matriz de um material compósito. As principais funções da matriz são a ligação, suporte do reforço e a capacidade de se deformar, por forma a promover a distribuição das tensões às quais está sujeito, pelas fibras do material de reforço [14].

Já o material de reforço influencia propriedades como a rigidez, resistência e densidade dos materiais compósitos. Este material é também aquele que suporta a maior parte das solicitações mecânicas. O tipo e geometria do material de reforço confere diferentes propriedades ao material compósito [15].

2.2.1 Matriz

A natureza química da matriz utilizada nos materiais compósitos é utilizada para a sua classificação (Figura 4). Assim sendo, estes podem classificar-se como [16]:

- Compósitos de matriz metálica (CMMs);
- Compósitos de matriz polimérica (PMCs);
- Compósitos de matriz cerâmica (CMCs).

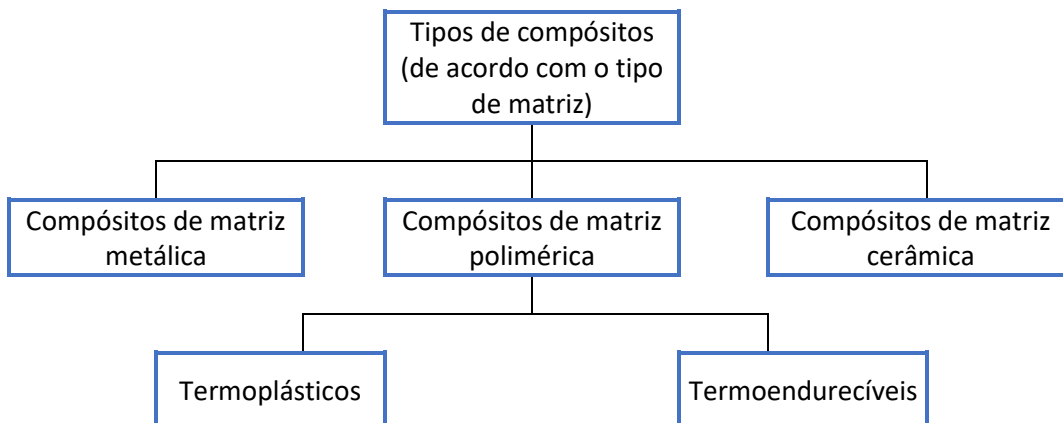


Figura 4 - Classificação dos materiais compósitos tendo em conta a sua matriz (adaptado de [17])

Compósitos de matriz metálica

Nos materiais compósitos de matriz metálica, e como o próprio nome indica, a matriz ou é metálica, ou detém uma liga metálica. Relativamente aos materiais de reforço utilizados, estes são, na sua maioria, materiais cerâmicos ou mesmo metálicos, em forma de partículas, fibras contínuas ou descontínuas [16], [18].

Este tipo de material compósito demonstra excelentes propriedades, tais como baixa densidade, alta resistência mecânica, boa resistência ao desgaste, baixo coeficiente de expansão térmica e bom desempenho a altas temperaturas.

Geralmente, os CMMs são constituídos por matrizes de alumínio, o que torna estes materiais bastante leves. Devido a todas estas características, estes materiais são utilizados em muitas áreas da engenharia, de onde se destacam as indústrias aeroespacial e automóvel [19].

Compósitos de matriz polimérica

Os compósitos de matriz polimérica são compostos por dois tipos de polímeros, os termoplásticos e termoendurecíveis.

Quando um material termoplástico é exposto a altas temperaturas, as forças intermoleculares são bastante reduzidas, até mesmo ao material se tornar macio, flexível e, posteriormente, num fluido viscoso. À medida que este arrefece, volta a tornar-se num sólido. Este ciclo, utilizado na produção de materiais compósitos pode ser repetido várias vezes, revelando-se uma vantagem, uma vez que permite empregar vários processos de moldagem utilizando o mesmo material. Esta característica é, igualmente, uma desvantagem, uma vez que a repetição do aquecimento seguido do arrefecimento destes materiais degrada as suas propriedades [20]. Estas matrizes são caracterizadas por apresentarem boas propriedades químicas, como a boa resistência à corrosão, isolamento térmico e elétrico, e também boa resistência mecânica. Além destas propriedades, os materiais termoplásticos, quando comparados com os materiais termoendurecíveis, têm maior tendência para deformar quando sujeitos a cargas de longa duração. As propriedades que caracterizam estes materiais levaram as indústrias a optar pela substituição de metais, tais como o alumínio [21].

À semelhança das matrizes termoplásticas, também as matrizes termoendurecíveis requerem a utilização de calor no seu processo de fabrico, no entanto, em muitos casos onde este tipo de matrizes é utilizado, esta é combinada com um endurecedor [22]. O endurecedor, na presença de calor, desencadeia uma reação de polimerização, resultando numa boa adesão molecular da matriz. Esta reação é irreversível e o material torna-se insolúvel à maioria dos solventes utilizados. Uma vez que as ligações intermoleculares destes materiais são desencadeadas por uma reação química, as suas propriedades não sofrem tantas alterações influenciadas pela temperatura. Quando comparada com as

matrizes termoplásticas, geralmente estas apresentam um módulo de *Young* superior e também melhor resistência a altas temperaturas [16], [20], [22].

As matrizes termoendurecíveis mais comumente utilizadas são poliésteres, fenoplastos, resinas epoxídicas, poliuretanos e poliamidas [22].

As resinas termoendurecíveis são mais utilizadas na produção de materiais compósitos, quando comparadas com as resinas termoplásticas. Essa utilização mais intensiva deve-se, principalmente, ao facto de estas apresentarem melhor comportamento e melhor resistência a altas temperaturas e maior módulo de *Young* [16].

Compósitos de matriz cerâmica

Os CMCs são geralmente compostos por um ou mais reforços tais como fibras, nanotubos de carbono (CNTs) ou partículas. Estes materiais oferecem boa resistência ao desgaste, à fratura e boa estabilidade a altas temperaturas [23].

Os compósitos de matriz cerâmica apresentam uma particularidade quando comparados com os compósitos de matriz metálica e matriz polimérica já que, geralmente, as matrizes cerâmicas são caracterizadas por serem mais frágeis. Estas possuem menor resistência à tração, flexão, menor ductilidade e resistência a impactos do que as fibras que compõem o compósito. Assim, nos materiais compósitos de matriz cerâmica, a falha ocorre primeiro na matriz, evitando, assim, uma falha precoce das fibras que o compõem [16].

2.2.2 Reforço sintético

À semelhança da classificação destes materiais, de acordo com a sua matriz, estes podem também ser classificados quanto ao tipo de material de reforço, mais especificamente, à geometria/tamanho do material de reforço que incorpora o compósito, e podem ser classificados, quanto ao material de reforço, como:

- Compósitos reforçados por fibras;
- Compósitos reforçados por partículas;
- Compósitos reforçados por camadas.

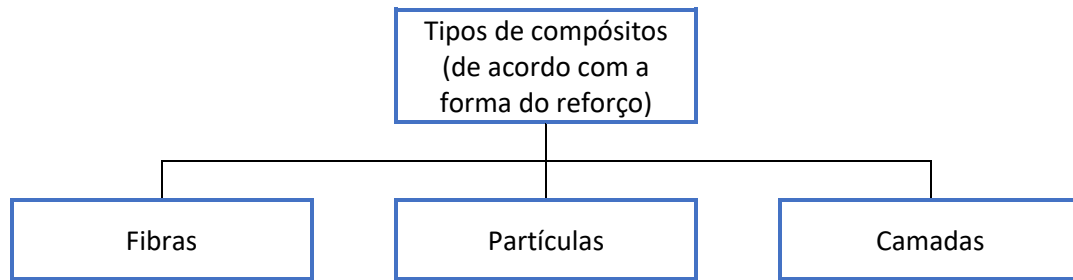


Figura 5 - Classificação dos materiais compósitos tendo em conta a forma do material de reforço (adaptado de [14])

De entre os tipos de compósitos apresentados na Figura 5 *supra*, os compósitos reforçados por fibras destacam-se como sendo os que possuem maior volume de produção e, conseqüentemente, também grande utilização. A sua vasta utilização justifica-se pelo facto de estes apresentarem excelentes propriedades, tais como são a sua resistência à tração e baixa densidade [10].

Para além da classificação acima apresentada, podemos ainda caracterizar os materiais compósitos tendo em conta a natureza do material do reforço, isto é, metálicos, materiais inorgânicos não metálicos e polímeros [24].

2.3 Materiais compósitos eco sustentáveis

A crescente preocupação ambiental tem vindo a reforçar, cada vez mais, a necessidade de obtenção de materiais sustentáveis. Por este motivo, tem-se testemunhado um crescente desenvolvimento na produção destes materiais.

Apesar do grande desenvolvimento de materiais compósitos eco sustentáveis à escala mundial, a utilização de fibras de origem natural, como reforço, tem-se revelado um grande desafio. Isto deve-se às inúmeras possibilidades existentes e à quantidade de variáveis adjacentes à sua composição, como por exemplo a sua natureza, localização, idade e processo de extração, já que, ao contrário dos materiais sintéticos e as características dos materiais de origem natural variam consoante as variáveis acima indicadas [25], [26].

O desafio acima indicado é mitigado, já que o reforço natural é, atualmente, fortemente procurado para utilizações cuja função não requer um comportamento mecânico similar aos dos materiais compósitos convencionais. Isto é, devido às dificuldades encontradas, estes materiais são, cada vez mais, procurados para utilização em estruturas secundárias, tais como painéis e embalagens [27]. Estes materiais têm tido bastante procura para fins

cujo ciclo de vida é curto e, até em alguns casos, produtos destinados a uma única utilização ou por um curto período antes da sua eliminação [9].

2.3.1 Matriz biodegradável

As matrizes biodegradáveis utilizadas nos materiais compósitos podem ser classificadas de acordo com a sua origem. Estas podem ser classificadas como naturais, sintéticas, híbridas, (produzidas a partir de polímeros sintéticos, com o objetivo de serem biodegradáveis), derivados de base biológica, onde se destacam os óleos vegetais, que irão ser foco de estudo no presente trabalho e, também resíduos biodegradáveis, como são exemplos os resíduos agrícolas para a produção de PLA [9].

Como polímeros biodegradáveis, os mais relevantes e com maior taxa de utilização, são as poliamidas, o álcool polivinílico, o acetato de polivinilo, o ácido poliglicólico e o ácido polilático, que são sintéticos, assim como os polissacáridos, o amido, a quitina, a celulose, as proteínas, o colagénio/gelatina, a lignina, que são naturais. Na maioria dos casos, estes tipos de polímeros degradam-se através de reações enzimáticas, quando em ambientes adequados, sustentando a sua biodegradabilidade [9].

Estes tipos de matrizes são comumente empregadas no fabrico de produtos destinados a uma única utilização ou curtos ciclos de vida, tais como embalagens, utensílios de cozinha, entre outros. Este tipo de matrizes apresenta-se como uma escolha viável quando os requisitos para a sua utilização implicam uma matriz capaz de se decompor no ambiente sem prejudicar o mesmo [9].

Nos anos recentes, tem-se vindo a investigar soluções capazes de substituir materiais derivados do petróleo. A utilização de matrizes produzidas através de biomassa, derivadas de óleos vegetais, apresentam-se como uma alternativa para reduzir a dependência destes produtos derivados de petróleo.

Nos dias que correm, a popularidade dos biopolímeros tem vindo a aumentar fortemente, não só relativamente aos que são produzidos através de óleos vegetais, mas também derivados de celulose, os quais apresentam grande reciclabilidade [28].

De acordo com Briede et al. 2022, as resinas produzidas através de óleos vegetais e também da celulose a cru, não apresentavam uma reação de polimerização eficaz quando sujeitas à radiação UV, tornando pouco viável a sua comercialização. Assim sendo, estes materiais foram sofrendo alterações capazes de promover reações de polimerização

espontâneas quando sujeitas à radiação UV. Os monómeros acrilados, que resultaram das referidas alterações, são dos mais reativos e indicados para reações de polimerização iniciados pela luz UV, a fotopolimerização [28].

A resina de óleo de soja epoxidada e acrilada enquadra-se na descrição acima, podendo considerar-se como uma alternativa viável para um biopolímero, produzido a partir de óleos vegetais, capazes de curar através da radiação UV. Esta sua característica permite a sua incorporação em processos de prototipagem rápida, como é o caso da impressão 3D por estereolitografia. O acima enunciado, aumentou bastante a popularidade e procura deste biopolímero [29]. Na Tabela 1 encontram-se representados os biopolímeros mais utilizados e respetivas aplicações.

Tabela 1 - Biopolímeros derivados de óleos vegetais e sua aplicação (adaptado de [28])

| Biopolímeros acrilados de origem natural | Aplicação |
|--|--|
| Óleo de cardanol | Diluentes reativos para cura por UV |
| Óleo de rícino | Diluentes reativos para cura por UV; Agente de ligação em materiais curados por UV; |
| Óleo de soja expoxidado e acrilado | Agente de ligação em resinas que curadas pela radiação UV; Biocompatibilidade e agente de ligação em impressão 3D; |
| Óleo de linhaça | Agente de ligação em materiais curados por UV; |
| Óleo de sementes de sésamo | Agente de ligação para materiais termoendurecíveis; |

2.3.2 Reforço Natural

As fibras de origem natural são provenientes de fontes renováveis e estão a ser maioritariamente utilizadas com o propósito de substituir as fibras de origem sintética. À semelhança do que acontece com os tipos de matriz biodegradáveis, também os tipos de reforço de origem natural são subdivididos com base na sua origem, como: fibras com origem em plantas, animais ou minerais conforme representado na Figura 6 [30].

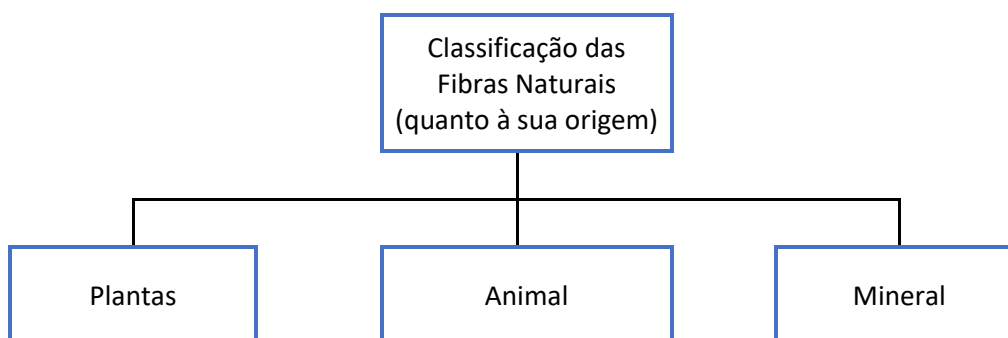


Figura 6 - Classificação das fibras naturais de acordo com a sua origem (adaptado de [31])

As fibras naturais provenientes das plantas são maioritariamente compostas por celulose. Caracterizam-se por possuírem boas propriedades mecânicas e baixo peso. Já as fibras animais, são comumente compostas por proteínas, tais como a queratina. As fibras minerais são obtidas através de recursos minerais e possuem uma alta durabilidade.

Apesar de a celulose ser comumente utilizada como matriz na sua forma acrilada, conforme descrito na secção 2.3.1, é também bastante utilizada como material de reforço [28].

A celulose é uma das fibras mais abundantes no nosso planeta. Como tal, para além das suas boas propriedades mecânicas e térmicas, as fibras de celulose são também bastante acessíveis economicamente, o que torna a sua utilização bastante apelativa [31]. No entanto, a utilização de fibras naturais apresenta também algumas desvantagens face às fibras sintéticas, já que as suas propriedades são mais suscetíveis à degradação por ação da meteorologia. Estas absorvem mais humidade e possuem também maior degradação térmica [30].

No que à reciclagem diz respeito, as fibras naturais são bastante mais apelativas quando comparadas com as sintéticas. As primeiras, ao contrário das fibras sintéticas, podem ser incineradas quando atingem o seu limite do ciclo de vida. Este processo, permite uma recuperação de energia, sem que haja um aumento de emissões de CO₂ que contribuam para o aquecimento global [30].

A seleção dos materiais a incorporar num material compósito deve sempre ser efetuada tendo em vista o fim a que este se destina.

Um bom exemplo da utilização dos materiais enunciados neste ponto, é o estudo realizado por Kwaśniewska et al. 2020, já que este visou a produção de um material compósito cuja matriz deriva do amido das batatas (biopolímero) e, o *Kaolin* (de origem mineral) foi o material usado como material de reforço (com percentagens de 0, 5, 10 e 15%).

Da caracterização mecânica efetuada pelo referido autor, resultaram as propriedades mecânicas apresentadas na Tabela 2 para os compósitos produzidos a partir da resina de amido e reforço de *Kaolin* [32].

Tabela 2 - Propriedades mecânicas do material compósito produzido por Kwaśniewska et al. 2020 (retirado de [32])

| | | | | |
|---------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| Thickness, (mm) | 0.096 ± 0.03 ^a | 0.099 ± 0.04 ^{ab} | 0.102 ± 0.02 ^{ab} | 0.106 ± 0.01 ^b |
| Tensile Strength, (MPa) | 6.22 ± 0.35 ^a | 5.29 ± 0.29 ^a | 4.23 ± 0.36 ^b | 4.43 ± 0.32 ^b |
| Young's Modulus, (MPa) | 98.39 ± 11.89 ^a | 55.18 ± 5.00 ^b | 38.14 ± 9.16 ^b | 37.25 ± 10.68 ^b |
| Poisson's Ratio, (-) | 0.38 ± 0.06 ^a | 0.29 ± 0.04 ^b | 0.25 ± 0.03 ^b | 0.22 ± 0.03 ^b |
| Maximum Strain, (-) | 0.59 ± 0.06 ^a | 0.53 ± 0.09 ^a | 0.37 ± 0.03 ^b | 0.36 ± 0.02 ^b |
| Hardness, (MPa) | 19.1 ± 3.81 ^a | 17.9 ± 1.18 ^{ab} | 13.3 ± 2.53 ^{bc} | 13.2 ± 2.38 ^c |
| Friction Coefficient, (-) | 1.32 ± 0.02 ^a | 1.32 ± 0.05 ^a | 1.30 ± 0.03 ^a | 1.31 ± 0.03 ^a |
| Elastic recovery, (%) | 64 | 52 | 57 | 65 |

2.4 Processos de fabrico

Tal como acontece para a seleção dos materiais constituintes do material compósito, também a seleção do processo de fabrico tem bastante influência nas características finais do novo material. Atualmente, existem diversos métodos de obtenção de materiais compósitos, relativamente aos quais, em alguns casos, os processos de fabrico utilizados na produção de outros materiais foram adaptados para o fabrico de materiais compósitos. Noutros casos, foram criados métodos específicos para os materiais compósitos. A seleção do processo a utilizar depende dos materiais, do *design* e do uso a que o material se destina [3].

De entre os processos de fabrico mais conhecidos destaca-se, o hand layup - que consiste, essencialmente, em empilhar camadas de tecido pré-impregnado, dando origem ao laminado. São também comumente utilizados processos de cura no fabrico dos materiais compósitos, que podem decorrer simplesmente da cura do material à temperatura ambiente, ou pode ser acelerado, principalmente através da incidência de calor e pressão para consolidação, garantidos com recurso a um autoclave. Dentro dos processos de cura, existem também algumas variantes distintas, como a cura com recurso a um feixe de eletrões, cura por Raio-X, micro-ondas, e cura por UV [3].

3 Desenvolvimento e Metodologia

O presente capítulo tem como objetivo estabelecer o encadeamento seguido para o processo experimental de desenvolvimento de um material compósito eco sustentável. Por se tratar de um conceito relativamente recente, apesar do grande desenvolvimento que tem havido neste campo, será importante, no ponto de vista do autor, proporcionar uma visão geral de todo o processo levado a cabo no seu decurso.

O desenvolvimento experimental *supra* referido foi subdividido em cinco grupos: o primeiro grupo é constituído pela fase inicial, na qual foram selecionados os materiais que viriam a ser utilizados como matriz e reforço; o segundo, no qual serão apresentados os equipamentos utilizados para a produção dos provetes e também os equipamentos utilizados para os ensaios de caracterização dos mesmos.; relativamente ao terceiro grupo, este representa a produção dos provetes, desde a conceção dos moldes à preparação das misturas a produzir; o quarto grupo reflete a fase do desenvolvimento experimental, na qual foi efetuado o levantamento das propriedades dos provetes produzidos, recorrendo a ensaios para a caracterização mecânica e física do novo material, que serão alvo de discussão no Capítulo 4 do presente trabalho; finalmente o quinto grupo, corresponde à aplicação de um método de homogeneização utilizado com o objetivo de prever as propriedades médias dos materiais produzidos, seguida de uma análise de elementos finitos, que permitirá validar, com recurso ao *software SolidWorks*, as propriedades obtidas pela via experimental.

3.1 Seleção de materiais

O desenvolvimento experimental iniciou-se com uma pré-seleção dos potenciais materiais que poderiam vir a incorporar o material compósito eco sustentável. Essa seleção foi conduzida com o objetivo de tornar possível a utilização do processo de cura por UV, que viria a ser o processo a utilizar para a sua produção.

3.1.1 Matriz

Resina de óleo de soja epoxidado acrilado (AESO) – A resina AESO é, entre muitas outras, uma resina natural bastante utilizada na síntese de polímeros, de aspeto viscoso e amarelo (Figura 7). Atualmente, existem grandes quantidades de resina AESO disponíveis, o que a torna um recurso relativamente barato. Juntamente com as boas

propriedades mecânicas inerentes à sua incorporação, tornam a sua utilização tanto mais apelativa, como mais desejada [33]. Relativamente ao processo de cura selecionado, a resina AESO, combinada com um fotoiniciador, é já um material utilizado na estereolitografia (Impressão 3D), no qual a resina é exposta a radiação UV, desencadeando, assim, uma reação de polimerização [34].

A resina AESO selecionada foi adquirida à Sigma Aldrich e, conforme acima descrito, utilizada com a adição de um fotoiniciador (benzofenona).

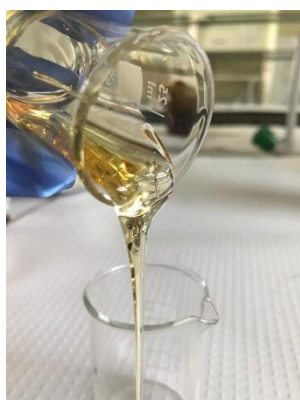


Figura 7 - Resina AESO

3.1.2 Materiais de enchimento

A incorporação de materiais à escala nano e micro permitem novas possibilidades no que respeita a produção de materiais compósitos. Estes oferecem uma excelente interação entre o material polimérico base (matriz) e o reforço, por intermédio de uma ligação denominada de interface, resultando assim, uma melhor distribuição de cargas por todo o material de reforço e, conseqüentemente melhor comportamento mecânico.

No presente trabalho, foram escolhidos para material de reforço dois materiais de natureza química diferente, um material inorgânico - o *Kaolin* -, e um material orgânico - a celulose microcristalina (MCC).

Celulose microcristalina (MCC) – A celulose, cuja estrutura molecular se encontra esquematizada na Figura 8 abaixo, é um dos materiais mais abundante na natureza. Esta é obtida a partir de várias fontes de origem vegetal, de onde é possível destacar a madeira. É, portanto, um biopolímero natural cuja manipulação permite a obtenção de materiais de dimensões variadas e que apresentam propriedades benéficas, não só ao nível do impacto ambiental, como propriedades que permitem a sua incorporação como reforço de

polímeros. De entre muitas das utilizações possíveis, a celulose microcristalina é amplamente usada em produtos farmacêuticos [35].

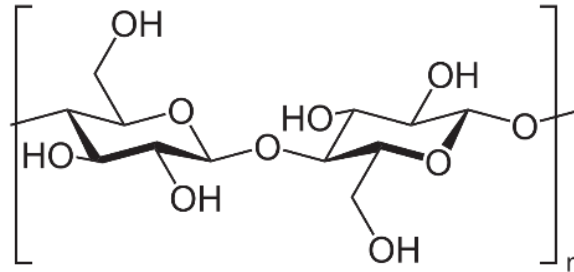


Figura 8 - Estrutura da celulose

A celulose microcristalina utilizada nos ensaios objeto do presente trabalho foi adquirida à *Acros Organics*, e continha um tamanho médio de partículas de 50 μm .

De acordo com o estudo efetuado por Liu et al. 2017, a incorporação de partículas de MCC em resina AESO promove uma boa adesão do reforço à matriz por via de uma boa interface, o que melhora substancialmente as propriedades do material final [36].

Silicato de alumínio (*Kaolin*) - O Caulin (*Kaolin*), é um mineral branco macio de aluminossilicato, cuja fórmula geral pode ser descrita como $(\text{Al})_4(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$. No seu estado natural, o *Kaolin* é um pó branco e macio, constituído principalmente pelo mineral caulinita e quantidades variadas de outros minerais, como muscovita, quartzo, feldspato e anátase. A sua estrutura encontra-se esquematizada na Figura 9 abaixo.

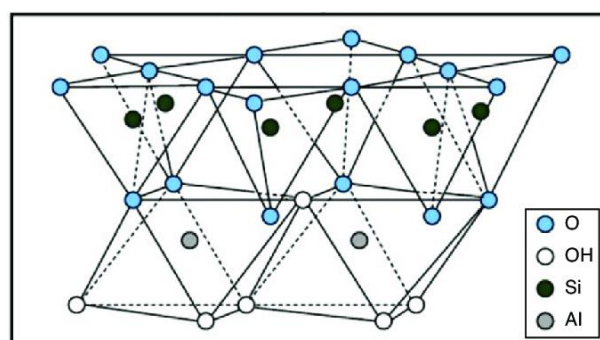


Figura 9 - Estrutura do kaolin

O *Kaolin* utilizado nos ensaios realizados no âmbito do presente trabalho foi adquirido à *Acros Organics*.

Ambos os materiais são apresentados como pós finos, de cor branca, tal como demonstra a Figura 10 abaixo.

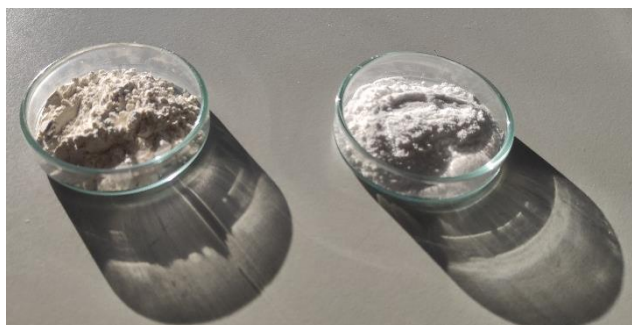


Figura 10 - Kaolin e MCC em forma de pó

Uma vez que a utilização de derivados de óleo de soja pode ser melhorada pela incorporação de partículas, ambos os materiais de reforço serão utilizados em forma de partículas, onde o *Kaolin* foi utilizado com tamanho médio de partícula de cerca de 1,2 μm , já a MCC foi utilizada com tamanho médio de partícula de cerca de 50 μm .

3.1.3 Fotoiniciador

Uma vez que o processo escolhido para a cura destes materiais compósitos desencadeia-se através da incidência da radiação UV, a presença de um fotoiniciador traz vantagens ao processo, já que desencadeia as reações de polimerização necessárias para curar a resina (AESO).

O fotoiniciador escolhido para o desenvolvimento dos ensaios, no âmbito do presente trabalho, foi a benzofenona, adquirida à *BDH Chemicals Lda*. A benzofenona, apresentada na Figura 11 é um composto que age como um filtro ótico capaz de utilizar a radiação UV para se excitar, neste caso, auxiliando a reação de polimerização da matriz do material compósito.



Figura 11 - Benzofenona em forma de cristais

Neste caso, por se apresentar em forma de cristais e para que fosse possível efetuar a sua mistura homogênea na resina AESO, esta foi diluída em acetona e posteriormente misturada com a resina.

3.2 Equipamentos Experimentais

No presente ponto do trabalho irão ser enunciados os equipamentos aos quais foi necessário recorrer desde a produção de provetes do novo material compósito até aos ensaios efetuados para a sua caracterização, para que fosse possível cumprir os objetivos acima enunciados. Assim sendo, este ponto encontra-se subdividido, numa parte inicial, na qual serão dados a conhecer os equipamentos usados na fase de conceção dos moldes e produção dos provetes; e, numa segunda parte, na qual, de acordo com as características a analisar, serão abordados os equipamentos usados para a realização de ensaios mecânicos.

3.2.1 Equipamentos associados ao fabrico dos provetes

Para a obtenção de moldes para o fabrico dos provetes de tração a estudar, foi desenvolvida, com o recurso a uma impressora 3D, uma Ender 3 Pro, apresentada na Figura 12, através do processo de FDM (*Fused Deposition Modeling*).

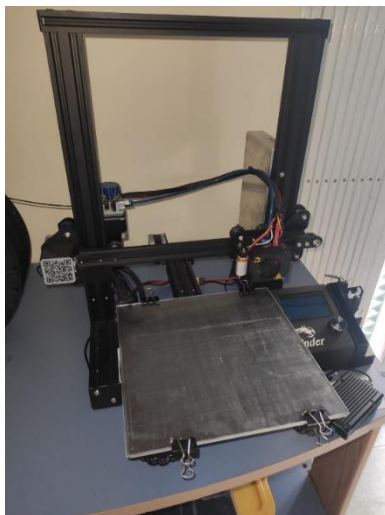


Figura 12 – Impressora 3D - Ender 3 Pro

Por se tratar de um processo relativamente simples, o processo FDM permitiu a rápida conceção do molde, o que possibilitou que as iterações necessárias relativamente aos parâmetros a definir no decorrer da impressão 3D, fossem efetuadas, diminuindo, assim, o número de imperfeições no molde. Este aspeto demonstrou ter bastante importância,

tendo em conta que, qualquer imperfeição que resultasse deste processo poderia induzir a criação de zonas nos provetes, nas quais existissem concentrações de tensões, influenciando negativamente alguns dos resultados obtidos aquando da realização dos ensaios mecânicos.

O desenvolvimento do molde iniciou-se com a sua modelação, realizada com recurso ao *software* “SolidWorks” onde, através do provete já modelado, foi possível obter o seu negativo, chegando assim ao molde.

A placa de aquecimento com misturador apresentada na Figura 13 foi utilizada durante a produção dos provetes, nomeadamente no auxílio à mistura de resina, reforço e fotoiniciador.

À temperatura ambiente, a resina usada é bastante viscosa e, por esse motivo, tornava-se uma tarefa difícil misturar a resina com os restantes componentes a utilizar no material compósito. A utilização da placa de mistura permitiu, através do aumento de temperatura da resina, diminuir o seu índice de viscosidade, facilitando a obtenção de uma mistura uniforme.

Mais à frente neste documento será abordada a importância da obtenção de uma mistura uniforme, uma vez que o objetivo é obter um material isotrópico, cujas propriedades sejam uniformes ao longo de todo o material.

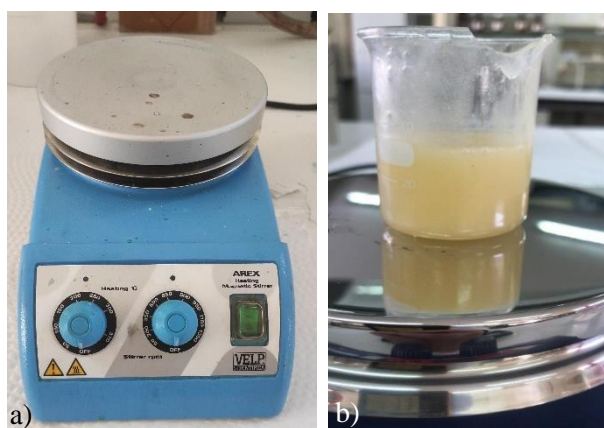


Figura 13 - a) Placa de aquecimento com agitador; b) Mistura em preparação com auxílio da placa com agitador

A placa de aquecimento suprarreferida, e melhor representada na Figura 13 acima, permite a utilização de um agitador, uma vez que contém um íman giratório.

Tanto a velocidade de rotação do íman (rpm) como a temperatura da placa (°C) podem ser reguladas de acordo com a necessidade.

Para a realização do processo de cura por UV, num primeiro momento, foi necessário perceber qual o comprimento de onda das lâmpadas a utilizar, por forma a garantir o sucesso do processo de cura do material compósito. Assim sendo, nos testes iniciais, cujo propósito consistia em perceber de que forma o processo de cura poderia ser otimizado, foram utilizadas diferentes configurações, assim como várias lâmpadas com diferentes comprimentos de onda, tal como se pode observar na Figura 14 abaixo.

Observando a referida Figura 14, ordenada de a) a d), é possível perceber as várias etapas testadas, a fim de chegar a uma montagem final que promovesse uma boa uniformização da incidência da luz UV nos provetes a curar. Para a otimização do processo de cura, foram testadas lâmpadas com vários comprimentos de onda na região do UV-vis, designadamente 280 nm, 356 nm e 405 nm.

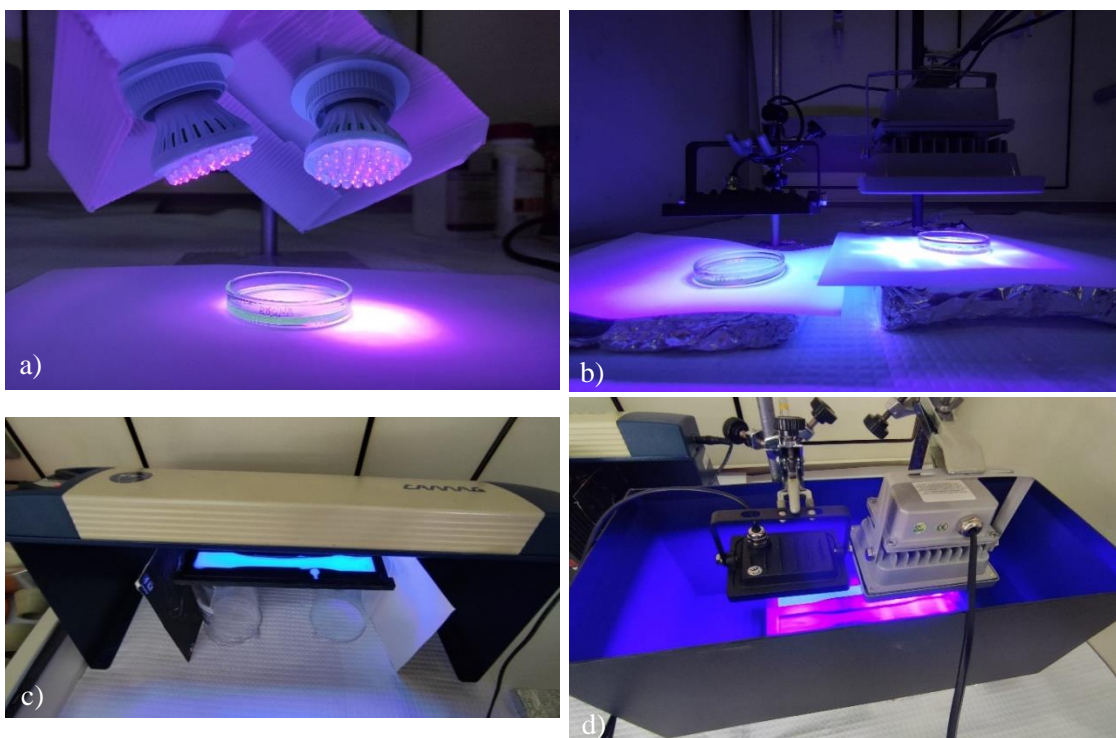


Figura 14 - Diferentes montagens utilizadas para efetuar a cura por UV; a) montagem inicial com lâmpadas de 280 nm; b) montagem com lâmpadas de 405 nm. c) montagem com lâmpadas de 356 nm; d) montagem com lâmpadas de 405 nm com a utilização de uma câmara de cura.

3.2.2 Equipamentos de ensaios para caracterização dos materiais

Para caracterizar o comportamento mecânico de um material podem ser efetuados inúmeros ensaios, sendo um deles o ensaio de dureza, o qual permite caracterizar a dureza do material e sua superfície em particular.

Para a realização do referido ensaio foi utilizado o durómetro *Zwick PP1108*, melhor representado na Figura 15. Existem várias escalas que caracterizam a dureza de um material, neste caso, a escala disponibilizada pelo equipamento é a escala *Shore A*.

Este equipamento, composto por uma base onde é colocado o provete a ensaiar, e uma alavanca que permite o deslocamento da cabeça do equipamento no eixo vertical, que possui um peso na sua parte superior. O peso, quando assente em cima do provete, aplica uma carga localizada no provete, resultando na produção de uma indentação na sua superfície. A grandeza é, então, obtida através da dimensão da indentação induzida no material. Quanto menor a profundidade da indentação, maior será o valor de dureza lido no durómetro que compõe o equipamento.



*Figura 15 - Durómetro
ZWICK*

Para a caracterização quanto às propriedades mecânicas dos provetes em estudo, recorreu-se à máquina de ensaios de tração INSTRON modelo 5966 da Secção de Tecnologia Mecânica do Instituto Superior Técnico (Figura 16), cuja carga máxima aplicada corresponde a 10 kN e que disponibiliza uma grande abrangência de velocidades de teste e uma grande área de trabalho. Este equipamento é comumente utilizado para realizar ensaios de tração, compressão e de flexão em materiais como: metais, compósitos, plásticos.

A fim de possibilitar a utilização deste equipamento foi utilizado o software Bluehill que permitiu definir as dimensões da amostra a testar, a velocidade de ensaio e, por fim, quais os parâmetros pretendidos. Os ensaios foram realizados a uma velocidade de ascensão da amarra de 5 mm/min e, para cada tipo de material produzido, foram testadas 3 amostras. A escolha dos parâmetros a estudar permite que, no fim de cada ensaio realizado, o software gere dois ficheiros (PDF e Excel) onde é possível observar todos os parâmetros

escolhidos para o estudo, assim como a sua variação ao longo do decurso do respetivo ensaio.



Figura 16 - Equipamento de Tração INSTRON 5966

Inicialmente, nestes ensaios, foi utilizado um extensómetro, no entanto, este aplicava cargas à superfície do provete, causando indentações e, conseqüentemente, a rotura na localização do extensómetro. Assim sendo, a sua utilização foi considerada inviável. Posto isto, recorreu-se ao equipamento de correlação de imagens digital, descrito abaixo.

Uma vez que um dos principais objetivos do presente trabalho é efetuar a caracterização dos materiais produzidos, de forma a tornar possível a análise de elementos finitos, tornou-se necessário efetuar também ensaios onde seria possível achar o coeficiente de *Poisson* dos materiais. Para tal, recorreu-se ao equipamento de correlação digital de imagem da *DANTEC DYNAMICS*, modelo Q-400 da Secção de Tecnologia Mecânica do Instituto Superior Técnico. Este equipamento permite a medição de extensões através de um sistema ótico tridimensional, através da medição de distâncias entre pontos. Os referidos pontos são os resultantes da pintura efetuada aos provetes, onde primeiro foi aplicada uma camada branca e posteriormente “salpicado” a preto, criando um padrão de pontos que permitissem a leitura do equipamento, conforme apresentado na Figura 17 abaixo.

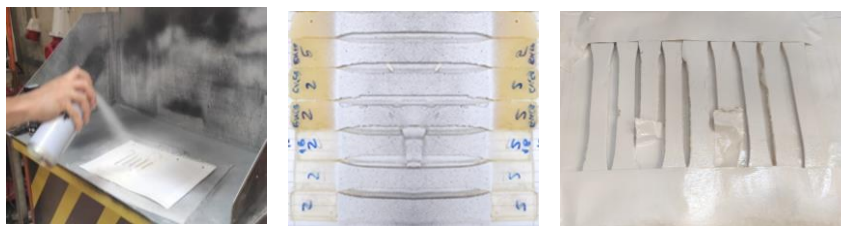


Figura 17 - Preparação dos provetes para o ensaio de DIC

Essa medição é efetuada com recurso a várias imagens a alta frequência captadas por duas câmaras ao longo do decurso de um ensaio de tração (Figura 18). Posteriormente, com recurso ao *software* Instra 4D é possível efetuar a correlação de imagem digital, proporcionando a obtenção de valores de deslocamento e extensão para cada instante do ensaio nas direções de y e z.



Figura 18 - Equipamento da DANTEC DYNAMICS

3.3 Produção dos provetes

Uma vez seleccionados os materiais a utilizar para a produção dos materiais compósitos eco sustentáveis, foram definidas as dimensões dos provetes a produzir, e consequentemente os seus moldes.

3.3.1 Conceção e Produção dos moldes

Relativamente à gama dos possíveis materiais a utilizar para a conceção dos moldes, e depois de definido o tipo de cura a utilizar, pode referir-se que esta era bastante vasta, uma vez que o processo de cura por UV é um processo que não produz qualquer tipo de calor. Assim sendo, a conceção do molde seguiu-se à definição das dimensões do provete escolhido.

A escolha do provete foi efetuada com recurso à Norma ASTM D638 e, uma vez que o provete a fabricar é de resina reforçada, foi então seleccionado o provete do Tipo I com espessura de aproximadamente 3,2 mm. Para a escolha do tipo de provetes a utilizar, foi tido em consideração o facto de que o tipo de provetes escolhido poderia apresentar menor

dispersão de resultados devido à menor existência de defeitos no seu fabrico, ainda que o seu fabrico representasse um gasto mais elevado de material.

As dimensões do provete Tipo I e primeiro provete de tração fabricado encontram-se ilustradas na Figura 19 abaixo.

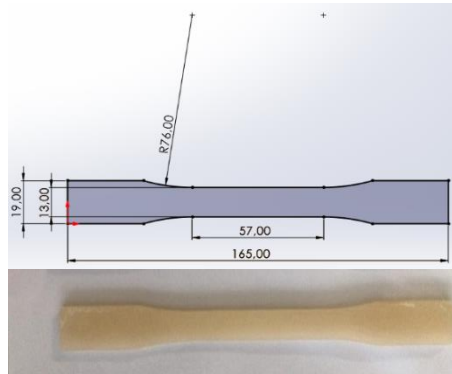


Figura 19 - Provete de Tração: Dimensões para conceção do provete de tração retiradas da Norma ASTM D638

Após a devida modelação do provete e, uma vez mais, tendo em conta a vasta gama de materiais que poderiam ser utilizados para a conceção dos moldes, foi, de seguida, definido o processo a utilizar para o seu fabrico. Os referidos moldes foram produzidos com recurso a uma impressora 3D, utilizando para tal o processo de *Fused Deposition Modeling* (FDM).

Apesar de o processo de cura por UV não produzir tanto calor como os processos de cura mais convencionais (como por exemplo o processo de cura com recurso a uma estufa), mostrou-se necessário que o material escolhido para a conceção dos moldes suportasse, ainda assim, algum aumento de temperatura sem que fosse atingido o ponto em que este começa a amaciar.

Tendo em conta o acima exposto, o PETG, material comumente utilizado em projetos de impressão 3D, foi o material selecionado para a conceção dos moldes, já que a sua temperatura de amaciamento ronda os 90 °C. Esta característica não coloca quaisquer entraves relativamente ao processo de cura dos provetes, mas permite, caso necessário, recorrer a uma estufa para a finalização do processo de cura, ainda que a temperaturas que não excedam os 90 °C. Este material suscitou ainda mais interesse por se tratar de um material completamente reciclável, que apresenta grandes níveis de durabilidade e boa resistência química.

Inicialmente, e devido às limitações inerentes ao processo de cura selecionado, o número de provetes a produzir em simultâneo, em cada molde, teve de ser reduzido, uma vez que não existia a possibilidade de expor à luz UV um grande número de provetes em simultâneo, não sendo, portanto, possível garantir a uniformidade da incidência da luz UV em todos os provetes.

Assim sendo, e tendo em conta as restrições já abordadas, foi efetuado o dimensionamento do molde e respetiva modelação. De seguida, e com recurso ao *software Cura*, foi gerando um *Gcode* – um código utilizado pela impressora 3D - que foi exportado para a mesma, por forma a dar início ao fabrico dos moldes representados na Figura 20.



Figura 20 - Molde obtido com recurso ao FDM

Por forma a testar a montagem utilizada e a eficácia do processo de cura em tais circunstâncias, foram realizados alguns ensaios, os quais foram bastante esclarecedores. Isto porque, inicialmente, foram utilizadas “caixas de Petri”, apresentadas na Figura 21, de reduzidas dimensões, por existir dificuldades em fazer incidir a luz UV de forma uniforme em toda a mistura a curar e, portanto, seria de esperar que, quando se passasse a produzir os provetes com as dimensões requeridas, estas dificuldades colocassem bastantes entraves no processo de cura, uma vez que era necessário que a área de incidência cobrisse toda a mistura. A primeira montagem utilizada encontra-se esquematizada na Figura 22 abaixo.



Figura 21 – “Caixa de Petri” utilizada para os ensaios exploratórios

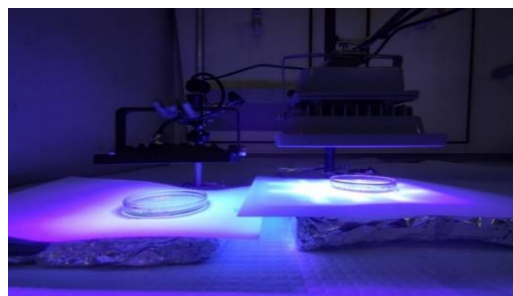


Figura 22 - Testes iniciais (incidência da luz UV)

Tendo como expectativa o acima descrito, e sabendo, desde logo, que o processo de cura dos provetes é um processo demorado, foram efetuadas alterações no molde e na câmara de cura, por forma a permitir acelerar o processo, produzindo mais provetes de cada vez, e acelerando o processo de cura em si. Conseguiu-se, então, otimizar o processo através da produção de uma câmara de cura, com recurso à tecnologia de FDM, através da qual foi possível incorporar dois focos de luz UV com comprimento de onda de 405 nm cada um. Para além dos dois focos de luz UV, foi também incorporado um espelho na parte inferior da câmara de cura, e as paredes da câmara foram revestidas com papel de alumínio. A câmara de cura encontra-se apresentada na Figura 23, já com as otimizações efetuadas, para que seja possível obter maior uniformização da exposição dos provetes à luz UV.

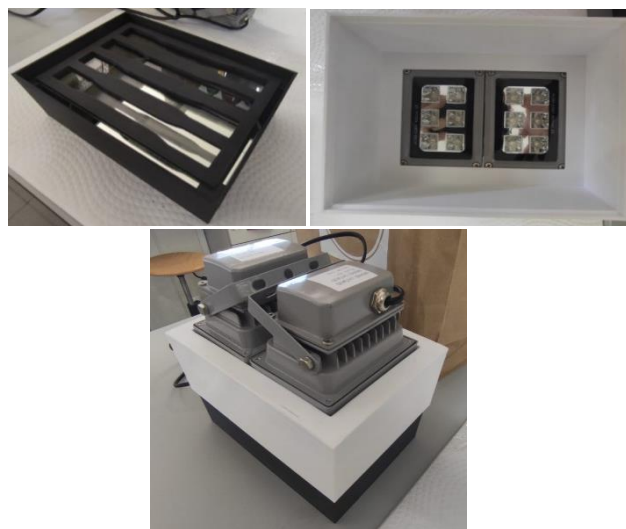


Figura 23 - Câmara de Cura e Molde

A Câmara de Cura apresentada na Figura 23 acima permitiu a obtenção de provetes mais homogêneos, minimizando a criação de bolhas e camadas provocadas pela deposição do material de reforço.

3.3.2 Preparação das misturas e produção dos provetes

Após a produção, quer da câmara de cura, quer do molde, foi necessário delinear um plano a seguir relativamente às misturas para fabrico dos provetes. Sendo assim, as misturas foram realizadas com o objetivo de incrementar as quantidades de reforço dos materiais seleccionados relativamente à resina, e também variar as percentagens de fotoiniciador utilizado - a benzofenona. O presente plano, representado na Tabela 3 abaixo, baseou-se na variação das percentagens de reforço, quer do Silicato de Alumínio

(*Kaolin*), quer do MCC, entre 0% e 15%, assim como da quantidade de fotoiniciador, entre 0% e 1%.

Foi definida uma designação para cada mistura, a seguir identificada: (i) os provetes utilizados foram aqueles cujo material é o *Kaolin* e foi utilizado $xKyB$; (ii) já os provetes onde o reforço utilizado foi o MCC foi utilizado o $xMCCyB$. O x e o y apresentados em ambas as nomenclaturas representam a percentagem de reforço e a percentagem de fotoiniciador utilizadas face à resina, respetivamente, de acordo com a Tabela 3 abaixo.

Tabela 3 - Misturas realizadas, quantidades utilizadas por provete na produção de compósitos de AESO com MCC e *Kaolin*

| <i>Proвете</i> | Resina | Reforço (%) | | Fotoiniciador (%) |
|-------------------|--------|---------------|-----|-------------------|
| | | <i>Kaolin</i> | MCC | Benzofenona |
| <i>0B</i> | AESO | - | - | 0 |
| <i>0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>1B</i> | | | | 1 |
| <i>5K_0B</i> | AESO | 5 | - | 0 |
| <i>5K_0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>5K_1B</i> | | | | 1 |
| <i>10K_0B</i> | AESO | 10 | - | 0 |
| <i>10K_0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>10K_1B</i> | | | | 1 |
| <i>15K_0B</i> | AESO | 15 | - | 0 |
| <i>15K_0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>15K_1B</i> | | | | 1 |
| <i>5MCC_0B</i> | AESO | - | 5 | 0 |
| <i>5MCC_0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>5MCC_1B</i> | | | | 1 |
| <i>10MCC_0B</i> | AESO | - | 10 | 0 |
| <i>10MCC_0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>10MCC_1B</i> | | | | 1 |
| <i>15MCC_0B</i> | AESO | - | 15 | 0 |
| <i>15MCC_0,5B</i> | | | | 0,5 |
| <i>15MCC_1B</i> | | | | 1 |

3.4 Ensaios para caracterização dos provetes de resina reforçada

Uma vez produzidos os provetes com recurso ao processo de cura por UV, definiram-se os ensaios a efetuar por forma a caracterizar o comportamento mecânico dos provetes produzidos.

Desde o início do desenvolvimento deste projeto, haviam sido já definidos alguns dos ensaios a efetuar, nomeadamente o ensaio de tração, já que as dimensões dos provetes foram retiradas da Norma ASTM D638, a qual visa estabelecer o método de testagem das propriedades de tração dos materiais. No entanto, existem muitas outras possibilidades para ensaios de caracterização mecânica.

Neste seguimento, foram definidas as seguintes propriedades e respetivos ensaios:

- Dureza – Ensaio de Dureza;
- Resistência à Tração – Ensaio de Tração;
- Módulo de *Young* – Ensaio de Tração + sistema DIC;
- Coeficiente de *Poisson* – Ensaio de Tração + sistema DIC.

Para além das propriedades mecânicas acima enunciadas, decidiu-se ainda estudar uma outra propriedade física destes materiais - a absorção de água.

3.4.1 Plano de Ensaios

Após a conceção do molde, da câmara de cura, e depois de seleccionados os materiais que viriam a compor o novo material compósito eco sustentável, foi iniciada a produção dos provetes.

Nesta fase do desenvolvimento experimental foram, então, definidas quais as propriedades que iriam ser estudadas para a caracterização dos materiais compósitos eco sustentáveis. Após a referida definição, foi traçado o plano de ensaios.

Para obtenção das propriedades mecânicas e físicas dos materiais produzidos, enunciadas na secção 3.4, foi definido o encadeamento representado na Tabela 4 abaixo.

Tabela 4 - Plano de ensaios

| Propriedades | Ensaio | Observações |
|--------------------------------|-------------------------------------|---|
| Dureza | Ensaio de Dureza | O ensaio de dureza foi realizado em primeiro lugar, uma vez que este permite determinar esta propriedade (a dureza) sem que se deteriore outras propriedades do material, ou que este fique danificado. Este é um ensaio não destrutivo e, para além dessa característica, foi possível efetuar medições de dureza nas zonas do provete que não viriam a ser testadas (Zona das Amarras do ensaio de Tração). |
| Resistência à Tração | Ensaio de Tração | Estas propriedades viriam a ser obtidas através de uma variante do ensaio de tração, isto é, realizar o ensaio de tração com um sistema de correlação de imagens digital. Torna-se assim possível obter estas três propriedades distintas, através da realização apenas de um ensaio. |
| Módulo de Young | Ensaio de Tração + Sistema DIC | |
| Coefficiente de Poisson | | |
| Absorção de Água | Ensaio de Absorção de Água | O ensaio de absorção de água danifica o material de teste e altera o seu comportamento mecânico, posto isto, foi escolhido este ensaio para último lugar. |
| Reciclagem | Ensaio de Reciclagem por Dissolução | Findos todos os ensaios acima mencionados, revelou-se também importante verificar a reciclabilidade destes materiais através de ensaios de dissolução em acetona. |

3.5 Método de homogeneização e análise de elementos finitos

No presente subcapítulo serão abordados um método de homogeneização e também a análise de elementos finitos. Ambos os temas permitirão, validar o comportamento dos materiais produzidos, por via de cálculos e também pela utilização do *software SolidWorks* realizando simulações do ensaio de tração.

3.5.1 Regra das misturas

O método de homogeneização escolhido para o presente estudo foi a regra das misturas (ROM) que, para além de homogeneizar as propriedades teóricas destes materiais, permite também prever as propriedades resultantes de materiais compósitos com diferentes composições das produzidas no decurso deste trabalho. Esta regra visa o estabelecimento de uma relação entre as propriedades individuais dos constituintes do material compósito com as propriedades do material resultante, tendo em consideração as percentagens volumétricas de cada um dos seus constituintes. Permite também prever propriedades mecânicas a partir das propriedades da matriz e do reforço. No presente

estudo, esta regra foi utilizada para a verificação tanto da resistência à tração como do módulo de *Young* [37].

A regra das misturas parte do pressuposto que a distribuição de partículas (ou fibras descontínuas) do material de reforço é homogênea. Quando aplicada no presente estudo, esta suposição revela-se de extrema importância já que, é possível que na fase de produção dos provetes, ocorram fenómenos de deposição e ocorrência de defeitos, como será possível verificar no decurso do presente documento, verificando, ou não, uma distribuição homogênea das partículas de reforço.

Na Figura 24 encontra-se esquematizado de forma simplificada um bloco que corresponde aos volumes das duas fases integrantes de um material compósito, a matriz e o material de reforço, onde a sua soma, corresponde ao volume total do material [38].

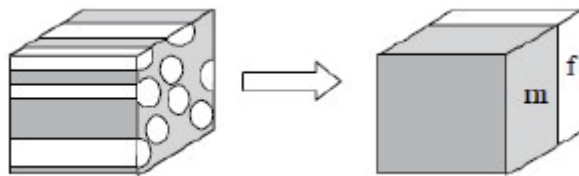


Figura 24 - Volume da matriz e material de reforço para a regra das misturas. m - matriz; f - fibre (adaptado de [38])

A fórmula da regra das misturas para cálculo da resistência à tração (σ) e módulo de *Young* (E) encontra-se representada nas equações (1) e (2) respetivamente.

$$\sigma_c = \sigma_M * V_M + \sigma_R * V_R \quad (1)$$

$$E_c = E_M * V_M + E_R * V_R \quad (2)$$

Onde, σ corresponde à resistência à tração, E ao Módulo de *Young*, já o índice c corresponde ao Compósito, M à Matriz e R ao Reforço.

Posto isto, foi utilizado este método de homogeneização com o propósito de obter uma perspetiva teórica das propriedades médias dos materiais.

3.5.2 Análise de elementos finitos

A análise de elementos finitos tem como principal objetivo compreender o comportamento de um determinado material, quando sujeito a esforços, podendo auxiliar no desenvolvimento de novos materiais compósitos. Tal é possível através da utilização de cálculos, modelos e simulações.

Este método permite reduzir bastante a produção, neste caso, de provetes, o que, aliado à biodegradabilidade dos mesmos, traz grandes vantagens para o meio ambiente.

Por forma a simular o esforço de tração a que os provetes serão sujeitos aquando dos ensaios físicos, foram realizados vários estudos estáticos no *SolidWorks*.

Para efetuar o estudo estático no *software SolidWorks*, serão inicialmente criados novos materiais na biblioteca do mesmo, através das propriedades (indicadas no capítulo 4) resultantes dos ensaios definidos na secção 3.4.

As várias etapas necessárias para o desenvolvimento desta análise de elementos finitos encontram-se descritas abaixo.

Após seleccionar o tipo de estudo a efetuar (estudo estático), através do modelo de material linear elástico isotrópico, serão então definidos os seguintes parâmetros para a simulação:

- Caracterização, no *software*, dos materiais em estudo;
- Definição das condições de fronteira;
- Aplicação de solicitações (aplicação de uma força);
- Criação da malha;
- Definição dos resultados a analisar.

A caracterização dos materiais será efetuada, para um estudo inicial, com base nas propriedades obtidas através dos ensaios realizados, que se encontram descritos na secção 3.4. Isto é, para cada provete produzido, com diferentes proporções entre matriz e reforço, é necessário definir a resistência à tração, módulo de *Young*, e coeficiente de *Poisson*. Na Figura 25 podem verificar-se as propriedades acima descritas requeridas para a simulação do estudo estático no *software SolidWorks* onde se considerou o modelo de material linear isotrópico.

Model Type: Save model type in library

Units:

Category:

Name:

Default failure criterion:

Description:

Source:

Sustainability:

| Property | Value | Units |
|-------------------------------|--------------|-------------------|
| Elastic Modulus | 19950000 | N/m ² |
| Poisson's Ratio | 0.4499999881 | N/A |
| Shear Modulus | | N/m ² |
| Mass Density | 26000 | kg/m ³ |
| Tensile Strength | | N/m ² |
| Compressive Strength | | N/m ² |
| Yield Strength | 580000 | N/m ² |
| Thermal Expansion Coefficient | | /K |
| Thermal Conductivity | | W/(m·K) |
| Specific Heat | | J/(kg·K) |
| Material Damping Ratio | | N/A |

Figura 25 - Caracterização dos provetes no software Solidworks (imagem retirada do software)

Para que seja possível efetuar um estudo estático é necessário quantificar as grandezas a vermelho apresentadas na Figura 25 (acima). No entanto, a densidade do material a estudar não possui influência no estudo a realizar.

Após a definição dos materiais a testar, segue-se a definição de constrangimentos aplicados ao provete, demonstrados na Figura 26, onde é possível observar a zona da amarra inferior do provete.

A definição da zona das amarras foi efetuada com recurso à Norma ASTM D638, onde se encontram tabeladas, não só as dimensões dos provetes, mas também a zona das amarras. Foi então delimitada essa zona para que fosse possível a sua seleção para efetuar corretamente o estudo estático.

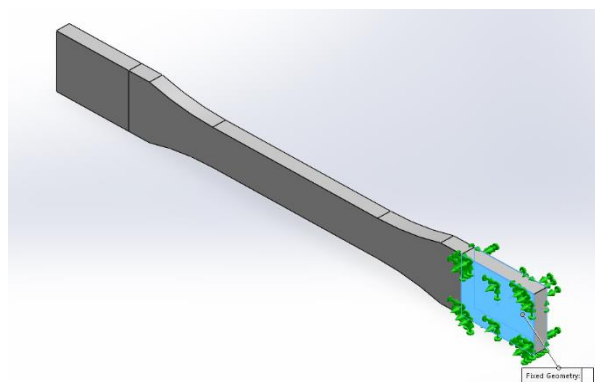


Figura 26 - Criação de "Restraints"

Já com o provete corretamente restringido, será aplicada uma força na zona da amarra superior (Figura 27) com direção longitudinal, com o propósito de tensionar o provete. A intensidade da força aplicada resulta da resistência à tração do material em estudo e também da área da secção em estudo.

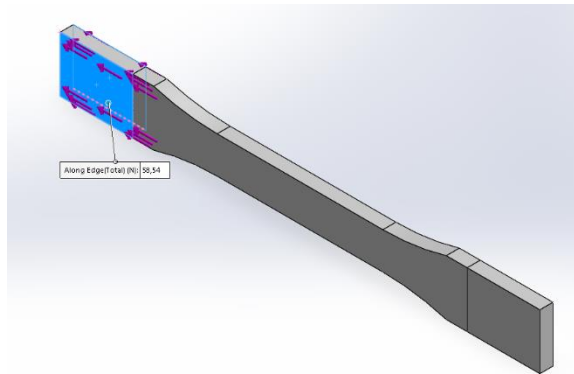


Figura 27 - Aplicação das solicitações de acordo com os resultados dos ensaios realizados

A criação de uma malha, passo que se segue, é um ponto que pode influenciar bastante a variabilidade dos resultados obtidos, isto é, a refinação da malha, que consiste na divisão do provete em elementos que constituem a forma do provete, pode ter preponderância aquando da obtenção dos resultados, consoante a dimensão desses vários elementos.

Por se tratar de uma geometria simples e, também, por não influenciar o tempo necessário para a realização de cada simulação no *software* utilizado, será criada uma malha com a maior refinação permitida pelo *software*, uma vez que cada ensaio demora apenas cerca de 15 segundos a efetuar. Assim sendo, não foi efetuado um estudo de convergência para a malha.

Na Figura 28 (abaixo) encontra-se esquematizada a malha criada para a simulação estática.

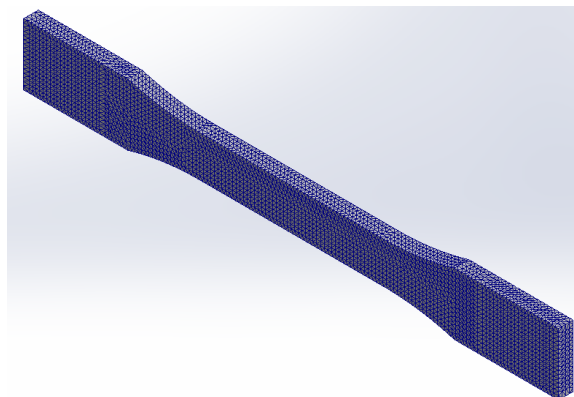


Figura 28 - Criação de malha

Após caracterizados todos os passos acima enunciados, é possível correr a simulação e obter resultados para propriedades como a resistência à tração, deformação máxima e extensão, visando comprovar os dados obtidos pela via experimental.

4 Resultados e discussão

O desenvolvimento de um novo produto é um processo bastante completo, uma vez que possui inúmeras variáveis associadas, nomeadamente os materiais selecionados, métodos de extração dos materiais e processos de fabrico.

Definir quais as características relevantes para este estudo foi o primeiro passo para definir o plano de ensaios. Isto é, apenas após selecionar as propriedades mecânicas requeridas, é possível efetuar o planeamento dos ensaios a realizar.

Como é sabido, as propriedades mecânicas de um material definem o seu comportamento quando este é sujeito a cargas externas, como por exemplo a sua capacidade de resistir a esforços sem que haja rotura do material e a capacidade de deformação em regime elástico.

4.1 Ensaios exploratórios

Previamente ao início da produção dos moldes para os provetes de dimensões normalizadas, foram efetuados ensaios exploratórios com variações nas misturas, por forma a proceder à melhoria do processo de cura do material a produzir.

Após estes testes, iniciaram-se os primeiros ensaios de produção do material compósito eco sustentável, os quais foram ainda realizados com a primeira montagem de projetores UV representada na Figura 29, existindo, assim, dificuldade em uniformizar a incidência do feixe de luz UV, tal como mencionado anteriormente, na secção 3.2.1.

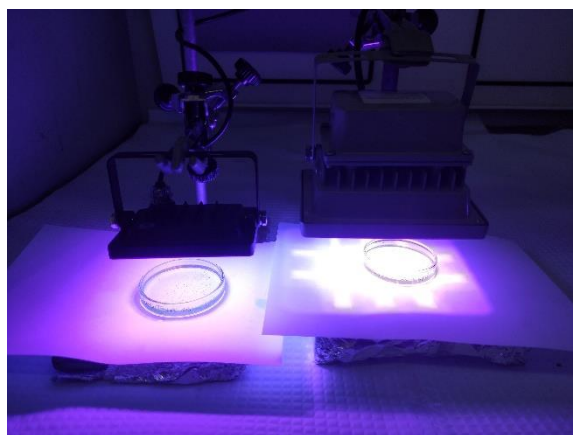


Figura 29 - Primeira montagem de projetores UV

Com o objetivo de perceber qual a melhor formulação para conseguir a cura por UV da resina AESO, foram testadas, em caixas de Petri (Figura 30), as seguintes misturas, sob irradiação UV: Resina Epoxidada Acrilada de Óleo de Soja (Controlo)

- Resina Epoxidada Acrilada de Óleo de Soja + 2% de endurecedor “luperox” (Tert-Butyl peroxybenzoate)
- Resina Epoxidada Acrilada de Óleo de Soja + 2% de endurecedor de amina (Trietilenotetramina)

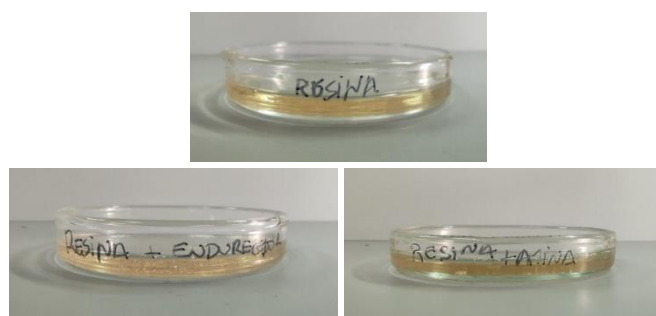


Figura 30 - Primeiros testes efetuados em caixas de Petri

As combinações testadas, não se revelaram eficazes, uma vez que, após 4 horas expostas à radiação UV, não foi possível a cura eficaz, já que se formou uma película fina na parte superior da mistura que não curou.

Estes resultados mostram que os compostos, utilizados como endurecedores, não são eficazes para o processo de cura por UV, o que já seria de esperar, uma vez que os endurecedores são utilizados quando se efetuam processos de cura térmicos e não por UV. Verificou-se até que a resina AESO, sem qualquer adição, apresentou melhores resultados para este processo de cura. Esse ensaio foi o único em que a sua desmontagem foi possível sem que se criassem fissuras no material e aquele cujo processo de cura parece ter ocorrido de forma mais uniformizada - todo o material curou e a película formada na sua parte superior foi a menos evidente, conforme pode ser observado na Figura 31.

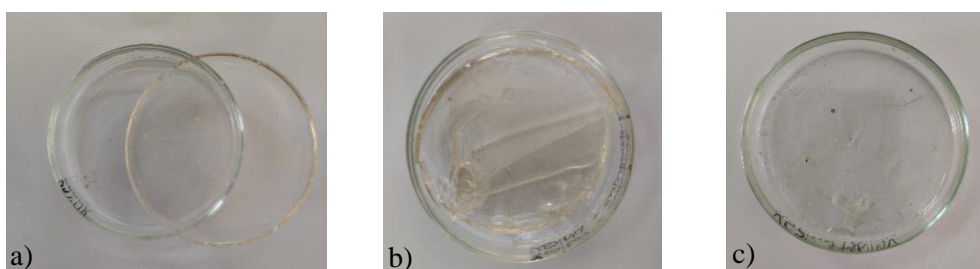


Figura 31 - a) resultados do ensaio exploratório da resina AESO. b) resultado do ensaio exploratório da resina AESO + endurecedor "luperox". c) resultado do ensaio exploratório da resina AESO + endurecedor de Amina

A Figura 31 a) demonstra exatamente o referido no parágrafo anterior, ou seja, a resina AESO totalmente curada e removida do molde. Relativamente à Figura 31 b), e como se pode observar, a resina partiu ao ser retirada do molde, e na Figura 31 c) pode verificar-se que não foi possível remover a resina curada do molde. Estes dois últimos resultados demonstram que, pela inclusão do endurecedor, a resina tornou-se mais frágil. Os resultados destes ensaios foram bastante importantes e esclarecedores relativamente à incorporação de agentes endurecedores na resina, ainda que em percentagens reduzidas. Concluiu-se que a inclusão de um endurecedor iria tornar o material compósito eco sustentável num material mais frágil, dificultando a desmoldagem e, também, comprometendo as suas propriedades mecânicas. Tendo em conta estes resultados, optou-se por não utilizar qualquer endurecedor para a produção do material compósito eco sustentável. Ainda assim, e porque o processo de cura dos “provetes teste” foram bastante demorados, sendo o processo de cura de aproximadamente 4 horas, tomou-se a decisão de incorporar um fotoiniciador (a benzofenona), desencadeando mais facilmente a reação de polimerização das resinas em utilização quando expostas à luz UV.

4.2 Caracterização dos provetes de resina reforçada

4.2.1 Dureza

A caracterização mecânica de um material envolve a realização de vários ensaios, nomeadamente ensaios quanto à sua dureza, sendo que esta é uma das características mais importantes a avaliar ao caracterizar o comportamento de um material.

Os referidos ensaios ajudam a melhor avaliar a superfície do material e, no caso em concreto, a caracterização da dureza do material pretendida foi efetuada através dos ensaios de dureza *Shore A*.

Durante a realização dos primeiros ensaios de dureza, os resultados obtidos apresentavam algumas variações, dependendo da face do provete a testar, o que se explica devido à ocorrência de fenómenos de deposição do material de reforço. Tendo em conta o referido, o valor de dureza obtido nos primeiros ensaios foi, em 95% dos provetes, mais elevado na face inferior do provete. Esta diferença é retratada na Figura 32 e na Figura 33. Não obstante, e no caso dos provetes de resina reforçada com MCC, os valores de dureza para as duas faces foram bastante aproximados, quando comparados com os provetes de resina reforçada com *Kaolin*,

A Figura 32 abaixo retrata e permite proceder a uma comparação entre os resultados obtidos no ensaio de dureza realizado aos provetes cujo reforço utilizado foi o *Kaolin*, não só, comparando as várias misturas produzidas, mas também as diferenças demonstradas entre as duas faces do provete.

Na Figura 32 a Face 1 corresponde à face inferior do provete, onde ocorreu a deposição do material de reforço e, a Face 2 corresponde à face superior do provete, que está diretamente exposta ao feixe de luz UV.

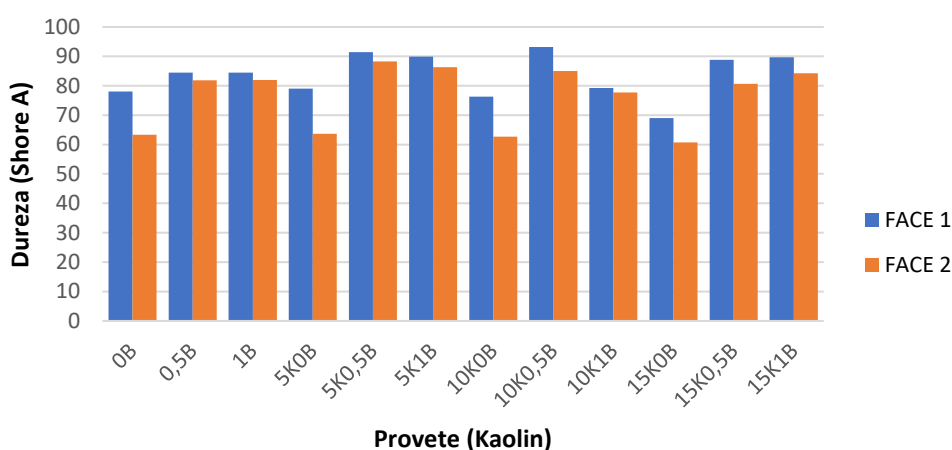


Figura 32 - Resultados obtidos nos ensaios de dureza Shore A nos provetes de resina reforçada com *Kaolin*

Tal como descrito acima, os provetes de resina AESO reforçada com micropartículas de *Kaolin* apresentam variações relativamente grandes quando comparadas as duas faces dos provetes. A maior variação verificada deu-se no provete 5K0B (5% de *Kaolin* e 0% de benzofenona), tendo uma variação, de uma face para a outra, de 19,35%. Da análise dos resultados é ainda possível concluir que o incremento de fotoiniciador promove uma maior uniformização desta característica – a dureza. Nos casos onde a percentagem de fotoiniciador é de 1%, a maior variação de dureza entre as duas faces do provete é de 5,97%, correspondentes a uma variação de 5,35 pontos na escala *Shore A*.

Através dos resultados obtidos para as diversas misturas produzidas (*Kaolin*), é possível verificar que, à exceção dos provetes cuja percentagem de reforço é de 10%, em relação a todos os outros, a dureza foi aumentando à medida que se aumentava a percentagem de fotoiniciador.

Relativamente aos resultados dos ensaios de dureza realizados aos provetes cujo reforço é a MCC, os mesmos encontram-se demonstrados na Figura 33 abaixo e serão, de seguida, explicados.

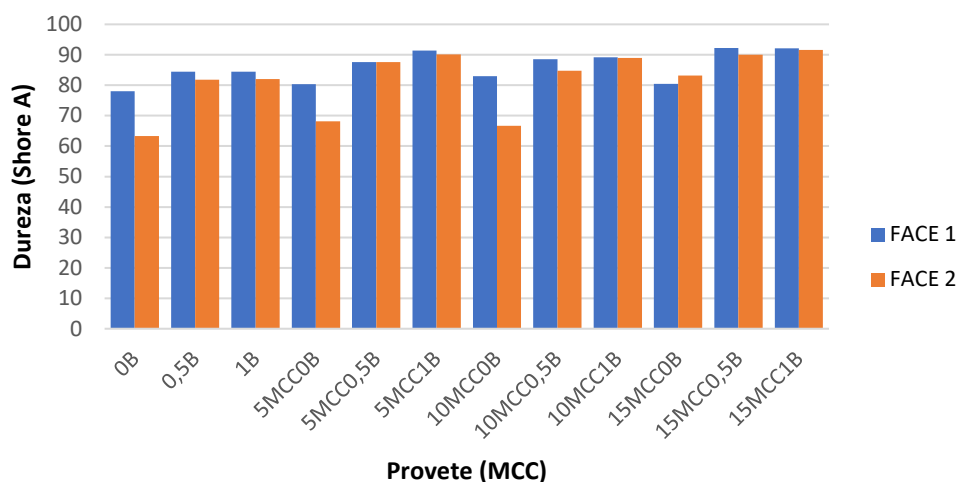


Figura 33 - Resultados obtidos nos ensaios de dureza Shore A nos provetes de resina reforçada com MCC

À semelhança da Figura 32, também na Figura 33 a Face 1 corresponde à face inferior do provete, onde ocorreu a deposição do material de reforço e, a Face 2, que corresponde à face superior do provete, que está diretamente exposta ao feixe de luz UV.

Como se pode comprovar pela análise da Figura 33 acima, os provetes de resina AESO reforçada com micropartículas de MCC apresentam diferenças menores, quando comparadas as misturas. No entanto, é também nos provetes, nos quais não foi utilizado fotoiniciador, que os valores de dureza são inferiores e apresentam maior variação entre as suas duas faces. Uma vez mais, a variação mais significativa ocorreu num provete cuja quantidade de fotoiniciador é de 0% - o provete 10MCC0B (10% de MCC e 0% de benzofenona) – cuja variação foi de 19,62%, o que corresponde a 16,26 pontos na escala de Shore A.

Os resultados dos ensaios realizados aos provetes reforçados com micropartículas de Kaolin e MCC, podem ser consultados, em termos absolutos médios, na Tabela 5 abaixo:

Tabela 5 - Comparação valores médios de dureza Kaolin vs MCC

| Reforço | Dureza (Face 1) | Dureza (Face 2) | Variação (%) Face1 / Face 2 |
|---------|-----------------|-----------------|-----------------------------|
| Kaolin | 82,90 | 75,29 | 9,17 |
| MCC | 85,97 | 81,51 | 5,19 |

Analisando a Tabela 5 é possível concluir que, de uma forma global, os provetes reforçados com micropartículas de MCC apresentam valores de dureza superiores quando

comparados com os provetes de *Kaolin*. A Tabela 5 permite ainda verificar que os provetes produzidos com MCC são mais homogêneos, já que a variação de valores medidos para as duas faces apresenta uma variação percentual de 5,19% correspondentes a 4,46 pontos na escala de *Shore A*, em comparação com os de *Kaolin*, cuja variação percentual é de 9,17%.

A maior dispersão de resultados dos provetes de *Kaolin*, quando comparadas as duas faces, é facilmente explicada devido à sua deposição. Tal também acontece quando é utilizado o MCC, no entanto, estes não apresentam resultados tão díspares, o que se explica pela comparação das densidades dos dois materiais.

$$\text{Kaolin} - \rho = 2,60 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{MCC} - \rho = 0,33 \text{ g/cm}^3$$

Por efeitos da gravidade, e como o *Kaolin* apresenta um maior peso por unidade volúmica, os provetes que continham este reforço na sua composição revelaram uma grande diferença entre as duas faces do provete. Esta diferença era, no entanto, invisível a olho nu.

4.2.2 Resistência à tração

Após a realização dos ensaios de dureza, foram iniciados os ensaios destrutivos. O ensaio de tração foi realizado com recurso ao equipamento descrito na secção 3.2.2 (INSTRON modelo 5966). Estes ensaios permitiram caracterizar o comportamento mecânico dos provetes, dos quais se retiraram propriedades, como a extensão, tensão de rotura, força máxima suportada e módulo de *Young*.

Para a realização destes ensaios, é importante referir que a espessura e largura da secção em estudo dos provetes tem alguma variabilidade resultante do processo de fabrico dos mesmos. Esta variabilidade foi tida em consideração ao longo dos ensaios de tração realizados.

Na Figura 34 e na Figura 35 abaixo são representados os resultados obtidos nos ensaios de tração realizados aos provetes de resina reforçada com partículas de *Kaolin* e com partículas de MCC, respetivamente.

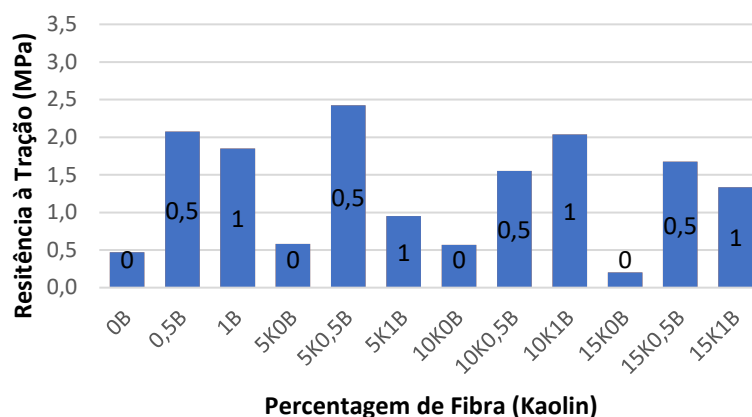


Figura 34 - Resistência à tração dos provetes de resina reforçada com Kaolin

Após análise dos valores obtidos para os provetes de resina reforçada com *Kaolin*, é possível concluir que, à exceção do provete cuja percentagem de reforço é de 10%, o provete que apresentou valores mais elevados de resistência à tração foi o provete cuja percentagem de benzofenona é de 0,5%.

É ainda possível concluir que, em todos os provetes, a incorporação do fotoiniciador revelou ter bastante relevância para os resultados obtidos. Nos provetes que não contêm fotoiniciador, os resultados de resistência à tração são bastante inferiores quando comparados com os provetes com 0,5 e 1% de fotoiniciador. O provete 15K0B (15% de *Kaolin* e 0% de benzofenona) foi aquele cuja diferença foi mais notória, e no qual se verificou um aumento de 1,43 MPa (88% mais elevado), ainda que o resultado seja de baixa resistência à tração.

Quando analisados os resultados da Figura 34 *supra* é possível verificar que a inclusão do reforço de *Kaolin* reduz, em alguns casos, a resistência à tração do compósito, quando comparado apenas com o ensaio do provete de resina AESO. Esta verificação, permite considerar que a inclusão de partículas de *Kaolin* na resina AESO, origina defeitos no material compósito, comprovando que a interface não está a efetuar uma correta interligação entre a matriz e o material de reforço, provocando, assim, descontinuidades na resina, o que resulta na redução do valor de resistência à tração.

Na Tabela 6 abaixo apresentam-se os valores máximos obtidos para as percentagens de 0, 5, 10 e 15% de reforço com *Kaolin*.

Tabela 6 - Resultados máximos de resistência à tração (Kaolin)

| Provetes | 5K0,5B | 10K1B | 15K0,5B |
|----------------------------|--------|-------|---------|
| % de Reforço | 5% | 10% | 15% |
| Resistência à Tração (MPa) | 2,42 | 2,04 | 1,67 |

Da análise da Tabela 6, pode verificar-se uma variação de 31% de resistência à tração, correspondentes a 0,75 MPa, relativamente aos valores máximos obtidos para cada material produzido com reforço de *Kaolin*.

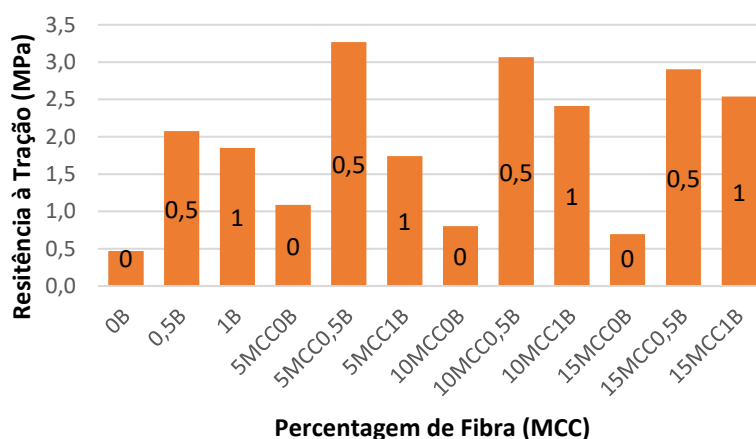


Figura 35 - Resistência à tração dos provetes de resina reforçada com MCC

À semelhança do que se verificou nos provetes de resina reforçada com *Kaolin*, também quando o reforço é MCC, os provetes com 0,5% de benzofenona são os que apresentaram melhores resultados de resistência à tração. Verificou-se para todas as percentagens de reforço (0, 5, 10 e 15%) que os provetes com maior resistência à tração são os provetes produzidos com 0,5% de benzofenona representados na Tabela 7 abaixo.

Tabela 7 - Resultados máximos para resistência à tração (MCC)

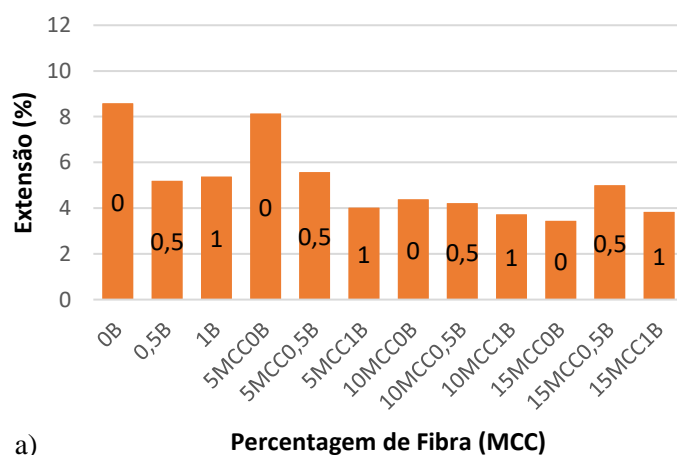
| Provetes | 5MCC0,5B | 10MCC0,5B | 15MCC0,5B |
|----------------------------|----------|-----------|-----------|
| % de Reforço | 5% | 10% | 15% |
| Resistência à Tração (MPa) | 3,27 | 3,07 | 2,90 |

Os resultados obtidos para os provetes reforçados com reforço de MCC revelaram maiores resistências à tração quando comparados com os provetes de resina reforçada com reforço de *Kaolin*. Apesar disso, e no caso em análise, a variação percentual, comparando os casos em que a resistência à tração foi mais elevada e os casos em que esta foi mais reduzida, foi de 39,8%, o que corresponde a 1,3 MPa.

É possível comprovar que o aumento da percentagem de fotoiniciador torna os provetes mais frágeis. Esta sua característica foi notada já na fase de produção dos provetes, onde a inclusão de 1% de fotoiniciador dificultou bastante a obtenção de provetes para a realização dos ensaios.

Quando comparados os resultados dos provetes reforçados com micropartículas de MCC com os resultados dos testes efetuados aos três tipos de resina, verifica-se que, para este tipo de reforço, a sua inclusão está a beneficiar as propriedades do material compósito, resultante de uma melhor ligação entre a sua matriz e as respetivas partículas de reforço.

Na Figura 36 a) e b) é possível verificar os resultados obtidos para a extensão na fratura. Já na Figura 37 a) e b) podem verificar-se os valores obtidos para o módulo de *Young*. Ao efetuar uma primeira análise dos resultados provenientes do ensaio de tração, pode concluir-se que para os provetes produzidos com reforço de *Kaolin*, os casos onde não foi incorporado qualquer fotoiniciador, apresentam maior extensão e, conseqüentemente menor módulo de *Young*. Já para os provetes reforçados com MCC, apresentam os 3 casos para as diferentes percentagens de reforço, ou seja, para a mesma percentagem de reforço utilizada, a variação de fotoiniciador não segue a mesma tendência nas três percentagens de reforço. No entanto, os resultados mais consistentes ocorrem quando se utiliza 0,5% de benzofenona (fotoiniciador).



a)

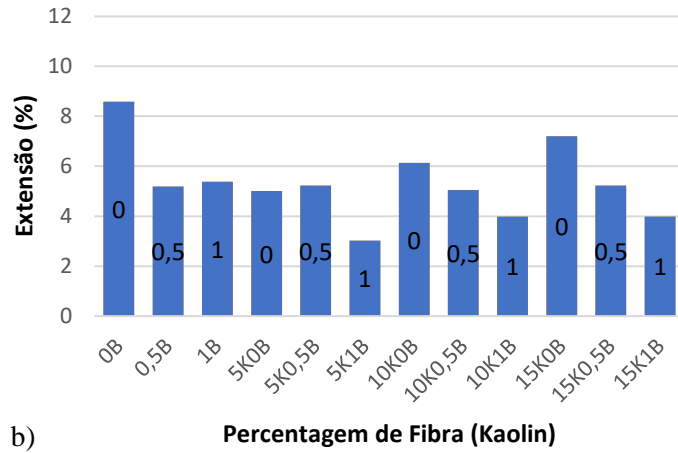
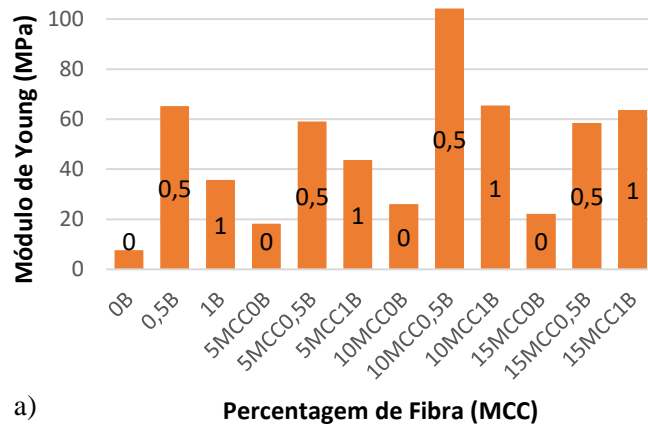
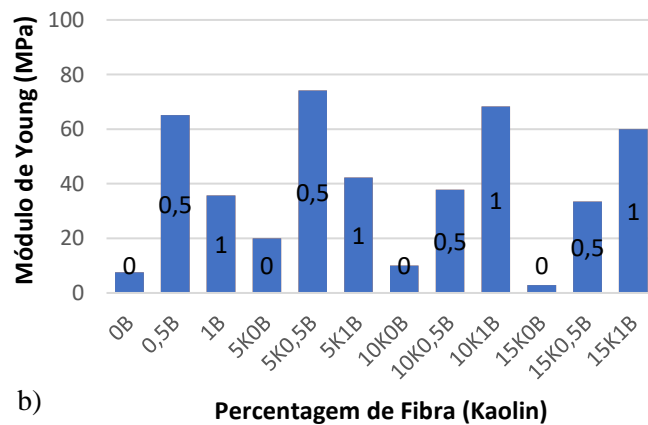


Figura 36 - a) Resultados extensão provetes de resina reforçada com MCC; b) Resultados extensão provetes de resina reforçada com Kaolin (nas barras estão indicadas as diferentes percentagens de fotoiniciador)



a) Percentagem de Fibra (MCC)



b) Percentagem de Fibra (Kaolin)

Figura 37 - a) Resultados Módulo de Young resina reforçada com MCC; b) Resultados Módulo de Young resina reforçada com Kaolin.

Ao comparar os resultados do presente estudo, para provetes reforçados por *Kaolin*, com os resultados demonstrados por Kwaśniewska et al. 2020 apresentados na Tabela 2 na secção 2.3.2, pode concluir-se que os resultados deste estudo se encontram ligeiramente aquém do esperado. No presente estudo, o *Kaolin* não demonstra uma influência tão

grande nas propriedades finais dos materiais. Um dos fatores que poderá estar a influenciar negativamente os resultados obtidos, será a obtenção de uma zona de interface entre a matriz e o reforço não otimizada.

Já os provetes cujo reforço é o MCC, apresentam melhores resultados para as propriedades já quantificadas, comparativamente com os provetes de *Kaolin*. É, no entanto, perceptível que a incorporação de partículas de MCC na resina AESO promove uma melhor adesão entre matriz e reforço, melhorando as propriedades do material compósito tal como descrito por Liu et al. 2017 [36].

Ainda para além das limitações de criar uma interface otimizada, durante a realização dos ensaios de tração, foram-se evidenciando alguns defeitos dos provetes. Na zona de tração dos provetes, eram notados alguns defeitos no seu interior. Na Figura 38 pode observar-se uma zona oca na zona onde o provete fraturou durante a realização do ensaio de tração.



Figura 38 – Defeitos interiores verificados da zona de tração do provete após a realização do ensaio.



Figura 39 - Defeitos na zona de tração.

Para além dos defeitos encontrados no interior dos provetes, foram também alguns os casos em que os provetes apresentavam defeitos no seu exterior. Nestes casos, antes da realização dos ensaios, foi possível prever, não só, qual seria a zona onde o provete iria fraturar, como também que os resultados obtidos nos respetivos ensaios iriam ser influenciados negativamente pela presença destes defeitos.

Na Figura 39 encontra-se representado um caso em que foi testado um provete com defeitos. Os resultados destes ensaios com provetes com defeitos não foram considerados para a caracterização dos materiais.

Dos ensaios realizados para caracterização mecânica dos provetes produzidos, foi também possível quantificar o comportamento da deformação sofrida pelos provetes ao

longo do decurso dos ensaios. Ao analisar as Figura 40 a) e b), onde se encontra representado um gráfico de Tensão-Extensão para um material com reforço de *Kaolin* e outro com reforço de MCC, respetivamente, pode concluir-se que a deformação ocorre de forma linear. Esta conclusão, permite, desde já determinar que tipo de ensaios serão efetuados para a análise de elementos finitos desempenhada mais à frente neste documento.

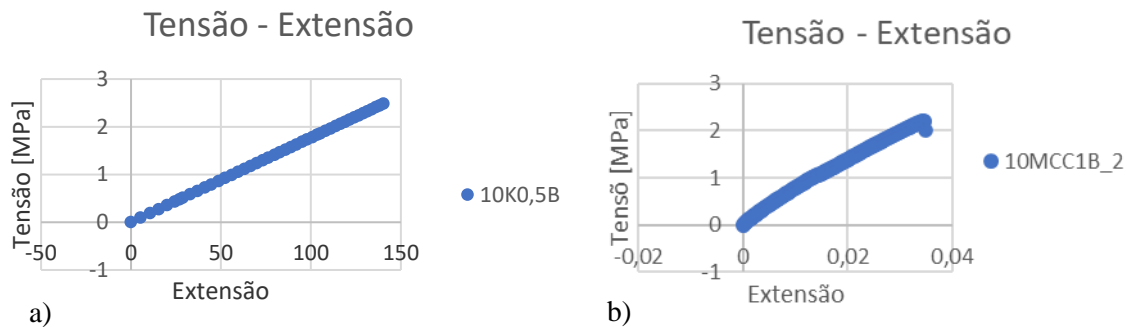


Figura 40 - a) Gráfico de Tensão - Extensão do provete 10K0,5B_1; b) Gráfico de Tensão - Extensão do provete 10MCC1B_2

4.2.3 Coeficiente de *Poisson*

O coeficiente de *Poisson* é uma propriedade dos materiais que estabelece uma relação entre a deformação nas direções *y* e *z*, quando o mesmo é sujeito a um esforço de tração ou compressão. A obtenção desta propriedade mecânica permite efetuar uma melhor caracterização dos provetes produzidos e, em conjunto com as propriedades anteriormente mencionadas, possibilita a simulação de elementos finitos.

Para os propósitos do presente documento, é importante referir que, ao se aplicar tensão de tração num material, o resultado é que este é alongado na direção da aplicação da força, consequentemente reduzindo a sua largura, na direção transversal à aplicação da força. A relação entre a deformação incutida na direção transversal e a deformação produzida na direção da aplicação da força é dada pelo coeficiente de *Poisson*.

Nos termos acima definidos, a realização do ensaio com o sistema “DIC” não seria necessária caso fosse possível a utilização de dois extensómetros durante o ensaio de tração. Não obstante, caso o mesmo fosse utilizado, este induziria uma concentração de tensões na zona em que o extensómetro “encaixaria” no provete.

Como referido na secção 3.2.2, da realização do ensaio DIC resultam uma série de dados que caracterizam a variação da posição de pontos lidos pelo equipamento ao longo de um

ensaio de tração e, portanto, podemos assumir que este tipo de ensaios requer um elevado grau de tratamento de dados que derivam dos resultados obtidos.

Ao longo da realização dos ensaios e consequente tratamento de dados, os resultados obtidos foram bastante constantes para o coeficiente de *Poisson*. Assim sendo, para os ensaios em que não foi possível determinar os respetivos coeficientes de *Poisson*, é possível assumir que estes se encontrariam na mesma gama de valores.

Na Figura 41 abaixo, encontram-se representadas graficamente as variações de secção nas direções y e z, de acordo com as leituras efetuadas neste ensaio.

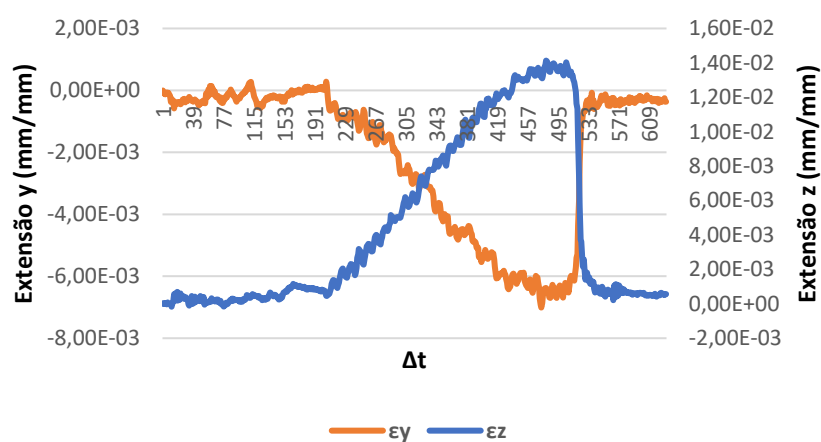


Figura 41 - Extensões nas direções y e z medidas com recurso ao sistema DIC

Através da análise do gráfico apresentado na Figura 41 é possível observar, na zona inicial do gráfico (intervalo de 1 a 209), a captação de ruído por parte do equipamento. Esta zona diz respeito à fase inicial do ensaio de tração, na qual ocorre a fase de proteção da amostra. Isto é, o equipamento de tração encontra-se, nesse momento, a estabilizar numa carga de 0N para, de seguida, iniciar o ensaio. Posto isto, os valores de extensão obtidos no intervalo acima mencionado, são irrelevantes.

À semelhança do sucedido no início do ensaio, também os dados obtidos na fase final do ensaio são irrelevantes para o cálculo do coeficiente de *Poisson*, uma vez que dizem respeito à fase imediatamente a seguir à ocorrência da fratura do provete.

Tendo em conta o acima enunciado, após eliminados os dados irrelevantes, foram traçadas duas retas, tal como se pode observar na Figura 42, que correspondem às duas extensões medidas nestes ensaios - y e z. Depois de traçado o gráfico, procedeu-se ao cálculo do coeficiente de *Poisson* para cada um dos casos apresentados, através da divisão entre o declive das retas relativas às extensões em y e em z. Desta forma foi possível

reduzir ao máximo o ruído detetado pelo equipamento. Com o tratamento de dados acima indicado podemos observar que o coeficiente de *Poisson* se aproxima bastante valor de 0,5. Refletindo um comportamento semelhante aos silicones e borrachas.

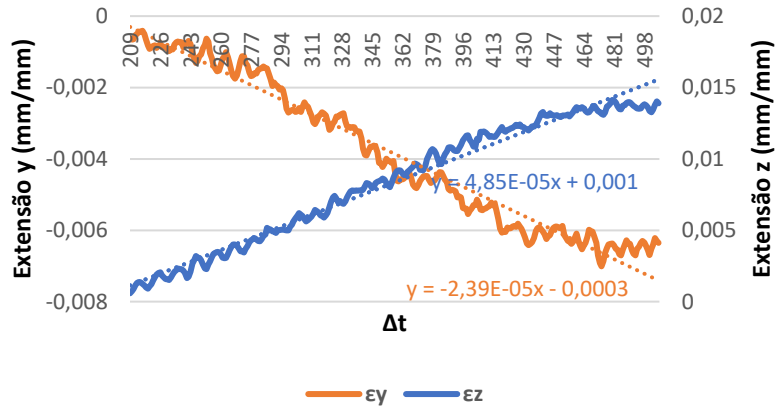


Figura 42 - Valores de extensão nas direções y e z após o tratamento de dados

A Tabela 8 abaixo representa os valores do coeficiente de *Poisson* que foram determinados nos ensaios efetuados. Tal como acima mencionado, em certos casos, não foi possível chegar a resultados para esta característica. No entanto, como podemos verificar na Tabela 8, existiu pouca dispersão de resultados, permitindo assim assumir valores de coeficiente de *Poisson* semelhantes aos obtidos.

Tabela 8 - Resultados de Coeficiente de Poisson

| Provete | Coefficiente de Poisson |
|-----------|-------------------------|
| 5K0B | 0,45 |
| 5K0,5B | 0,48 |
| 5K1B | 0,47 |
| 10K0,5B | 0,46 |
| 10K1B | 0,46 |
| 15K1B | 0,46 |
| 5MCC0B | 0,48 |
| 10MCC0B | 0,44 |
| 10MCC0,5B | 0,45 |
| 0B | 0,47 |
| 0,5B | 0,48 |
| 1B | 0,40 |

4.2.4 Absorção de Água

Os ensaios de absorção de água foram realizados com o objetivo de determinar a percentagem de água absorvida pelos provetes durante um período de 16 h. Assim sendo, os provetes foram pesados antes de serem submersos em água, onde permaneceram durante aproximadamente 16 horas. Findo este período, foram novamente pesados. Através dos pesos antes do ensaio e pós ensaio, é possível determinar a percentagem de absorção de água destes provetes.

Na Figura 43 a) e b) podem observar-se os resultados obtidos nesta instância.

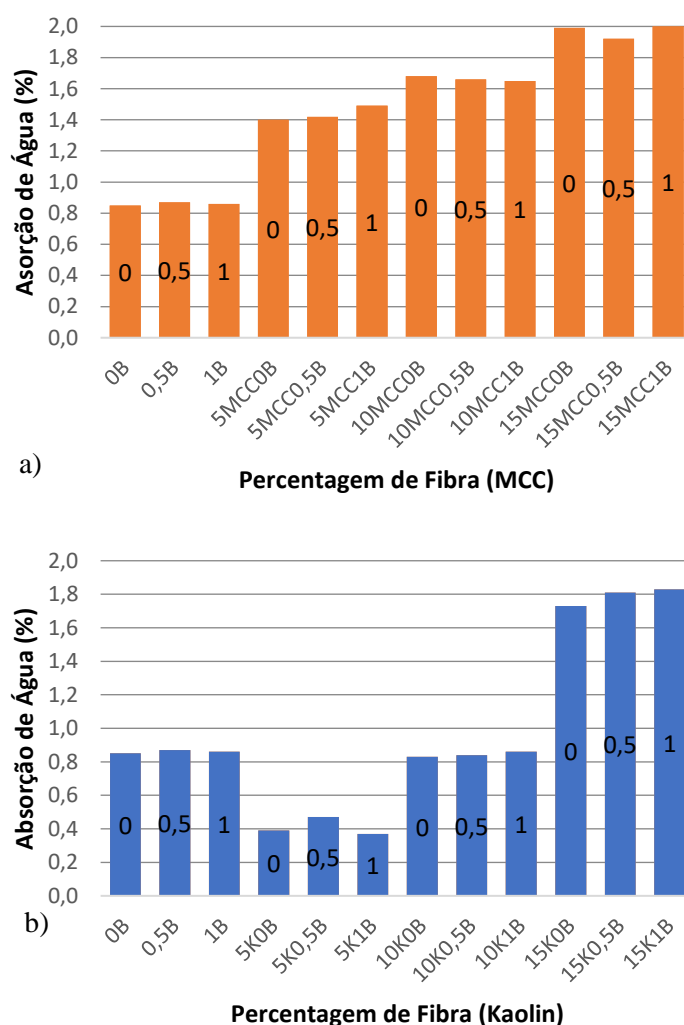


Figura 43 - a) Resultados Absorção de Água resina reforçada com MCC; b) Resultados Absorção de Água resina reforçada com Kaolin.

Através da análise dos resultados apresentados na Figura 43 a) e b) *supra*, pode concluir-se que, à medida que a percentagem de reforço foi aumentando nos materiais onde este foi usado, a percentagem de absorção de água dos materiais foi também aumentando. Nos casos onde o material de reforço utilizado é o MCC, o aumento da absorção de água seria

de prever, visto que, MCC é altamente hidrofílico e, uma vez que um dos mecanismos de captação de água num compósito é a sua difusão através das fibras naturais, assim sendo, aumentando a percentagem de reforço, ocorre, conseqüentemente, um aumento da percentagem de absorção de água [39], [40].

Já para os casos onde o reforço é o *Kaolin*, o aumento da absorção de água pode ser explicado pelo aumento de porosidades na matriz ou na interface fibra-matriz, sendo este outro método de captação de água num material compósito [31].

Ao comparar os resultados ilustrados na Figura 43 a) e b), pode concluir-se que, para a mesma percentagem de reforço utilizada, os provetes reforçados por MCC apresentam maior percentagem de absorção de água quando comparados com os provetes reforçados por *Kaolin*. Através dos dois métodos acima enunciados para a captação de água, tendo em conta a natureza hidrofílica do MCC e o aumento de porosidades na interface fibra-matriz, conclui-se que, com o aumento da percentagem do material de reforço, também a absorção de água destes materiais, tende a aumentar.

4.2.5 Reciclagem

Uma vez realizados todos os ensaios planeados para a caracterização das misturas produzidas, foram iniciados ensaios de dissolução em duas das misturas produzidas (10K0.5B e 10MCC0.5B) com o propósito de avaliar a sua reciclabilidade. Para a realização dos ensaios de dissolução, o solvente utilizado foi a acetona.

Na Figura 44 podemos verificar o estado do ensaio após 3 horas de ensaio. Já na Figura 45 é possível verificar a evolução do ensaio de dissolução passadas 16 horas do início do mesmo.

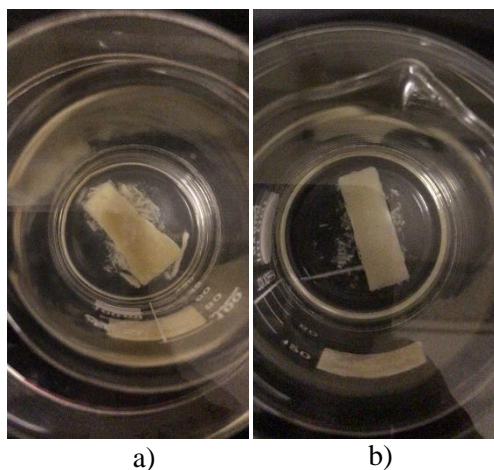


Figura 44 - Ensaio de dissolução após 3 horas; a) 10K0.5B; b) 10MCC0.5B

Através da análise da Figura 44 acima, é possível verificar a ocorrência de uma maior dissolução por parte da amostra produzida com *Kaolin* (Figura 44 a)) quando comparada com a amostra produzida com MCC (Figura 44 b)).

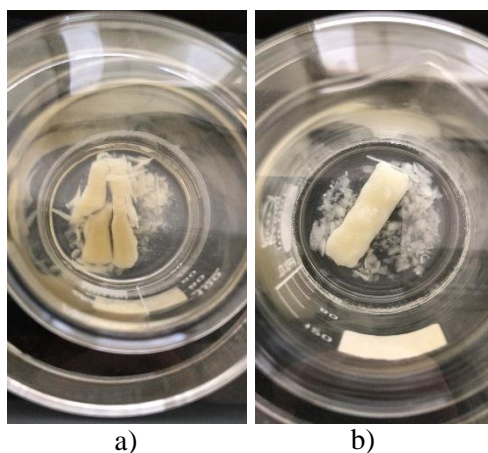


Figura 45 - Ensaio de dissolução após 16 horas;
a) 10K0.5B; b) 10MCC0.5B

Decorridas 16 horas do ensaio de dissolução, e tal como demonstra a Figura 45, pode concluir-se que os provetes continuaram o seu processo de dissolução, no entanto, não de forma eficaz como era desejado no início do ensaio. Este permitiu comprovar que existe alguma dificuldade de efetuar uma dissolução completa dos materiais produzidos quando imersos em acetona, tornando difícil a correta separação dos seus constituintes, pondo em causa a sua segunda vida de utilização.

É, no entanto, possível que, a utilização de outros dissolventes, permita uma correta reciclagem para possibilitar a produção de materiais compósitos de segunda vida.

4.3 Regra das misturas

No presente capítulo, será utilizado um método de homogeneização com o propósito de obter uma previsão média das propriedades destes materiais. A regra das misturas encontra-se definida na secção 3.5.1 do presente trabalho, sendo caracterizada pelas equações (1) e (2).

Partindo do pressuposto de que a resistência à tração e módulo de *Young* do *Kaolin* e da MCC eram desconhecidas, a utilização das equações acima permitiu, através dos resultados obtidos por via experimental, caracterizar individualmente todos os constituintes dos materiais produzidos. Posteriormente, este passo torna possível

empregar a regra das misturas para caracterização de provetes com composições diferentes dos provetes testados experimentalmente.

Para a utilização deste método, os dados experimentais obtidos nos ensaios onde apenas foi testada a resina, foram consideradas também como propriedades teóricas. Isto é, através dos ensaios realizados mencionados na secção 4.2 do presente documento, foram determinadas as propriedades dos três tipos de resina utilizadas (0B, 0,5B e 1B), apresentadas na Tabela 9.

Tabela 9 - Propriedades das resinas produzidas

| | Resistência à Tração [MPa] | Módulo de <i>Young</i> [MPa] |
|------|----------------------------|------------------------------|
| 0B | 0,47 | 7,56 |
| 0,5B | 2,07 | 65,17 |
| 1B | 1,85 | 35,71 |

Ao aplicar a equação (1) com o objetivo de obter a resistência à tração média esperada para os materiais de reforço (*Kaolin* e MCC) foram verificados, em cálculos intermédios, resultados negativos para a resistência à tração do *Kaolin*, o que é fisicamente impossível. Esta verificação vem validar o enunciado na secção 4.2.2 do presente estudo, no que diz respeito à interligação total ou parcialmente inexistente entre das fases continua e descontínua do material compósito, não havendo, na prática, uma interface matriz-reforço. Esta característica, induz uma concentração de tensões nos espaços ocupados pelo material de reforço, levando a que o provete fracture antes de atingir a sua resistência à tração, já que a distribuição de tensões pelo reforço do material compósito não está a ocorrer.

Assim, e por forma a comprovar a consideração anterior e para validar a aplicabilidade da regra das misturas, foram selecionados os ensaios das resinas (0B, 0,5B e 1B) cujos resultados das propriedades obtidas foram inferiores. Na Tabela 10 encontram-se representadas as novas propriedades das resinas consideradas para a regra das misturas.

Tabela 10 - Propriedades das resinas considerando os provetes de menor resistência

| | Resistência à Tração [MPa] | Módulo de <i>Young</i> [MPa] |
|------|----------------------------|------------------------------|
| 0B | 0,13 | 4,32 |
| 0,5B | 1,67 | 46,40 |
| 1B | 0,64 | 29,38 |

Assim sendo, após aplicação da regra das misturas representada nas Equações (1) e (2), foram obtidos a resistência à tração e módulo de *Young* para o *Kaolin* e MCC, apresentados na Tabela 11.

Abaixo encontra-se um exemplo da aplicação deste método para o cálculo das propriedades do reforço de MCC, neste caso, para o provete 5MCC0B.

Para o cálculo da resistência à tração da MCC resolvendo a equação (1) em ordem a σ_R :

$$\sigma_c = \sigma_M * V_M + \sigma_R * V_R \Leftrightarrow \sigma_R = \frac{(\sigma_c - (\sigma_M * V_M))}{V_R}$$

$$\sigma_R = \frac{(\sigma_c - (\sigma_M * V_M))}{V_R} = \frac{(0,94 - (0,13 * 0,78))}{0,22} = 3,81 \text{ MPa}$$

Da utilização do mesmo método pela aplicação da Equação (2), para o mesmo provete (5MCC0B) resulta o seguinte exemplo:

$$E_c = E_M * V_M + E_R * V_R \Leftrightarrow E_R = \frac{(E_c - (E_M * V_M))}{V_R}$$

$$E_R = \frac{(E_c - (E_M * V_M))}{V_R} = \frac{(20,63 - (4,32 * 0,78))}{0,22} = 78,75 \text{ MPa}$$

Tabela 11 - Propriedades teóricas das partículas de *Kaolin* e MCC.

| | Resistência à Tração [MPa] | Módulo de <i>Young</i> [MPa] |
|---------------|-------------------------------|---------------------------------|
| <i>Kaolin</i> | 8,54 | 236,58 |
| MCC | 3,60 | 78,75 |

Através da utilização dos dados apresentados na Tabela 11 para as propriedades dos materiais utilizados como reforço, é possível calcular as propriedades esperadas para todas as misturas produzidas (Tabela 12). Na composição da tabela abaixo, os resultados apresentados para os valores experimentais dizem respeito à média das propriedades de cada tipo de provete.

Tabela 12 - Resultados regra das misturas VS experimentais para as misturas produzidas

| | Resistência à Tração [MPa] | | Módulo de Young [MPa] | |
|-----------|----------------------------|--------------|-----------------------|--------------|
| | Regra das Misturas | Experimental | Regra das Misturas | Experimental |
| 5K0B | 0,37 | 0,39 | 10,78 | 15,27 |
| 5K0,5B | 1,86 | 2,42 | 51,68 | 74,20 |
| 5K1B | 0,86 | 0,95 | 35,15 | 42,30 |
| 10K0B | 0,60 | 0,57 | 17,24 | 10,08 |
| 10K0,5B | 2,06 | 1,55 | 56,97 | 37,87 |
| 10K1B | 1,08 | 2,04 | 40,91 | 68,33 |
| 15K0B | 0,83 | 0,20 | 23,70 | 2,85 |
| 15K0,5B | 2,25 | 1,67 | 62,26 | 33,48 |
| 15K1B | 1,30 | 1,34 | 46,67 | 59,96 |
| 5MCC0B | 0,89 | 1,09 | 20,63 | 18,20 |
| 5MCC0,5B | 2,10 | 3,27 | 53,49 | 58,94 |
| 5MCC1B | 1,29 | 1,74 | 40,20 | 43,64 |
| 10MCC0B | 1,65 | 0,80 | 36,94 | 25,95 |
| 10MCC0,5B | 2,52 | 3,07 | 60,58 | 83,91 |
| 10MCC1B | 1,93 | 2,41 | 51,02 | 65,42 |
| 15MCC0B | 2,41 | 0,69 | 53,25 | 22,18 |
| 15MCC0,5B | 2,94 | 2,90 | 67,66 | 58,45 |
| 15MCC1B | 2,58 | 2,54 | 61,83 | 63,58 |

Este método permite a obtenção de previsões de propriedades e, em conformidade, obter uma estimativa para os resultados esperados para cada um dos provetes testados. No entanto, esta regra trata-se apenas de uma estimativa, que não contempla a influência que muitos outros fatores possam afetar as propriedades do material compósito final.

A análise da Tabela 12 mostra que, em alguns dos casos, houve alguma dispersão entre os resultados esperados (regra das misturas) e os resultados obtidos experimentalmente (através de ensaios de caracterização mecânica). No entanto, através da utilização dos dados apresentados na Tabela 11, foi possível obter uma melhor previsão das propriedades esperadas para cada material compósito produzido, como é possível comprovar através dos dados apresentados na Tabela 12.

Para concluir, e uma vez mais, com recurso aos dados apresentados na Tabela 12, é visível que o aumento da percentagem de reforço, denota uma maior variabilidade quando se comparam os dados experimentais com os dados resultantes da aplicação da regra das

misturas (resultados teóricos). Estas diferenças podem ser associadas ao fenómeno de deposição evidenciado na secção 4.2.1 do presente trabalho.

4.4 Análise de Elementos Finitos

Após a caracterização mecânica dos provetes produzidos por intermédio dos ensaios realizados, realizou-se uma análise de elementos finitos (FEA) com recurso ao *software SolidWorks* que, permite comprovar as propriedades obtidas experimentalmente e também analisar provetes cuja mistura não foi produzida. Para os provetes cuja mistura não foi produzida, a regra das misturas utilizada na secção 4.3 do presente trabalho permite a caracterização dos novos materiais, com base nos materiais já testados.

A análise de elementos finitos tem como principal objetivo compreender o comportamento de um determinado material, quando sujeito a esforços, podendo auxiliar no desenvolvimento de novos materiais compósitos. Tal é possível através da utilização de cálculos, modelos e simulações.

Este método permite reduzir bastante a produção, neste caso, de provetes, o que, aliado à biodegradabilidade dos mesmos, traz grandes vantagens para o meio ambiente.

4.4.1 Estudo estático através das propriedades resultantes dos ensaios

Por forma a simular o esforço de tração a que os provetes foram sujeitos aquando dos ensaios físicos, foram realizados vários estudos estáticos no *SolidWorks*.

Conforme enunciado na secção 3.5.2, no presente ponto deste trabalho, serão realizados estudos estáticos com recurso ao *SolidWorks*.

Através da análise do gráfico apresentado na Figura 46 abaixo, pode observar-se que a deformação ocorrida ao longo do ensaio, é bastante linear. Assim sendo, optou-se por efetuar estudos com modelo de comportamento linear elástico também para a análise de elementos finitos.

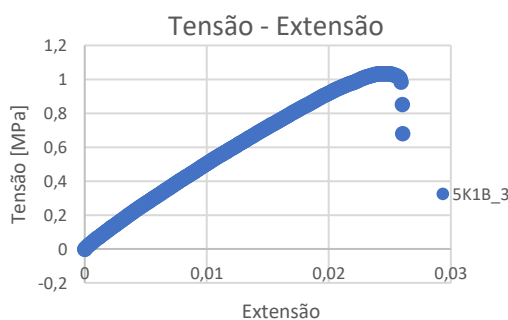


Figura 46 - Exemplo gráfico tensão-extensão

A caracterização dos materiais no software a utilizar para a análise de elementos finitos foi efetuada, para este estudo inicial, com base nas propriedades obtidas através dos ensaios realizados, que se encontram descritos na secção 4.2 neste caso, será exemplificado com as propriedades do provete 5KB1_3.

Após definição de todos os requisitos para a simulação, definidos na secção 3.5.2, esta foi efetuada e conseqüentemente analisados os seus resultados.

Foram realizados ensaios para os vários provetes produzidos de forma a comprovar os resultados obtidos. Abaixo encontram-se representados os resultados para o provete 5K1B_3 e respetiva comparação com os resultados obtidos no ensaio experimental.

Uma vez que o principal objetivo do estudo feito no *software SolidWorks*, nesta fase do trabalho, é validar as propriedades resultantes do ensaio de tração, os resultados retirados da simulação são os seguintes:

- Resistência à tração quando sujeito à tensão máxima (Figura 47);
- Deformação máxima (Figura 48);
- Extensão (Figura 49).

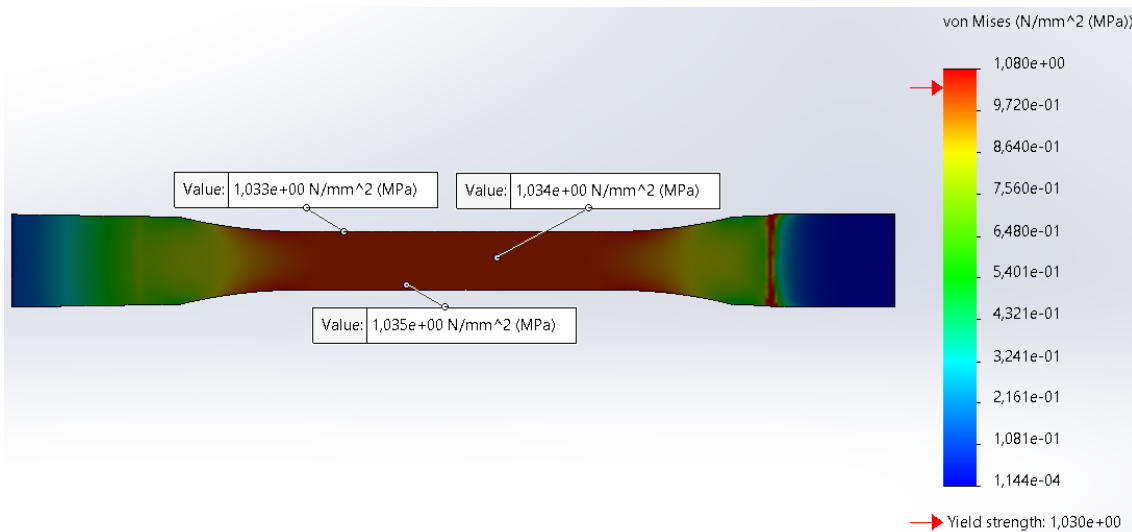
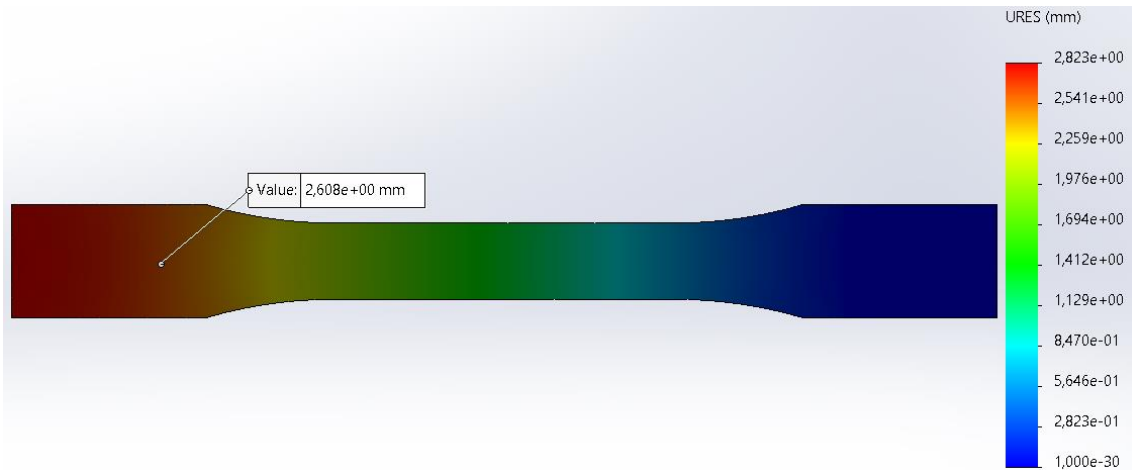


Figura 47 - Resistência à tração – 5K1B_3 (simulação SolidWorks)

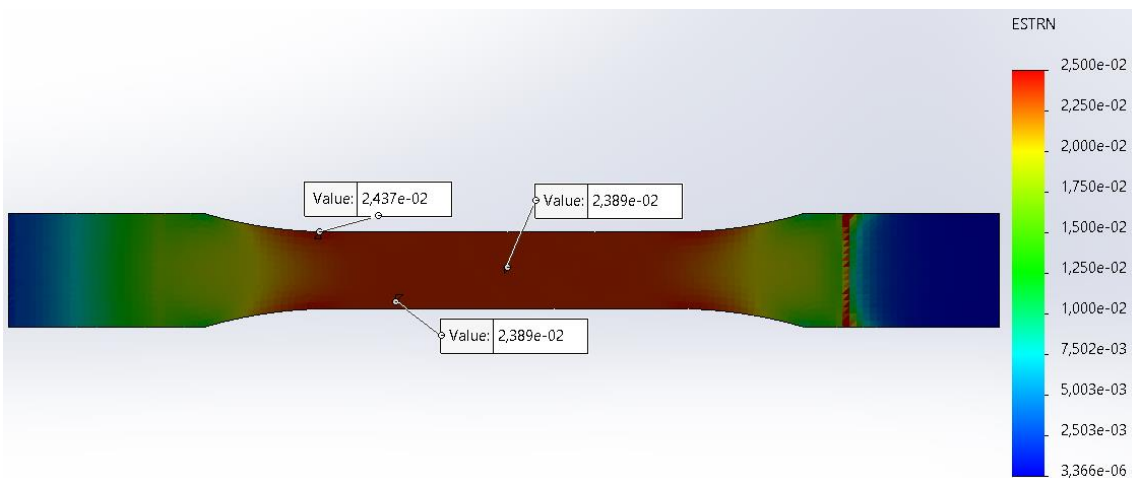
Analisando o resultado da simulação para a resistência à tração, é possível, através do esquema de cores apresentado, visualizar uma zona à direita da zona de teste, que corresponde à zona da amarra, onde ocorreu uma concentração de tensões. Esta concentração de tensões é uma limitação do *software*, e como tal foi desprezada. Isto é,

as amarras reais, possuem uma curvatura na sua extremidade, com o propósito de não incurrir esforços localizados, por não conterem uma aresta viva a “marcar” o provete.

Já na zona de teste do provete, os valores de tensão obtidos correspondem ao esperado quando submetidos à carga a que este foi sujeito, comprovando assim, por via da análise de elementos finitos, o comportamento destes materiais. Posto isto, a tensão máxima suportada por este provete (5K1B_3) é de 1,04 MPa.



Na Figura 48 encontra-se representada a deformação máxima em mm. A localização do ponto onde foi medida a deformação de 2,6 mm corresponde à zona onde a amarra da máquina de tração, “agarra” no provete. Assim sendo, a deformação medida à esquerda do ponto seleccionado não é tida em consideração.



Relativamente aos resultados da extensão (Figura 49) sofrida pelo provete, estes também correspondem ao esperado, já que, através do módulo de *Young* e resistência à tração do material produzido, é possível determinar analiticamente os valores para a extensão.

A extensão máxima medida para este ensaio foi de 0,024.

Tabela 13 - Comparação entre os resultados obtidos experimentalmente VS FEA

| | Resistência à Tração [MPa] | Deformação [mm] | Extensão | Módulo de <i>Young</i> [MPa] |
|--------------|----------------------------|-----------------|----------|------------------------------|
| Experimental | 1,03 | 2,79 | 0,0247 | 41,86 |
| FEA | 1,04 | 2,61 | 0,0244 | 42,42 |

Ao analisar a Tabela 13 pode concluir-se que os resultados são bastante idênticos, tal como expectável, já que o material foi caracterizado experimentalmente e, os dados fornecidos ao *software SolidWorks* são provenientes desta caracterização experimental efetuada. Esta simulação permitiu, então, confirmar os resultados obtidos experimentalmente para os materiais compósitos produzidos.

4.4.2 Estudo estático através das propriedades resultantes da aplicação da ROM

A utilização da regra das misturas no presente estudo permite ter uma perspetiva dos resultados usando propriedades homogeneizadas nos provetes analisados. Ao longo de todo o processo de produção dos provetes, existe um grande número de variáveis associadas que podem influenciar as características do produto final.

Assim, no presente ponto serão demonstradas as propriedades médias esperadas para um dos provetes já caracterizado experimentalmente, e realizado um estudo estático no *software SolidWorks* para que seja comprovado o comportamento do mesmo utilizando as propriedades resultantes da aplicação da regra das misturas.

Para o estudo estático realizado abaixo, foram seguidos todos os passos enunciados na secção 3.5.2 do presente trabalho. Assim sendo, abaixo podem verificar-se as propriedades obtidas no estudo (resistência à tração - Figura 50; deformação - Figura 51; extensão - Figura 52).

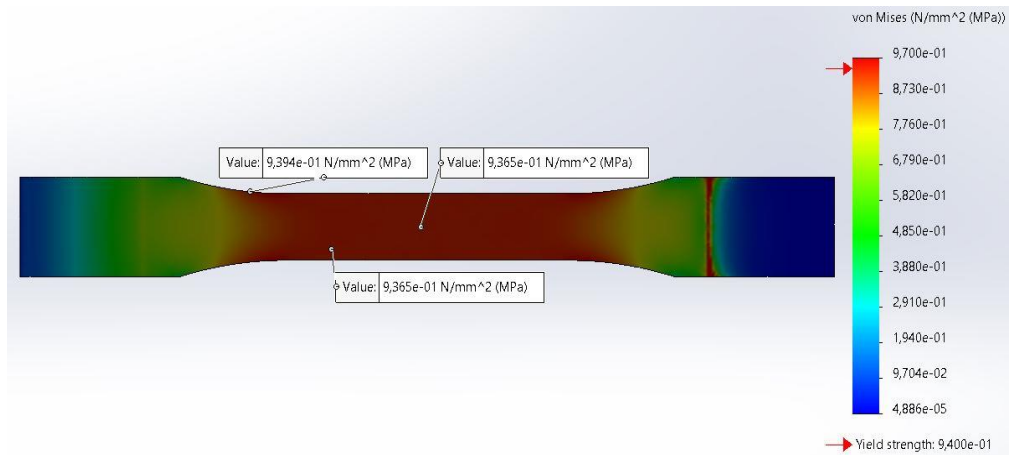


Figura 50 - Resistência à tração – 5K1B – ROM (simulação SolidWorks)

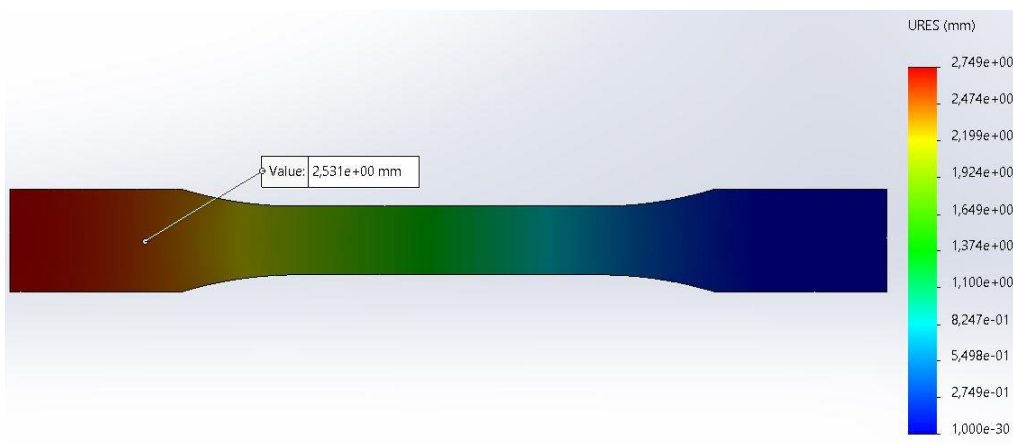


Figura 51 – Deformação – 5K1B – ROM (simulação SolidWorks)

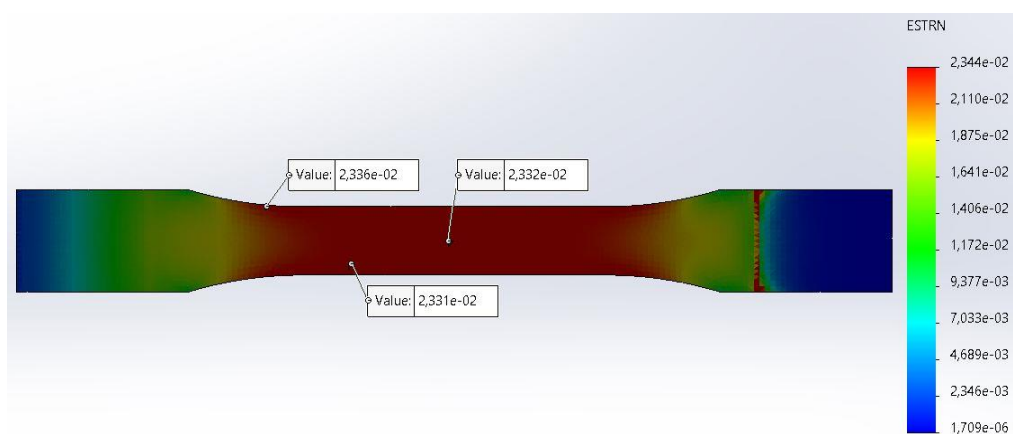


Figura 52 - Extensão – 5K1B – ROM (simulação SolidWorks)

Os resultados obtidos da análise de elementos finitos realizada para o compósito 5K1B (ROM) são esperados, tendo em conta os dados utilizados para a sua caracterização. Estes aproximam-se bastante dos valores médios obtidos com recurso à regra das misturas,

validando, para esse caso, a sua aplicabilidade. A comparação entre os resultados médios para o provete 5K1B com os resultados obtidos através da regra das misturas encontra-se representada na Tabela 14 *infra*.

Tabela 14 - Comparação entre os resultados médio com base nos resultados experimentais VS regra das misturas (5K1B)

| | Resistência à Tração [MPa] | Deformação [mm] | Extensão | Módulo de Young [MPa] |
|--------------|----------------------------|-----------------|----------|-----------------------|
| Experimental | 0,95 | 2,36 | 0,0218 | 42,30 |
| ROM | 0,94 | 2,53 | 0,0234 | 43,12 |

Ao analisar os resultados representados na Tabela 14, é possível comprovar, para este caso, que o método de homogeneização utilizado na secção 4.3, permitiu prever, teoricamente, as propriedades finais do compósito produzido.

4.4.3 Estudo estático de uma “nova” mistura com recurso à ROM

Tendo por base os resultados obtidos através da utilização da regra das misturas, tornou-se possível caracterizar os materiais de reforço (*Kaolin* e *MCC*) individualmente (Tabela 11). Assim, é então possível, com recurso à regra das misturas, caracterizar materiais não produzidos nem caracterizados até então no decurso do presente trabalho, obtendo uma perspectiva para as propriedades que o caracterizam. Ou seja, é possível criar um novo material cujas percentagens de resina e reforço tenham diferentes ponderações daquelas já estudadas neste documento.

Assim, escolheu-se analisar dois materiais de resina AESO com 0,5% de benzofenona, reforçada com 2,5 e 12% de *MCC* e outros dois com resina AESO com 0,5% de benzofenona, reforçada com 2,5 e 12% de *Kaolin*.

Ao aplicar a regra das misturas, chegou-se aos seguintes valores para a resistência à tração e módulo de *Young*, para o compósito acima referidos (Tabela 15):

Tabela 15 - Propriedades teóricas dos provetes 2,5MCC0,5B, 12MCC0,5B, 2,5K0,5B e 12K0,5B (ROM)

| | Resistência à Tração [MPa] | Módulo de Young [MPa] |
|------------|----------------------------|-----------------------|
| 2,5MCC0,5B | 1,88 | 66,65 |
| 12MCC0,5B | 2,69 | 72,31 |
| 2,5K0,5B | 1,77 | 67,55 |
| 12K0,5B | 2,17 | 76,61 |

Uma vez que também é necessário quantificar o coeficiente de *Poisson* para que seja possível efetuar uma análise de elementos finitos com recurso ao *software* selecionado, assumiu-se o valor de 0,45, já que, através dos ensaios realizados na secção 4.2.3, verificou-se que este se mantinha constante para as misturas produzidas.

Assim, após percorridas todas as etapas necessárias para possibilitar a análise de elementos finitos, chegaram-se aos resultados apresentados na Tabela 16 *infra*:

Tabela 16 - Resultados de caracterização dos provetes 2,5MCC0,5B, 12MCC0,5B, 2,5K0,5B e 12K0,5B (simulação SolidWorks)

| | Resistência à Tração [MPa] | Deformação [mm] | Extensão | Módulo de Young [MPa] |
|------------|----------------------------|-----------------|----------|-----------------------|
| 2,5MCC0,5B | 1,89 | 2,97 | 0,0274 | 68,98 |
| 12MCC0,5B | 2,69 | 3,90 | 0,0357 | 75,35 |
| 2,5K0,5B | 1,78 | 2,75 | 0,0250 | 71,20 |
| 12K0,5B | 2,15 | 2,92 | 0,0268 | 80,22 |

Os resultados acima representados revelam-se de extrema importância, uma vez que demonstram a aplicabilidade do método de homogeneização utilizado para o intervalo de percentagens de reforço utilizado. Revela-se ainda uma grande vantagem no que à sustentabilidade diz respeito, isto porque a procura da sustentabilidade por via destes novos materiais levou a um aumento de produção dos mesmos, para que sejam testados e caracterizados mecanicamente. Os estudos que apontam neste sentido apresentam, assim, alguns custos para a sua produção, o que pode pôr em causa a sustentabilidade das indústrias. Assim, após realizado este estudo, e interligado com a análise de elementos finitos, pode haver um aumento da sustentabilidade pela não necessidade da utilização de recursos para poder comprovar a utilização deste tipo de materiais para determinados fins.

5 Conclusão e trabalhos futuros

Com o presente trabalho foram produzidos dois tipos de materiais compósitos eco sustentáveis.

A utilização de materiais compósitos provenientes de materiais de origem natural e renováveis permite a diminuição do impacto ambiental causado pelos materiais compósitos convencionais em fim de vida.

Para a produção dos novos materiais foram usados materiais de origem natural - a resina, o reforço e o fotoiniciador. A resina AESO permitiu a incorporação de dois tipos distintos de reforço - o *Kaolin* e a MCC.

Os ensaios exploratórios realizados permitiram demonstrar a influência dos materiais face ao processo de cura selecionado. Foi ainda possível, com este trabalho, verificar a eficácia do processo de cura por UV neste tipo de resinas, o que é, claramente, uma vantagem na produção destes materiais, pois permite a incorporação dos mesmos na impressão 3D por estereolitografia.

Os ensaios exploratórios realizados permitiram demonstrar a influência dos materiais face ao processo de cura selecionado. Já a realização de ensaios mecânicos aos diferentes materiais produzidos permitiu identificar a influência de cada material utilizado.

As propriedades dos materiais produzidos não permitem, para já, a sua incorporação para fins onde existam exigentes solicitações mecânicas. Ainda que não possam substituir materiais compósitos para fins estruturais devido ao baixo módulo de *Young* e resistência à tração, estes revelaram-se um bom ponto de partida para a inclusão de materiais compósitos eco sustentáveis em várias indústrias.

Ao analisar os resultados obtidos nos ensaios realizados, pode concluir-se que houve pouca dispersão de resultados para algumas das propriedades, nomeadamente a dureza *Shore A*. Os ensaios realizados com o propósito de quantificar a dureza destes materiais revelaram uma particularidade deste material, ou seja, a diferença de durezas entre as duas faces do provete. Esta característica foi menos relevante quando o reforço utilizado foi a MCC, o que revela que não existiu uma deposição do material de reforço, à semelhança do que aconteceu quando o *Kaolin* foi utilizado.

Em grande parte dos ensaios de tração realizados houve uma constante: sempre que o fotoiniciador foi utilizado em percentagens de 0,5%, os resultados de resistência à tração foram mais elevados, quando comparadas com as percentagens de 0 e 1%. Este resultado sugere que a percentagem ideal de fotoiniciador a utilizar nestes materiais será muito próxima dos 0,5%.

A utilização de uma percentagem de 5% de reforço, para ambos os casos (5K0,5B e 5MCC0,5B), foi onde se obteve melhores resultados. No entanto, estes resultados estão, ainda, longe dos resultados apresentados pela literatura.

A inclusão de ensaios de correlação de imagens digital permitiu quantificar o coeficiente de *Poisson* do material, possibilitando a sua caracterização mecânica, de forma a permitir efetuar a análise de elementos finitos. Esta possibilidade de efetuar análise de elementos finitos é uma grande vantagem e, apesar de nos referirmos a materiais cujo impacto ambiental é insignificante, é ainda possível testar os materiais sem que haja desperdícios.

Os resultados obtidos para o coeficiente de *Poisson* encontram-se entre 0,45 e 0,48, estando bastante próximos do valor de 0,5 o que se assemelha ao comportamento de elastómeros, borrachas ou silicões.

Relativamente aos ensaios de absorção de água, os resultados foram, também, os esperados, ou seja, quando o material de reforço utilizado foi a MCC, era de esperar o aumento da absorção de água por se tratar de um material hidrofílico. Este aumento de absorção de água para os casos onde foi utilizado o *Kaolin* como material de reforço, também era esperado pelo aumento de porosidades verificado ao longo dos ensaios de caracterização. Assim sendo, verificou-se que o aumento da sua percentagem levou ao aumento da percentagem de absorção de água.

Relativamente aos possíveis trabalhos no futuro, o autor considera que será relevante realizar o seguinte:

Numa primeira fase, testar diferentes fotoiniciadores que permitam uma diminuição considerável do tempo do processo de cura, tornando mais viável a utilização destes materiais na estereolitografia (impressão 3D), já que é expectável que o aumento da velocidade do processo de cura diminua a probabilidade ocorrência de fenómenos de deposição do material de reforço.

Efetuar uma análise microscópica dos materiais produzidos, com o intuito de verificar a homogeneidade destes materiais e, também, confirmar que de facto ocorrem fenómenos de deposição conforme sugerido ao longo dos ensaios realizados.

Na fase de produção destes materiais, a inclusão de um equipamento de vácuo que permita a eliminação de porosidades causadas pelo aparecimento de bolhas nos materiais, podendo influenciar negativamente os resultados obtidos nos ensaios de dureza.

Já numa fase final, efetuar ensaios de dissolução com a utilização de diferentes solventes que permitam eficazmente a separação dos constituintes dos materiais produzidos, sendo então utilizados para a produção de materiais compósitos de segunda vida e, posteriormente, analisar as suas propriedades. Efetuar também uma comparação entre as propriedades dos compósitos virgens e dos compósitos reciclados.

Por fim, produzir um produto a partir do compósito, efetuando as devidas alterações de acordo com o propósito a que este se destina, e analisar o seu desempenho ao longo do respetivo período de vida útil.

Referências

- [1] C. V. Amaechi, C. O. Agbomerie, E. O. Orok, and J. Ye, “Economic Aspects of Fiber Reinforced Polymer Composite Recycling,” *Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials*, pp. 377–397, 2020, doi: 10.1016/b978-0-12-803581-8.10738-6.
- [2] M. M. Pasăre, B. Constantin, L. Luca, and D. Radostin, “Aspects of composite materials evolution,” *Fiability & Durability/Fiabilitate si Durabilitate*, vol. 2, no. 2, pp. 55–60, 2019.
- [3] R. R. Nagavally, “Composite Materials - History, Types, Fabrication Techniques, Advantages, and Applications,” *International Journal of Mechanical And Production Engineering*, pp. 25–30, 2016.
- [4] Y. Yang, R. Boom, B. Irion, D. J. van Heerden, P. Kuiper, and H. de Wit, “Recycling of composite materials,” *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, vol. 51, pp. 53–68, 2012, doi: 10.1016/j.cep.2011.09.007.
- [5] A. E. Krauklis, C. W. Karl, A. I. Gagani, and J. K. Jørgensen, “Composite material recycling technology—state-of-the-art and sustainable development for the 2020s,” *Journal of Composites Science*, vol. 5, no. 1, 2021, doi: 10.3390/jcs5010028.
- [6] A. Karimah *et al.*, “A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: characteristics, and utilizations,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 13, pp. 2442–2458, 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.06.014.
- [7] C. Kämpfer *et al.*, “Life cycle assessment and sustainable engineering in the context of near net shape grown components: striving towards a sustainable way of future production,” *Environ Sci Eur*, vol. 29, no. 1, 2017, doi: 10.1186/s12302-017-0125-x.
- [8] X. S. Yi, S. Du, and L. Zhang, *Composite materials engineering*, vol. 1. 2017. doi: 10.1007/978-981-10-5696-3.
- [9] J. Fan and J. Njuguna, *An Introduction to Lightweight Composite Materials and Their Use in Transport Structures*. Elsevier Ltd, 2016. doi: 10.1016/B978-1-78242-325-6.00001-3.
- [10] G. Yang, M. Park, and S. J. Park, “Recent progresses of fabrication and characterization of fibers-reinforced composites: A review,” *Composites Communications*, vol. 14, no. May, pp. 34–42, 2019, doi: 10.1016/j.coco.2019.05.004.
- [11] I. M. Daniel and O. Ishai, *Engineering mechanics of composite materials*, vol. 17, no. 2. 1996. doi: 10.1016/s0261-3069(97)87195-6.
- [12] M. Wang, W. Bonfield, M. Li, and F. Guiu, “Interphase in composite materials,” *Key Eng Mater*, vol. 127–131, pp. 583–590, 1997, doi: 10.4028/www.scientific.net/kem.127-131.583.
- [13] E. E. Gdoutos, *Composite Materials*, vol. 263. 2020. doi: 10.1007/978-3-030-35098-7_11.
- [14] S. Das and S. Das, *Properties for Polymer, Metal and Ceramic Based Composite Materials*. Elsevier Ltd., 2021. doi: 10.1016/b978-0-12-803581-8.11897-1.
- [15] F. C. Campbell, “Chapter 1 - Introduction to composite materials,” *Structural Composite Materials*, 2010. doi: 10.1016/s0021-9258(18)48186-0.

- [16] D. K. Rajak, D. D. Pagar, R. Kumar, and C. I. Pruncu, "Recent progress of reinforcement materials: A comprehensive overview of composite materials," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, no. 6, pp. 6354–6374, 2019, doi: 10.1016/j.jmrt.2019.09.068.
- [17] I. D. Ibrahim, T. Jamiru, R. E. Sadiku, W. K. Kupolati, S. C. Agwuncha, and G. Ekundayo, "The use of polypropylene in bamboo fibre composites and their mechanical properties - A review," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 34, no. 16, pp. 1347–1356, 2015, doi: 10.1177/0731684415591302.
- [18] S. Suresh Kumar, S. Thirumalai Kumaran, G. Velmurugan, A. Perumal, S. Sekar, and M. Uthayakumar, "Physical and mechanical properties of various metal matrix composites: A review," *Mater Today Proc*, vol. 50, no. xxxx, pp. 1022–1031, 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.07.354.
- [19] Surappa M.K., "Aluminium Matrix Composites: Challenges and Opportunities // Sadhana. Department of Metallurgy, Indian Institute of Science, Bangalore 560 012, India," *Sadhana*, vol. 28, no. 1–2, pp. 319–334, 2003.
- [20] G. C. Papanicolaou and S. P. Zaoutsos, *Viscoelastic constitutive modeling of creep and stress relaxation in polymers and polymer matrix composites*, 2nd ed. Elsevier Ltd., 2019. doi: 10.1016/B978-0-08-102601-4.00001-1.
- [21] R. Hsissou, R. Seghiri, Z. Benzekri, M. Hilali, M. Rafik, and A. Elharfi, "Polymer composite materials: A comprehensive review," *Compos Struct*, vol. 262, no. January, pp. 0–3, 2021, doi: 10.1016/j.compstruct.2021.113640.
- [22] N. Saba and M. Jawaid, "A review on thermomechanical properties of polymers and fibers reinforced polymer composites," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 67, pp. 1–11, 2018, doi: 10.1016/j.jiec.2018.06.018.
- [23] J. Sun *et al.*, "A review on additive manufacturing of ceramic matrix composites," *J Mater Sci Technol*, vol. 138, pp. 1–16, Mar. 2023, doi: 10.1016/J.JMST.2022.06.039.
- [24] F. L. Matthews and R. D. Rawlings, "Composite material: Engineering and Science." pp. 376-388, 2008.
- [25] O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink, and M. Sain, "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010," *Prog Polym Sci*, vol. 37, no. 11, pp. 1552–1596, 2012, doi: 10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003.
- [26] R. Jeyapragash, V. Srinivasan, and S. Sathiyamurthy, "Mechanical properties of natural fiber/particulate reinforced epoxy composites - A review of the literature," *Mater Today Proc*, vol. 22, no. xxxx, pp. 1223–1227, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.12.146.
- [27] F. P. la Mantia and M. Morreale, "Green composites: A brief review," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 42, no. 6, pp. 579–588, 2011, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.01.017.
- [28] S. Briede, A. Barkane, M. Jurinovs, V. K. Thakur, and S. Gaidukovs, "Acrylation of biomass: A review of synthesis process: Know-how and future application directions," *Curr Opin Green Sustain Chem*, vol. 35, p. 100626, 2022, doi: 10.1016/j.cogsc.2022.100626.
- [29] S. Grauzeliene, B. Kazlauskaite, E. Skliutas, M. Malinauskas, and J. Ostrauskaite, "Photocuring and digital light processing 3D printing of vitrimer composed of 2-

- hydroxy-2-phenoxypropyl acrylate and acrylated epoxidized soybean oil,” *Express Polym Lett*, vol. 17, no. 1, pp. 54–68, 2023, doi: 10.3144/expresspolymlett.2023.5.
- [30] A. Lotfi, H. Li, D. V. Dao, and G. Prusty, “Natural fiber–reinforced composites: A review on material, manufacturing, and machinability,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 34, no. 2, pp. 238–284, 2021, doi: 10.1177/0892705719844546.
- [31] C. Baillie, *Green composites Polymer composites and*. 2004.
- [32] A. Kwaśniewska, D. Chocyk, G. Gładyszewski, J. Borc, M. Świetlicki, and B. Gładyszewska, “The influence of kaolin clay on the mechanical properties and structure of thermoplastic starch films,” *Polymers (Basel)*, vol. 12, no. 1, 2020, doi: 10.3390/polym12010073.
- [33] Z. Liu, S. Z. Erhan, D. E. Akin, and F. E. Barton, “‘Green’ composites from renewable resources: Preparation of epoxidized soybean oil and flax fiber composites,” *J Agric Food Chem*, vol. 54, no. 6, pp. 2134–2137, 2006, doi: 10.1021/jf0526745.
- [34] J. Stampfl *et al.*, “Biodegradable stereolithography resins with defined mechanical properties,” *Proceedings of the 3rd International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping: Virtual and Rapid Manufacturing Advanced Research Virtual and Rapid Prototyping*, no. September, pp. 283–287, 2007.
- [35] R. J. Moon, A. Martini, J. Nairn, J. Simonsen, and J. Youngblood, *Cellulose nanomaterials review: Structure, properties and nanocomposites*, vol. 40, no. 7. 2011. doi: 10.1039/c0cs00108b.
- [36] W. Liu, M. en Fei, Y. Ban, A. Jia, and R. Qiu, “Preparation and evaluation of green composites from microcrystalline cellulose and a soybean-oil derivative,” *Polymers (Basel)*, vol. 9, no. 10, 2017, doi: 10.3390/polym9100541.
- [37] M. W. Tham *et al.*, “Tensile properties prediction of natural fibre composites using rule of mixtures: A review,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 38, no. 5, pp. 211–248, 2019, doi: 10.1177/0731684418813650.
- [38] G. Yerbolat, S. Amangeldi, M. H. Ali, N. Badanova, A. Ashirbek, and G. Islam, “Composite materials property determination by Rule of Mixture and Monte Carlo Simulation,” *Proceedings of the 2018 IEEE International Conference on Advanced Manufacturing, ICAM 2018*, no. m, pp. 384–387, 2019, doi: 10.1109/AMCON.2018.8615034.
- [39] S. K. Hubadillah *et al.*, “Fabrications and applications of low cost ceramic membrane from kaolin: A comprehensive review,” *Ceram Int*, vol. 44, no. 5, pp. 4538–4560, 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.12.215.
- [40] K. K. Moraes, R. D. Vanderlei, V. C. dos Santos, J. P. Zampieri, and L. Capelin, “Avaliação das propriedades mecânicas de compósitos de matriz cimentícia com microcelulose cristalina,” *Matéria (Rio de Janeiro)*, vol. 23, no. 3, 2018, doi: 10.1590/s1517-707620180003.0514.