

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE BAURU
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

LUCAS PEREIRA PIEDADE

**Determinação do módulo de elasticidade a torção do Politetrafluoretileno (PTFE)
utilizando espectroscopia mecânica**

Bauru

2019

LUCAS PEREIRA PIEDADE

**Determinação do módulo de elasticidade a torção do Politetrafluoretileno (PTFE)
utilizando espectroscopia mecânica**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Bauru, programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica na Área Processos de Fabricação, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Cesar Renato Foschini
Coorientador: Prof. Dr. Calor Alberto Fonzar Pintão

Bauru
2019

Piedade, Lucas Pereira.

Determinação do módulo de elasticidade a torção do Politetrafluoretileno (PTFE) utilizando espectroscopia mecânica/ Lucas Pereira Piedade, 2019
114 f. : il.

Orientador: Cesar Renato Foschini

Coorientador: Carlos Alberto Fonzar Pintão

Dissertação (Mestrado)-Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia, Bauru, 2019

1. Politetrafluoretileno. 2. Módulo de torção. 3. Espectroscopia mecânica. 4. Pêndulo de torção. 5. Caracterização Mecânica. I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. II. Título.

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE LUCAS PEREIRA PIEDADE, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA, DA FACULDADE DE ENGENHARIA - CÂMPUS DE BAURU.

Aos 19 dias do mês de julho do ano de 2019, às 09:00 horas, no(a) Anfiteatro da Seção Técnica de Pós-graduação da FEB, reuniu-se a Comissão Examinadora da Defesa Pública, composta pelos seguintes membros: Prof. Dr. CARLOS ALBERTO FONZAR PINTÃO do(a) Departamento de Física / UNESP / Câmpus de Bauru, Prof. Dr. EDUARDO CARLOS BIANCHI do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Bauru - UNESP, Prof. Dr. NILTON FRANCELOSI AZEVEDO NETO do(a) Sistemas Biomédicos / Faculdade de Tecnologia de Bauru, sob a presidência do primeiro, a fim de proceder a arguição pública da DISSERTAÇÃO DE MESTRADO de LUCAS PEREIRA PIEDADE, intitulada **DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE A TORÇÃO DO POLITETRAFLUORETILENO (PTFE) UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA MECÂNICA..** Após a exposição, o discente foi arguido oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo recebido o conceito final: APROVADO. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelos membros da Comissão Examinadora.

Prof. Dr. CARLOS ALBERTO FONZAR PINTÃO

Prof. Dr. EDUARDO CARLOS BIANCHI

Prof. Dr. NILTON FRANCELOSI AZEVEDO NETO

Aos meus avôs Antônio Pereira e Joaquim Piedade (in memoriam). As minhas sobrinhas Maria Clara e Maria Julia, alegria e esperança de renovação deste mundo. À minha família e minha esposa Natally, que são a essência desta jornada.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus por ter me dado saúde, força para superar as dificuldades e por iluminar meu caminho nos momentos de escuridão.

Aos meus pais, Valdir Piedade e Glória Pereira Piedade, pelo amor incondicional, apoio e ensinamentos que sempre carregarei.

Aos meus irmãos, Warlen Pereira Piedade e Beatriz Pereira Piedade, que mesmo estando longe nunca deixaram de mandar mensagens de amor e incentivo.

À minha esposa, Natally Crepaldi Azevedo, companheira de caminhada, pelo amor, paciência e por compartilhar novos sonhos comigo.

Ao meu orientador. Prof. Dr. Cesar Renato Foschini, pela confiança e apoio ao longo desses anos.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. Carlos Alberto Fonzar Pintão, mentor do projeto, por me receber como um pai em seu laboratório em um momento de mudanças e incertezas.

Um agradecimento especial ao meu cunhado Nilton, que acompanha meus passos desde a iniciação científica e quem primeiro me apresentou ao Prof. Fonzar.

Aos meus amigos de Laboratório e Pós-graduação Anne de Alcântara, Cristian Otuka, Daniel Martins, Edgar Boralí, Eduardo Estambasse, Fernando Sabino, José Claudio Lopes, Luana Martins, Mauri Junior, Marcos Gonçalves, Renan Fragelli, Vicente Gerlin e Vincent Wong, pelas contribuições na pesquisa, momentos de diversão e por estarem presentes nesta jornada.

Ao técnico da Oficina Mecânica da Física, Wilians Govedise, pelo imenso auxílio e amizade.

Às equipes dos Laboratórios de “Análise Térmica e Polímeros” e de “Anelasticidade e Biomateriais”, UNESP – Bauru, por estarem sempre de portas abertas e pela assistência nas operações.

A todo o Departamento de Engenharia Mecânica da FEB - UNESP pela oportunidade e atenção concedida.

Finalmente, à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela Bolsa de Mestrado que me permitiu trabalhar em dedicação exclusiva.

“Você pode encarar um erro como uma besteira a ser esquecida ou como um resultado que aponta uma nova direção.”

Steve Jobs

RESUMO

Materiais poliméricos são comumente usados em aplicações de engenharia, o que tem motivado pesquisadores a estudarem seu comportamento mecânico e o desenvolvimento de sistemas de medida. O Politetrafluoretileno (PTFE), comercialmente conhecido como Teflon, é um destes polímeros. Devido ao fato de que o PTFE é capaz de realizar funções estruturais específicas e ser submetido a esforços mecânicos cisalhantes, é importante que se conheça o valor do módulo de torção, G , não só para prever seu comportamento mecânico, mas também para usá-lo como parâmetro de rigidez em projetos. Desta forma, o principal objetivo deste trabalho foi apresentar e validar o uso de uma técnica alternativa para determinar o módulo de torção, G , de materiais com ênfase em materiais poliméricos, em particular, o PTFE. Para realizar a medida de G , foi utilizado um sistema mecânico contendo um pêndulo de torção e um sensor de movimento rotativo (SMR) acoplado a ele, que permitisse determinar: a posição angular em função do tempo. Então, uma equação derivada dos estudos de espectroscopia mecânica e da teoria de relaxação foi utilizada para o cálculo de G . A técnica aplicada neste trabalho é considerada como não destrutiva e independe de se conhecer o valor do coeficiente de Poisson do material em estudo. Amostras de diferentes diâmetros de PTFE extrudado foram submetidas a esforços de torção simples variando seu comprimento efetivo, a fim de estudar o seu comportamento à torção. As amostras passaram por análises térmicas para determinar seu grau de pureza, estabilidade térmica e estimar sua porcentagem cristalina. Também foram feitas imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para garantir que as mesmas estão livres de defeitos do processo de extrusão. Os resultados obtidos com essa técnica de medição mostraram que a equação para determinar G é válida e que os valores de G convergem para um valor comum próximo a 350 MPa para uma relação entre comprimento efetivo e diâmetro (L/d) de 10,64. Uma vez que esse valor está dentro dos limites esperados, esta técnica mostrou-se viável, abrindo possibilidade para o estudo de outras amostras poliméricas.

Palavras-chave: Politetrafluoretileno. Módulo de torção. Espectroscopia mecânica. Pêndulo de torção. Caracterização mecânica.

ABSTRACT

Polymeric materials are commonly used in engineering applications, which has motivated researchers to study their mechanical behavior and development of measurement systems. The Polytetrafluoroethylene (PTFE), commercially known as Teflon, is one of these polymers. Due the fact that PTFE is able to perform a specific structural function and be subjected to mechanical shear stresses, it is important to know the value of the torsion modulus, G , not only to predict its mechanical behavior, but also to use it as a parameter of rigidity in projects. In this way, the main objective of this work was to present and validate the use of an alternative technique to determine the torsion modulus, G , of materials with emphasis on polymeric materials, in particular the PTFE. For this purpose, a mechanical system containing a torsion pendulum and a rotational motion sensor (RMS) coupled to it was used to determine the angular position as a function of time. Then, an equation derived from mechanical spectroscopy and relaxation theory was used for the calculation of G . The technique applied in this work is considered as non-destructive and is independent of knowing the value of Poisson's ratio of a study material. Samples with different diameters of extruded PTFE were subjected to simple torsional stresses varying their effective length in order to study their torsional behavior. The samples were subjected to thermal analysis to determine their degree of purity, thermal stability and to estimate their crystalline percentage. Images of Scanning electron microscopy (SEM) were also made to ensure that the samples are free of defects from the extrusion process. The results obtained with this measurement technique showed that the equation to determine G is valid and the values of G converge to a common value close to 350 MPa for an L/d ratio of 10.64. As the value is within the expected limits, the technique can be used to study other polymer samples.

Keywords: Polytetrafluoroethylene. Torsion modulus. Mechanical spectroscopy. Torsion pendulum. Mechanical characterization.

LISTAS DE FIGURAS

Figura 3.1 - Representação esquemática da molécula de PTFE.	6
Figura 3.2 - Diagrama de fases do PTFE a baixas pressões.....	7
Figura 3.3 - Relaxações do PTFE.....	8
Figura 3.4 - Desenho de uma Extrusora ram tipo Vertical	10
Figura 3.5 – Curva típica de tensão-deformação de um polímero.....	13
Figura 4.1 - Amostras de PTFE extrudado com diferentes diâmetros	24
Figura 4.2 - Desenho esquemático da montagem para a medida do momento de inércia....	25
Figura 4.3 - Configurações de inércia do pêndulo de torção.	28
Figura 4.4 - Modificações do pêndulo de torção.....	29
Figura 4.5 - Obtenção dos parâmetros da curva de relaxação.....	30
Figura 4.6 - Detalhamento do sistema de medida.....	32
Figura 4.7 - Elementos que compõe o sistema de medida de G	33
Figura 4.8 – Montagem para medir a relação θ/θ^*	33
Figura 4.9 - Esquema de um equipamento genérico para DSC com fluxo de calor.....	35
Figura 4.10 - Diferença entre curva DSC e DTA.	36
Figura 4.11 - Curvas TG/DTG do ácido acetilsalicílico.....	39
Figura 4.12 – Curva tensão-deformação DMA	40
Figura 4.13 - Equipamento de DMA e a fixação da amostra.	41
Figura 4.14 - Sistema utilizado para medir Mt	43
Figura 4.15 – Representação real e esquemática da medida Mt	44
Figura 5.1 - Curva DSC para o PTFE extrudado.....	46
Figura 5.2 - Curvas TG-DTA/DTG para o PTFE extrudado.	48
Figura 5.3 - MEV do PTFE em corte longitudinal.	49
Figura 5.4 - MEV do PTFE em corte transversal.....	50
Figura 5.5 - Valores de I obtidos por ajuste linear dos resultados experimentais.	51
Figura 5.6 - Curva de G em função de Lf_0^2 para $d = 8$ mm.....	54
Figura 5.7 - Frequência de oscilação em função da inércia rotacional com $d = 8$ mm.	56
Figura 5.8 - Curvas de relaxação do PTFE para diferentes inércias.	56
Figura 5.9 - Valores experimentais de G em função de I com $d = 8$ mm.....	58
Figura 5.10 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (526 \pm 4) 10^{-4} \text{kgm}^2$	61
Figura 5.11 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (398 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$	61
Figura 5.12 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (207 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$	62
Figura 5.13 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (98,1 \pm 0,5) 10^{-4} \text{kgm}^2$	62
Figura 5.14 - DMA do PTFE extrudado.	64
Figura 5.15- Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d	65

Figura 5.16 - Valores experimentais de G em função de I com $L/d = 10,64$	66
Figura 5.17 - Frequência de oscilação em função de I, com diferentes d.	67
Figura 5.18 - Curvas típicas de força F (N) em função da posição angular θ (°).	68
Figura A0.1 - Frequência de oscilação em função da inércia rotacional, I, com $d = 5\text{mm}$	80
Figura A0.2 - Curva de G em função de Lf_0^2 para $d = 5\text{ mm}$	81
Figura A0.3 - Valores experimentais de G em função de I com $d = 5\text{mm}$	82
Figura B0.1 - Frequência de oscilação em função da inércia rotacional, I, com $d = 6,5\text{mm}$	84
Figura B0.2 - Curva de G em função de Lf_0^2 para $d = 6,5\text{ mm}$	85
Figura B0.3 - Valores experimentais de G em função de I com $d = 6,5\text{mm}$	86
Figura C0.1 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (526 \pm 4) 10^{-4}\text{kgm}^2$	88
Figura C0.2 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (398 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	88
Figura C0.3 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (207 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	89
Figura C0.4 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (98,1 \pm 0,5) 10^{-4}\text{kgm}^2$	89
Figura C0.5 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (526 \pm 4) 10^{-4}\text{kgm}^2$	90
Figura C0.6 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (398 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	90
Figura C0.7 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (207 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	91
Figura C0.8 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (98,1 \pm 0,5) 10^{-4}\text{kgm}^2$	91
Figura C0.9 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (526 \pm 4) 10^{-4}\text{kgm}^2$	92
Figura C0.10 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (398 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	92
Figura C0.11 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (207 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	93
Figura C0.12 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (98,1 \pm 0,5) 10^{-4}\text{kgm}^2$	93
Figura C0.13 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (526 \pm 4) 10^{-4}\text{kgm}^2$	94
Figura C0.14 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (398 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	94
Figura C0.15 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (207 \pm 1) 10^{-4}\text{kgm}^2$	95
Figura C0.16 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05\text{ mm}$, $I = (98,1 \pm 0,5) 10^{-4}\text{kgm}^2$	95
Figura D0.1 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 123,80 \pm 0,05\text{ mm}$	96
Figura D0.2 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 104,00 \pm 0,05\text{ mm}$	96
Figura D0.3 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 69,20 \pm 0,05\text{ mm}$	97
Figura D0.4 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 53,20 \pm 0,05\text{ mm}$	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 - Valores das medidas físicas do PTFE	47
Tabela 5.2 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.....	53
Tabela 5.3 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.....	53
Tabela 5.4 - Resultados experimentais : $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	53
Tabela 5.5 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.....	53
Tabela 5.6 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.....	54
Tabela 5.7 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $d = 8$ mm.	55
Tabela 5.8 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	60
Tabela 5.9 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	60
Tabela 5.10 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	60
Tabela 5.11 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	63
Tabela 5.12 - Parâmetros de relaxação anelástica PTFE extrudado a 25°C.	64
Tabela 5.13 - Resultados experimentais da medida de Mt e $T_{teórico}$	68
Tabela A0.1 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.	79
Tabela A0.2 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.	79
Tabela A0.3 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	79
Tabela A0.4 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.....	79
Tabela A0.5 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.....	80
Tabela A0.6 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $d = 5$ mm.....	81
Tabela B0.1 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.	83
Tabela B0.2 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 104,20 \pm 0,05$ mm.	83
Tabela B0.3 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.....	83
Tabela B0.4 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.....	83
Tabela B0.5 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.....	84
Tabela B0.6 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $d = 6,5$ mm.....	85
Tabela C0.1 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.	87

Tabela C0.2 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.	87
Tabela C0.3 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.	87
Tabela C0.4 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.	87

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
DMA	<i>Dynamic mechanical analysis</i>
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i>
DTA	<i>Differential Thermal Analysis</i>
DTG	<i>Derivative thermogravimetry</i>
FS	Sensor de força
Gy	Gray (unidade de dose absorvida)
LN ₂	Nitrogênio líquido
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MI	Momento de inércia
PTFE	Politetrafluoretileno
SMR	Sensor de movimento rotativo
TG	Termogravimetria
TFE	Tetrafluoretileno
WAXS	<i>Wide-angle X-ray scattering</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Amplitude do parâmetro do ajuste angular [rad, °]
a	Aceleração linear [m/s ²]
B	Inclinação da reta dos pontos experimentais
b	Coeficiente linear da reta F versus θ [N/°]
c	Comprimento do braço do pêndulo [m]
d	Diâmetro da amostra [mm]
E	Módulo de Young [Pa]
E'	Módulo de armazenamento [Pa]
E''	Módulo de perda [Pa]
F	Força [N]
F_{aplicada}	Força aplicada [N]
F_{medido}	Força medida [N]
F_S	Força no sensor [N]
f_0	Frequência de oscilação [Hz]
f_c	Fator de calibração
G	Módulo de torção [Pa]
g	Aceleração da gravidade local [m/s ²]
I	Momento de inércia (MI) do pêndulo ou inércia rotacional [kg·m ²]
J	Momento de inércia polar [m ⁴]
L	Comprimento efetivo da amostra [mm]
M_t	Torque [N·m]
m	Massa de tração [g]
m_a	Massa da amostra [g]
m_i	Massa inicial [g]
m_S	Massa do suporte [g]
P	Peso total em módulo [N]
Q_T^{-1}	Atrito interno total do sistema
R	Raio da amostra [mm]
R_p	Raio da polia [m]
S	Coeficiente angular da reta F versus θ [N]
T	Força de tração do fio [N]

T_p	Período [s]
T_a	Temperatura da amostra [°C]
T_g	Temperatura de transição vítrea [°C]
T_m	Temperatura de fusão [°C]
T_r	Temperatura da referência [°C]
$T_{teórico}$	Torque teórico [N·m]
t	Tempo [s]
t_0	Parâmetro do ajuste correspondente a T_p [s]
t_c	Parâmetro do programa para ajuste “wave form” [s]
$\tan \delta$	Atrito interno
v_0	Volume inicial do líquido [ml]
v_f	Volume final do líquido [ml]
W	Parâmetro correspondente a ω_0 [s]
α	Aceleração angular [rad/s ²]
α_0	Aceleração angular do pêndulo relativa à massa m_i [rad/s ²]
γ	Deformação de cisalhamento [rad]
δ	Parâmetro físico
δ^*	Ângulo de defasagem
ΔH_f	Calor de fusão [J/g]
ΔH_f°	Calor de fusão amostra teórica 100% cristalina [J/g]
ε	Deformação a tensão [%]
θ	Ângulo de torção da amostra [°]
θ^*	Ângulo de torção medido no SMR [°]
μ	Coeficiente de Poisson
ρ	Densidade [kg/m ³]
σ	Tensão [Pa]
σ_e	Limite de escoamento [Pa]
τ	Tensão de cisalhamento [Pa]
τ_T	Torque da força de tração [N·m]
τ_{ATR}	Torque da força de atrito que atua sobre o eixo de rotação [N·m]
ω	Velocidade angular em um instante genérico [rad/s]
ω_0	Velocidade angular inicial [rad/s]
$(1 - \frac{\delta^2}{4\pi^2})$	Fator de atrito

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
2.1. Objetivo geral	3
2.2. Objetivo específico	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. O Politetrafluoretileno - PTFE	4
3.2. Módulos elásticos e caracterização mecânica do PTFE	11
3.3. Espectroscopia mecânica	17
3.4. Momento de Inércia ou inércia rotacional	20
4. MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1. Materiais	24
4.2. Método para determinar I	25
4.3. Método para determinar G	28
4.4. Densidade	34
4.5. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Análise Térmica Diferencial (DTA)	34
4.6. Análise Térmica Diferencial Simultânea e Termogravimetria Derivada (TG-DTA/DTG)	37
4.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	39
4.8. Análise dinâmico-mecânica (DMA)	40
4.9. Medida do Torque (M_t)	42
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
5.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	46
5.2. Análise Térmica Diferencial Simultânea e Termogravimetria Derivada (TG-DTA/DTG)	48
5.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	49

5.4. Medida de inércia rotacional do pêndulo de torção	51
5.5. Validação da equação para determinar G	52
5.5.1. Variando o comprimento L com o diâmetro d fixo	52
5.5.2. Frequência	55
5.5.3. Valores de G para diferentes L e d fixo	57
5.5.4. Variando d e mantendo L fixo para cada inércia rotacional I	60
5.5.5. Atrito Total Q_T^{-1} e Análise dinâmico-mecânica (DMA)	63
5.5.6. G em função de f_0^2	65
5.5.7. Relação L/d constante	66
6. CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS	70
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72
Apêndice A - Resultados $d= 5,00$ mm	79
Apêndice B - Resultados $d= 6,50$ mm	83
Apêndice C - Variando d e mantendo L fixo para cada I	87
Apêndice D - G versus f_0^2	96

1. INTRODUÇÃO

É crescente o uso de materiais poliméricos em aplicações de Engenharia, o que tem motivado pesquisas para o melhor entendimento do seu comportamento mecânico. Esses materiais quando em operação, são submetidos a diferentes tipos de esforços, tornando-se necessário conhecer previamente suas características e propriedades mecânicas, não só para sua confecção, mas também para se projetar dispositivos capazes de resistir e evitar falhas em sua utilização. Faz-se necessário, em situações reais, que se saiba de suas características sobre rigidez, como módulos de elasticidade, que estão relacionados a outras propriedades, a exemplo: tensão de escoamento. Se a força que atua sobre uma estrutura é cisalhante, ou seja, paralela à determinada superfície, nesta situação é aconselhada adotar como parâmetro de sua rigidez o módulo de torção, G . Dessa forma, G é um importante parâmetro para ser utilizado nos projetos de dispositivos sujeitos a este tipo de esforço, como eixos, vigas e até próteses ortopédicas.

O polímero escolhido para a caracterização mecânica do módulo de torção G é o Politetrafluoretileno (PTFE), comercialmente conhecido como Teflon, plástico da engenharia de alto desempenho que reúne propriedades incríveis de inércia química, estabilidade térmica, baixa aderência e boa resistência mecânica quando comparado a outros polímeros. Essas características ampliaram seu uso, desde aplicações mais simples como vedações, até utilizações mais complexas como em estruturas aeroespaciais, nucleares e biomédicas. Embora seu estudo tenha tido pouca atenção da década de 80 até início dos anos 2000, o PTFE surge de novo e se encontra em foco, por conta de sua complexidade estrutural e carência de dados mecânicos.

Para que sua caracterização por meio da medida de G fosse possível, foi utilizado um pêndulo de torção projetado e construído no “Laboratório de Caracterização Física e Reológica”, UNESP – Bauru pelo Prof. Dr. Calor Alberto Fonzar Pintão. Este mesmo sistema mecânico tem sido utilizado para o estudo em biomateriais (ligas de Titânio), e no presente momento está sendo aplicado na caracterização de polímeros. O sistema é de fácil utilização, apresentando uma configuração diferente dos pêndulos mais tradicionais, possibilitando medir amostras de tamanhos específicos sem a necessidade de usar dimensões especificadas pelas

normas para confecção das mesmas. Os ensaios para essa medida são considerados não destrutivos, mantendo as mesmas propriedades física e química da amostra após o ensaio. Comparado aos ensaios tradicionais é considerado uma medida dinâmica. A equação para o cálculo de G foi deduzida para esse sistema mecânico, sendo derivada de estudos de espectroscopia mecânica e da teoria de relaxação de materiais. A grande vantagem desta técnica no ensaio é que não é necessário conhecer o valor do coeficiente de Poisson para obter G . Desta forma, barras extrudadas de PTFE puro foram submetidas à torção simples, aonde os ensaios conduzidos estarão principalmente focados na validação da equação de cálculo de G para polímeros, assim como a realização de estudo do comportamento dinâmico a torção do PTFE.

Este trabalho é apresentado em seis capítulos, iniciando com uma abordagem resumida sobre a revisão bibliográfica, concernentes aos tópicos que aqui serão abordados. Serão apresentados conceitos fundamentais de materiais poliméricos, onde será dada uma explicação mais aprofundada sobre as características, propriedades e aplicações do PTFE, seguida de sua forma de obtenção e processamento. Os tópicos a seguir abordarão conceitos e fundamentos da caracterização mecânica de G usada para o PTFE, isto é, espectroscopia mecânica e momento de inércia, descritas de forma sucinta baseadas em alguns trabalhos da literatura.

A seguir, serão apresentados os métodos utilizados neste trabalho, com uma explicação das técnicas de análise física, microscópica, térmica e mecânica na caracterização do PTFE. Finalmente, serão apresentados os resultados, mostrando todo o caminho seguido para validar a equação proposta do cálculo de G e uma discussão de trabalhos encontrados na literatura, finalizando com a conclusão deste trabalho.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Validar a equação que permite calcular o módulo de torção G , que foi derivada do estudo de espectroscopia mecânica e resistência dos materiais, utilizando o polímero Politetrafluoretileno (PTFE), para posterior aplicação em outros materiais poliméricos. Para isso, serão conduzidas medidas com amostras de PTFE extrudado de dimensões variadas submetidas à torção simples dinamicamente. A validação da equação proposta dar-se-á usando uma medida de Inércia rotacional (I) independente daquela usada na determinação de G . Esta medida será confrontada com a medida de G , verificando se e a razão entre os valores de G reflete a razão entre os valores de I .

Este trabalho pode ser considerado inovador no sentido de fornecer uma nova alternativa para medir o módulo de torção G de polímeros, sem a necessidade de se conhecer o coeficiente de Poisson do material estudado. A principal razão de desenvolver este estudo é que esta técnica nunca foi aplicada para materiais poliméricos e, portanto, pode propiciar uma nova forma de caracterização mecânica.

2.2. Objetivo específico

- Estabelecer uma relação entre o comprimento efetivo e o diâmetro das amostras (L/d), capaz de fornecer um único valor de módulo de torção G para diferentes diâmetros das amostras.
- Realizar com a técnica proposta um estudo de G , dinamicamente, para o PTFE.
- Adequar o sistema de medida para acomodar amostras de diferentes dimensões.
- Confrontar a ordem de grandeza dos valores de atrito total medidos pelo sistema mecânico com aqueles valores de atrito interno provenientes de outra técnica dinâmica, a análise dinâmico-mecânica (DMA).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo traz uma abordagem resumida de modo a reunir vários conceitos relativos a materiais poliméricos. Inicialmente, uma explicação mais aprofundada sobre as características, propriedades e aplicações do PTFE é tratada, percorrendo sobre sua forma de obtenção e processamento. Os tópicos seguintes abordam conceitos e fundamentos da caracterização mecânica do módulo de torção G , isto é, espectroscopia mecânica e momento de inércia, descritas de forma sucinta baseadas em alguns trabalhos da literatura.

3.1. O Politetrafluoretileno - PTFE

O termo polímero tem origem na junção das palavras *poli* (muitos) e *mero* (unidade de repetição) do grego, de onde se pode inferir que um material polimérico trata-se de uma macromolécula constituída pela ligação de milhares de pequenas moléculas chamadas monômeros. Majoritariamente, essas cadeias são de átomos de carbono ligados lateralmente a outros átomos ou radicais, compondo moléculas muito extensas (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). A macromolécula é formada por ligações covalentes, e dependendo do tipo de ligação covalente e da estrutura química (tipo de monômero), podem-se classificar os polímeros como Plásticos, Borrachas e Fibras (CANEVAROLO JR, 2006). A ocorrência desses polímeros pode ser de ordem natural, como a celulose, seda e lã, ou sintéticas como é o caso do PTFE, Nylon, PVC, entre outros. Estima-se que a produção global de polímeros sintéticos de 1950 a 2015 é de 7800 milhões de toneladas (GEYER; JAMBECK; LAW, 2017).

É possível distinguir os polímeros plásticos entre termoplásticos e termofixos. O termo termoplástico se refere a um polímero que se torna maleável quando são aquecidos acima de uma temperatura específica e que se solidifica com o resfriamento (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). As cadeias poliméricas se associam através de forças intermoleculares, que se enfraquecem com o aumento da temperatura, produzindo um líquido viscoso. Dessa forma, os termoplásticos podem ser remodelados por aquecimento (SHIGLEY; MISCHKE; BUDYNAS, 2005). Os termoplásticos se diferem dos polímeros termofixos, que formam ligações químicas irreversíveis durante o processo de cura. Os termofixos não fundem

quando aquecidos, mas se decompõem e não retornam ao estado inicial quando resfriados (CANEVAROLO JR, 2006).

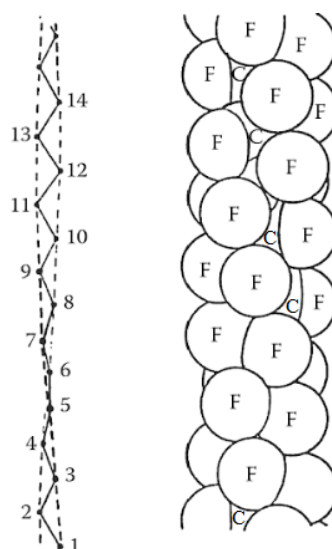
O arranjo e a ordenação de cadeias poliméricas no estado sólido consistem em regiões cristalinas e amorfas. A fase cristalina é ordenada e regular, enquanto que a fase amorfa é desordenada. Entretanto, não se deve pensar nas regiões cristalinas dos polímeros da mesma maneira como nos metais, devido sua disposição espacial em longas cadeias poliméricas. Nas regiões ditas cristalinas estão contidas maiores imperfeições, além de estarem interconectados com regiões amorfas, não havendo uma distinção clara entre as regiões cristalina e amorfa (CANEVAROLO JR, 2006). Polímeros amorfos ou com baixo grau de cristalinidade tenderão a ser transparentes, enquanto polímeros com graus intermediários de cristalinidade tenderão ser opacos devido à dispersão de luz nas regiões cristalinas. A maioria dos polímeros para projetos de engenharia são sintéticos e muitas vezes eles são criados para atender a uma finalidade específica. Os hidrocarbonetos, compostos de carbono e hidrogênio, são uma classe mais comum de polímeros, onde os átomos de carbono estão ligados entre si em longas cadeias. A natureza do elemento carbono permite que um ou mais átomos se liguem a cada carbono da cadeia, como é o caso do fluoropolímero (polímero baseado em fluorocarbonos) Politetrafluoretileno (PTFE), o polímero abordado no presente trabalho.

O PTFE é um polímero termoplástico considerado como plástico da engenharia por sua versatilidade e alto desempenho (PADILHA, 2007). Trata-se de um sólido opaco de cor branca à temperatura ambiente. O material polimerizado (estado verde) apresenta temperatura de fusão (T_m) em torno 342 °C, e aproximadamente 327 °C após a primeira fusão. Essa alta temperatura de fusão permite ao PTFE bom desempenho mecânico quando submetido a elevadas temperaturas de trabalho (YAMAGUCHI; TAKACHI; HIRAKAWA, 1994). Além disso, o PTFE apresenta alta resistividade elétrica, podendo ser usado como material isolante. Logo, as excelentes propriedades térmicas e de resistência química desse polímero, em alguns casos, o coloca de forma vantajosa e superior ao aço inox, cerâmica e outros polímeros, fazendo com que ele esteja presente nas mais variadas aplicações (GARDINER, 2015). Sua utilização é mais comum em revestimentos, válvulas de pressão, conexão de bombas e vedações, mas também pode estar presente em aplicações aeroespaciais. (JORDAN et al., 2007), vasos de

reatores (GARDINER, 2015) e na indústria biomédica para implantes (BROWN et al., 2006; MERCURI; GIOBBIE-HURDER, 2004; MESSNER; GILLQUIST, 1993).

O PTFE é um polímero constituído de múltiplas ligações carbono-flúor, sendo o mais conhecido da classe dos fluoropolímeros. Este polímero foi descoberto por Roy J. Plunkett em 1938 durante o desenvolvimento de um novo gás refrigerante de clorofluorcarbono para a empresa DuPont. Porém, somente em meados de 1945 foi apresentado para fins comerciais pela própria Dupont, com a marca registrada Teflon (OLABISI; ADEWALE, 2016). A força de ligação carbono-flúor (544 kJ mol^{-1} , superior a ligação C-C de 347 kJ mol^{-1}) é responsável pelas propriedades de inércia química, estabilidade térmica e a baixa aderência a outros materiais (LEMAL, 2004), fato que torna este polímero aplicável em revestimento antiaderente para panelas e outros utensílios de cozinha. A cadeia polimérica do PTFE é formada por monômeros $[-(\text{CF}_2-\text{CF}_2)_n-]$, onde cada carbono de sua cadeia principal está ligado a dois átomos de flúor. O tamanho do átomo de flúor faz com que a cadeia de carbono fique coberta e protegida pelos átomos de flúor (EBNESAJJAD, 2000), como mostra a Figura 3.1 (raios de van der Waals para flúor e carbono $1,47 \text{ \AA}$ e $1,70 \text{ \AA}$, respectivamente). Essa proteção dos átomos de flúor reduz a energia de superfície, fazendo com que o PTFE tenha propriedades antiaderentes e possua o terceiro menor coeficiente de atrito de todos os materiais sólidos, entre 0,05 e 0,1(OLABISI; ADEWALE, 2016; ZISMAN 1965). Os números da Figura 3.1 representam o número de grupos de CF_2 presentes na molécula de PTFE.

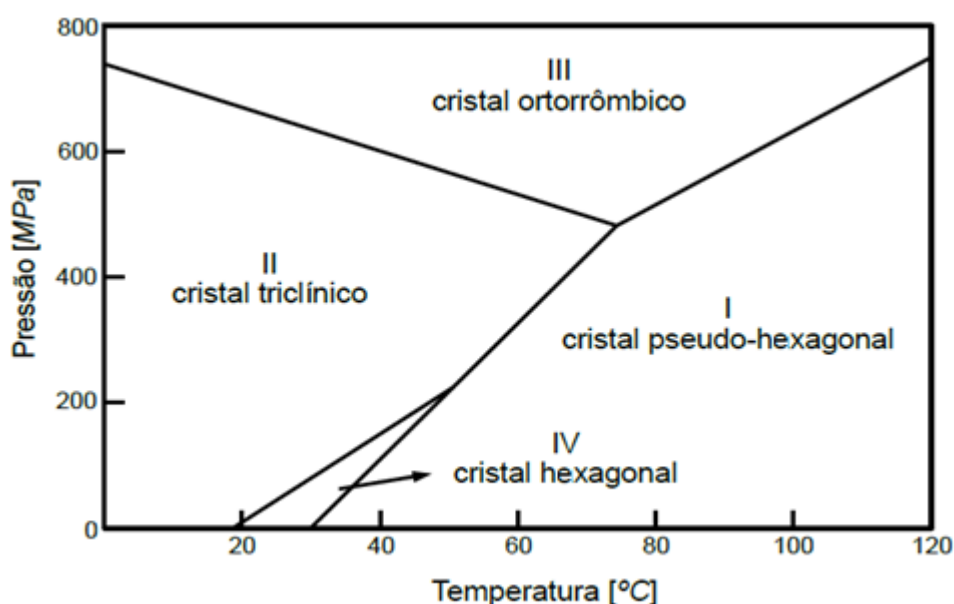
Figura 3.1 - Representação esquemática da molécula de PTFE.



Adaptado de: Olabisi e Adewale, 2016, p.399.

O PTFE é um material semicristalino complexo que pode ser encontrado em quatro fases dependendo das condições de pressão e temperatura, conforme mostra Figura 3.2. A única fase que não pode ser alcançada à pressão atmosférica é a fase III, uma vez que requer alta pressão para assumir configuração de cristal ortorrômbico. Quando se encontra na pressão ambiente, uma alteração de fase ocorre a 19 °C (fase II à fase IV) de cristal triclinico para hexagonal, e a 30 °C (fase IV à fase I) para pseudo-hexagonal.

Figura 3.2 - Diagrama de fases do PTFE a baixas pressões.



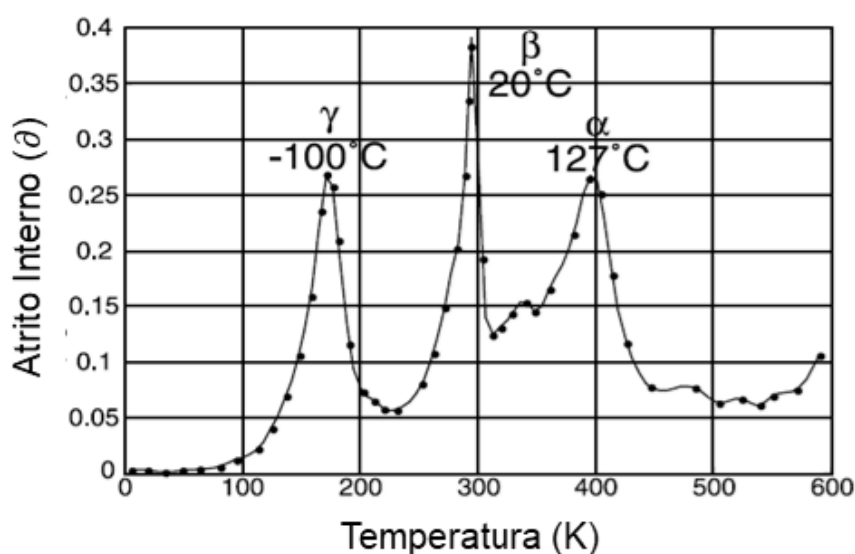
Adaptado de: Rae e Dattelbaum, 2004, p.7617.

O primeiro ponto de transição que acontece em temperatura ambiente a 19 °C é especialmente importante devido sua proximidade a temperatura ambiente. Na molécula de PTFE a cadeia carbônica está arranjada em forma helicoidal para alocar os átomos de flúor, sendo que abaixo de 19 °C a hélice da cadeia C-C tem um ângulo de rotação de 13,8 ° (ver Figura 3.1). Por volta do ponto de 19 °C, a molécula de PTFE sofre uma ligeira distorção, fazendo com que a quantidade de CF₂ para um ângulo de 180 ° passe de 13 para 15, deixando de apresentar a forma triclinica para a hexagonal. Acima dessa temperatura, o número de grupos de CF₂ a cada 180 ° permanecem 15, porém o PTFE passa por uma expansão de volume de 1,8 % (MCCRUM, 1959) que afeta a densidade do material. Como geralmente o material é processado nessa faixa de temperatura, é importante conhecer essas alterações para se projetar novas peças (EBNESAJJAD, 2000), além de saber que

as transições de fase influenciam nas propriedades mecânicas do material (BROWN et al., 2006).

De acordo com a Figura 3.3, existem três picos de relaxação do PTFE (MCCRUM, 1959) que representam uma transição de fase, sendo β o pico central de primeira ordem que contém as fases II (triclínica), IV (hexagonal) e I (pseudo-hexagonal) e os picos laterais, α e γ , de segunda ordem. Transições de fase de primeira ordem envolvem transferência de calor latente (fusão, evaporação, transformação alotrópica) e apresentam uma descontinuidade na primeira derivada da energia livre, enquanto que a transição de segunda ordem apresenta descontinuidade na segunda derivada (JAEGER, 1998).

Figura 3.3 - Relaxações do PTFE.



Adaptado de: Rae e Dattelbaum, 2004, p.7617.

O PTFE é fabricado sinteticamente pela polimerização do radical livre de tetrafluoretileno (TFE), processo feito principalmente à base de água por suspensão ou emulsão (dispersão) com o uso de emulsificantes (GARDINER, 2015). Pelo fato do PTFE ser pouco solúvel em quase todos os solventes, esses processos se tornam ideais para sua obtenção. A diferença entre os processos se dá pela agitação durante a reação (taxa de cisalhamento) e pela quantidade de surfactante adicionado como agente químico, que tem como função a redução de tensão superficial e agente dispersante do PTFE por todo o líquido. O processo por suspensão utiliza pouco ou nenhum agente dispersante e alta agitação, enquanto

que o processo por emulsão consome maior quantidade de dispersante e requer uma agitação mais suave (DROBNY, 2008). Três formas principais de PTFE são resultados desses dois processos: resina granular, pó fino e dispersões aquosas, onde os granulados são feitos por polimerização de TFE, ao passo que os pós-finos e dispersões aquosas são produzidos por emulsão pela adição de um surfactante fluorado (GARDINER, 2015). Os grânulos de PTFE possuem tamanho variável e forma irregular e quando quebrados dão origem as diferentes grades de PTFE do mercado. As resinas granulares pré sinterizadas são próprias para a extrusão de barras sólidas e tubos, e a dispersão aquosa encontra na produção de revestimentos sua mais comum aplicação (DROBNY, 2008).

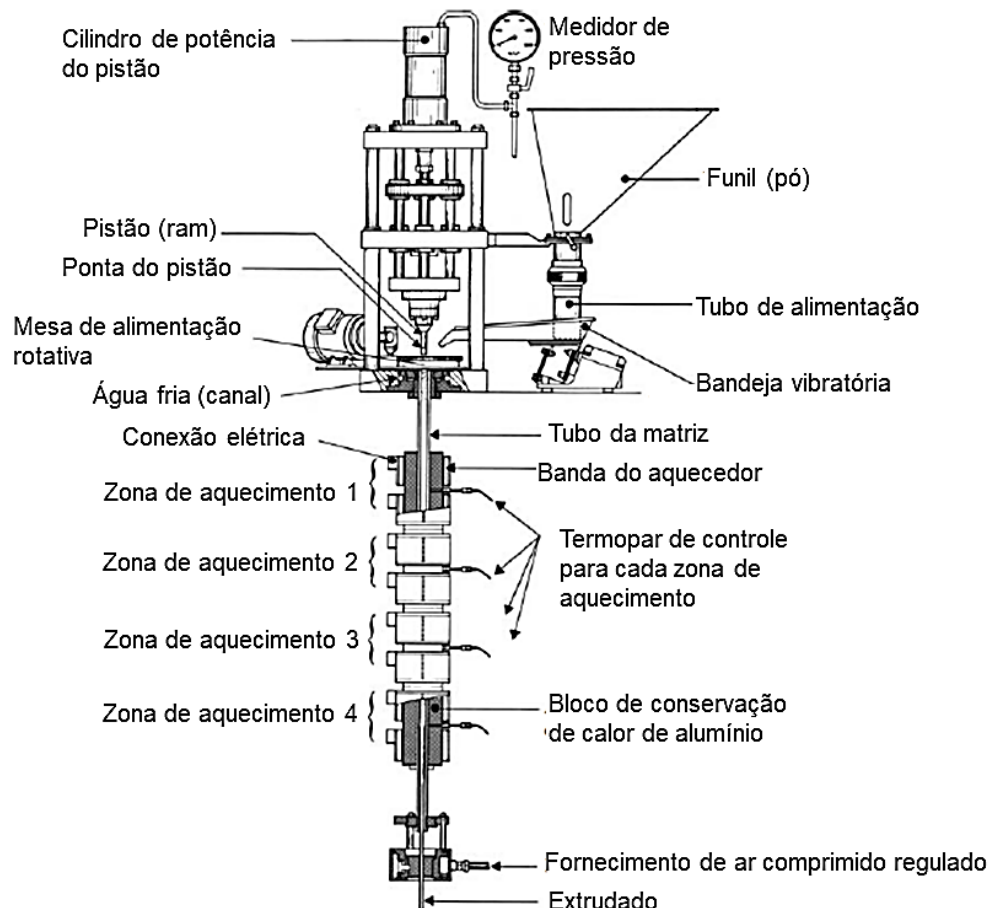
Os produtos recém-fabricados de PTFE pelos processos anteriormente citados possuem alta porcentagem de cristalinidade, em torno de 89 a 98 % (CANTO et al., 2011; EBNESAJJAD, 2000). Após a primeira fusão, essa porcentagem cristalina diminui para valores entre 38 a 53 % dependendo da sua rota de processamento, também chamada de história térmica (RAE; DATTELBAUM, 2004; SCIUTI et al., 2017). Durante o resfriamento, o alto grau de restrição conformacional da cadeia polimérica do PTFE dificulta a cristalização do material, e, consequentemente, esse efeito é atribuído à diminuição de cristalinidade após a primeira fusão (RAE; BROWN, 2005), onde geralmente uma baixa taxa de resfriamento deve ser aplicada a fim de evitar que micro trincas se formem (SCIUTI et al., 2017).

A maioria dos fluoropolímeros, com exceção do PTFE, é processada pelas tradicionais rotas de processamento de fusão de polímeros, como moldagem por injeção, sopro e extrusão (AMEDURI, 2012; AMEDURI; BOUTEVIN, 2004). Na moldagem por injeção o polímero fundido é vazado em moldes com forma pré-definida e depois resfriado para formar uma peça sólida, enquanto a moldagem a sopro utiliza ar comprimido para dar forma ao polímero, gerando objetos ocos como em recipientes e garrafas. Já na extrusão, o polímero é forçado através de uma matriz com perfil definido, gerando um produto com uma seção transversal fixa tubular, em barras, folhas ou outros perfis mais complexos. Devido à alta viscosidade de fusão (10^9 a 10^{11} Pa s⁻¹ à 360 °C), as peças de PTFE não são fabricadas através dessas rotas de processamento (SCIUTI et al., 2017). Esse aspecto impediu o uso do PTFE mais amplamente na indústria, sendo somente fabricado por processos mais onerosos como sinterização e extrusão (RAE;

DATTELBAUM, 2004). A sinterização geralmente é realizada em temperaturas acima da temperatura de fusão do PTFE (até 375 °C) seguida de resfriamento lento, com os grânulos do material primeiramente prensado a frio, onde o tempo de permanência no forno é proporcional ao tamanho das peças a serem sinterizadas (EBNESAJJAD, 2000; STRABELLI et al., 2014). Em alguns casos, as peças fundidas passam por operações de usinagem para alcançar uma determinada tolerância dimensional, ou se tratando de pequenas quantidades de produtos, é preferível apenas adotar a usinagem direta do material, evitando o custo de fabricação do molde e o tempo de ajuste do processo, que não justificaria o preço do produto (FETECAU; STAN, 2012; JAGTAP; MANDAVE, 2015).

A extrusão por pistão, comumente chamada de processo “ram” ou extrusão ram (do inglês “*ram extrusion*”) é o processo usado para fabricar extrudados de PTFE de perfis contínuos, sendo a primeira extrusora usada na indústria de plásticos. A Figura 3.4 mostra esquematicamente uma extrusora ram do tipo vertical.

Figura 3.4 - Desenho de uma Extrusora ram tipo Vertical



Adaptado de: Drobny, 2008, p.67.

Pela alta viscosidade de fusão, o processo de extrusão de barras cilíndricas de PTFE por essa técnica torna-se viável, uma vez que o processo não é possível com a extrusora de parafuso. O material fundido é empurrado por um pistão hidráulico de uma câmara para a matriz que dá a forma desejada ao produto, como barras, tubos e em alguns casos até seções transversais não circulares. Neste processo, a resina granular de PTFE alimenta um funil e é levada até um tubo de imersão reto, onde é compactada e forçada por um pistão. O pistão retorna a posição original e o tubo da matriz é reabastecido pela resina, reiniciando o ciclo. Dessa forma, a resina granular compactada é levado passo a passo através da matriz, para a seção de aquecimento onde é sinterizada e, posteriormente, para a seção de resfriamento ao final do percurso, emergindo em um comprimento único e contínuo (EBNESAJJAD, 2000). Esse ciclo mantém o PTFE fundido na zona de sinterização sob constante pressão agregando as partículas da resina, sendo necessária lenta taxa de compactação para o escape do ar misturado a resina, prevenindo a criação de bolhas e micro trincas (AGASSANT et al., 2006). O controle de temperatura tem início logo no tubo de imersão e no sistema de alimentação, estando na faixa de 21 °C a 30 °C (DROBNY, 2008). O PTFE é aquecido por transferência de calor à condução, com a temperatura na zona de sinterização de 380 °C a 400 °C, para depois ser resfriado de maneira controlada, uma vez que a taxa de resfriamento determina o grau de cristalinidade e, conseqüentemente, sua forma e propriedades (DROBNY, 2008). As extrusoras vertical e horizontal são os dois tipos existentes no mercado, porém não existem diferenças entre elas para a alimentação, compactação, sinterização e resfriamento, devendo-se tomar cuidado com uso correto dos parâmetros de taxa de extrusão, pressão e temperatura utilizadas nas extrusoras para a qualidade dos extrudados (PATIL; SADAPHALE, 2018).

3.2. Módulos elásticos e caracterização mecânica do PTFE

Em ciência dos materiais, a caracterização refere-se ao processo de análise e medida da estrutura e propriedades de um material, fundamental para a compreensão científica deles na engenharia. O termo pode estar relacionado a técnicas que compreendem a estrutura microscópica, mas também pode incluir técnicas macroscópicas, como testes mecânicos e análises térmicas (LENG, 2013).

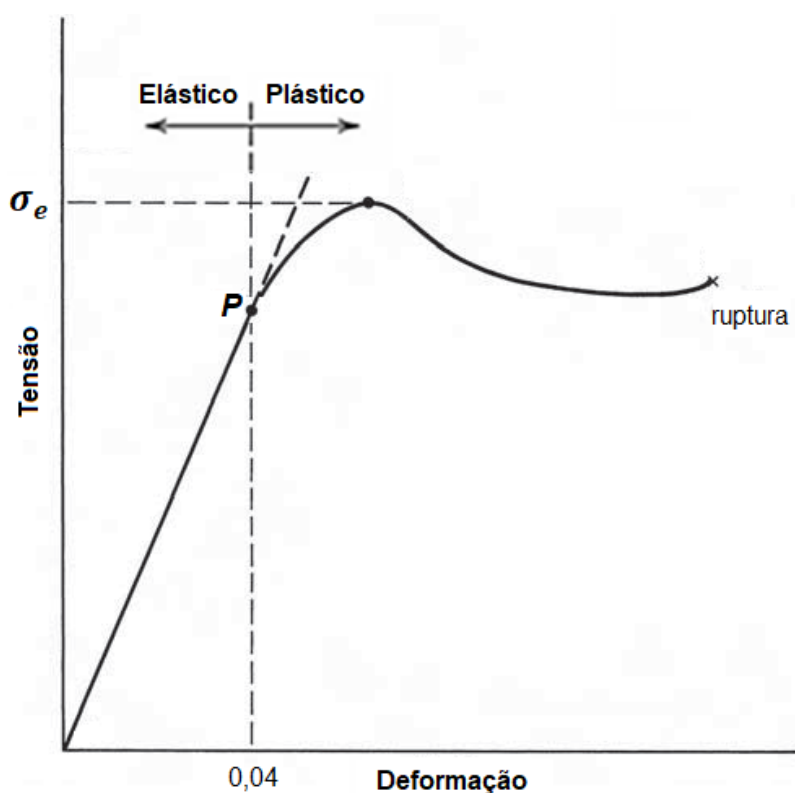
Toda propriedade que pode ser medida é considerada uma propriedade física, cujo valor descreve um estado de um sistema físico. Algumas propriedades de um material são categorizadas como intensivas, isto é, uma propriedade física que não depende de seu tamanho ou da quantidade de material no sistema, a exemplo da temperatura, densidade e propriedades mecânicas como a dureza de um objeto.

Frequentemente, os materiais metálicos, cerâmicos ou poliméricos são escolhidos para aplicações estruturais, utilizando algumas propriedades para auxiliar na sua seleção, na qual os benefícios em relação ao outro podem ser comparados ou mesmo combináveis para se alcançar determinadas características mecânicas. Como exemplo, temos: a rigidez, resistência mecânica, dureza e entre outros. Quando em operação, esses materiais estarão submetidos a esforços mecânicos, fazendo-se necessário nestas situações conhecer suas características, dentre estas os módulos elásticos (COSSOLINO; PEREIRA, 2010). Em um caso de implante ósseo, por exemplo, uma diferença entre os módulos de elasticidade do material implantado e do osso pode levar a perda óssea ou do próprio material que foi implantado, fenômeno chamado de *stress shielding* (PINTÃO; CORREA; GRANDINI, 2017; SUMNER, 2015)

O módulo de elasticidade expressa uma medida da rigidez de um material. Ele relaciona à tensão com a deformação elástica e pode ter diferentes definições conforme o tipo de esforço aplicado. Ele é um importante parâmetro para descrever outras propriedades mecânicas, por esta razão é alvo de atenção na engenharia (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; COSSOLINO; PEREIRA, 2010). Algumas propriedades dos materiais se comportam de forma linear em uma determinada faixa de operação, neste caso chamado de região elástica, como é o caso dos módulos elásticos. Nela, a deformação não é permanente, o que significa dizer que quando suprimida a tensão aplicada, o material retorna a sua forma original ou estado original. Para a maioria dos materiais que são submetidos a uma tensão de compressão ou tração relativamente baixa, a tensão (σ) e a deformação (ϵ) serão proporcionais, fato este garantido pela lei de Hooke, $\sigma = E\epsilon$. A constante de proporcionalidade (E) é chamada de módulo de Young, que quantifica a rigidez ou a resistência elástica do material. Quanto maior o valor dessa grandeza, mais rígido é o material e menor será sua deformação quando se aplicada uma determinada tensão. A Figura 3.5 ilustra uma curva tensão-deformação típica de materiais poliméricos para uma deformação específica de 0,04. O limite de proporcionalidade

é representado pelo ponto P, mostrando duas regiões distintas, onde se encontram as deformações elástica e plástica, sendo o limite de escoamento indicado pela tensão σ_e . Diferente da região elástica, a região plástica não apresenta um comportamento linear. Neste caso haverá uma deformação permanente. Não há mais uma única constante de proporcionalidade entre tensão e deformação nessa região, de forma que a lei de Hooke apresenta valores de E diferentes para cada estado de tensão-deformação.

Figura 3.5 – Curva típica de tensão-deformação de um polímero.



Adaptado de: Shah, 2007, p.18

Em outra situação de esforço, quando um material é submetido a uma tensão de cisalhamento (τ), ou seja, é submetido a uma força aplicada paralelamente a uma superfície, e sofre uma deformação (γ), pode-se estimar uma grandeza conhecida como módulo de torção ou módulo de cisalhamento (G). Da mesma forma como na tração, um material quando submetido a uma pequena torção obedece à lei de Hooke, $\tau = G\gamma$, com a tensão de cisalhamento proporcional a deformação na região elástica (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). O módulo de torção é uma das várias grandezas que determina a rigidez dos materiais, porém não menos importante.

Quando em operação, alguns componentes mecânicos não estão sujeitos apenas a esforços em uma única direção, tornando importante o conhecimento de sua resistência mecânica em outras direções, como a cisalhante. Além disso, em engenharia estrutural e mecânica a resistência à torção de um componente é um importante parâmetro para projetá-lo, como vigas e eixos de transmissão, ou até mesmo para determinação da resistência de um osso (SPATZ; O'LEARY; VINCENT, 1996).

Existe uma relação, definida da teoria de elasticidade (CALLISTER; RETHWISCH, 2007), entre o módulo de torção (G), o módulo de Young (E) e o coeficiente de Poisson (μ), dada por:

$$G = \frac{E}{2(1 + \mu)} \quad (1)$$

É necessário que se conheça pelo menos duas grandezas para obter a propriedade elástica desconhecida. A Equação (1) é utilizada para os materiais isotrópicos (materiais que possuem as mesmas propriedades independentemente da direção em que se aplica o esforço ou tensão). Como os polímeros semicristalinos apresentam comportamento anisotrópico (propriedade de ser direccionalmente dependente, em oposição àqueles com característica de isotropia) durante a deformação, essa relação deve ser usada apenas como uma aproximação (ARIEBY et al., 2017; RAE; DATTELBAUM, 2004). Desta forma, se um dos valores dos módulos for conhecido, o outro pode ser estimado, bastando conhecer o coeficiente de Poisson. Esse coeficiente relaciona as mudanças dimensionais entre tensão e de deflexão dos materiais, com valores que podem ser encontrados já conhecidos (COSSOLINO; PEREIRA, 2010). Para metais e suas ligas, por exemplo, o coeficiente de Poisson varia de 0,25 até 0,35, o que torna o valor de G aproximadamente 0,4 do módulo de Young, E (CALLISTER; RETHWISCH, 2007).

Tradicionalmente, os módulos elásticos são obtidos por métodos quase-estáticos (curvas de tensão-deformação), como no ensaio de tração em que uma carga é aplicada lentamente, com monitoramento simultâneo da deformação, podendo ir até o rompimento da amostra em alguns casos. Entretanto, esses métodos tradicionais de medida apresentam algumas limitações para caracterizar novos materiais e realizar o estudo de suas propriedades mecânicas, principalmente

para tamanhos de amostra relativamente limitados (FOSCHINI et al., 2016; PINTÃO; CORREA; GRANDINI, 2017). Outras técnicas como àquelas dinâmicas e que não são destrutivas, como ultrassom e vibrações, vêm sendo muito utilizadas no mercado. Métodos dinâmicos alternativos de caracterização são sempre bem vindos, principalmente no mercado competitivo em que estamos inseridos, uma vez que possibilitam encontrar parâmetros para o desenvolvimento de projetos e produtos. As medidas com métodos dinâmicos não destrutivos são apreciadas por não alterarem as propriedades física e química da amostra, tornando-se de grande interesse prático (FOSCHINI et al., 2016). Além disso, as técnicas não destrutivas não inutilizam o corpo de prova após os ensaios, o que não aconteceria em um ensaio do módulo de ruptura, por exemplo.

Os métodos dinâmicos possibilitam a obtenção de dados quantitativos, como os módulos elásticos, mas também qualitativos sobre a integridade da amostra (COSSOLINO; PEREIRA, 2010). A popularização da caracterização dos módulos elásticos dinâmicos se deu nas décadas de 1960 e 1970 com a criação do método de excitação por impulso. Neste método, a amostra é submetida a uma “pancada” que excita determinado modo de vibração, captado por um microfone ou sensor piezoelétrico que informa a respectiva frequência de ressonância da qual se calcula os módulos elásticos (ROEBBEN et al., 1997). Atualmente, esse método está sendo aperfeiçoado com técnicas baseadas em modelos computacionais que tem por vantagem também informar as frequências harmônicas e amortecimentos, como é o caso do Sonelastic (COSSOLINO; PEREIRA, 2010).

Embora estudado mais amplamente no passado, o PTFE recebeu pouca atenção da década de 1980 até o início dos anos 2000 na literatura aberta. Porém as atenções retornaram novamente a ele por conta de sua complexidade estrutural e a carência de dados mecânicos que apresentem o exato histórico do polímero testado e sua rota de processamento (RAE; DATTELBAUM, 2004). Renfrew e Lewis (1946) foram um dos primeiros a reportar alguns parâmetros mecânicos do PTFE, seguidos mais tarde por Thomas et al. (1956), que publicaram propriedades de tração relacionadas à cristalinidade. Brown e Parrish (1972) analisaram os efeitos da temperatura e taxa no comportamento à tração do PTFE, onde os autores mostram uma diminuição na resistência do material quando resfriado com nitrogênio líquido.

No início dos anos 2000, destaca-se o trabalho de Rae e Dattlebaum (2004) que testaram diferentes grades de Teflon sinterizado (7A e 7C) em compressão a

taxas de deformação entre 10^{-4} e 1 s^{-1} variando também a temperatura de -198 até $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$, onde as propriedades mecânicas mostraram-se fortemente afetadas por esses parâmetros. Também foram realizadas medidas das propriedades estruturais dos materiais por quatro técnicas distintas (Infravermelho, DSC modulado, Dispersão de raios X em ângulo amplo WAXS e método de densidade). Neste trabalho, os autores ainda mediram os módulos de Young (E) e de torção (G) do PTFE através da técnica de ultrassom, utilizando um valor do coeficiente de Poisson por eles medido com o auxílio de extensômetros.

Posteriormente, uma continuação desse trabalho foi feita por Rae e Brown (2005), que testaram os mesmos tipos de PTFE só que agora sob tensão, com taxas de deformação de 2×10^{-4} a $0,1 \text{ s}^{-1}$ e temperatura entre $-50 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e $150 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Os autores processaram termicamente um material de grade 7C para ter característica mais amorfa, com o intuito de testar os efeitos da cristalinidade. Foi considerado que as propriedades mecânicas em tensão do PTFE são sensíveis a temperatura e taxas de deformação, porém em menor proporção para cristalinidade. Comparando as amostras de menor cristalinidade, o comportamento das curvas de tensão era semelhante entre si, desviando apenas para altas temperaturas e tensões. O coeficiente de Poisson calculado para a tração diferiu daquele de compressão, com os autores concluindo que a diferença se dá no mecanismo de deformação, mas concluem que uma explicação definitiva ainda seria necessária ser testada.

Jordan et al. (2007) investigou as propriedades do PTFE extrudado nas condições de como recebido e recozido com taxas de deformação mais altas do que àquelas usadas pelos autores anteriormente mencionados, sendo de 10^{-3} até 10^5 s^{-1} . Segundos os autores, os polímeros usados em estruturas aeroespaciais estão sujeitos a carregamentos mais complexos e a caracterização mecânica com altas taxas de deformação é de interesse nessas aplicações. O PTFE recozido apresentou maior resistência, mesmo apresentando uma cristalinidade menor, o que foi associado à orientação que as cadeias poliméricas assumiram no processo de extrusão. Os resultados encontrados também foram comparados com àqueles da literatura.

Os trabalhos mais recentes dizem respeito à caracterização mecânica do PTFE exposto a diferentes tipos de radiação, a exemplo do trabalho de Furuta et al. (2017). Os autores do referido trabalho apresentaram um estudo das mudanças nas propriedades do PTFE antes e depois da irradiação de raios gama Co-60, que vem

sendo usados como esterilizante de materiais biomédicos. O PTFE irradiado a 1 kGy apresentou uma diminuição de um quarto da resistência à ruptura por tração, o que segundo os autores seria resultado da cisão da cadeia C-C pela irradiação gama e não pela formação de micro fissuras na estrutura.

Mohammadian-Kohol et al. (2018) utilizaram radiação gama em maiores quantidades (até 12 kGy) realizando um estudo dos efeitos nas propriedades mecânicas de folhas de PTFE. Módulo de Young, tenacidade e comportamento da tensão-deformação foram testados, onde observaram que o aumento da dose absorvida levou a um aumento no comportamento elástico e uma diminuição no comportamento plástico, em que a cisão da cadeia e formação de radicais livres na estrutura do polímero seriam as causas desse comportamento. No caso do módulo de Young, por exemplo, houve um salto de 205 MPa sem irradiação para 560 MPa em 12 kGy.

Finalmente, destaca-se o trabalho de Wyszowska et al. (2018), sobre a influência da exposição à radiação gama e/ou nêutron, pressão e temperatura nas propriedades estruturais do PTFE usado como junta de reator nuclear. A caracterização mecânica foi feita através da técnica de nanoindentação, com os resultados mostrando que a dureza e módulo de Young aumentam com as condições de trabalho, tendo este fato associação com pequenas mudanças na cristalinidade das amostras de PTFE virgem irradiadas.

Deste exposto, percebem-se questões em aberto sobre dados mecânicos a respeito das propriedades do PTFE à torção. Rae e Dattlebaum (2004) em seu artigo falam em conduzir trabalhos futuros sobre o comportamento de torção do PTFE, mas até o presente momento ainda não foram publicados. Dessa forma, acredita-se que um estudo das propriedades de torção do PTFE pode trazer uma contribuição na caracterização deste material dentro daquilo que a literatura disponibiliza.

3.3. Espectroscopia mecânica

Espectroscopia é a ciência que consiste na obtenção de dados físico-químicos de um objeto físico (amostra), através de uma reposta gerada por uma perturbação. Historicamente, o termo é utilizado para medidas de energia radiante incidentes em amostras, porém esse conceito foi expandido para abranger medidas

que tem como função a frequência ou comprimento de onda (PINTÃO, 2014). O nome da técnica de espectroscopia está condicionado à origem da perturbação a qual a amostra está submetida, podendo ser eletromagnética, acústica, mecânica, entre outros. Espectroscopia mecânica é, portanto, a interação de um sistema onde a perturbação externa responsável por gerar uma resposta de um objeto físico é de natureza mecânica, isto é, tensão e deformação (MAGALAS, 2003).

Estando um material sob a influência de um esforço aplicado, instantaneamente um comportamento elástico pode ser observado segundo a Lei de Hooke, seguido de uma variação de tensão ou deformação em função do tempo. Este último efeito é chamado de anelasticidade ou relaxamento anelástico (MAGALAS, 2009). Diferente do comportamento plástico, uma vez que a tensão for removida, após algum tempo a amostra retornará à sua forma inicial. Considerando o comportamento de um material que é submetido a uma ação mecânica externa e respondendo com uma frequência, três condições precisam ser satisfeitas para que o material seja considerado um sólido elástico ideal (NOWICK; BERRY, 1972; ZIMAN, 1965):

1. Quando uma tensão (σ) ou deformação (ϵ) é aplicada, deve haver um valor de equilíbrio único;
2. O equilíbrio entre a deformação e a tensão é alcançado instantaneamente, não havendo diferença na fase entre tensão-deformação ou vice-versa;
3. A resposta para tensão ou deformação é diretamente proporcional, o que significa dizer que ao duplicarmos a deformação, a tensão irá dobrar ou vice-versa.

Nem todos os materiais se comportam desta forma, como é o caso daqueles que são classificados como anelásticos. Materiais ditos anelásticos não satisfazem a segunda condição, porém satisfazem as outras duas. A espectroscopia mecânica é amplamente utilizada para estudar esse tipo de material e nos permite obter informações físicas e químicas de sua estrutura interna observando e medindo o processo de relaxação anelástica por meio de uma propriedade física referida como atrito interno. A interpretação de atrito interno é expressa pela relação entre a energia dissipada e a energia armazenada durante um ciclo completo de oscilação (GROSS, 1947; PINTÃO, 2014). O comportamento anelástico de materiais poliméricos como o PTFE, pode ser medido por métodos de frequência induzida, como é o caso da análise dinâmico-mecânica (DMA), ou em sistemas de livre oscilação, como o pêndulo de torção (WARD; SWEENEY, 2012). Desde a década

de 1930, técnicas de espectroscopia mecânica vem sendo utilizadas para a caracterização de materiais, auxiliando de forma efetiva na compreensão dos mecanismos de interação entre sua matriz e seus defeitos, além de poder oferecer informações sobre outras propriedades mecânicas (SOUZA; GRANDINI; FLORÊNCIO, 1995; NOWICK; BERRY, 1972). Em trabalho recente, Correa et al. (2017) verificou o efeito da quantidade de Mo substitucional no atrito interno e difusão de ligas à base de Ti-15Zr utilizando espectroscopia mecânica. Os resultados mostraram que a relaxação anelástica ocorreu principalmente em ligas do tipo β e que a introdução de Mo facilitou a difusão de elementos intersticiais nestas matrizes metálicas. Essas medidas foram realizadas em frequências induzidas entre 1 Hz e 40 Hz em um aparelho de DMA no modo de tração, para temperatura variando de ambiente até 457 °C. Vale lembrar que existem uma série de máquinas comerciais disponíveis para testes dinâmicos (DMA) sob diferentes condições de temperatura, sendo que em alguns casos uma única máquina pode operar diferentes modos de teste como tensão, compressão e torção (WARD; SWEENEY, 2012).

Outro aparato empregado para medir relaxações anelásticas de materiais é o pêndulo de torção simples, dispositivo que trabalha com frequências de oscilação livre, que tem como vantagem sua simplicidade e fácil manuseio (WARD; SWEENEY, 2012). Um arranjo típico do pêndulo de torção é em uma configuração dita invertida. A montagem consiste em uma amostra suspensa verticalmente com a extremidade superior presa a uma braçadeira e com a outra fixa a uma barra com massas ajustáveis. Torcendo a barra em um determinado ângulo e liberando-a para que oscile livremente, faz com que a amostra oscile de forma senoidal, onde cada ciclo de oscilação tem uma amplitude progressivamente menor. No processo de relaxação uma curva senoidal com decaimento exponencial pode ser observada. Alterando a distância das massas em relação ao eixo de rotação, há uma mudança na inércia do pêndulo e, portanto no período de oscilação. Então, conhecendo-se os valores do momento de inércia da barra, da frequência e das dimensões da amostra, é possível calcular o módulo de torção G .

Várias montagens de pêndulos de torção simples podem ser encontradas na literatura, iniciando com o primeiro instrumento reportado em 1947 (FAHMY; ABDUL-WAHAB; SHALASH, 1990). Cada uma delas possui suas vantagens e desvantagens, em que essencialmente essas montagens apresentam diferenças

quando se muda a geometria e tipo de amostra. Modificações na estrutura de um pêndulo de torção também são comuns de acontecerem, no sentido de vencer alguma dificuldade na medida. A exemplo, o trabalho de Li et al. (2003), que utilizou um pêndulo de torção para medir o módulo de torção G de uma amostra cilíndrica de Molibdênio (Mo) revestida com multicamadas de TiN/Ti. O pêndulo possuía a configuração clássica, porém com a condição de realizar as medidas da temperatura ambiente até 400 °C ele era colocado em uma câmara de vácuo, em que um forno elétrico combinado a uma câmara criogênica eram responsáveis pelo controle da temperatura. Em outro artigo, Yu et al. (2014) mediu o módulo de torção de adesivos usando um pêndulo de torção modificado. Os autores do referido trabalho apontaram que os métodos convencionais tinham limitações para medir amostras adesivas, e então modificaram o pêndulo adaptando uma membrana de borracha de baixa rigidez torcional para segurar a amostra de forma uniaxial. Os resultados mostraram que adaptação proporcionou maior sensibilidade quando comparada aos outros métodos.

Percebendo que existiam limitações na medida do módulo de torção de amostras em biomateriais, Pintão et al. (2017) desenvolveram um pêndulo com uma estrutura diferente da clássica para realizar essas medidas. O pêndulo foi construído em um arranjo mais simplificado, sem uso da câmara de vácuo e controle da temperatura e diferente da configuração dita invertida. Um sensor de movimento rotativo foi usado para captar a oscilação do pêndulo e da amostra, eliminando o uso de um laser e a sua detecção por fotocélulas pela propriedade fotoelétrica segundo o trabalho de Li et al. (2003). Além disso, os autores desenvolveram uma equação própria para o cálculo de G . Os resultados obtidos do módulo de torção do titânio comercialmente puro (Ti CP) são consistentes àqueles da literatura, o que valida o uso da técnica para biomateriais metálicos (ligas de Titânio). A abordagem da medida de G para o PTFE neste trabalho será realizada em um pêndulo de torção que pode ser descrito e encontrado em Pintão et al. (2017) com algumas pequenas modificações.

3.4. Momento de Inércia ou inércia rotacional

O momento de inércia (MI), também conhecido como inércia rotacional (I) na mecânica clássica, determina a resistência de um corpo em alterar seu estado de

movimento em torno de um eixo quando se aplica um torque para obter uma aceleração angular. Neste tipo de movimento é característica grandezas angulares como: Torque (τ), posição angular (θ), velocidade angular (ω_0) e aceleração angular (α). O MI desempenha o mesmo papel na dinâmica rotacional que a massa desempenha na dinâmica linear, onde ambas as grandezas representam a resistência de um corpo a alterações de seu estado movimento. Portanto, a escolha de uma inércia rotacional de um corpo em relação a um eixo de rotação nada mais é do que definir a resistência do mesmo em mudar seu estado de movimento em rotação. Dessa forma, quanto maior for a dificuldade em girar um corpo, alterando sua rotação, maior será o seu momento de inércia.

O MI é sempre descrito em relação a um eixo de rotação, e definido matematicamente como a soma dos produtos produzidos pela multiplicação da massa de um corpo pelo quadrado da distância de seu centro de massa em relação a esse eixo. Assim, um disco com um diâmetro D de mesma massa que um disco com diâmetro menor d , quando rotacionam em relação a um mesmo eixo, apresentará momento de inércia muito maior do que o disco fino, mostrando que a distribuição de massa ou geometria influencia no seu valor. Christiaan Huygens em 1673 foi um dos primeiros a introduzir alguns parâmetros de inércia rotacional em seus estudos na oscilação de um corpo pendurado, do qual ficou conhecido como pêndulo composto (MACH, 1893). Porém, somente em 1765 Leonhard Euler introduziu o termo *momento de inércia* em seu livro *Theoria motus corporum solidorum seu rigidorum* (MARQUINA et al., 2016).

As diferentes técnicas para o estudo experimental do momento de inércia (MI) utilizam-se da lei de Newton e/ou o princípio da conservação da energia mecânica (GOLDEMBERG, 1970; TYLER, 1974). Uma das maneiras mais convencionais de determinar o MI de um disco acoplado a um eixo com rolamentos esféricos é suspender um corpo em um fio que é preso e enrolado em torno de um disco concêntrico menor, fixado ao original. O momento de inércia, neste caso, é determinado com valores da massa do disco, do tempo, e alguns parâmetros geométricos, usando o princípio da conservação da energia mecânica.

Um estudo realizado por Pintão et al. (2004) utilizando uma configuração semelhante à tradicional, porém baseado em um método originalmente proposto para medir a capacitância, foi utilizado para registrar a corrente elétrica por meio da carga e descarga deste um capacitor em um multímetro analógico. Dessa forma, os

autores do referido trabalho puderam determinar a velocidade angular alcançada pelo disco após a queda do corpo, eliminando assim a necessidade de medir o tempo diretamente. Com isso, a aceleração angular poderia ser encontrada com base na velocidade angular que o corpo em rotação atingisse, repetindo-se o procedimento com diferentes massas suspensas. O MI foi determinado pela inclinação da reta obtida pelo gráfico de torque versus a aceleração angular. Esse método possui a vantagem de que o atrito proveniente do mancal de rolamento não afetará no valor de MI, pois ele dependerá só da inclinação.

Amrani (2006) utilizou uma técnica computadorizada, com o uso de um software específico e da segunda lei de Newton para medir o MI dos sólidos. A técnica é muito semelhante àquela usada por Pintão et al. (2004), descrita anteriormente. A diferença entre elas é que um sensor de movimento rotacional foi usado para determinar a variação angular em relação ao tempo. Em ambas as técnicas utilizadas por Amrani (2006) e Pintão et al. (2004), foram possíveis verificar que a velocidade angular variou linearmente com o tempo, o que permite calcular um único valor de aceleração angular para cada torque aplicado. Já Eadkhong et al. (2012) realizaram com êxito, por meio da lei de Newton e do princípio da conservação da energia mecânica e do teorema do trabalho e energia cinética, uma técnica de análise de vídeo para determinar o MI de uma placa cilíndrica. Neste artigo não foi considerado o efeito dos torques de atrito, uma vez que estes não eram relevantes para o caso, segundo os autores.

Considerando os artigos analisados, nota-se que há uma preocupação sobre a aplicação de técnicas diferentes para medir MI que diferem das tradicionais e também da influência que a força de atrito tem em sua determinação.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A fim de validar a técnica proposta para medir o módulo de torção G do PTFE, foram realizadas medidas de inércia rotacional no pêndulo de torção proposto, usando uma técnica independente da medida de G . Em seguida, prepararam-se as amostras para os ensaios de torção, variando os parâmetros de dimensão (comprimento efetivo e diâmetro) e de inércia rotacional do pêndulo para observar as possíveis implicações na variação dos valores de G . Concomitantemente a esses ensaios de torção, foi verificado o grau de pureza, cristalinidade e existência de defeitos estruturais das amostras. Uma vez que as amostras de PTFE são adquiridas comercialmente, é necessário atestar sua qualidade e confiabilidade na validação desta técnica. Assim contemplaram: determinação da densidade, para comparação com os valores conhecidos do PTFE; medidas de calorimetria exploratória diferencial (DSC), de modo a estimar a porcentagem cristalina da amostra; ensaios termogravimétricos, conduzidos para verificar o grau de pureza e etapas de decomposição; medidas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), para obter dados sobre defeitos estruturais da amostra.

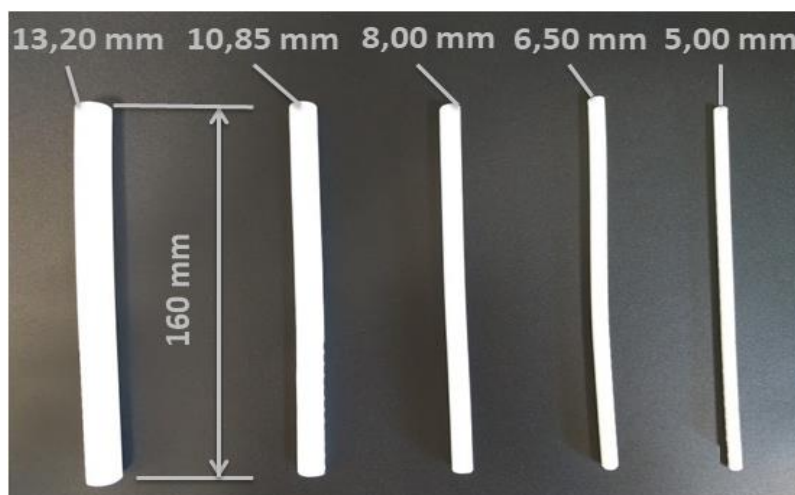
Os ensaios mecânicos não se limitaram apenas a técnica de oscilação livre do pêndulo de torção. Logo, foi utilizada a técnica de vibração forçada, a análise dinâmico-mecânica (DMA), para analisar se a ordem de grandeza do atrito interno da amostra de PTFE medido por esta técnica corresponde ao atrito total do pêndulo (atrito da amostra somado ao atrito do ar e mancal de rolamento). Esta comparação garante parte da confiabilidade nos parâmetros da equação de G que será proposta. Outro ensaio mecânico com aplicação de torque foi desenvolvido no decorrer deste trabalho, visto a necessidade de explicar a variação da frequência de oscilação para um mesmo valor de G . A este último será dada maior consideração ao final deste capítulo. As medidas de módulo de torção G , inércia rotacional e torque foram desenvolvidas no “Laboratório de Caracterização Física e Reológica”, UNESP – Bauru, sob a supervisão do Prof. Dr. Carlos Alberto Fonzar Pintão, juntamente com o Prof. Dr. Cesar Renato Foschini do Departamento de Engenharia Mecânica do mesmo campus. As análises térmicas foram feitas em conjunto com o grupo “Laboratório de Análise Térmica e Polímeros”, UNESP – Bauru. Já os ensaios de MEV e DMA foram realizados no “Laboratório de Anelasticidade e Biomateriais”, UNESP – Bauru.

4.1. Materiais

O PTFE utilizado foi o virgem (puro), comercialmente fornecido pela DuPont. Barras extrudadas cilíndricas de 13,20 x 500 mm, 10,85 x 500 mm, 8 x 500 mm, 6,5 x 500 mm e 5 x 500 mm foram cortadas em comprimentos de 160 mm e, posteriormente, submetidas à torção simples como recebidas (Figura 4.1). As amostras foram fixadas no pêndulo de torção com comprimentos efetivos de $L_1 = 120$ mm, $L_2 = 104$ mm, $L_3 = 85,15$ mm, $L_4 = 69,20$ mm e $L_5 = 53,20$ mm, onde para cada comprimento quatro configurações com valores de momento de inércia distintos eram usadas para a torção e oscilação livre da amostra. Foram realizadas três medidas para conjunto de valores de L , R e I fixos. Para todas elas foi estabelecido um ângulo de torção de 8 graus, o suficiente para gerar a curva de relaxação e então extrair dados a partir dela.

Para as medidas no MEV, DSC e Termogravimetria, todas as amostras passaram por limpeza na banheira ultrassônica Yaxun YX2100 por 600 s e potência de 50 W, primeiramente em álcool isopropílico e posteriormente em água deionizada. As amostras também permaneceram no estado como recebidas, e não foram submetidas a nenhum processo de lixamento ou polimento, pois os grãos abrasivos poderiam permanecer aderidos ao material, o que poderia levar a interpretações equivocadas dos resultados. Dessa forma, as amostras foram apenas cortadas com o auxílio de um bisturi.

Figura 4.1 - Amostras de PTFE extrudado com diferentes diâmetros

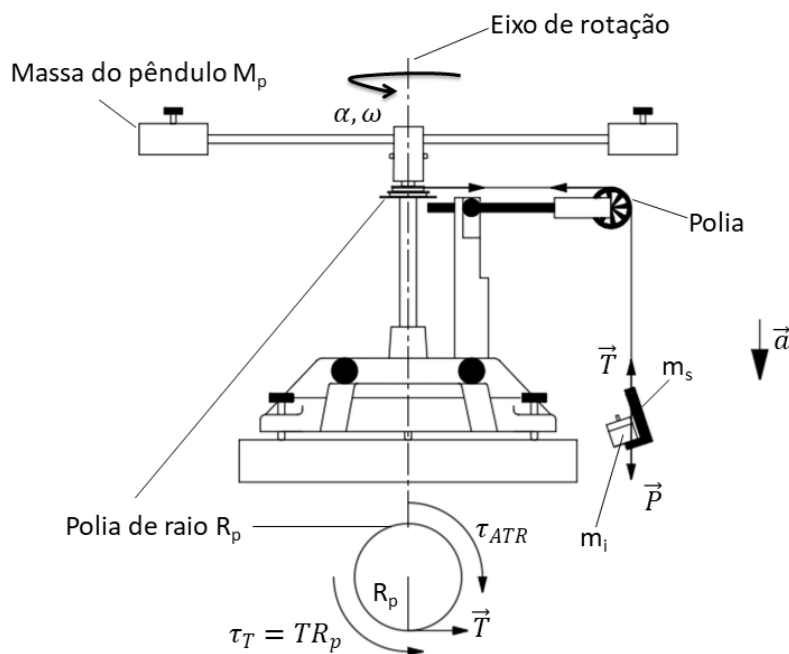


Fonte: Próprio autor

4.2. Método para determinar I

Nos experimentos, a inércia que foi determinada é aquela do sistema de medida, ou seja, a do pêndulo de torção. Três massas são fixadas nas extremidades da haste do pêndulo de torção com configurações simétricas em relação ao eixo de rotação. Alterando suas posições umas em relação às outras de forma semelhante em ambas às hastes do pêndulo, consegue-se modificar o valor da inércia, conforme está descrito na seção 3.4. Dessa forma, é possível definir algumas configurações das quais serão obtidas os valores de I , e que serão utilizados no cálculo de G . Na determinação desses valores de inércia rotacional foram usadas medidas independentes daquelas de G , com um método aplicado por Pintão et al. (2004). A Figura 4.2 mostra montagem esquemática utilizada para determinar I .

Figura 4.2 - Desenho esquemático da montagem para a medida do momento de inércia.



Fonte: Próprio autor

Uma polia é fixada e posicionada concêntrica ao eixo de rotação, e um fio inextensível é enrolado a sua volta. Conectada a outra extremidade do fio, uma massa m , cujo valor é conhecido, fica suspensa em relação ao piso. Sendo o peso total (P) maior que a força exercida pelo fio de tração (T), resultando em um

movimento retilíneo uniforme na direção vertical para baixo, uma vez que a resultante das forças (T e P) em módulo é constante. Como consequência dos movimentos dependentes entre massa de tração e pêndulo de torção devido ao fio de conexão entre eles, foi possível equacionar ambos os movimentos. Considerando o movimento de translação, pela segunda Lei de Newton, pode-se escrever:

$$P - T = (m_i + m_s)a \quad (2)$$

Onde,

P = peso total em módulo [N]

T = força de tração do fio [N]

m_i = massa inicial [g]

m_s = massa do suporte [g]

$m = m_i + m_s$ = massa de tração [g]

a = aceleração linear [m/s²]

A resultante das forças que atuam sobre a massa de tração m é constante, descrevendo um movimento uniformemente acelerado, e valem as equações obtidas da dinâmica e cinemática dos corpos.

O movimento de rotação do pêndulo descreve um movimento circular uniformemente acelerado (MCU), com aceleração angular α constante. Utilizando um sensor de movimento rotativo (SMR) por meio de uma correia que passa por uma polia fixa do eixo de rotação e outra do próprio sensor, obtém-se a velocidade angular em função do tempo, expresso por:

$$\omega = \omega_0 + \alpha t \quad (3)$$

Onde,

ω = velocidade angular em um instante genérico [rad/s]

ω_0 = velocidade angular inicial [rad/s]

α = aceleração angular [rad/s²]

t = tempo [s]

Fazendo um ajuste linear com recursos do aplicativo DataStudio do sensor da PASCO, encontra-se o valor de aceleração angular (α), que é a inclinação da reta da própria função. Os valores a determinar de α são correspondentes a cada conjunto de massas m_i colocadas no suporte somada ao valor fixo de m_s , que resulta na massa de tração m conhecida.

Pela segunda lei de Newton (HALLIDAY; RESNICK; WALKER, 2013) o movimento de rotação do pêndulo é descrito como:

$$\tau = \tau_T - \tau_{ATR} = I \alpha_0 \quad (4)$$

Onde,

τ_T = torque da força de tração [N·m]

τ_{ATR} = torque da força de atrito que atua sobre o eixo de rotação [N·m]

I = Momento de inércia (MI) do pêndulo [kg·m²]

α_0 = aceleração angular do pêndulo relativa à massa m_i [rad/s²]

Os autores consideraram que o torque resultante (τ) é responsável pelo movimento do pêndulo, onde o torque de tração (τ_T) é obtido do produto entre a força de tração do fio (T) e o raio da polia (R_p), isto é $\tau_T = TR_p$. Contrariamente ao movimento de rotação surge o τ_{ATR} , tendo sua origem no atrito das esferas do mancal de rolamentos do sistema.

Pela dependência dos movimentos de translação e rotação do pêndulo, existe uma relação entre a aceleração linear e angular em módulo, dada por:

$$a = R_p \alpha \quad (5)$$

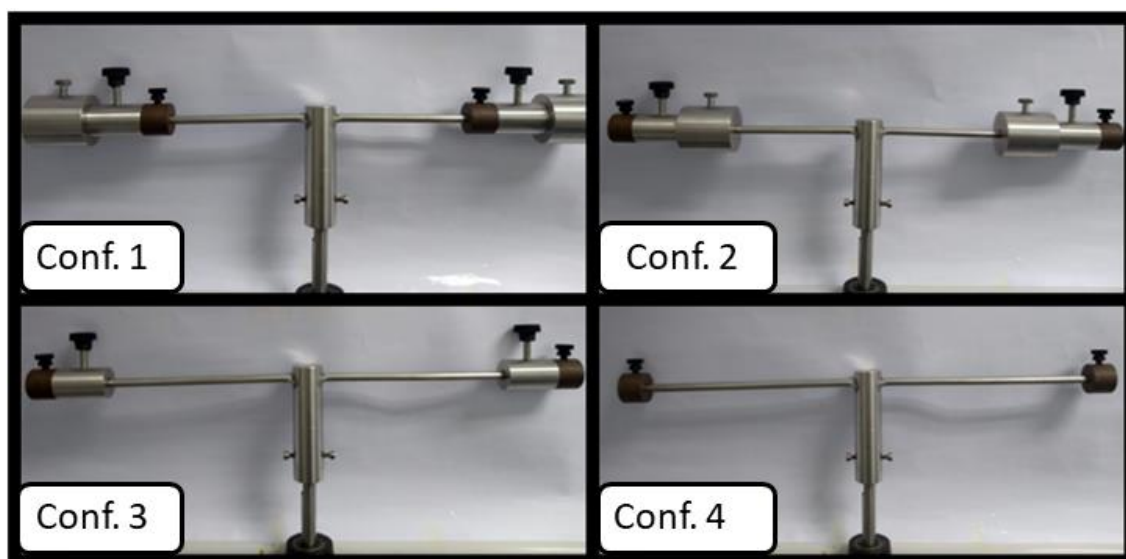
Se substituir T da Equação (2) e utilizarmos a Equação (4) pode-se expressar o torque da força de tração como:

$$\tau_T = [m(g - \alpha_0 R_p)]R_p \quad (6)$$

Sabendo que $g = (9,79 \pm 0,01) \text{ m s}^{-2}$ e $R_p = (18,75 \pm 0,03)10^{-3} \text{ m}$ (PINTÃO et al., 2004), para um conjunto de valores de massas cujos pesos fornecem a tração, determina-se o torque e a aceleração angular do pêndulo. Dessa forma, é possível construir uma curva que represente esses valores, que segundo a Equação (4) será uma reta. Sendo o gráfico τ_T versus α_0 linear, a inclinação $\Delta\tau_T/\Delta\alpha_0$ é numericamente igual a I .

Para os nossos estudos, foram definidas quatro configurações de inércia, conforme mostra a Figura 4.3.

Figura 4.3 - Configurações de inércia do pêndulo de torção.



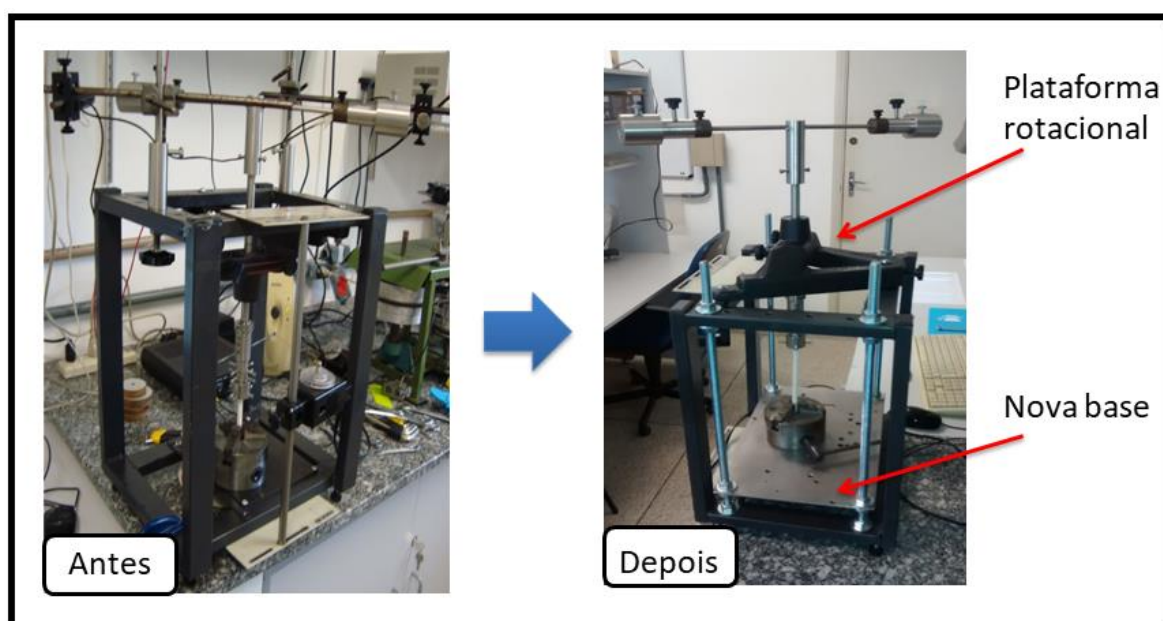
Fonte: Próprio autor

4.3. Método para determinar G

O Pêndulo de torção utilizado foi um construído no “Laboratório de Caracterização Física e Reológica”. O sistema é de fácil utilização e de baixo custo, podendo medir amostras de tamanhos relativamente limitados (PINTÃO; CORREA; GRANDINI, 2017). Além disso, o método é não destrutivo, tornando-o de grande interesse econômico e prático por preservar o material após sua execução. Diferente dos ensaios convencionais, que são realizados de maneira quase-estática, essa técnica é considerada dinâmica e consiste na caracterização por meio da frequência de vibração do material (COSSOLINO; PEREIRA, 2010).

Algumas mudanças na estrutura do pêndulo foram feitas para a medida do PTFE. Agora, a base corre por quadro parafusos presos a estrutura e a plataforma rotacional foi virada para cima (Figura 4.4). Para fixar o pêndulo mais alto na estrutura, foi necessária a usinagem de sulcos em seu eixo. Como resultado das alterações, o sistema pode medir amostras em comprimentos maiores.

Figura 4.4 - Modificações do pêndulo de torção.



Fonte: Próprio autor

A equação para o cálculo de G é derivada de estudos de espectroscopia mecânica e da teoria de relaxação de materiais (NOWICK; BERRY, 1972). Esta foi desenvolvida por Pintão et al. (2017) e primeiramente validada para amostras de titânio CP (comercialmente puro). O autor deduz a equação de G a partir da solução da equação diferencial de segunda ordem que descreve o movimento do pêndulo, juntamente com conceitos de resistência dos materiais para calcular o torque ao qual a amostra é submetida. A comparação entre essas equações resulta na obtenção da grandeza de interesse, G . A dedução completa pode ser vista no artigo em questão.

O método para a medida de G consiste em aplicar uma torção na extremidade da amostra presa ao pêndulo e com a outra fixa a uma base estática, fazendo a amostra oscilar livremente até cessar o seu movimento. Esse procedimento é feito usando um par de eletroímãs. Os valores de inércia rotacional (I) são ajustáveis, e

então para cada inércia fixada o processo é repetido. Por meio de um sensor de movimento rotativo (SMR) preso a uma haste do pêndulo, é registrada a posição angular do pêndulo (θ) em função do tempo (t). Para uma amostra maciça de seção circular, a equação de G é:

$$G = \frac{2}{\pi} \frac{L}{R^4} I \omega_0^2 \left(1 - \frac{\delta^2}{4\pi^2}\right) \quad (7)$$

Onde,

L = comprimento efetivo da amostra [mm]

R = raio da amostra [mm]

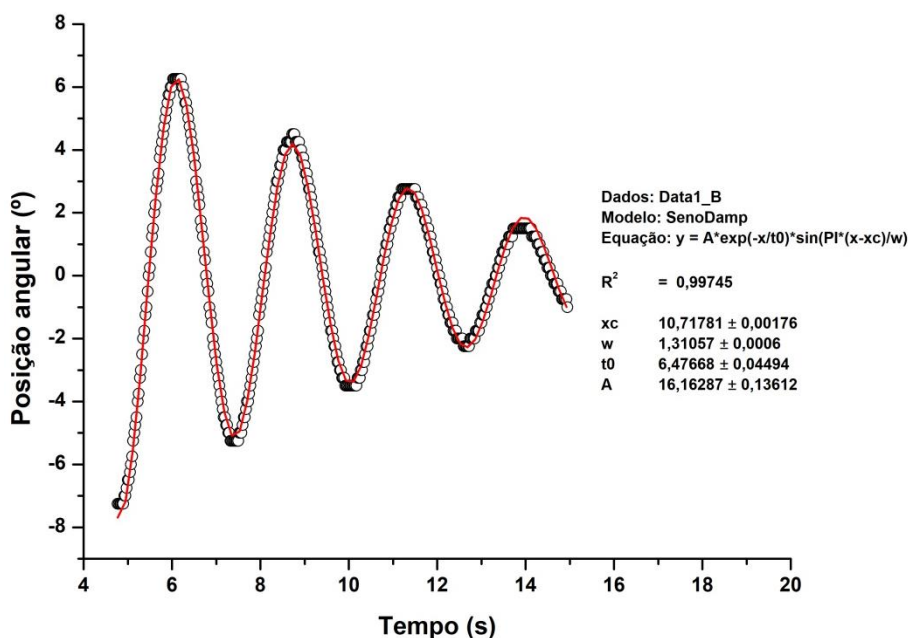
I = momento de inércia (MI) do pêndulo [$\text{kg}\cdot\text{m}^2$]

ω_0 = frequência angular [rad/s]

δ ; $\left(1 - \frac{\delta^2}{4\pi^2}\right)$ = parâmetro físico e fator de atrito, respectivamente.

Os valores dos parâmetros δ e ω_0 são obtidos da curva de relaxação, posição angular (θ) em função do tempo (t), para valores de L , R e I fixos. A Figura 4.5 ilustra como é a obtenção da curva.

Figura 4.5 - Obtenção dos parâmetros da curva de relaxação.



Fonte: Próprio autor

Uma função do tipo “*wave form*” é feita com um aplicativo *Origin 7.0* como segue:

$$\varphi = A \exp\left(-\frac{t}{t_0}\right) * \sin\left(\frac{\pi}{W} t - \frac{\pi t_c}{W}\right) \quad (8)$$

Onde,

A = amplitude do parâmetro do ajuste angular [rad ou graus]

t_0 = parâmetro do ajuste correspondente a T_p [s]

W = parâmetro correspondente a ω_0 [s]

t_c = parâmetro do programa para ajuste “*wave form*” aos valores experimentais [s]

Comparando essa função com a parte real da solução da equação diferencial que descreve o movimento do pêndulo (NOWICK; BERRY, 1972; PINTÃO; CORREA; GRANDINI, 2017) é possível estabelecer uma comparação com os parâmetros W e t_0 obtidos do ajuste realizado aos valores experimentais. Assim, pode-se calcular δ e ω_0 :

$$T_p = \frac{2\pi}{\omega_0} = 2W \quad (9)$$

e

$$\delta = \frac{2W}{t_0} \quad (10)$$

Esses parâmetros serão capazes de informar sobre a frequência de oscilação (f_0) e o atrito interno total do sistema, dado por:

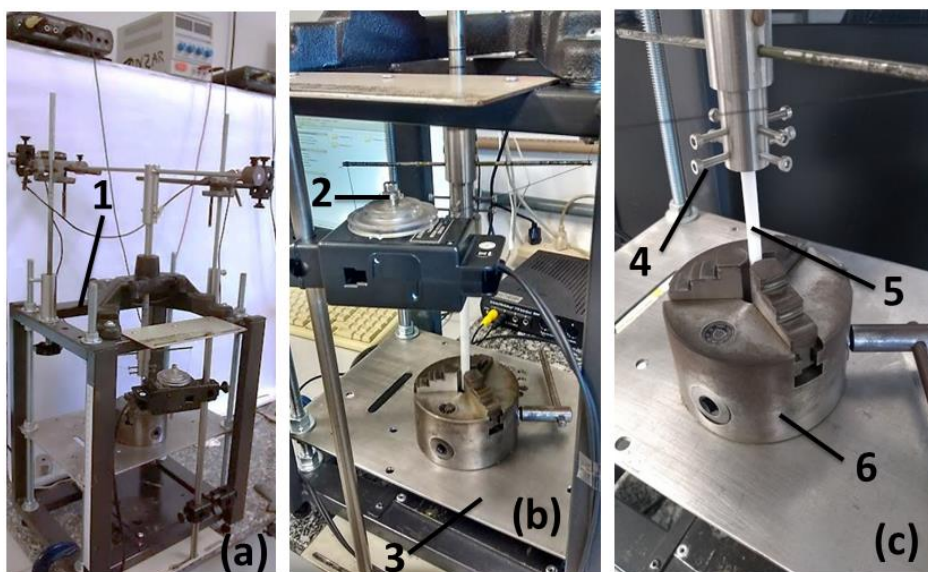
$$Q_T^{-1} = \frac{\delta}{2\pi} \quad (11)$$

Usa-se a denominação de atrito total para falar da soma do atrito interno da amostra em estudo, do atrito do mancal e do ar, que não podem ser calculados de forma independente da medida (PINTÃO, 2014). Apesar de considerar o atrito total

do sistema, ele não deve influenciar os valores de G de maneira significativa, o que poderá ser constatado dos resultados experimentais. Para eliminar os efeitos do rolamento e do ar seria necessário adicionar um sistema de vácuo e eliminar o uso do rolamento, como é feito no método tradicional do pêndulo de torção invertido. Porém, isso aumentaria o custo do sistema e possivelmente o tornaria mecanicamente mais instável, não sendo de interesse para o momento.

Quando comparada a outros métodos dinâmicos, como excitação por impulso ou ultra-som (COSSOLINO; PEREIRA, 2010), esta técnica possui a vantagem de não ser necessário conhecer o coeficiente de Poisson da amostra, segundo mostra a Equação (7). Dessa forma, esse método da medida de G acaba se tornando uma opção para a caracterização dos novos materiais que vem aparecendo no mercado e que não se conhece o coeficiente de Poisson. Sabendo também que os módulos elásticos sofrem alteração por tratamentos termomecânicos ou adição de outros elementos, é possível que o coeficiente de Poisson também seja diferente nessas situações (PINTÃO; CORREA; GRANDINI, 2017). Isso poderia comprometer a medida do módulo elástico, o que não aconteceria com essa técnica. As Figuras 4.6 e 4.7 mostram detalhadamente todos os elementos do sistema de medida utilizados para a medida de G .

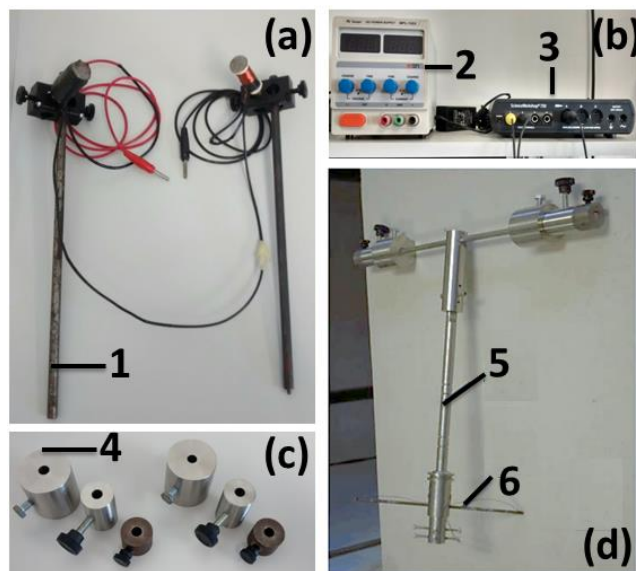
Figura 4.6 - Detalhamento do sistema de medida



Sistema de medida: (1) estrutura do pêndulo; (2) sensor de movimento rotativo (SMR); (3) base móvel; (4) parafuso de fixação; (5) amostra de PTFE; (6) placa de 3 castanhas. (a) Vista completa do sistema; (b) Vista detalhada do sistema: SMR e amostra fixa na base; (c) Vista dos componentes de fixação e amostra;

Fonte: Próprio autor

Figura 4.7 - Elementos que compõe o sistema de medida de G

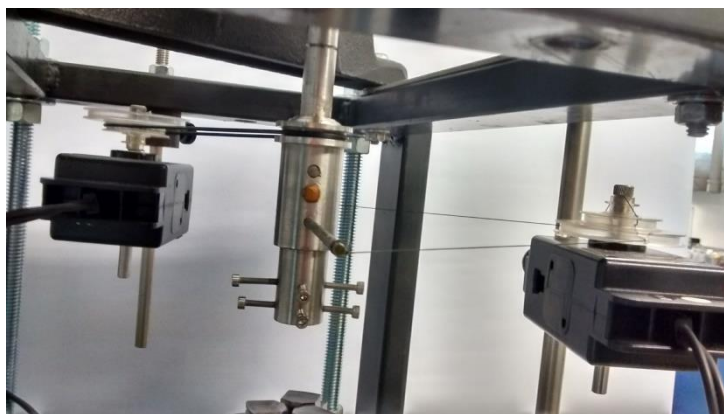


Componentes do sistema de medida de G: (1) eletroímã; (2) fonte de tensão; (3) interface PASCO; (4) massa conhecida; (5) pêndulo de torção; (6) haste do eixo do sistema rotacional. (a) Eletroímãs do sistema; (b) Disposição da fonte e interface PASCO; (c) Massas; (d) Pêndulo de torção fora da estrutura de fixação.

Fonte: Próprio autor

Uma correção deve ser feita em relação ao ângulo medido no sensor de rotação (θ^*) e o ângulo de torção na amostra (θ). Isso significa que o ângulo medido no SMR é maior que o da torção na amostra estudada, uma vez que a haste do pêndulo difere de diâmetro em relação à polia do SMR (Figura 4.6 (b) e Figura 4.7 (d)). Essa relação (θ/θ^*) é obtida experimentalmente medindo-se simultaneamente o ângulo do pêndulo de torção e o ângulo do SMR preso à haste do pêndulo, como mostra a Figura 4.8.

Figura 4.8 – Montagem para medir a relação θ/θ^*



Fonte: Próprio autor

4.4. Densidade

A densidade de um sólido pode ser determinada utilizando um método do deslocamento de fluído, também conhecido como princípio de Arquimedes (STERRETT; KENNEDY; SPARBERG, 1968). Este método consiste em previamente determinar a massa do sólido, pesando-o em uma balança. Posteriormente, transfere-se a amostra para um recipiente volumétrico graduado parcialmente preenchido por um líquido, este geralmente de densidade maior para que o material não flutue. Dessa forma, o sólido deslocará um volume de líquido equivalente ao seu próprio volume, correspondente a variação da marcação do menisco. Assim, através da Equação (12) calcula-se a densidade:

$$\rho = \frac{m_a}{v_f - v_0} \quad (12)$$

Onde,

m_a = massa da amostra [g]

v_f = volume final do líquido [ml]

v_0 = volume inicial do líquido [ml]

Foram cortadas três amostras de mesmo comprimento a partir das barras de PTFE. Utilizou-se uma proveta de 10,0 ml com 5,0 ml de água deionizada com temperatura de 25 °C. Por meio de uma balança analítica mediu-se a massa das amostras em ambiente climatizado também a 25 °C. Em seguida, inseriram-se as amostras na proveta, medindo o volume do líquido deslocado. A densidade do PTFE foi obtida pela média dos valores calculados através da Equação (12).

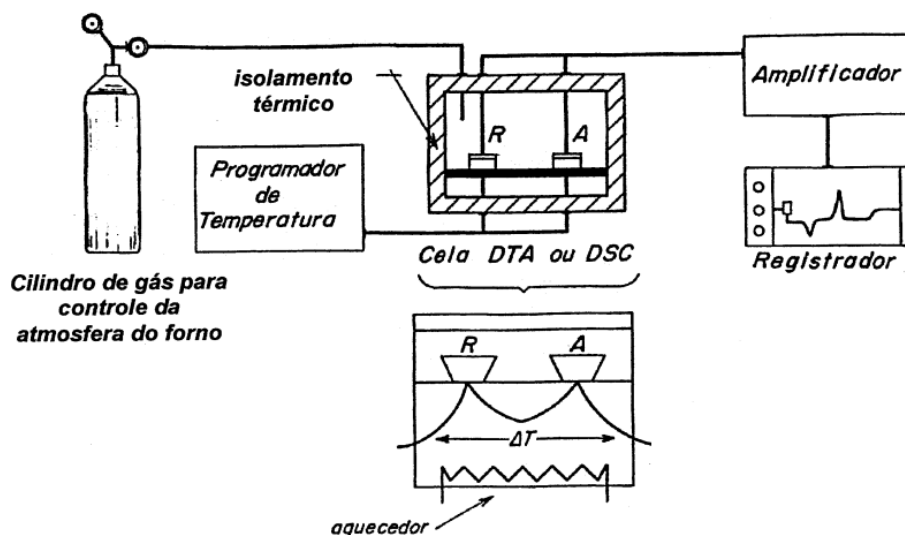
4.5. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Análise Térmica Diferencial (DTA)

O conhecimento das propriedades térmicas de polímeros é essencial para prever seu comportamento durante seu uso e para melhorar o método de processamento do material. As análises térmicas são ferramentas eficazes nesses casos, capazes de identificar um polímero desconhecido, informar sobre a

capacidade calorífica, estimar porcentagem cristalina, ponto de fusão, temperatura de transição vítrea (T_g) e entre outros. Uma das técnicas que atende essas necessidades é a calorimetria exploratória diferencial (DSC - do inglês "*Differential Scanning Calorimetry*"). A técnica consiste na medida da diferença de energia fornecida ao material medido comparado a uma amostra de referência em função da temperatura, enquanto ambos passam ao mesmo tempo por uma programação controlada de aquecimento e/ou resfriamento (CANEVAROLO JR, 2006; IONASHIRO, 2004). Dessa forma, é possível acompanhar alterações físicas ou químicas da amostra que envolve trocas de calor. De modo geral, as transições de fase e algumas reações de decomposição são endotérmicas, enquanto que cristalizações e oxidações são exotérmicas, sendo também possível detectar variações de entropia (transição de segunda ordem) como as transições vítreas nos polímeros (CANEVAROLO JR, 2006; IONASHIRO, 2004).

Calorimetria exploratória diferencial com compensação de potência e calorimetria exploratória diferencial com fluxo de calor são as duas modalidades dessas medidas (IONASHIRO; GIOLITO, 1980; GIOLITO; IONASHIRO, 1988; IONASHIRO, 2004), sendo que àquela com fluxo de calor foi utilizada neste trabalho. A Figura 4.9 mostra esquematicamente um equipamento genérico para análise térmica diferencial. Algumas vantagens do uso dessa técnica são a rapidez da medida, pouca massa de amostra (podendo ser sólida ou líquida) e a possibilidade de estudar diferentes tipos de reações (IONASHIRO, 2004).

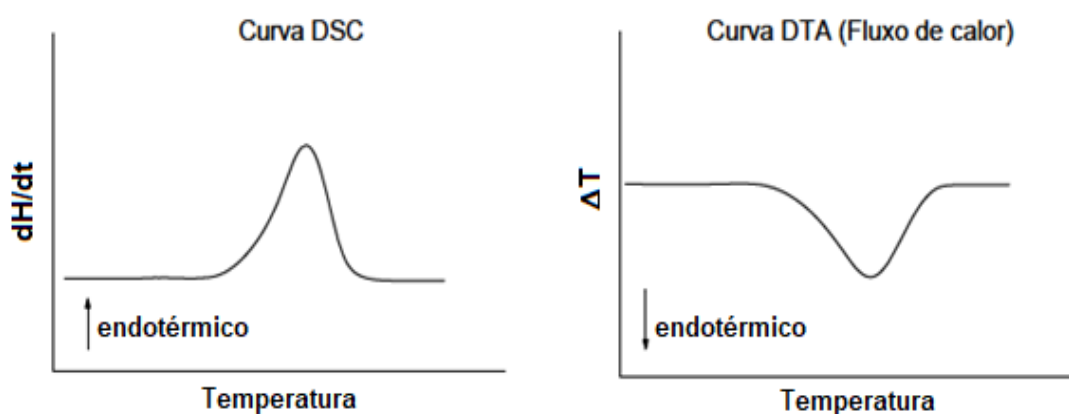
Figura 4.9 - Esquema de um equipamento genérico para DSC com fluxo de calor.



Adaptado de: Bernal et al., 2002, p.850.

Diferente do DSC, a análise térmica diferencial (DTA – do inglês “*Differential Thermal Analysis*”) mede a temperatura da amostra e do material de referência em função do tempo. Como se registra a diferença de temperatura da referência (T_r) e a da amostra (T_a) com resfriamento ou aquecimento em ritmo linear dT/dt , essas medidas são ditas diferenciais (IONASHIRO, 2004). Assim, uma curva DTA detecta mudanças exotérmica ou endotérmica da amostra, fornecendo dados sobre cristalização, fusão e transições vítreas. DTA e DSC possuem as mesmas vantagens em relação às demais medições do ramo de Análise térmica, como citadas anteriormente. Também é comum confundir a medida DSC e a DTA, uma vez que existem instrumentos diferentes que usam o mesmo nome (IONASHIRO, 2004). Vale ressaltar que a curva DTA se assemelha a DSC com exceção da unidade do eixo da ordenada, o que também pode gerar certa confusão. As curvas das duas análises são de ordem inversa, como mostra a Figura 4.10. Nem sempre estão representadas no sentido termodinâmico clássico, com reações *endo* para cima e *exo* para baixo.

Figura 4.10 - Diferença entre curva DSC e DTA.



Adaptado de: Ionashiro, 2004, p.76.

H. L. Lê Chatelier (1887) descreveu um método aplicável ao estudo de argilas e minerais, que mais tarde se tornaria um clássico, pois permitiu desenvolver a técnica da análise térmica diferencial conhecida atualmente a partir dele. Mais tarde, Watson et al. (1964) foi um dos primeiros a usar o termo “Differential Scanning Calorimetry” (DSC). Os autores utilizaram esse termo na descrição da técnica instrumental desenvolvida pela Perkin Elmer Corporation, que aquecia ou resfriava a amostra e o material de referência com uma razão linear pela aplicação de energia

elétrica, registrando uma curva do fluxo de calor em mcal s^{-1} em função da temperatura. Atualmente a técnica de DSC tem amplo uso na indústria, engenharia de materiais, farmácia, bem como aos consumidores finais de produtos à base de polímeros (BERNAL et al., 2002; EAG LABORATORIES, 2016).

Em nossas medidas, a curva DSC foi obtida no equipamento Mettler-Toledo modelo DSC 1 Stare[®] System, utilizando cadinhos de alumínio de 40 μl fechados com furo na tampa. A massa de amostra era de 14,46 mg, aquecida de 25 °C até 350 °C a uma razão de 10 °C min^{-1} em atmosfera de ar seco com vazão de 50 ml min^{-1} .

Pode-se estimar a porcentagem cristalina da amostra de PTFE utilizando o calor de fusão (ΔH_f) a partir das medidas de DSC, calculando a razão com uma amostra teórica 100% cristalina (ΔH_f°) através da Equação (13):

$$X_c = \frac{\Delta H_{f(\text{amostra})}}{\Delta H_f^\circ} \quad (13)$$

Na literatura (MOYNIHAN, 1959), valores para o calor de fusão para PTFE variam de 57 à 104 J g^{-1} . Em nossos cálculos usamos o valor médio de 80 J g^{-1} , o mesmo procedimento adotado por Rae e Dattelbaum (2004) e Jordan et. al (2007). Além disso, o DSC foi usado para determinar a temperatura de fusão (T_m) e as transições de fase à pressão ambiente do PTFE.

4.6. Análise Térmica Diferencial Simultânea e Termogravimetria Derivada (TG-DTA/DTG)

Termogravimetria é um método de análise térmica, na qual consiste no monitoramento da variação da massa de uma amostra ao longo do tempo à medida que a temperatura muda. Seu princípio é analisar a perda ou ganho de massa na amostra em variadas temperaturas, sendo considerada uma técnica destrutiva (COATS; REDFERN, 1963). A análise é feita em ambiente controlado, a fim de evitar uma reação dos gases presentes no momento da análise com a amostra, o que poderia ter efeito na variação de sua massa. De forma geral, esse método se aplica tanto no controle de qualidade quanto na pesquisa de polímeros, fármacos, ligas metálicas e entre outros (HOLLER; SKOOG; CROUCH, 2009). Uma simplificação de

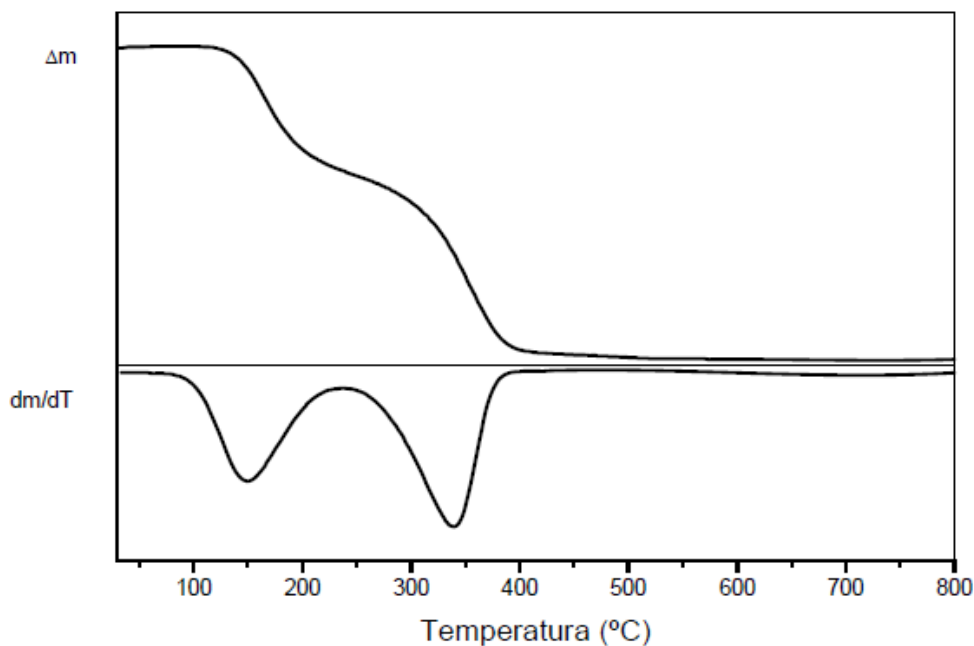
um medidor termogravimétrico consiste de um forno com temperatura de controle programável, onde uma balança de precisão com um cadinho de amostra está posicionada no seu interior e a aferição de temperatura é feita por termopares. O gráfico característico da medida de TG é um com o eixo da ordenada sendo a massa ou porcentagem de massa e a abscissa como temperatura (HAINES, 2002). Do gráfico TG podem-se extrair informações a respeito da estabilidade térmica, composição e estabilidade de compostos intermediários, caso existam.

O trabalho de Honda (1915) foi usado como a base de todos os trabalhos futuros em termogravimetria, com a descrição da primeira termobalança que permitia a pesagem contínua da amostra conforme era aquecida. O instrumento idealizado foi utilizado no estudo das curvas de decomposição térmica do sulfato manganoso, gesso e do anidrido crômico. Outro marco no desenvolvimento da Termogravimetria moderna foram os trabalhos de Paulik et al. (1958), que descreveu um sistema chamado de Derivatograph que registrava simultaneamente curvas TG, DTG e DTA e, mais tarde, o de Wiedemann (1964), que descreveu o termoanalisador Mettler, também capaz de registrar simultaneamente as curvas TG, DTG, DTA, porém em atmosfera de vácuo ou ainda estáticas e dinâmicas. Essa abordagem de análise simultânea foi feita em nosso trabalho.

A análise TG-DTA da amostra de PTFE puro foi obtida no equipamento Netzsch modelo STA 449F3, utilizando cadinhos de 50 μl de α -alumina abertos. A massa de amostra era de aproximadamente 21,6 mg aquecida em uma razão de 10 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ em um intervalo de temperatura compreendido entre 23 e 700 $^{\circ}\text{C}$, com atmosfera de ar seco com uma vazão de 50,0 ml min^{-1} .

No intuito de facilitar o entendimento referente às etapas de decomposição, a ferramenta matemática da derivada (DTG) foi utilizada na curva TG. No gráfico deste método os degraus característicos da curva TG são substituídos por picos, e correspondem à derivada primeira da curva TG, como mostra a Figura 4.11. A vantagem de usar essa ferramenta é que ela permite uma distinção de reações que algumas vezes não estão claras na curva TG (IONASHIRO, 2004).

Figura 4.11 - Curvas TG/DTG do ácido acetilsalicílico.



Adaptado de: Ionashiro, 2004, p.26.

4.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para visualizar a microestrutura do PTFE extrudado foram feitas imagens utilizando o microscópio de varredura eletrônica. Este equipamento permite produzir imagens de alta resolução da superfície de uma amostra, capazes de avaliar estrutura superficial, verificar composição química e outras características do material. Basicamente seu princípio de funcionamento está relacionado com um feixe de elétrons produzido por um filamento de tungstênio aquecido que varre a superfície da amostra, transmitindo um sinal coletado por detectores que são convertidos em um sinal de imagem. Para uma melhor interação entre o feixe de elétrons com a amostra, esta deve apresentar boa condutividade elétrica. Caso o material não tenha uma condutividade elétrica que permita realizar as medidas, um filme com espessura de alguns nanômetros de ouro ou platina deve ser depositado superficialmente utilizando geralmente a técnica de *sputtering* (DEDAVID; GOMES, CMACHADO, 2007).

As imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram obtidas pelo equipamento Zeiss, modelo EVO LS1. As medições foram feitas com ampliação de 100 x, 1000 x e 2000 x para um corte longitudinal e outro transversal das amostras. O objetivo é visualizar defeitos do processo de extrusão, como bolhas e trincas, que

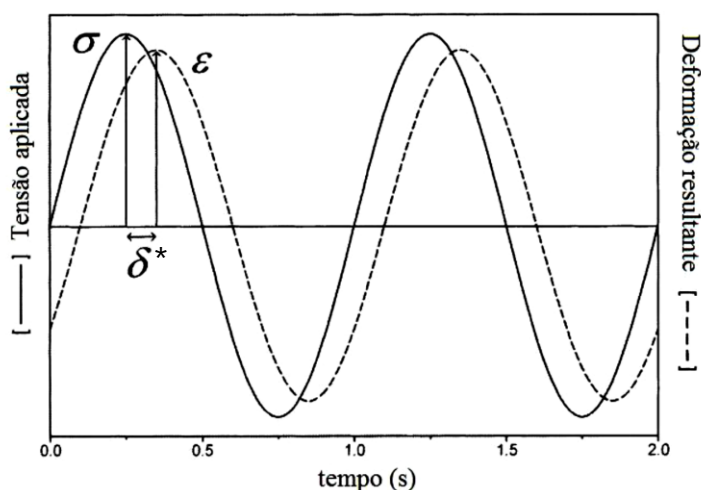
poderiam comprometer os resultados do ensaio. Devido ao caráter isolante do material, para realização das medidas, foi depositado um filme de ouro nas amostras. Uma câmera fotográfica Finepix foi usada para obter as imagens.

4.8. Análise dinâmico-mecânica (DMA)

A análise dinâmico-mecânica (DMA) é uma técnica usada para estudar e caracterizar materiais. Este método é comumente utilizado na caracterização de materiais que apresentam comportamento viscoelástico, ou seja, materiais que exibem características viscosas e elásticas quando deformados. Devido à característica viscoelástica dos polímeros, este método é bastante utilizado na sua caracterização. A viscosidade pode ser interpretada como o resultado da difusão de átomos ou moléculas dentro de um material amorfo, enquanto que a elasticidade é geralmente o resultado do alongamento da ligação ao longo de planos cristalográficos em um sólido ordenado (MEYERS, CHAWKA, 2007).

Como mencionado anteriormente, o comportamento viscoelástico do PTFE também pode ser avaliado por métodos de vibrações forçadas. Os métodos de vibração forçada, como o DMA, são preferidos quando deve ser investigada a dependência do comportamento viscoelástico em relação à frequência e a temperatura (WARD; SWEENEY, 2012). A medida consiste em aplicar uma tensão oscilante (senoidal) em uma determinada frequência, criando curvas tensão-deformação (Figura 4.12).

Figura 4.12 – Curva tensão-deformação DMA



Adaptado de: Lorandi et al., 2016, p.49.

Dessa forma, δ^* é o ângulo de defasagem entre a tensão aplicada e a deformação resultante. O comportamento elástico está relacionado ao módulo de armazenamento (E'), que corresponde à energia mecânica armazenada pelo material em um ciclo de aplicação da carga. Consequentemente, o módulo de armazenamento está relacionado com a rigidez do polímero e a sua capacidade de retornar a forma original. Já a parte viscosa é dada pelo módulo de perda (E''), representando o amortecimento, o qual indica a habilidade do polímero de dispersar a energia mecânica. Caso a amostra seja testada em um modo de cisalhamento, os módulos de armazenamento e perda são denotados como G' e G'' , respectivamente. Conforme comentado na seção 3.3, a razão entre E' e E'' corresponde à propriedade conhecida como atrito interno ($\tan \delta$), relacionada entre outros fatores com o atrito intermolecular (GROSS, 1947; PINTÃO, 2014). No DMA, determinam-se esses parâmetros de um material em função do tempo, frequência e temperatura.

A medida foi realizada no equipamento Metravib DMA 25 em modo de tensão-compressão. Amostras circulares extrudadas de PTFE de 8 x 38 mm foram utilizadas nos testes. Dados de atrito interno ($\tan \delta$) foram coletados de -115°C a 300°C usando LN_2 com uma taxa de aquecimento de 2°C min^{-1} e frequências de 1, 10 e 40 Hz. Estes dados de atrito interno serão comparados aos resultados de atrito total do pêndulo (Q_T^{-1}) a fim de verificar se eles encontram-se na mesma ordem de grandeza, garantindo que os parâmetros usados na Equação (7) são confiáveis. A Figura 4.13 mostra o equipamento e a fixação da amostra.

Figura 4.13 - Equipamento de DMA e a fixação da amostra.



Fonte: Próprio autor

4.9. Medida do Torque (M_t)

Os resultados das medidas de G dependem diretamente da frequência de oscilação (f_0) da amostra, como pode ser verificado na equação (7), pois a velocidade angular (ω_0) é igual a $2\pi f_0$. É possível alterar f_0 mudando o valor de I e mantendo L , d e o ângulo de torção (θ) fixos, uma vez que o fator de atrito não tem influência no valor de f_0 . Se for fixado I , L , d e θ , o valor de f_0 deve ser o mesmo. Então, a equação (7) mostra que o valor de G é único nesta situação. De fato, se realmente estiver correto esse raciocínio, é possível comprová-lo experimentalmente. Para isso, será calculado o torque teórico ($T_{teórico}$), o torque experimental (M_t) e o desvio entre eles. Como o $T_{teórico}$ depende de I , L , d , θ e G , a equação utilizada no cálculo dele é (HIBBELER, 2009):

$$T_{teórico} = \frac{\theta \cdot J \cdot G}{L} \quad (14)$$

Onde,

$T_{teórico}$ = torque teórico [N·m]

θ = ângulo de torção da amostra [rad]

J = momento de inércia polar [m⁴]

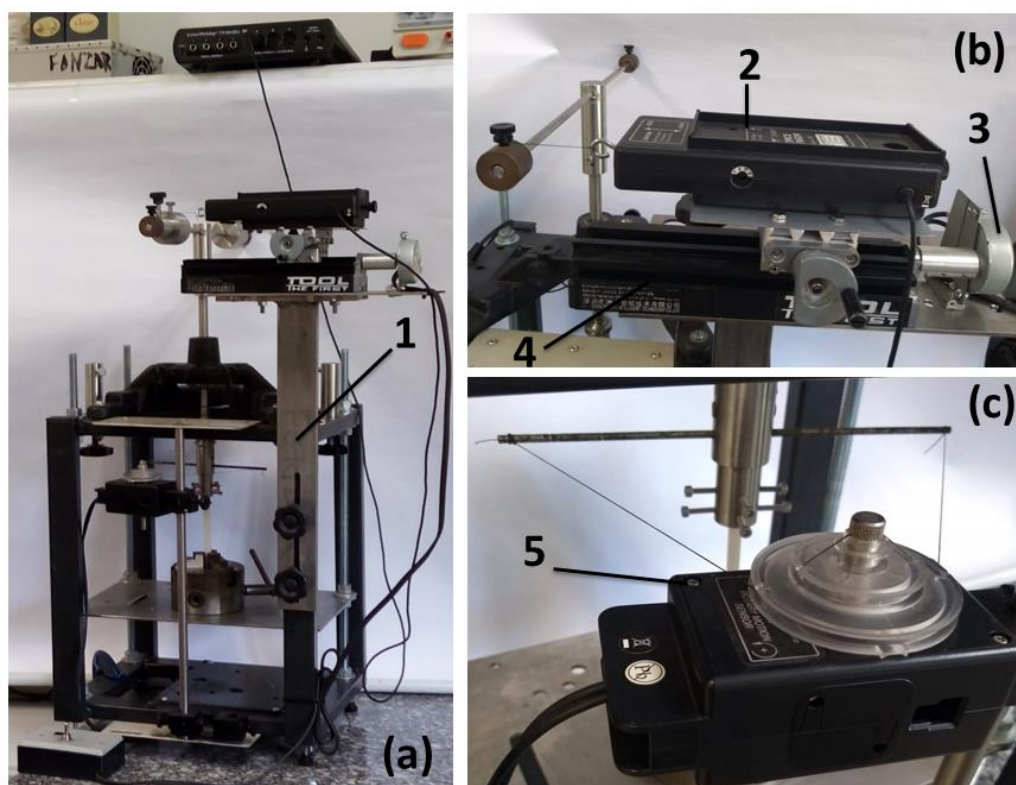
G = módulo de torção [Pa]

L = comprimento efetivo da amostra [mm]

O valor de M_t pode ser obtido por meio de um dispositivo construído e fixado ao sistema de medição de G . Este dispositivo é capaz de medir a força no sensor de força (FS) em função do ângulo de torção da amostra (θ) (Figura 4.14). O sistema consiste em um sensor de força (FS) conectado a uma mesa coordenada presa a uma placa fixada em relação à estrutura do pêndulo de torção (Figura 4.14 (a)). Utilizou-se um motor de passo de 12 V (60 Hz, 4W, 3,3 RPM) para movimentar a mesa coordenada nas duas direções exigidas: uma para aproximação e outra para afastá-la do pêndulo torcendo a amostra (Figura 4.14 (b)). Usando um fio inextensível fixado em uma extremidade da haste superior do pêndulo e a outra no FS (FS-PASCO CI6537, 0,0305 newtons de resolução), é possível medir a força. A

fixação da amostra no pêndulo é feita como descrito na seção 4.3, com o sistema previamente posicionado no comprimento efetivo (L) desejado. Usando um SMR, capaz de registrar o ângulo de torção do eixo (θ^*) (Figura 4.14 (c)), as curvas de força (F) *versus* ângulo de torção (θ^*) são obtidas. Os dois sensores estão conectados em uma interface e esta ao computador, onde a curva é plotada.

Figura 4.14 - Sistema utilizado para medir M_t

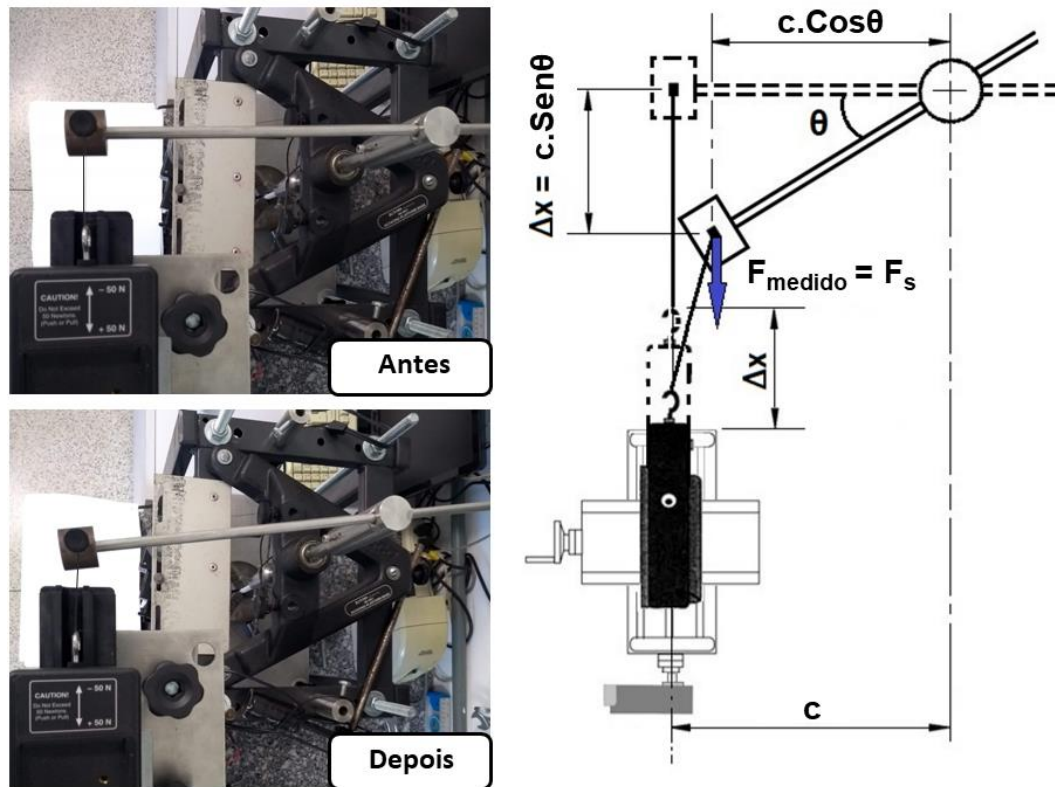


Sistema para medir M_t : (1) mesa coordenada presa a uma placa, fixada em relação à estrutura do pêndulo de torção; (2) sensor de força (FS); (3) motor de passo; (4) mesa coordenada; (5) sensor de movimento rotativo (SMR). (a) Vista completa da estrutura do sistema; (b) vista detalhada dos componentes da medida (c); fixação da amostra e montagem do SMR.

Fonte: Próprio autor

O experimento tem início com o pêndulo colocado em uma posição inicial perpendicular ao FS (Figura 4.15). O motor de passo é ligado, puxando a haste superior do pêndulo com velocidade constante torcendo a amostra. Utilizando o software PASCO, os pontos experimentais para F (N) e θ^* ($^\circ$) são obtidos simultaneamente em tempo real.

Figura 4.15 – Representação real e esquemática da medida M_t



Fonte: Próprio autor

Pode-se, desta forma, ajustar uma reta e obter a sua inclinação (S), pois os pontos possuem comportamento linear em uma região onde o material apresenta comportamento elástico. Obtendo-se o valor da inclinação e do coeficiente linear da reta (b), o torque (M_t) é calculado pela expressão:

$$M_t = [(S\theta^* + b)c \cdot \cos\theta] + (\tau_{ATR}) \quad (15)$$

Onde,

S = coeficiente angular da reta F versus θ^* [$N/^\circ$]

θ^* = ângulo de torção medido no SMR [$^\circ$]

θ = ângulo de torção da amostra [$^\circ$]

b = coeficiente linear da reta F versus θ^* [N]

c = comprimento do braço do pêndulo em relação ao eixo de rotação [m]

τ_{ATR} = torque da força de atrito que atua sobre o eixo de rotação [$N \cdot m$]

A chave de acionamento do motor de passo pode ser invertida, fazendo com que a mesa coordenada se aproxime novamente do pêndulo, retornando a posição original (perpendicular ao pêndulo) para que seja repetida a medida. Foram feitas três medições para cada um dos três diâmetros analisados.

Para realizar essas medições, deve-se obter um fator de calibração (f_c) no FS, porque o valor da força medida ($F_{\text{medido}} = F_S$) é diferente daquele da força aplicada (F_{aplicada}). O fator f_c pode ser obtido experimentalmente aplicando forças conhecidas (F_{aplicada}) e medindo as forças com o FS (F_{medido}). Para isso, utilizaram-se massas conhecidas: 0,020, 0,050, 0,100, 0,200, 0,500 e 1,00 kg. As massas foram fixadas em uma das extremidades de um fio inextensível passando por uma polia e na outra extremidade preso ao FS.

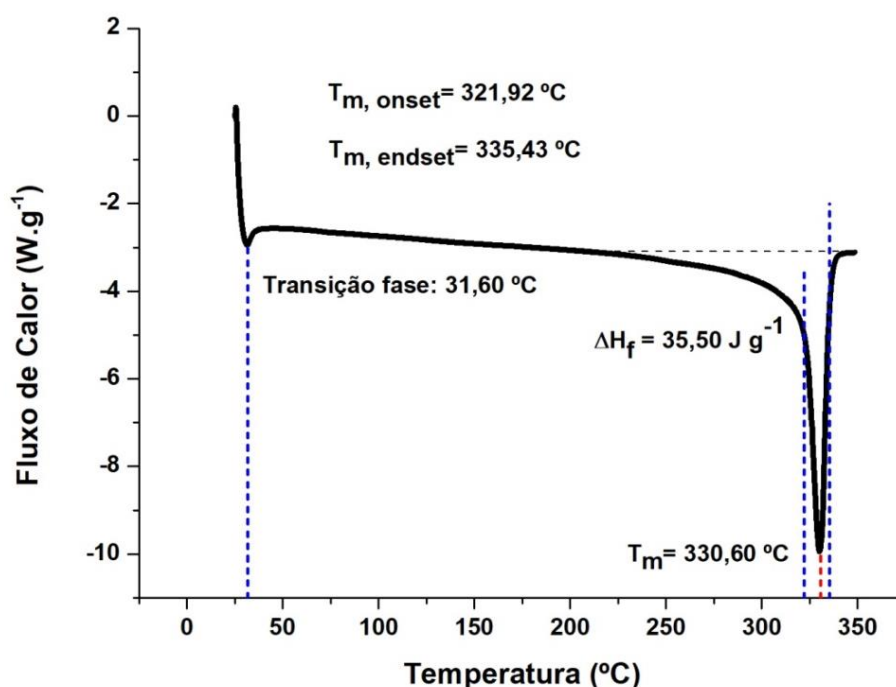
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste tópico são apresentados e discutidos os resultados dos experimentos descritos na seção anterior. Inicialmente, serão apresentados os dados sobre as análises térmicas, DSC e TG-DTA/DTG, juntamente com aqueles do MEV. Esses dados são apresentados primeiro, pois fornecem a garantia aos resultados mecânicos (inércia rotacional, módulo de torção G , DMA e torque), que serão apresentados e discutidos na sequência deste capítulo.

5.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Figura 5.1 apresenta a curva DSC característica para do PTFE puro.

Figura 5.1 - Curva DSC para o PTFE extrudado.



Fonte: Próprio autor

A $31,6^{\circ}\text{C}$ um pico endotérmico indica a transição de fase β de cristal hexagonal para pseudo-hexagonal. Devido à medida ter início à temperatura ambiente não é possível visualizar o pico mais agudo de transição β a 19°C , de cristal triclinico para hexagonal. Além disso, a transição de fase γ não é vista e a transição vítrea do material é muito pequena e não pôde ser detectada, devido ao valor de fluxo de calor estabelecido para a medida (IONASHIRO, 2004). O pico

endotérmico mais largo indica a fusão do material, com valor de $T_m = 330,6 \text{ }^\circ\text{C}$, sendo bem próximo dos valores de literatura encontrados para o PTFE puro (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; DUPONT, 2016; GARDINER, 2015). Para materiais poliméricos, a temperatura de pico deve ser considerada como a temperatura de fusão (T_m), enquanto que para materiais puros cristalinos a temperatura no início do pico de fusão ($T_{m, \text{onset}}$) é tomada como temperatura de fusão (T_m) (ASTM E 794, 2018; ASTM E 793, 2018). A concavidade da curva de fusão indica um material polimérico em análise. Impurezas e fases metaestáveis que poderiam produzir picos adicionais anteriores ao de fusão não foram vistos na curva. O calor de fusão foi de $35,5 \text{ J g}^{-1}$ e a porcentagem cristalina estimada foi de 44%, segundo Equação (13). Os valores encontram-se resumidos na Tabela 5.1, juntamente com o valor de densidade calculado, segundo descrito na seção 4.4. A densidade do PTFE encontra-se entre $2140,0$ e $2200,0 \text{ kg m}^{-3}$ na literatura (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; DUPONT, 2016; EBNESAJJAD, 2000), sendo $2156,3 \pm 0,1 \text{ kg m}^{-3}$ o valor calculado para o nosso material.

Tabela 5.1 - Valores das medidas físicas do PTFE

Material	Densidade (kg m^{-3})	ΔH_f (J g^{-1})	T_m ($^\circ\text{C}$)	DSC (% crist.)
PTFE Puro (extrudado)	$2156,3 \pm 0,1$	35,5	330,6	44 ± 1

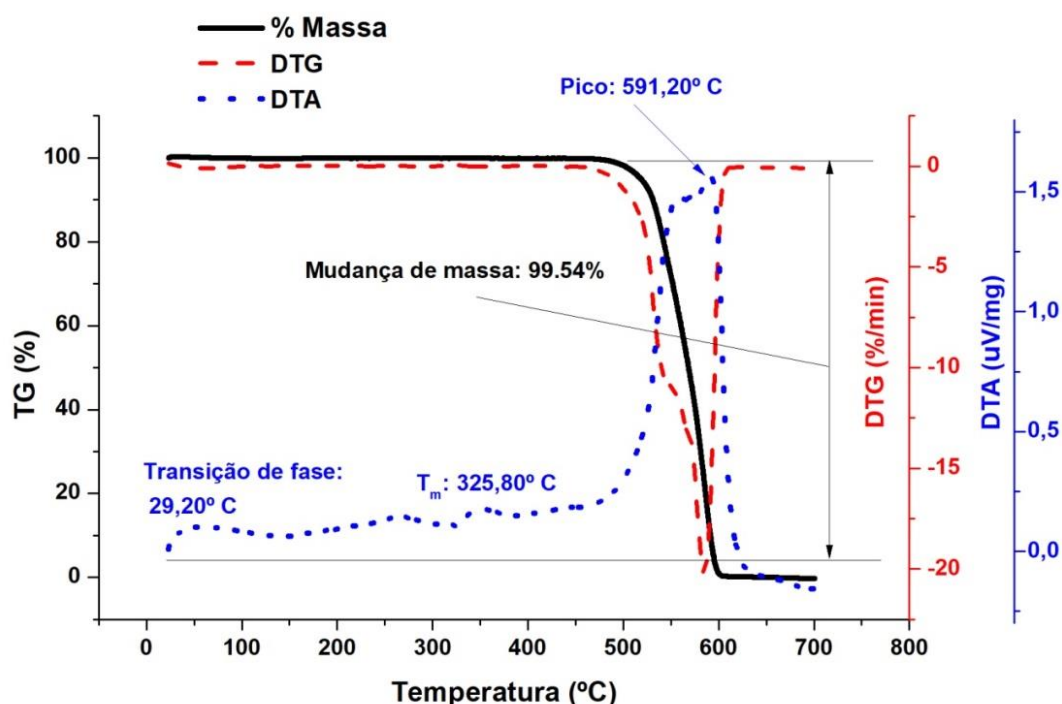
Fonte: Próprio autor

As propriedades mecânicas podem sofrer mudanças significativas dependendo do grau de cristalinidade. A razão para isso é que afeta as ligações secundárias ou as ligações de *Van der Waals* entre as cadeias intermoleculares do material (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). Para regiões de maior cristalinidade, essas cadeias estão mais próximas umas das outras, intensificando a interação entre elas por meio dessas ligações. Assim, para um polímero específico, com regiões mais amorfas prevaletentes, essa interação será menor e, por sua vez, haverá mudanças nas propriedades mecânicas (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). Além disso, o módulo aumenta à medida que a força da ligação secundária e o alinhamento da cadeia de carbonos aumentam.

5.2. Análise Térmica Diferencial Simultânea e Termogravimetria Derivada (TG-DTA/DTG)

As curvas TG-DTA/DTG em função da temperatura podem ser vistas na Figura 5.2.

Figura 5.2 - Curvas TG-DTA/DTG para o PTFE extrudado.



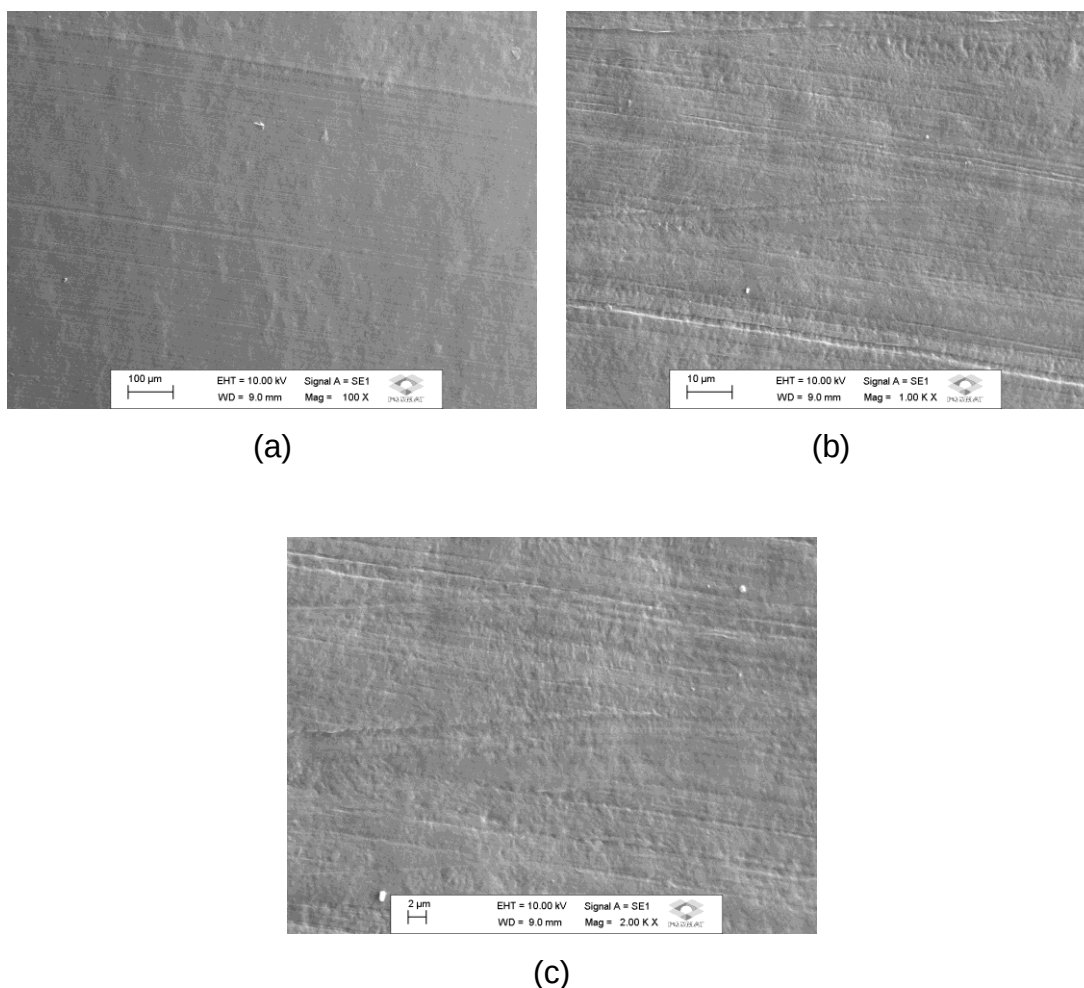
Fonte: Próprio autor

Observa-se que a curva TG mostra que a decomposição do PTFE apresenta apenas um evento com perda de massa de 99,54 %, que começa em aproximadamente 470 °C e termina em 591,20 °C, evidenciando um alto grau de pureza do material. A derivada utilizada na curva TG evidencia que a decomposição na verdade ocorre em duas etapas consecutivas e sobrepostas, porém sem um pico definido para a primeira. O mesmo padrão das curvas TG e DTG foi observado para fibras de PTFE (WANG; XU; HE, 2017). Similar à maioria dos fluoropolímeros, o PTFE se mostra resistente e extremamente estável em temperaturas intermediárias (HONDRED et al., 2013). Os valores de temperatura de fusão (T_m) e de transição de fase β são muito próximos dos encontrados no DSC, porém é esperado que não fossem os mesmos devido às diferenças das medidas, previamente apresentadas na seção 4.6.

5.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A Figura 5.3 mostra a região interna da barra extrudada de PTFE em corte longitudinal. As marcas na superfície do material são do bisturi utilizado na confecção da amostra. Não foi observado nenhum tipo de bolha ou vazios na estrutura interna do material. Trincas e microfissuras que podem surgir do estado de tensão ou mesmo pela presença de vazios, também não foram encontradas. Esses tipos de defeitos podem acontecer durante a extrusão, pelo uso incorreto de valores dos parâmetros de temperatura, pressão, velocidade, e pela presença de impurezas (AGASSANT et al., 2006; EBNESAJJAD, 2000; PATIL; SADAPHALE, 2018). Uma vez que o processo de extrusão é contínuo, os defeitos se propagam ao longo de todo o comprimento da barra, o que não ocorre neste caso.

Figura 5.3 - MEV do PTFE em corte longitudinal.

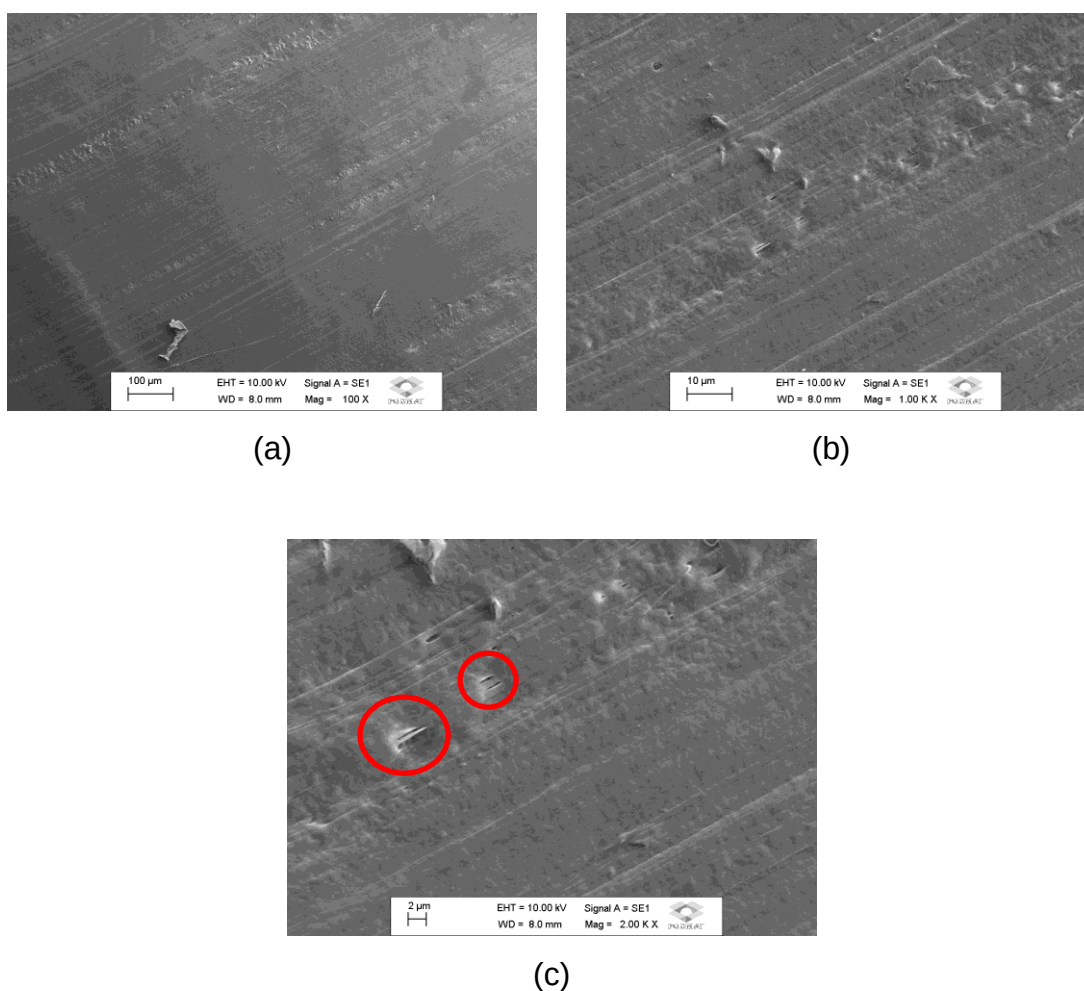


Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV); Energia de feixe = 16,0 keV; vácuo de 10^{-3} Pa; Ampliações de (a) 100 X, (b) 1000 X e (c) 2000 X. PTFE.

Fonte: Próprio autor

O mesmo padrão foi observado na Figura 5.4, com marcas do bisturi na superfície da amostra e ausência de defeitos internos. Porém, o foco foi dado em uma região que continha uma rebarba, mostrando uma pequena fibrilação do material que pode ser visto na imagem ampliada em 2000x (Figura 5.4 (c)). Esse entalhe, fruto da deformação plástica do processo de corte, faz com que se crie um vazio microscópico onde fibrilas são formadas entre uma face do microvazio para a outra, formando uma ponte (DEBLIECK et al., 2011; KAUSCH, 1987). A existência desses vazios microscópicos e das fibrilas está condicionada a tensão local, sendo mais evidente em testes de fratura e tensão, por exemplo (BROWN; DATTELBAUM, 2005; RAE; BROWN, 2005).

Figura 5.4 - MEV do PTFE em corte transversal.



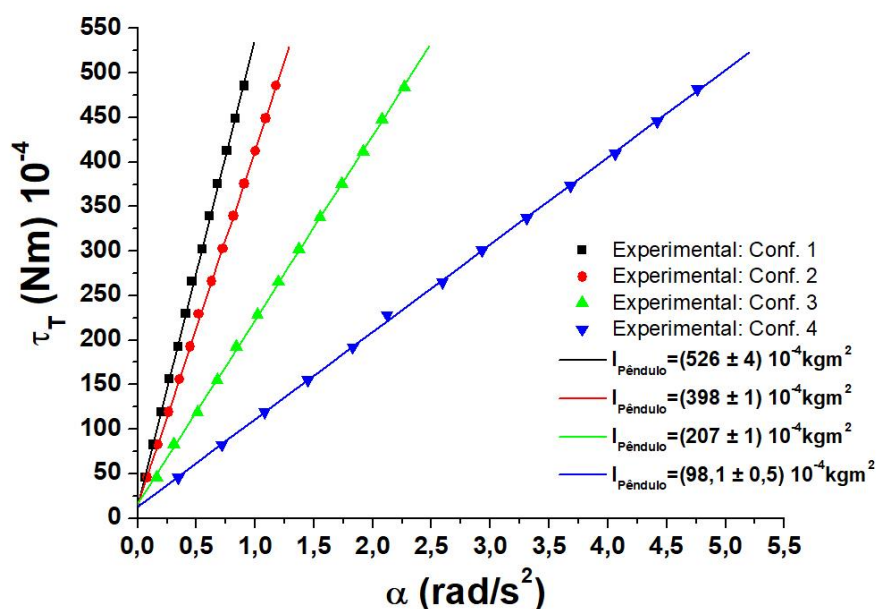
Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV); Energia de feixe = 16,0 keV; vácuo de 10^{-3} Pa; Ampliações de (a) 100 X, (b) 1000 X e (c) 2000 X. PTFE.

Fonte: Próprio autor

5.4. Medida de inércia rotacional do pêndulo de torção

Foram utilizados 13 valores de massas começando com 25 g, aumentando-se 20 g até o último valor de 265 g. A massa do suporte m_s foi igual a 5 g. O processo foi repetido para cada uma das configurações, gerando os valores de torque e aceleração angulares correspondentes. Os resultados do torque aplicado ao pêndulo de torção (τ_T) e a aceleração angular (α_0), são usados para construir a Figura 5.5. Observa-se que as retas não partem da origem, interceptando o eixo Y (torque) no mesmo ponto. Esse ponto é o coeficiente linear da reta, correspondente ao torque de atrito que atua sobre o eixo de rotação, sendo de $\tau_{ATR} = (11,3 \pm 3) 10^{-4} \text{ kgm}^2$.

Figura 5.5 - Valores de I obtidos por ajuste linear dos resultados experimentais.



Fonte: Próprio autor

As inclinações das retas obtidas por um ajuste linear fornecem os valores de I . Como esperado, os valores de inércia são dependentes da distribuição das massas em relação ao seu eixo de rotação. Assim, foram obtidos valores de inércia maiores para as Configurações 1 e 2 e menores para as Configurações 3 e 4. Os resultados de inércia são ligeiramente inferiores daqueles medidos por Pintão et al. (2017). Neste trabalho o autor relata valores de (537 ± 1) , $(399,6 \pm 0,7)$, (214 ± 1) e $(100,6 \pm 0,7) 10^{-4} \text{ kgm}^2$. Essa pequena diferença é devido o pêndulo ter passado por modificações para ganhar em comprimentos de amostras, como mencionado na

seção 4.3 Sulcos foram usinados no eixo do pêndulo, e a consequente perda de massa pelo processo é responsável por essa diferença de valores.

5.5. Validação da equação para determinar G

Para os diâmetros de 8 mm, 6,5 mm e 5 mm, as medidas apresentaram curva de relaxação adequadas para se obter os parâmetros físicos da Equação (7), discutidos na seção 4.3. Dada a quantidade de dados coletados, os resultados mostrados nas seções 5.5.1 a 5.5.3 são referentes ao diâmetro de 8 mm, com os resultados para os diâmetros de 6,5 e 5 mm estando contidos no apêndice. Os experimentos foram focados na validação da Equação (7). Não foi possível obter os parâmetros necessários para o cálculo de G das amostras com diâmetros maiores de 13,5 mm e 10,85 mm. Ao torcer essas amostras todo o sistema vibrava, conferindo um aspecto desuniforme e assimétrico das curvas de relaxação, não sendo possível a extração dos parâmetros a partir dela. Como o diâmetro do eixo do pêndulo mede 12,5 mm, amostras de diâmetros iguais ou mesmo próximos torna a medida de difícil execução, sendo um fator limitante desse sistema de medida. Essa limitação só foi percebida no decorrer dos experimentos. Além disso, a relação do ângulo medido no sensor de rotação (θ^*) e o ângulo de torção na amostra (θ), dado por θ/θ^* , foi obtida experimentalmente e vale $0,222 \pm 0,001$. Então, utilizar o ângulo de torção de 8° significa que as amostras de PTFE estão sujeitas a $1,78^\circ$ pela relação θ/θ^* e que se supõe que esteja dentro do regime elástico.

5.5.1. Variando o comprimento L com o diâmetro d fixo

Os resultados para a amostra de PTFE, variando o comprimento com o diâmetro 8 mm fixo, são mostrados nas Tabelas 5.2-5.6. Essas tabelas contêm os resultados que serão discutidos nessa seção, como também para as seções 5.5.2. e 5.5.3, e que foram utilizadas na construção dos gráficos. Como esperado e com base na Equação (7), o valor de G depende do comprimento efetivo L da amostra. Também é observado uma dependência dos valores de frequência em relação à configuração de inércia e o comprimento efetivo, que será discutido na seção 5.5.2. Os resultados de G em função de Lf_0^2 para $d = 8$ mm são apresentados na Figura 5.6. As tabelas para os diâmetros de 6,5 mm e 5 mm encontram-se no Apêndice A e

B, assim como seus respectivos gráficos. Os resultados para esses diâmetros seguiram o mesmo padrão aqui apresentado.

Tabela 5.2 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	427 ± 11	424 ± 11	425 ± 11	426 ± 11
f_0 (Hz)	$0,8180 \pm 0,0001$	$0,93756 \pm 0,00005$	$1,3100 \pm 0,0004$	$1,8910 \pm 0,0002$
δ	$0,274 \pm 0,004$	$0,281 \pm 0,002$	$0,281 \pm 0,002$	$0,269 \pm 0,001$
Q_T^{-1}	$0,044 \pm 0,004$	$0,045 \pm 0,002$	$0,045 \pm 0,002$	$0,043 \pm 0,001$

Fonte: Próprio autor

Tabela 5.3 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	364 ± 10	363 ± 9	365 ± 9	366 ± 9
f_0 (Hz)	$0,82230 \pm 0,00002$	$0,94646 \pm 0,00006$	$1,3145 \pm 0,0001$	$1,9132 \pm 0,0001$
δ	$0,271 \pm 0,003$	$0,2640 \pm 0,0004$	$0,262 \pm 0,008$	$0,261 \pm 0,003$
Q_T^{-1}	$0,043 \pm 0,003$	$0,0420 \pm 0,0004$	$0,042 \pm 0,008$	$0,042 \pm 0,003$

Fonte: Próprio autor

Tabela 5.4 - Resultados experimentais : $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	350 ± 9	350 ± 9	351 ± 9	353 ± 9
f_0 (Hz)	$0,8930 \pm 0,0003$	$1,0300 \pm 0,0001$	$1,4270 \pm 0,0001$	$2,0781 \pm 0,0001$
δ	$0,324 \pm 0,007$	$0,377 \pm 0,002$	$0,323 \pm 0,001$	$0,339 \pm 0,004$
Q_T^{-1}	$0,052 \pm 0,007$	$0,060 \pm 0,002$	$0,051 \pm 0,001$	$0,054 \pm 0,004$

Fonte: Próprio autor

Tabela 5.5 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.

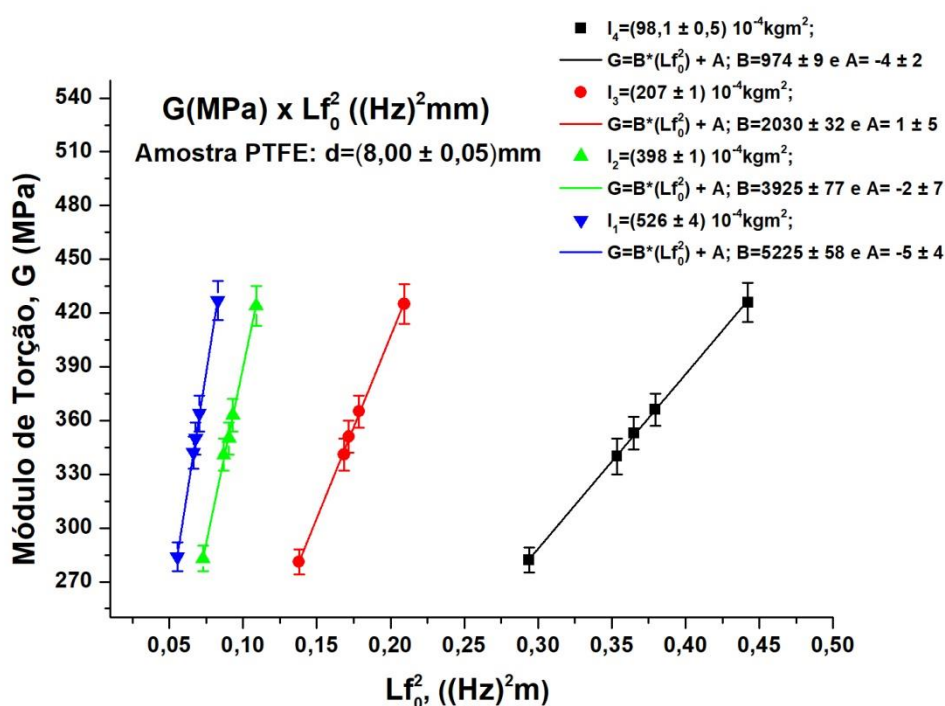
Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	342 ± 9	341 ± 9	341 ± 9	340 ± 10
f_0 (Hz)	$0,9794 \pm 0,0001$	$1,1248 \pm 0,0001$	$1,5604 \pm 0,0004$	$2,2622 \pm 0,0004$
δ	$0,324 \pm 0,003$	$0,331 \pm 0,001$	$0,327 \pm 0,004$	$0,324 \pm 0,001$
Q_T^{-1}	$0,052 \pm 0,003$	$0,053 \pm 0,001$	$0,052 \pm 0,004$	$0,052 \pm 0,001$

Fonte: Próprio autor

Tabela 5.6 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	284 ± 8	283 ± 7	281 ± 7	282 ± 7
f_0 (Hz)	$1,0200 \pm 0,0004$	$1,1700 \pm 0,0005$	$1,6157 \pm 0,0001$	$2,3527 \pm 0,0001$
δ	$0,376 \pm 0,002$	$0,36 \pm 0,03$	$0,40 \pm 0,01$	$0,391 \pm 0,005$
Q_T^{-1}	$0,060 \pm 0,002$	$0,057 \pm 0,03$	$0,06 \pm 0,01$	$0,062 \pm 0,005$

Fonte: Próprio autor

Figura 5.6 - Curva de G em função de Lf_0^2 para $d = 8$ mm.

Fonte: Próprio autor

Calculando a proporção entre os momentos de inércias utilizados e as inclinações das retas (B), é possível mostrar que a Equação (7) descreve G para o intervalo experimental considerado para L , se verificado que os valores são os mesmos. As curvas experimentais da Figura 5.6 são resultantes do ajuste linear dos pontos obtidos experimentalmente, e fornecem uma maneira de verificar a validade da Equação (7). A Tabela 5.7 fornece as proporções calculadas e os desvios percentuais entre eles. Os valores não são apresentados em módulo para evidenciar que eles podem ser para mais ou para menos.

Como pode ser visualizado na Tabela 5.7, os valores dos desvios percentuais são muito pequenos, inferiores a 2%. Isso mostra que o parâmetro δ não interfere de

forma significativa e a razão entre os valores de G reflete a razão entre os valores de I . Neste caso, a Equação (7) pode ser usada para determinar G . Para os diâmetros de 6,5 e 5 mm os desvios percentuais foram ainda menores, inferiores a 1% (ver Apêndice A e B).

Tabela 5.7 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $d = 8$ mm.

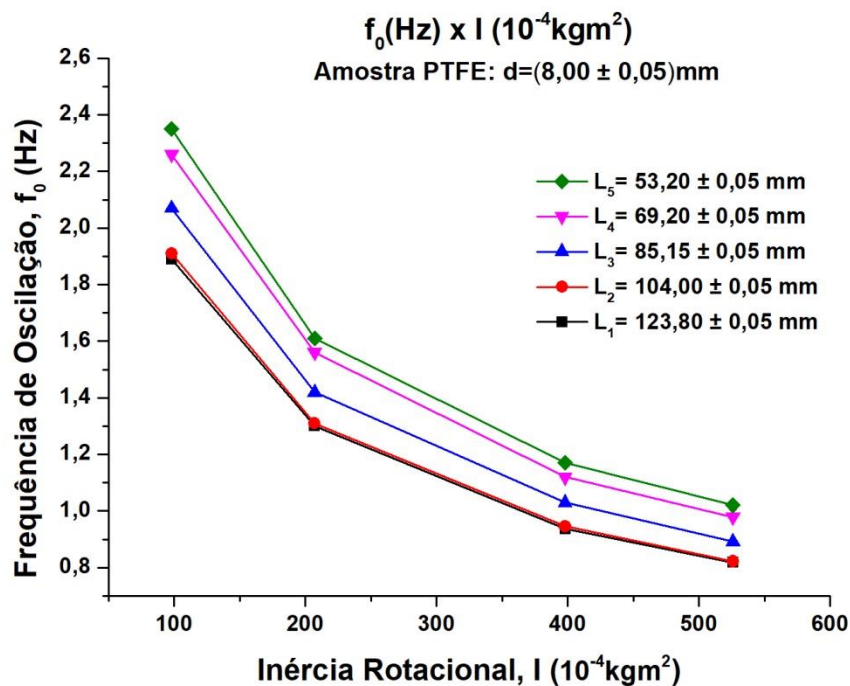
Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,11	2030/974= 2,08	-1,23
398/98,1= 4,05	3925/974= 4,02	-0,670
398/207= 1,92	3925/2030= 1,933	0,560
526/98,1= 5,36	5225/974= 5,36	0,050
526/207= 2,54	5225/2030= 2,573	1,29
526/398= 1,32	5225/3925= 1,331	0,730

Fonte: Próprio autor

5.5.2. Frequência

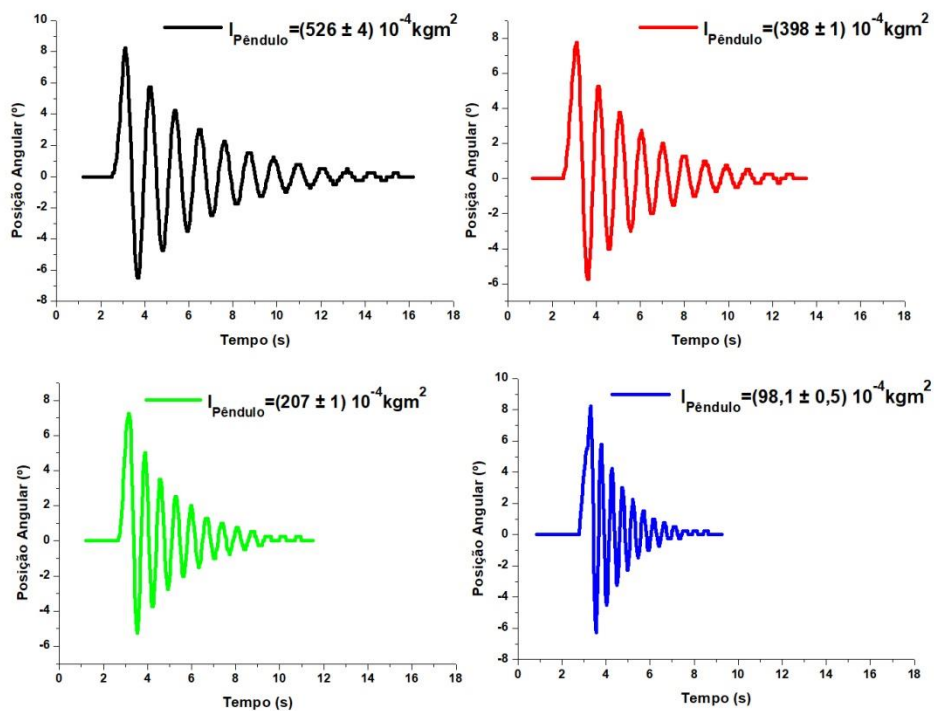
A Figura 5.7 mostra a frequência de oscilação (f_0) em relação ao momento de inércia para valores de L utilizados com o diâmetro d fixo. Para as inércias mais baixas, o grau de dificuldade para se alterar o estado de movimento é menor e, consequentemente, os valores de f_0 foram maiores. A Figura 5.8 evidencia essa diferença de frequência de oscilação nas curvas de relaxação do PTFE para um comprimento definido.

Figura 5.7 - Frequência de oscilação em função da inércia rotacional com $d = 8\text{mm}$.



Fonte: Próprio autor

Figura 5.8 - Curvas de relaxação do PTFE para diferentes inércias.



Fonte: Próprio autor

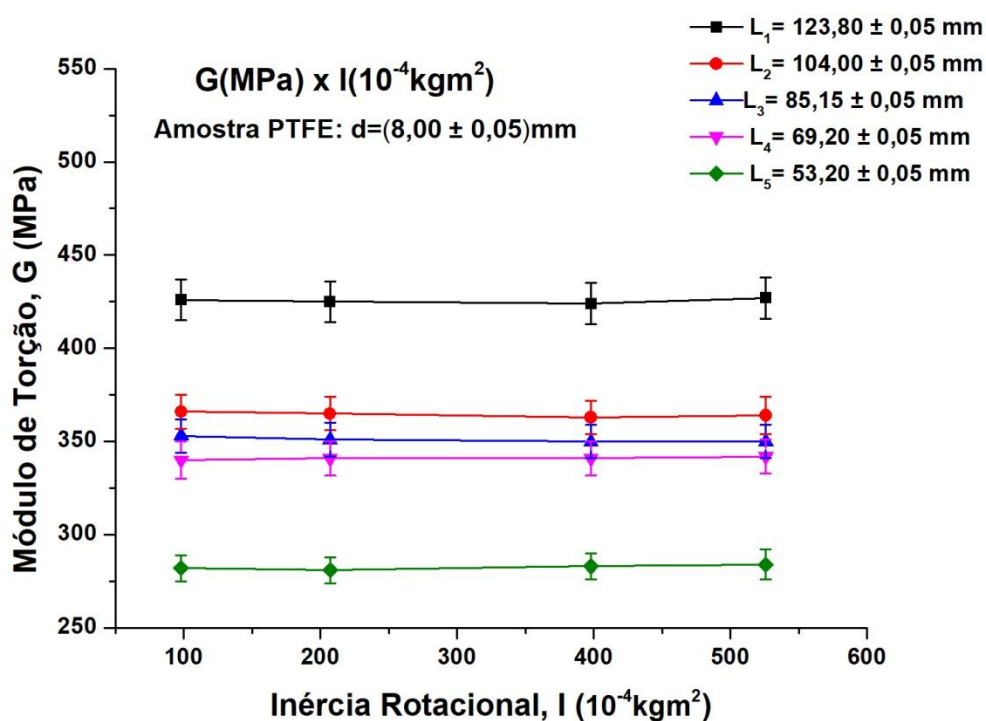
Variando o comprimento L da amostra e mantendo a inércia fixa, o valor da frequência de oscilação aumenta conforme L diminui, devido o torque necessário para torcer a amostra de um ângulo θ igual a 8° também aumentar. Observa-se que os valores de frequência de oscilação para os comprimentos efetivos de $L_1 = 120$ mm e $L_2 = 104$ mm são praticamente os mesmos. A mesma tendência foi verificada para os demais diâmetros (ver Apêndice A e B). Como os valores de comprimento efetivo L_1 e L_2 são grandes, o torque necessário para torcer a amostra à 8° é muito pequeno, não sendo detectado pelo sistema, fazendo com que os valores de f_0 sejam praticamente os mesmos. A frequência de oscilação também está relacionada com a rigidez a torção da amostra, e para o método de oscilação livre deve estar entre valores de 10^{-1} e 10 Hz (WARD; SWEENEY, 2012). Para o titânio CP (PINTÃO; CORREA; GRANDINI, 2017) os valores de f_0 chegaram a atingir aproximadamente 6 Hz para um módulo de torção $G = 30 \pm 4$ GPa, enquanto os valores do PTFE não passaram de 2,5 Hz para um módulo de torção G bem inferior, medido na ordem de MPa.

5.5.3. Valores de G para diferentes L e d fixo

A Figura 5.9 mostra os resultados de G em relação à inércia rotacional para os comprimentos estudados. Como esperado e com base na Equação (7), o valor de G depende do comprimento da amostra L . Também é possível observar que G independe dos valores de I , considerando o erro associado. Sabe-se que as propriedades do PTFE podem mudar devido ao método de processamento, composição, dimensões utilizadas no processo de extrusão e outras variáveis. Por estas razões, existe na literatura uma extensa faixa de valores para o módulo de Young (E), de 0,4 a 1,6 GPa (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; RAE; BROWN, 2005; RAE; DATTELBAUM, 2004), sendo mais escassos os valores de G para o PTFE. Considerando que a Equação (1), válida apenas para sólidos isotrópicos, está dentro da região elástica e pode ser usada como uma aproximação para avaliar G , deve-se recorrer a um coeficiente de Poisson. No entanto, o coeficiente de Poisson para pequenas deformações diferiu na tração ($\sim 0,36$) no trabalho de Rae e Brown (2005) e compressão ($\sim 0,46$) no artigo de Rae e Dattelbaum (2004). Portanto, é necessário considerar esses dois valores do coeficiente de Poisson para comparar

com nossos valores. Utilizando o valor de 0,36 ou 0,46, os valores avaliados para G estão dentro das faixas que seguem, respectivamente, do coeficiente de Poisson: $147 \text{ MPa} < G < 588 \text{ MPa}$ e $137 \text{ MPa} < G < 548 \text{ MPa}$. Verificando os resultados obtidos (Figura 5.9) pelo método proposto neste trabalho, independente dos valores do coeficiente de Poisson, eles estão contidos dentro desses intervalos calculados. Além disso, alguns autores (CADDOCK; EVANS, 1989; VAVLEKAS et al., 2016) relataram que, dependendo da tensão aplicada para o PTFE extrudado, o coeficiente de Poisson pode variar entre -14 e 0. Como a técnica aqui apresentada independe do coeficiente de Poisson, as nossas medidas não sofrerão influência desse fator para qualquer tensão aplicada, sendo uma vantagem dessa técnica.

Figura 5.9 - Valores experimentais de G em função de I com $d = 8 \text{ mm}$.



Fonte: Próprio autor

A validação da equação também serve para normatizar a técnica para as medidas com polímeros, uma vez que esta técnica é nova e não há uma norma específica para os ensaios. Por definição sabemos que os módulos elásticos são uma constante e, portanto, o resultado apresentado pode causar certa estranheza. Entretanto, é possível encontrar uma relação L/d da qual o valor do módulo elástico

corresponde ao do material em estudo. Por exemplo, a norma técnica ASTM A 938 - 18 de teste Padrão para a Torção de Fio do método tradicional fornece o procedimento do ensaio juntamente com uma tabela da relação diâmetro versus comprimento do corpo de prova (ASTM A938, 2018). A Técnica de Excitação por Impulso (Sonelastic), método dinâmico de caracterização não-destrutiva dos módulos elásticos de amostras, também cumpre normas (ASTM E1876, C1259 e E756), onde é estabelecido uma relação L/d para amostras cilíndricas como $L/d = 2$. Dessa forma, ao submeter amostras de PTFE a sucessivos testes variando seu diâmetro e comprimento submetidos à torção, pode-se encontrar a relação que fornece a constante do módulo de torção G .

Quando observamos a Figura 5.9, percebe-se que os valores de G tendem a convergir para os comprimentos efetivos de L_2 , L_3 e L_4 . A convergência dos valores de G aponta para quais valores de relação L/d encontra-se o módulo de torção G . O valor com o menor comprimento L_5 está sujeito às tensões na região de fixação da amostra (eixo do pêndulo e placa de 3 castanhas) por estar abaixo da relação L/d igual a 10, podendo ser muito diferente daquelas na maior parte da amostra (WARD; SWEENEY, 2012). Também, o valor com maior comprimento L_1 está sujeito a uma grande influência do fator L na Equação (7), e, portanto os dois devem ser desconsiderados. Uma tendência de convergência de valores de G também foi observada por Pintão et al. (2017) com o titânio CP. Os valores para as amostras com menor comprimento (17,50 mm) e aquelas com maior comprimento (72,40 mm) foram as que apresentaram maiores diferenças em relação aos valores de literatura. A mesma tendência foi observada em um recente trabalho desenvolvido nesse sistema de medida com alumínio (DUARTE, 2017). Os valores de G da literatura foram encontrados em uma faixa de $10,20 < L/d < 11,80$ para os cinco diâmetros analisados. Nos resultados obtidos houve a mesma tendência de convergência que pode ser observada para todos os diâmetros analisados (ver Apêndice A e B), sendo que para a relação $L/d = 10,64$ o mesmo valor de G foi encontrado para os três diâmetros, indicando que G é próximo de 350 MPa, que é o valor considerado para a constante do módulo de torção, G . Uma discussão específica sobre a relação L/d será feita mais adiante na seção 5.5.7.

5.5.4. Variando d e mantendo L fixo para cada inércia rotacional I

Os resultados da amostra de PTFE para três diâmetros diferentes, mantendo o comprimento $L_3 = 85,15$ mm fixo, são mostrados nas Tabelas 5.8-5.10. As Figuras 5.10-5.13 foram construídas a partir das Tabelas 5.8-5.10, onde um ajuste linear foi feito nos dados experimentais para cada inércia I . O objetivo é o mesmo da seção 5.5.1: verificar a validade da Equação (7) calculando a proporção entre o momento de inércia usado e as inclinações B relacionadas.

Tabela 5.8 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	434 ± 18	433 ± 18	436 ± 18	432 ± 18
f_0 (Hz)	$0,3898 \pm 0,0005$	$0,447 \pm 0,001$	$0,6220 \pm 0,0008$	$0,8986 \pm 0,0006$
δ	$0,58 \pm 0,04$	$0,51 \pm 0,01$	$0,44 \pm 0,04$	$0,46 \pm 0,03$
Q_T^{-1}	$0,09 \pm 0,04$	$0,08 \pm 0,01$	$0,07 \pm 0,04$	$0,07 \pm 0,03$

Fonte: Próprio autor

Tabela 5.9 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	376 ± 12	378 ± 12	375 ± 12	376 ± 12
f_0 (Hz)	$0,6113 \pm 0,0004$	$0,7053 \pm 0,0002$	$0,973 \pm 0,0002$	$1,4157 \pm 0,0002$
δ	$0,301 \pm 0,003$	$0,34 \pm 0,02$	$0,30 \pm 0,03$	$0,32 \pm 0,01$
Q_T^{-1}	$0,048 \pm 0,003$	$0,05 \pm 0,02$	$0,05 \pm 0,03$	$0,05 \pm 0,01$

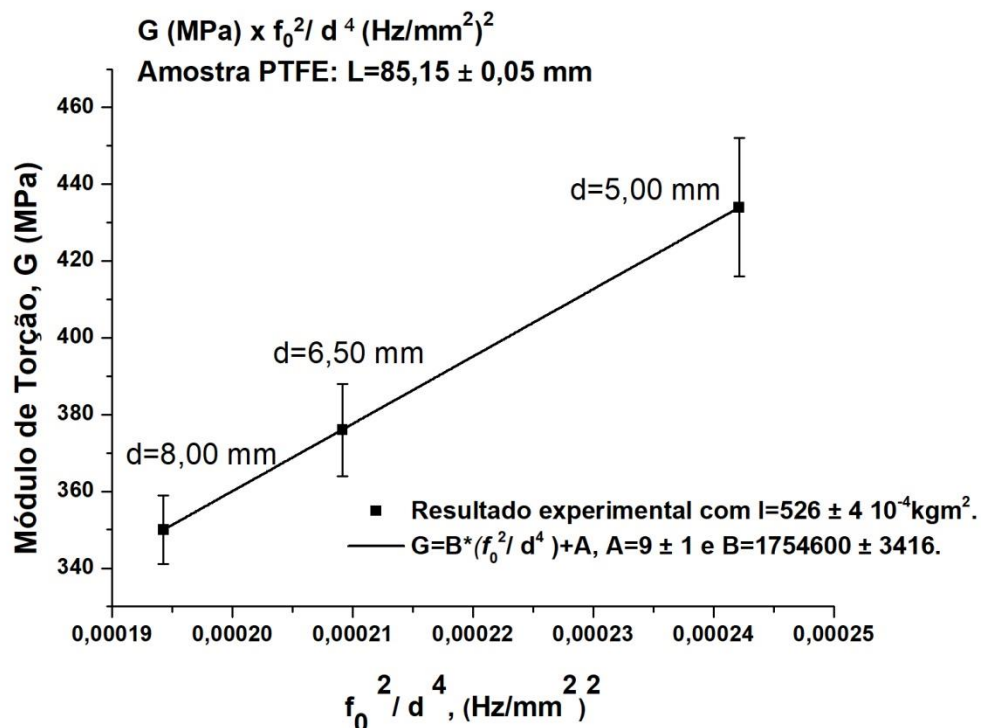
Fonte: Próprio autor

Tabela 5.10 - Resultados experimentais: $d = 8,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	350 ± 9	350 ± 9	351 ± 9	353 ± 9
f_0 (Hz)	$0,8930 \pm 0,0003$	$1,0300 \pm 0,0001$	$1,4270 \pm 0,0001$	$2,0781 \pm 0,0001$
δ	$0,324 \pm 0,007$	$0,377 \pm 0,002$	$0,323 \pm 0,001$	$0,339 \pm 0,004$
Q_T^{-1}	$0,052 \pm 0,007$	$0,060 \pm 0,002$	$0,051 \pm 0,001$	$0,054 \pm 0,004$

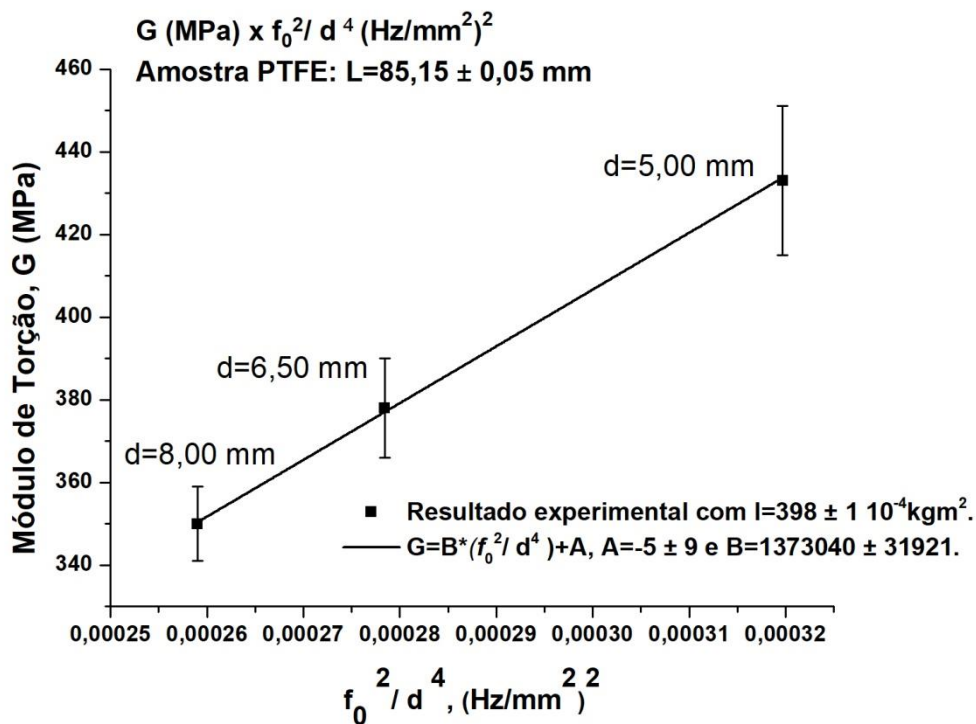
Fonte: Próprio autor

Figura 5.10 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (526 \pm 4) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



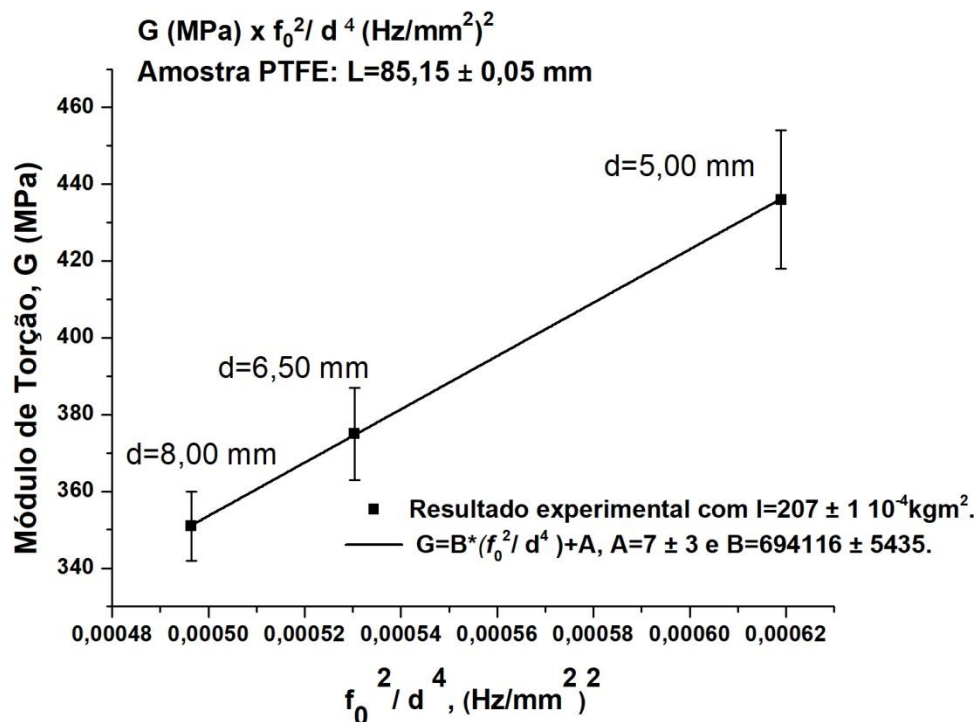
Fonte: Próprio autor

Figura 5.11 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (398 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



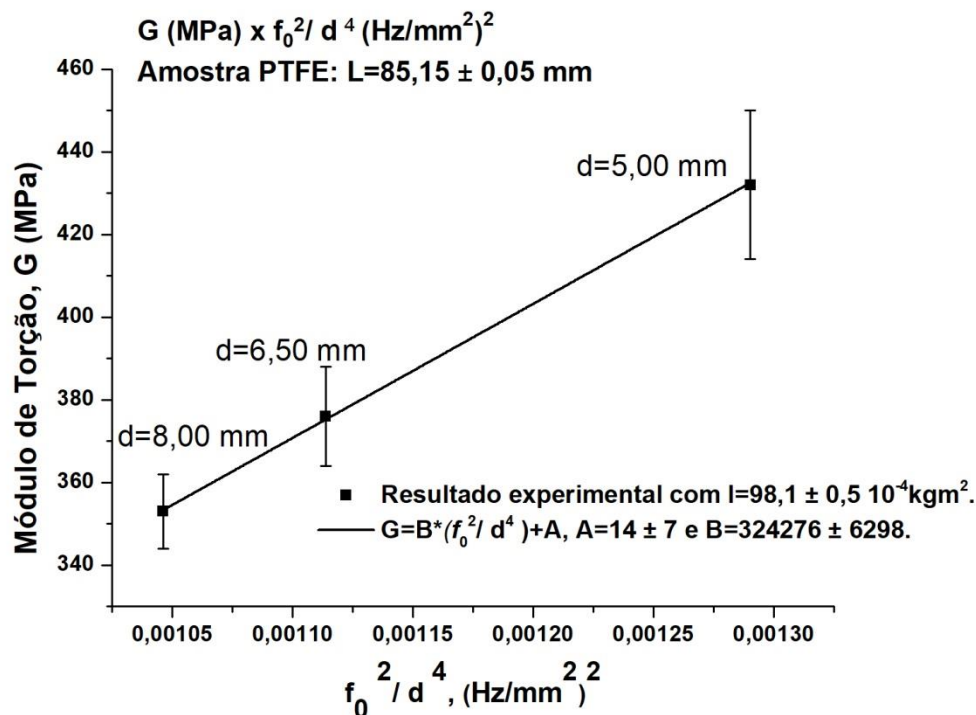
Fonte: Próprio autor

Figura 5.12 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (207 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



Fonte: Próprio autor

Figura 5.13 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm, $I = (98,1 \pm 0,5) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



Fonte: Próprio autor

Como esperado e com base na Equação (7), o valor de G depende do diâmetro d da amostra. O erro associado ao coeficiente linear é sempre maior que valor de ajuste, como observado nas Figuras 5.10-5.13, o que quer dizer que ele pode ser desconsiderado e a reta passaria pela origem. A Tabela 5.11 fornece as proporções calculadas e os desvios percentuais. Novamente não são apresentados os valores em módulo.

Observa-se que os valores da inclinação, B e seus desvios percentuais são maiores que os desvios encontrados na seção 5.5.1. De acordo com a Equação (7), G depende de um valor de d^{-4} e os erros associados aos valores de G são maiores que os da Seção 5.5.1. Isso justifica esses desvios percentuais maiores. Ainda sim, os desvios não foram superiores a 5% para nenhum dos cinco comprimentos (ver Apêndice C) e, portanto, confirma-se que a Equação (7) pode ser usada para determinar G .

Tabela 5.11 - Valores de I e B e os desvios porcentuais para $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,11	694116/324276=2,14050	1,44
398/98,1= 4,05	1373040/324276= 4,23410	4,36
398/207= 1,92	1373040/694116= 1,97810	2,88
526/98,1= 5,36	1754600/324276= 5,41080	0,910
526/207= 2,54	1754600/694116= 2,52780	-0,520
526/398= 1,32	1754600/1373040= 1,27780	-3,31

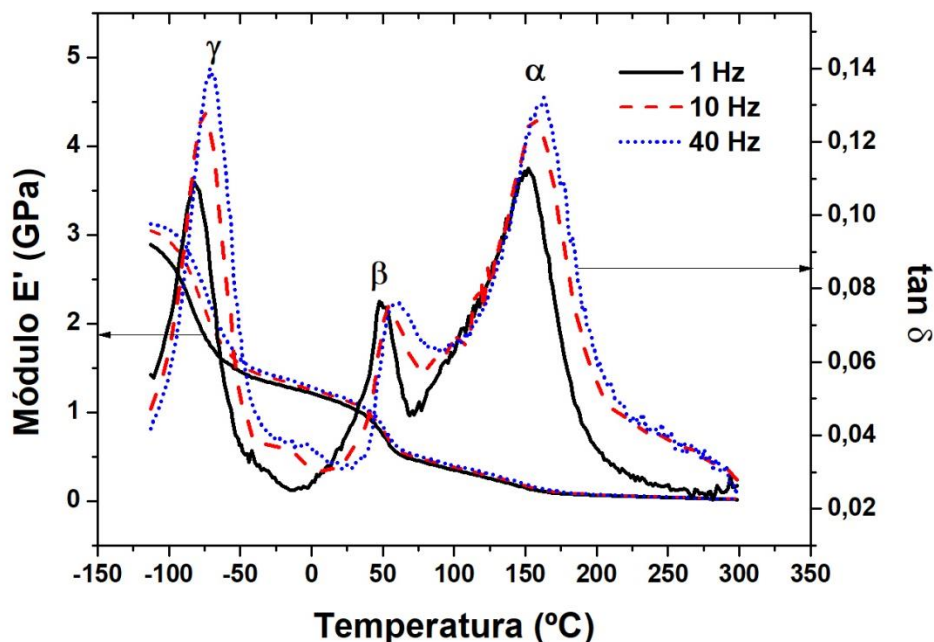
Fonte: Próprio autor

5.5.5. Atrito Total Q_T^{-1} e Análise dinâmico-mecânica (DMA)

Conforme comentado na seção 5.5.1, o parâmetro δ não deve interferir de forma significativa nos valores de G . Pode-se confirmar isso ao usarmos a equação (11) para calcular o atrito total do pêndulo. Considerando o valor mais alto de Q_T^{-1} (0,063, ver Tabela 5.6) e calculando o fator do atrito na Equação (7) do módulo de torção G , encontra-se o valor de 0,999. Em termos de porcentagem isso significa uma modificação de 0,001% no valor de G , mostrando de fato que a influência de δ não é significativa.

Os três picos de relaxação do PTFE primeiramente reportados por McCrum (MCCRUM, 1959) estão plotados na medida de DMA (Figura 5.14), com o pico central de primeira ordem, β , e os picos laterais de segunda ordem, α e γ .

Figura 5.14 - DMA do PTFE extrudado.



Fonte: Próprio autor

Pode ser visto na Figura 5.14 que as transições de fase são dependentes das taxas utilizadas na medida, assim como E' , que também é dependente da temperatura. Diferentemente do teste do pêndulo de oscilação livre, o módulo de elasticidade varia com a frequência no DMA, especialmente em temperaturas criogênicas. A Tabela 5.12 lista alguns parâmetros à temperatura ambiente (25 °C).

Tabela 5.12 - Parâmetros de relaxação anelástica PTFE extrudado a 25°C.

	Frequência (Hz)		
	1 Hz	10 Hz	40 Hz
Tan δ	0,0410	0,0340	0,0320
E (GPa)	1,07	1,12	1,14

Fonte: Próprio autor

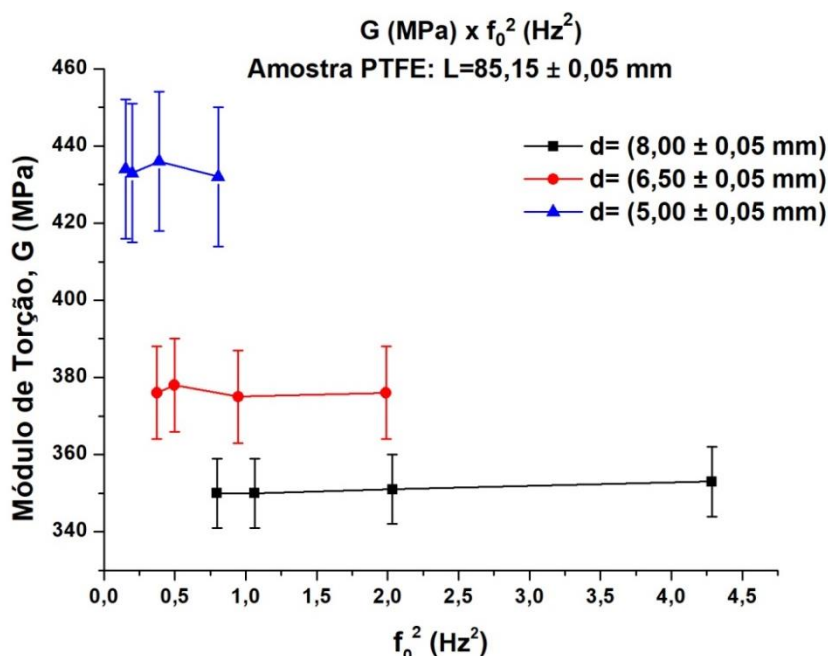
Comparando os valores atrito total (Q_T^{-1}) medidos pelo pêndulo com os valores de atrito interno DMA ($\tan \delta$) dentro da faixa de frequência mais próxima dos

testes (1 Hz), eles se encontram na mesma ordem de grandeza (Tabela 5.12). Sendo que Q_T^{-1} é a soma do atrito interno da amostra, do atrito do mancal e do atrito do ar, de fato esse valor deve ser maior que 0,041, pois as medidas de DMA consideram apenas o atrito interno da amostra.

5.5.6. G em função de f_0^2

Observa-se que os valores de G independem da frequência ao quadrado, como mostra a Figura 5.15, considerando o erro associado. Os valores diferentes de frequência estão relacionados à inércia rotacional do pêndulo, conforme comentado na seção 5.5.2. Porém, mesmo experimentando diferentes frequências de oscilação o módulo de torção G permanece inalterado, diferente do que se observa da medida de DMA (Tabela 5.12). Para o método DMA que utiliza frequências induzidas, a relação de movimento das cadeias de polímeros não depende apenas da temperatura, mas também é afetada pela frequência da tensão aplicada. Os resultados de G em função de $(f_0)^2$ para todos os comprimentos efetivos L podem ser vistos no Apêndice D, mostrando que o valor de G independe da frequência de oscilação. Uma vez que o pêndulo de torção simples trabalha com frequências de oscilação baixas e naturais, a estrutura do material permanece a mesma, sem alterações do módulo de torção G .

Figura 5.15- Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d .

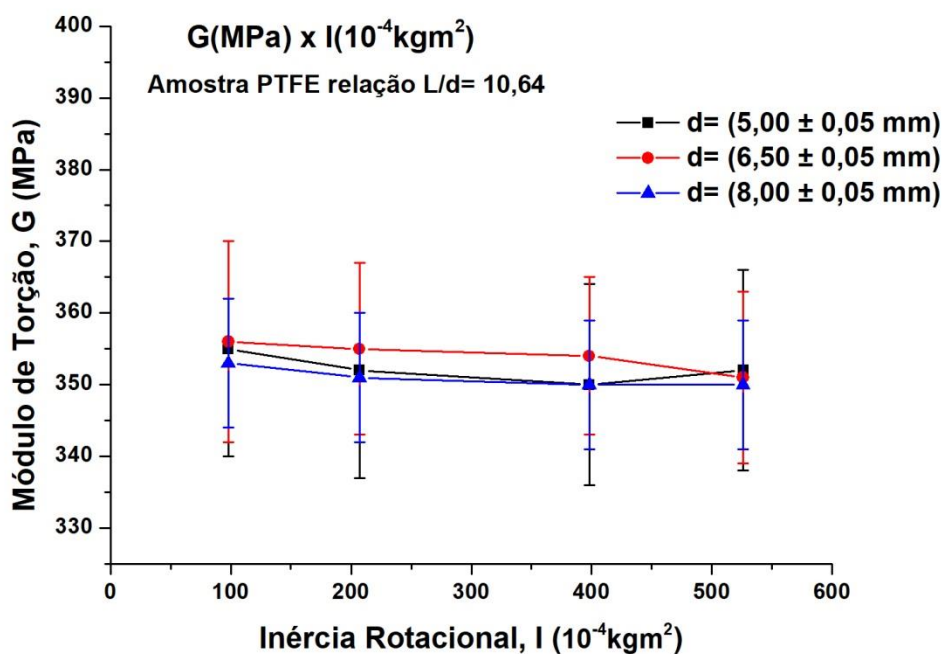


Fonte: Próprio autor

5.5.7. Relação L/d constante

A relação linear $L/d = 10,64$ fornece o mesmo valor de módulo de torção para amostras com diferentes diâmetros, considerando o erro (Figura 5.16). Isso indica que 350 MPa é aproximadamente o valor da constante do módulo de torção G . O valor G do PTFE está próximo do valor esperado (RAE; BROWN, 2005; RAE; DATTELBAUM, 2004). Como os autores citados avaliam diferentes grades de PTFE e também submetidos a diferentes condições (tração e compressão), é compreensível que os valores não sejam exatamente os mesmos, mas que estejam próximos daqueles encontrados neste trabalho.

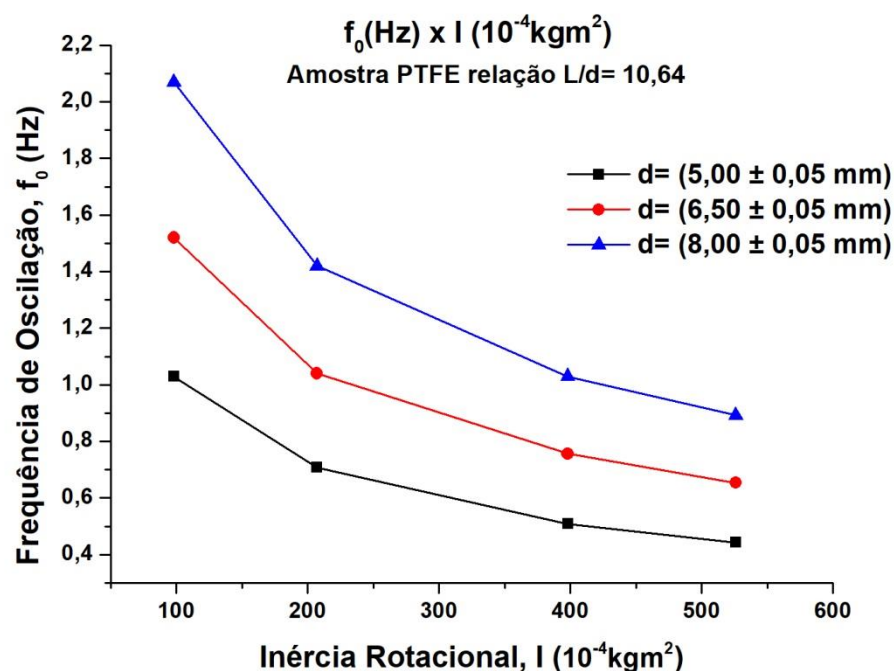
Figura 5.16 - Valores experimentais de G em função de I com $L/d = 10,64$.



Fonte: Próprio autor

Comparando a frequência de oscilação das amostras nessa relação, observa-se que elas são diferentes, mesmo possuindo o mesmo valor de módulo de torção G (Figura 5.17).

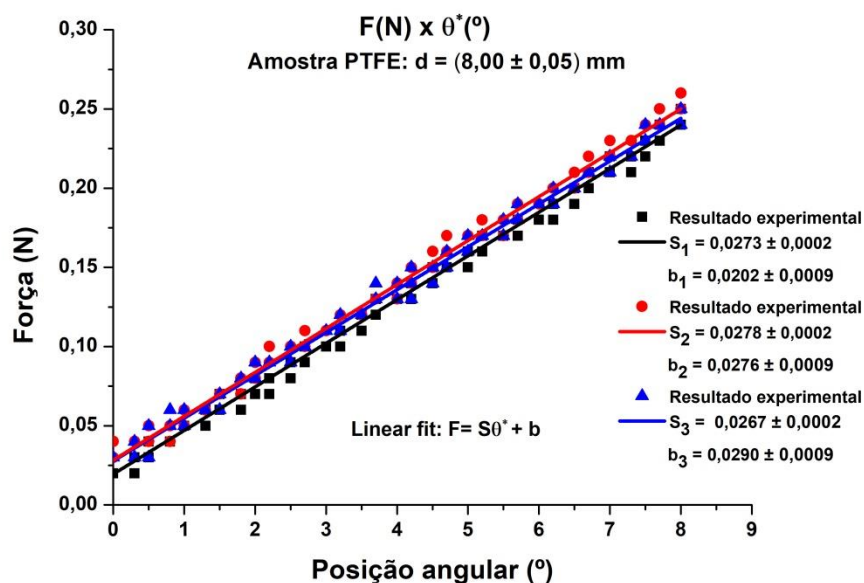
Figura 5.17 - Frequência de oscilação em função de I , com diferentes d .



Fonte: Próprio autor

Como discutido na seção 5.5.2, a diferença na frequência de oscilação está relacionada com a rigidez a torção da amostra (WARD; SWEENEY, 2012). Entretanto, observa-se que isso não ocorre para a relação $L/d = 10,64$. A hipótese é de que neste caso, a diferença na frequência de oscilação é devida ao torque aplicado para torcer as amostras. Um meio de testar essa hipótese é comparar os valores de torque teóricos com os experimentais, e verificar se a diferença na frequência de oscilação tem relação com o torque. O método descrito na seção 4.9 fornece uma maneira de medir o torque experimentalmente das amostras mantendo a relação L/d fixa. Antes de iniciar as medidas foi preciso calibrar o FS. O valor obtido na curva de calibração é $f_c = 1,10697 \pm 0,00006$. Assim, f_c maior que 1 significa que o valor medido no sensor é menor que a força aplicada. Isso se deve a uma característica intrínseca do sensor de força adquirido do fabricante e deve ser corrigido. Após a calibração, as amostras de PTFE, previamente posicionadas no comprimento efetivo fornecido pela relação $L/d = 10,64$, foram torcidas com velocidade constante, gerando pontos que possuem comportamento linear conforme mostra a Figura 5.18. Esse comportamento foi observado para todos os diâmetros de amostra, onde foi calculado um valor médio de S e b .

Figura 5.18 - Curvas típicas de força F (N) em função da posição angular θ ($^\circ$).



Fonte: Próprio autor

Esses valores foram usados na Equação (15) para calcular M_t . Calculando-se o valor teórico do torque ($T_{teórico}$) pela Equação (14), observa-se que eles são diferentes para os três diâmetros, ainda que com os mesmos valores de G e θ (Tabela 5.13).

Tabela 5.13 - Resultados experimentais da medida de M_t e $T_{teórico}$.

Parâmetro	Diâmetro		
-	5 mm	6,5 mm	8 mm
S_1 (N/ $^\circ$)	0,00659	0,0148	0,0273
S_2 (N/ $^\circ$)	0,00604	0,0147	0,0278
S_3 (N/ $^\circ$)	0,00651	0,0147	0,0267
$S_{médio}$ (N/ $^\circ$)	0,00638	0,0147	0,0273
b_1 (N)	0,00548	0,00500	0,0202
b_2 (N)	0,00109	0,0113	0,0276
b_3 (N)	0,00829	0,00450	0,0290
$b_{médio}$ (N)	0,00495	0,00690	0,0256
M_t (Nm)	0,0129	0,0273	0,0523
$T_{teórico}$ (Nm)	0,0126	0,0277	0,0514
Desvio (%)	2,39	-1,62	1,75

Fonte: Próprio autor

O mesmo acontece com os valores de M_t . O maior diâmetro (8 mm) apresenta o maior valor de M_t e diminui conforme altera-se o diâmetro da amostra para valores menores. O desvio entre os valores teóricos e experimentais foram menores que 3 %, mostrando que o experimento sugerido fornece resultados experimentais confiáveis. Esses valores de M_t refletem a mesma tendência de f_0 apresentada na Figura 5.7: conforme o diâmetro da amostra é reduzido também o valor de f_0 diminui. Portanto, essa diferença de frequência de oscilação estaria relacionada principalmente ao torque em que a amostra é submetida, que leva a essa diferença na frequência de oscilação. Ainda que o valor de G esteja relacionado com o torque que se deve aplicar (WARD; SWEENEY, 2012), isoladamente não seria responsável pela diferença no comportamento na frequência de oscilação, que se mostra dependente, principalmente, da geometria da amostra utilizada e do torque necessário para torcê-la.

6. CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS

Este estudo verificou a validade da equação para o cálculo do módulo de torção G de polímeros, utilizando o Politetrafluoretileno (PTFE). Ao analisar os resultados obtidos com essa técnica de medição foi verificado que o principal objetivo deste trabalho, a validação da equação para o cálculo de G , foi alcançado. Isto foi possível com o cálculo da proporção entre os momentos de inércias utilizados no pêndulo e as inclinações das retas provenientes das curvas $G \times Lf_0^2$ e $G \times f_0^2/d^4$, com os desvios percentuais não superiores a 5 %. Isso reforça que o sistema usado neste trabalho, um método alternativo para se medir G aplicado ao PTFE, agora pode ser aplicado a outras amostras de polímeros.

As mudanças realizadas no sistema de medida foram importantes para utilizar amostras de dimensões maiores que aquelas testadas em trabalhos anteriores. Desta forma, realizou-se um estudo do comportamento dinâmico do PTFE submetido à torção, confirmando o comportamento da equação de G . As curvas de $G \times I$, $f_0 \times I$ e $G \times f_0^2$ mostraram que G independe de I e f_0^2 e que a frequência de oscilação depende da inércia rotacional. Com o uso dessa técnica, os valores de G não foram influenciados pelo coeficiente de Poisson, já que a equação de G não depende desse fator. A medida de DMA confirmou que os parâmetros usados na equação para determinar G são confiáveis, uma vez que são da mesma ordem de grandeza.

Com base nas curvas termogravimétricas, foi observado um alto grau de pureza das amostras e a estabilidade térmica do material, sendo que o grau de cristalinidade estimado pela medida de DSC foi de 44%. A densidade calculada pelo princípio de Arquimedes para as amostras de PTFE está dentro das faixas descritas na literatura referida (entre 2140,0 e 2200,0 kg m⁻³). Nas imagens de MEV não foi observado trincas ou outros tipos de defeitos do processo de extrusão.

Nos ensaios mecânicos observou-se que os valores de G convergem para um valor comum próximo a 350 MPa para uma relação L/d igual a 10,64. O desvio padrão para esses valores foram menores para maior diâmetro. Como visto no ensaio, para a mesma relação L/d , as frequências de oscilação mudaram quando a geometria da amostra também mudou. Foi demonstrado experimentalmente que esse comportamento é atribuído ao torque requerido para torcê-las. Portanto, os valores do torque experimental refletiram o comportamento dos valores da

frequência de oscilação, onde os desvios percentuais dos resultados dos torques experimentais em relação aos teóricos foram menores que 3 %.

Futuros trabalhos poderão investigar o efeito da adição de cargas de fibras de vidro, bronze e outros materiais no módulo de torção G de compósitos de PTFE, utilizando a relação L/d estabelecida neste trabalho. Efeitos relacionados à mudança de parâmetros utilizados na usinagem do PTFE podem ser testados nessa mesma condição. A medida de torque criada a partir da hipótese desse trabalho poderá futuramente gerar uma medida quase estática para o módulo de torção G , fazendo do sistema de medida um conjunto único que possa medir G tanto dinamicamente quanto quase estaticamente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGASSANT, J. F.; ARDA, D. R.; COMBEAUD, C.; MERTEN, A.; MÜNSTEDT, H.; MACKLEY, M. R.; ROBERT, L.; VERGNES, B. Polymer Processing Extrusion Instabilities and Methods for their Elimination or Minimisation. **International Polymer Processing**, v. 21, n. 3, p. 239–255, 2006.

AMEDURI, B. Fluorinated (Co)Polymers: Synthesis, Properties, and Applications. **Encyclopedia of Polymer Science and Technology**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2012.

AMEDURI, B.; BOUTEVIN, B. **Well-Architected Fluoropolymers: Synthesis, Properties and Applications**. Elsevier, 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM A938-18**, Standard Test Method for Torsion Testing of Wire, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM E793-06**, Standard Test Method for Enthalpies of Fusion and Crystallization by Differential Scanning Calorimetry, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM E794-06**, Standard Test Method for Melting And Crystallization Temperatures By Thermal Analysis, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.

ARIEBY, R. B.; MRABET, K.; TERFAS, O. A.; LAURENT, C.; RAHOUADJ, R. Anisotropic mechanical behavior of semi-crystalline polymers: Characterization and modeling of non-monotonic loading including damage. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 134, n. 7, p. 1–11, 2017.

AMRANI, D. Computerized rotational system to study the moment of inertia of different objects. **European Journal of Physics**, v.27, p.1063- 1069, 2006.

BERNAL, C.; COUTO, A. B.; BREVIGLIERI, S. T.; CAVALHEIRO, E. T. G. Influência de alguns parâmetros experimentais nos resultados de análises calorimétricas diferenciais - DSC. **Química Nova**, v. 25, n. 5, p. 849–855, 2002.

BROWN, E. N.; RAE, P. J.; ORLER, E. B.; GRAY III, G. T.; DATTELBAUM, D. M. The effect of crystallinity on the fracture of polytetrafluoroethylene (PTFE). **Materials Science and Engineering: C**, v. 26, n. 8, p. 1338–1343, 2006.

BROWN, E. N.; DATTELBAUM, D. M. The role of crystalline phase on fracture and microstructure evolution of polytetrafluoroethylene (PTFE). **Polymer**, v. 46, n. 9, p. 3056–3068, 2005.

BROWN, N.; PARRISH, M. Effect of liquid nitrogen on the tensile strength of polyethylene and polytetrafluoroethylene. **Journal of Polymer Science: Polymer Letters Edition**, v.10, p.777-779, 1972.

CADDOCK, B. D.; EVANS, K. E. Microporous materials with negative Poisson's ratios. I. Microstructure and mechanical properties. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 22, n. 12, p. 1877–1882, 1989.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. 7th Edition, John Wiley & Sons, New York, 2007.

CANEVAROLO JR., S. V. **Ciência dos polímeros: um texto básico para Tecnólogos e Engenheiros**. 2ª ed. Artliber Editora, São Paulo, 2002.

CANTO, R. B.; SCHMITT, N.; DE CARVALHO, J.; BILLARDON, R. Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted polytetrafluoroethylene powders. **Polymer Engineering & Science**, v. 51, n. 11, p. 2220–2235, 2011.

COATS, A. W.; REDFERN, J. P. Thermogravimetric analysis. A review. **The Analyst**, v.88, n. 1053, p. 906-924, 1963.

CORREA, D. R. N.; ROCHA, L. A.; GRANDINI, C. R. Mechanical Spectroscopy of Ti-15Zr-based Alloys with Mo Addition. **Materials Research**, v. 20, n. 2, p. 688–693, 2017.

COSSOLINO, L. C.; PEREIRA, A. H. A. Módulos elásticos : visão geral e métodos de caracterização. **Informativo Técnico-Científico ITC-ME/ATCP**, Cossolino LC, p. 1–30, 2010. Disponível em: < <http://sonelastic.com/images/RT03-ATCP.pdf>>. Acesso em: 10 nov. 2018

DEBLIECK, R. A. C.; VAN BEEK, D. J. M.; REMERIE, K.; WARD, I. M. Failure mechanisms in polyolefines: The role of crazing, shear yielding and the entanglement network. **Polymer**, v. 52, n. 14, p. 2979-2990, 2011.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: Aplicações e preparação de amostras - Materiais Poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EdUPUCRS, 2007.

DROBNY, J. G. **Technology of Fluoropolymers**. 2nd ed. New York: CRC Press, 2008

DUARTE, A. L. **Módulo de Elasticidade a Torção usando Espectroscopia Mecânica**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Física) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências, Bauru, 2017.

DUPONT. **Teflon® PTFE properties handbook**. Dupont, 2016. Disponível em: <http://www.rjchase.com/ptfe_handbook.pdf>. Acesso em: 20 out. 2018.

EADKHONG, T.; RAJSADORN, R.; JANNUAL, P.; DANWORAPHONG, S. Rotational dynamics with Tracker. **European Journal of Physics**, v. 33, n. 3, p. 615–622, 2012.

EAG LABORATORIES. Characterization of Polymers using Differential Scanning Calorimetry (DSC). **Materials Sciences**, 2016. Disponível em: < <https://www.eag.com/resources/whitepapers/characterization-of-polymers-using-differential-scanning-calorimetry-dsc/>>. Acesso em: 23 jan. 2019.

EBNESAJJAD, S. **Fluoroplastics, Volume 1 - Non-Melt Processible Fluoroplastics**. Elsevier, New York, 2000.

FAHMY, I. R.; ABDUL-WAHAB, M. S.; SHALASH, R. J. Digital torsion pendulum. **Polymer Testing**, v. 9, n. 2, p. 127–135, 1990.

FETECAU, C.; STAN, F. Study of cutting force and surface roughness in the turning of polytetrafluoroethylene composites with a polycrystalline diamond tool. **Measurement: Journal of the International Measurement Confederation**, v.45, n. 6, p. 1367-1379, 2012.

FOSCHINI, C. R.; SOUZA, E. A. C.; BORGES, A. F. S.; PINTÃO, C. A. F. A new approach to measure the elasticity modulus for ceramics using the deformation energy method. **Journal of Mechanical Science and Technology**, v. 30, n. 8, p. 3585–3590, 2016.

FURUTA, M.; MATSUGAKI, A.; NAKANO, T.; HIRATA, I.; KATO, K.; ODA, T.; SATO, M.; OKAZAKI, M. Molecular level analyses of mechanical properties of PTFE sterilized by Co-60 γ -ray irradiation for clinical use. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 139, n. January, p. 126–131, 2017.

GARDINER, J. Fluoropolymers: Origin, Production, and Industrial and Commercial Applications. **Australian Journal of Chemistry**, v. 68, n. 1, p. 13-22, 2015.

GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science Advances**, v. 3, n. 7, p. e1700782, 19 jul. 2017.

GIOLITO, I.; IONASHIRO, M. A nomenclatura em análise térmica. **Cerâmica**, v.34, p.163-164, 1988.

GOLDEMBERG, J. **Física Geral e Experimental**. 2nd edição. Companhia Editora Nacional: São Paulo, 1970.

GROSS, B. On creep and relaxation. **Journal of Applied Physics**, v.18, p.212, 1947.

HAINES, P. J. **Principles of Thermal Analysis and Calorimetry (RSC Paperbacks)**. Vol. 53. Cambridge, UK: Royal Society of Chemistry, 2002.

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. **Fundamentals of Physics**. 10th edition. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc., 2014.

HIBBELER, R. C. **Engineering Mechanics: Statics**. 12th edition in SI units. Pearson Education, Canada, 2009.

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, R. S. **Princípios de análise instrumental**. 6ª ed. Porto Alegre: Editora Bookman, 2009.

HONDA, K. On a thermobalance. **Science Reports of Tohoku University**, v.1, n.4, p. 97–103, 1915.

HONDRED, P. R.; YOON, S.; BOWLER, N.; KESSLER, M. R. Degradation kinetics of polytetrafluoroethylene and poly(ethylene-alt-tetrafluoroethylene). **High Performance Polymers**, v. 25, n. 5, p. 535–542, 2013.

IONASHIRO, M.; GIOLITO, I. Nomenclatura, padrões e apresentação dos resultados em análise térmica. **Cerâmica**, São Paulo, v.26, n.121, p.17-24, 1980.

IONASHIRO, M. **Giolito: Fundamentos da Termogravimetria, Análise Térmica Diferencial e Calorimetria Exploratória Diferencial**. São Paulo: Giz Editorial, 2004.

JAEGER, G. The Ehrenfest Classification of Phase Transitions: Introduction and Evolution. **Archive for History of Exact Sciences**, v. 53, n. 1, p. 51–81, 1998.

JAGTAP, T. U.; MANDAVE, H. A. Machining of Plastics: A Review. **International Journal of Engineering Research and General Science**, v.3, n.2, p.577-581, 2015.

JORDAN, J. L.; SIVIOUR, C. R.; FOLEY, J. R.; BROWN, E. N. Compressive properties of extruded polytetrafluoroethylene. **Polymer**, 2007.

KAUSCH, H. -H. **Polymer fracture**. 2nd Edition. Springer Verlag, Berlin, 1987.

LE CHATELIER, H. The action of heat on clays. **Bulletin de la Société Française de Minéralogie et de Cristallographie**, v. 10, p. 204–211, 1887.

LEMAL, D. M. Perspective on Fluorocarbon Chemistry. **The Journal of Organic Chemistry**, v. 69, n. 1, p. 1–11, 2004.

LENG, Y. **Materials characterization: Introduction to microscopic and spectroscopic methods**. 2nd edition. Wiley-VCH, London, 2013.

LI, Z. S.; FANG, Q. F.; VEPREK, S.; LI, S. Z. Torsion pendulum method to evaluate the internal friction and elastic modulus of films. **Review of Scientific Instruments**, v. 74, n. 4, p. 2477–2480, 2003.

LORANDI, N. P.; CIOFFI, M. O. H.; ORNAGHI JR., H. Análise Dinâmico-Mecânica de Materiais Compósitos Poliméricos. **Scientia cum Industria**, v. 4, n.1, p. 48–60, 2016.

MACH, E. **The Science of Mechanics, a Critical and Historical Account of Its Development**. 4th edition. The open court publishing company, Chicago, 1893.

MAGALAS, L. B. Mechanical Spectroscopy – Fundamentals. **Solid State Phenomena**, v. 89, p. 1–22, 2003.

MAGALAS, L. B. Mechanical spectroscopy, internal friction and ultrasonic attenuation: Collection of works. **Materials Science and Engineering: A**, v. 521–522, n. November, p. 405–415, 2009.

MARQUINA, J. E.; MARQUINA, M. L.; MARQUINA, V.; HERNÁNDEZ-GÓMEZ, J. J. Leonhard Euler and the mechanics of rigid bodies. **European Journal of Physics**, v.38, n.1, p. 01-11, 2016.

MCCRUM, N. G. An internal friction study of polytetrafluoroethylene. **Journal of Polymer Science**, v.34, p.355–369, 1959.

MERCURI, L. G.; GIOBBIE-HURDER, A. Long-term outcomes after total alloplastic temporomandibular joint reconstruction following exposure to failed materials. **Journal of Oral and Maxillofacial Surgery**, v. 62, n. 9, p. 1088–1096, 2004.

MESSNER, K.; GILLQUIST, J. Synthetic implants for the repair of osteochondral defects of the medial femoral condyle: A biomechanical and histological evaluation in the rabbit knee. **Biomaterials**, v. 14, n. 7, p. 513–521, 1993.

MEYERS M. A.; Chawla K. K. **Mechanical behavior of materials**. 2nd ed. Cambridge University Press, 2007.

MOHAMMADIAN-KOHOL, M.; ASGARI, M.; SHAKUR, H. R. Effect of gamma irradiation on the structural, mechanical and optical properties of polytetrafluoroethylene sheet. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 145, n. November, p. 11–18, 2018.

MOYNIHAN, R. E. The Molecular Structure of Perfluorocarbon Polymers. Infrared Studies on Polytetrafluoroethylene 1. **Journal of the American Chemical Society**, v. 81, n. 5, p. 1045–1050, 1959.

NOWICK, A. S.; BERRY, B. S. **Anelastic Relaxation in Crystalline Solids**. New York: Academic Press, 1972.

OLABISI, O.; ADEWALE, K. **Handbook of thermoplastics**. 2nd edition. CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia – Microestrutura e Propriedades**. Curitiba: Editora HEMUS, 1997.

PATIL, P. M.; SADAPHALE, P. D. B. A Study of Plastic Extrusion Process and its Defects. **International Journal of Latest Technology in Engineering, Management & Applied Science**. v. 7, n. 9, p. 13–20, 2018.

PAULIK, F.; PAULIK, J.; ERDEY, L. Der Derivatograph. **Fresenius' Zeitschrift für Analytische Chemie**, v. 160, n. 4, p. 241–252, 1958.

PINTÃO, C. A. F.; DE SOUZA FILHO, M.; GRANDINI, C. R.; HESSEL, R. Experimental study of the conventional equation to determine a plate's moment of inertia. **European Journal of Physics**, v. 25, n. 3, p. 409–417, 2004.

PINTÃO, C. A. F. Measurement of the rotational inertia of bodies by using mechanical spectroscopy. **Journal of Mechanical Science and Technology**, v. 28, n. 10, p. 4011–4020, 2014.

PINTÃO, C. A. F.; CORREA, D. R. N.; GRANDINI, C. R. Torsion modulus using the technique of mechanical spectroscopy in biomaterials. **Journal of Mechanical Science and Technology**, v. 31, n. 5, p. 2203–2211, 2017.

RAE, P. J.; BROWN, E. N. The properties of poly(tetrafluoroethylene) (PTFE) in tension. **Polymer**, v. 46, n. 19, p. 8128–8140, 2005.

RAE, P. J.; DATTELBAUM, D. M. The properties of poly(tetrafluoroethylene) (PTFE) in compression. **Polymer**, v. 45, n. 22, p. 7615–7625, 2004.

RENFREW, M. M.; LEWIS, E. E. Polytetrafluoroethylene. Heat Resistant, Chemically Inert Plastic. **Industrial & Engineering Chemistry**, v. 38, n. 9, p. 870–877, 1946.

ROEBBEN, G.; BOLLEN, B.; BREBELS, A.; VAN HUMBEECK, J.; VAN DER BIEST, O. Impulse excitation apparatus to measure resonant frequencies, elastic moduli, and internal friction at room and high temperature. **Review of Scientific Instruments**, v. 68, n. 12, p. 4511–4515, 1997.

SOUZA, G. A.; GRANDINI, C. R.; FLORÊNCIO, O. Caracterização mecânica de polímeros por intermédio de espectroscopia mecânica. **Revista brasileira de aplicações de vácuo**, v.14, n. 1 e 2, 1995.

SCIUTI, V. F.; MELO, C. C.; CANTO, L. B.; CANTO, R. B. Influence of Surface Crystalline Structures on DSC Analysis of PTFE. **Materials Research**, v. 20, n. 5, p. 1350–1359, 2017.

SHAH, V. **Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2007.

SHIGLEY, J. E.; MISCHKE, C. R.; BUDYNAS, R. G. **Projeto de Engenharia Mecânica**. 7ª edição. Porto Alegre: Bookman, 2005.

SPATZ -CH., H.; O'LEARY, E. J.; VINCENT, J. F. V. Young's moduli and shear moduli in cortical bone. **Proceedings of the Royal Society of London. Series B: Biological Sciences**, v. 263, n. 1368, p. 287–294, 1996.

STERRETT, F. S. K.; KENNEDY, S. E.; SPARBERG, E. B. **A Laboratory Investigation of Concepts in Chemistry**. Harper & Row Publishers, New York, p. 30-32, 1968.

STRABELLI, P. G.; SCIUTI, V. F.; MONTILHA, F. S.; CANTO, L. B.; CANTO, R. B. Influência de variáveis de sinterização na microestrutura de peças de PTFE moldadas por prensagem isostática. **Polímeros**, v. 24, n. 5, p. 612–619, 2014.

SUMNER, D. R. Long-term implant fixation and stress-shielding in total hip replacement. **Journal of Biomechanics**, v. 48, n. 5, p. 797–800, 2015.

THOMAS, P. E.; LONDZ, J. F.; SPERATI, C. A.; MCPHERSON, J. L. Effects of fabrication on the properties of Teflon resins. **Society of Plastics Engineers Journal**, v.12, p.89-95, 1956.

TYLER, F. A. **A Laboratory Manual of Physics**. 4th ed. Edward Arnold: London, 1974.

VAVLEKAS, D.; ANSARI, M.; HAO, H.; FREMY, F.; MCCOY, J.; HATZIKIRIAKOS, S. Zero Poisson's ratio PTFE in uniaxial extension. **Polymer Testing**, v. 55, p. 143–151, 2016.

WANG, R.; XU, G.; HE, Y. Structure and properties of polytetrafluoroethylene (PTFE) fibers. **e-Polymers**, v. 17, n. 3, p. 215–220, 2017.

WARD, I. M.; SWEENEY, J. **Mechanical Properties of Solid Polymers**. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2012.

WATSON, E. S.; O'NEILL, M.; JUSTIN, J.; BRENNER, N. A Differential Scanning Calorimeter for Quantitative Differential Thermal Analysis. **Analytical Chemistry**, v. 36, n. 7, p. 1233–1238, 1964.

WIEDEMANN, H. G. Universelles Meßgerät für gravimetrische Untersuchungen unter veränderlichen Bedingungen. Thermogravimetrische Untersuchungen VI. **Chemie Ingenieur Technik**, v.36, n.11, p. 1105-1114, 1964.

WYSZKOWSKA, E.; LESNIAK, M.; KURPASKA, L.; PROKOPOWICZ, R.; JOZWIK, I.; SITARZ, M.; JAGIELSKI, J. Functional properties of poly(tetrafluoroethylene) (PTFE) gasket working in nuclear reactor conditions. **Journal of Molecular Structure**, v. 1157, p. 306–311, 2018.

YAMAGUCHI, K.; TAKACHI, M.; HIRAKAWA, S. Deformation behavior of polytetrafluoroethylene films under tensile stress at various temperatures. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 54, n. 11, p. 1625-1630, 1994.

YU, H.; ADAMS, R. D.; DA SILVA, L. F. M. Development of a torsion pendulum and its application to measuring the dynamic modulus of adhesives from pre-gelation to the cured state. **Measurement Science and Technology**, v. 25, n. 5, p. 055603, 2014.

ZIMAN, J. M. **Principles of the Theory of Solids**. Cambridge Univ. Press, London and New York, 1965.

ZISMAN, W. A. Surface properties of plastics. **Record of Chemical Progress**, 1965.

APÊNDICE A - RESULTADOS D= 5,00 MM

Tabela A0.1 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	602 ± 25	604 ± 24	606 ± 25	595 ± 24
f_0 (Hz)	$0,380 \pm 0,001$	$0,4380 \pm 0,0002$	$0,6080 \pm 0,0002$	$0,8762 \pm 0,0001$
δ	$0,41 \pm 0,02$	$0,50 \pm 0,05$	$0,41 \pm 0,02$	$0,53 \pm 0,05$
Q_T^{-1}	$0,07 \pm 0,02$	$0,08 \pm 0,05$	$0,07 \pm 0,02$	$0,08 \pm 0,05$

Fonte: Próprio autor

Tabela A0.2 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	506 ± 21	505 ± 20	507 ± 20	501 ± 20
f_0 (Hz)	$0,380 \pm 0,001$	$0,436 \pm 0,001$	$0,6071 \pm 0,0002$	$0,8760 \pm 0,0003$
δ	$0,438 \pm 0,001$	$0,50 \pm 0,03$	$0,45 \pm 0,04$	$0,45 \pm 0,07$
Q_T^{-1}	$0,070 \pm 0,001$	$0,08 \pm 0,03$	$0,07 \pm 0,04$	$0,07 \pm 0,07$

Fonte: Próprio autor

Tabela A0.3 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	434 ± 18	433 ± 18	436 ± 18	432 ± 18
f_0 (Hz)	$0,3898 \pm 0,0005$	$0,447 \pm 0,001$	$0,6220 \pm 0,0008$	$0,8986 \pm 0,0006$
δ	$0,58 \pm 0,04$	$0,51 \pm 0,01$	$0,44 \pm 0,04$	$0,46 \pm 0,03$
Q_T^{-1}	$0,09 \pm 0,04$	$0,08 \pm 0,01$	$0,07 \pm 0,04$	$0,07 \pm 0,03$

Fonte: Próprio autor

Tabela A0.4 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.

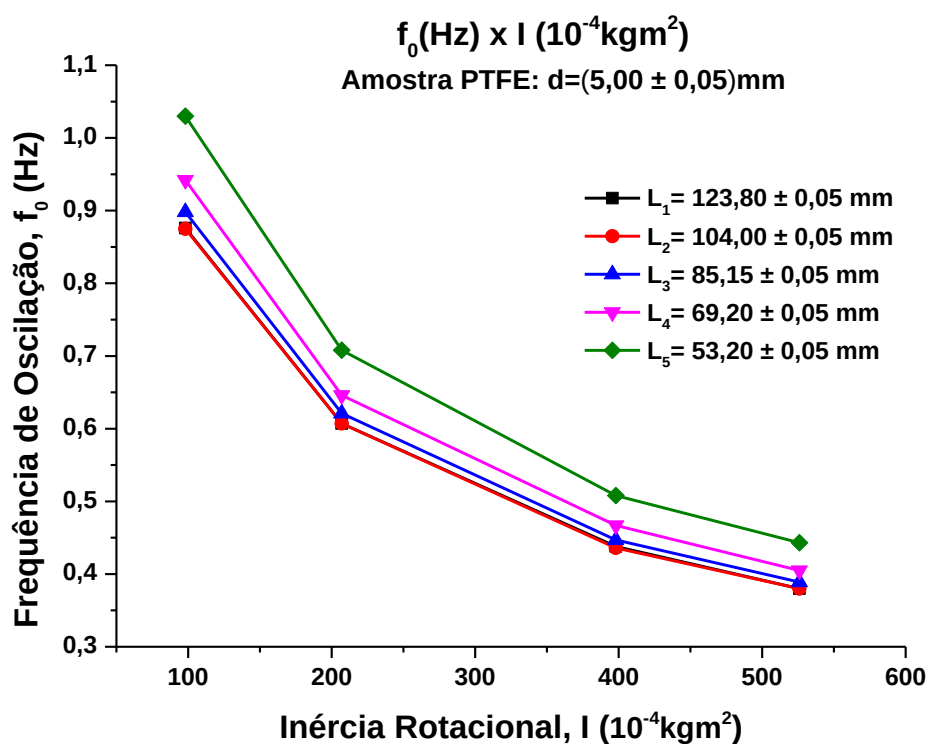
Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	382 ± 16	383 ± 16	384 ± 16	385 ± 16
f_0 (Hz)	$0,4052 \pm 0,0008$	$0,4678 \pm 0,0001$	$0,6470 \pm 0,0007$	$0,9424 \pm 0,0006$
δ	$0,49 \pm 0,04$	$0,431 \pm 0,008$	$0,40 \pm 0,02$	$0,46 \pm 0,02$
Q_T^{-1}	$0,08 \pm 0,04$	$0,069 \pm 0,008$	$0,06 \pm 0,02$	$0,07 \pm 0,02$

Fonte: Próprio auto

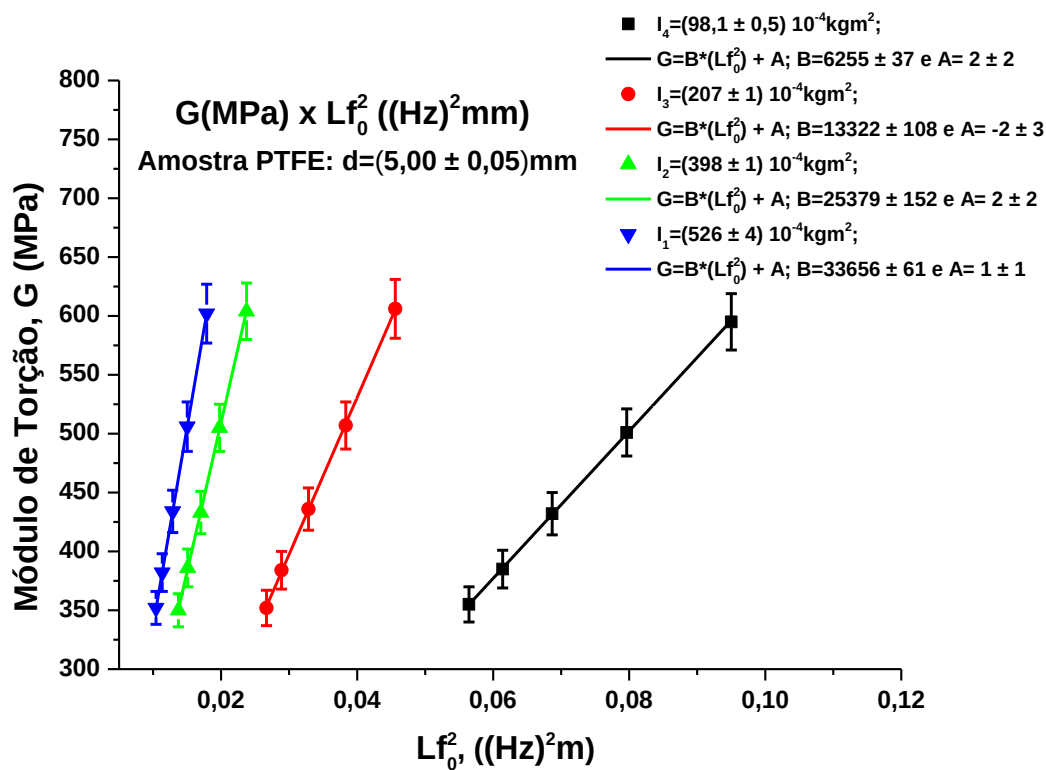
Tabela A0.5 - Resultados experimentais: $d = 5,00 \pm 0,05$ mm, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	352 ± 14	350 ± 14	352 ± 15	355 ± 15
f_0 (Hz)	$0,4432 \pm 0,0006$	$0,5083 \pm 0,0001$	$0,708 \pm 0,002$	$1,0332 \pm 0,0005$
δ	$0,468 \pm 0,007$	$0,52 \pm 0,02$	$0,63 \pm 0,05$	$0,55 \pm 0,03$
Q_T^{-1}	$0,074 \pm 0,007$	$0,08 \pm 0,02$	$0,10 \pm 0,05$	$0,09 \pm 0,03$

Fonte: Próprio autor

Figura A0.1 - Frequência de oscilação em função da inércia rotacional, I , com $d = 5$ mm.

Fonte: Próprio autor

Figura A0.2 - Curva de G em função de Lf_0^2 para $d = 5$ mm.

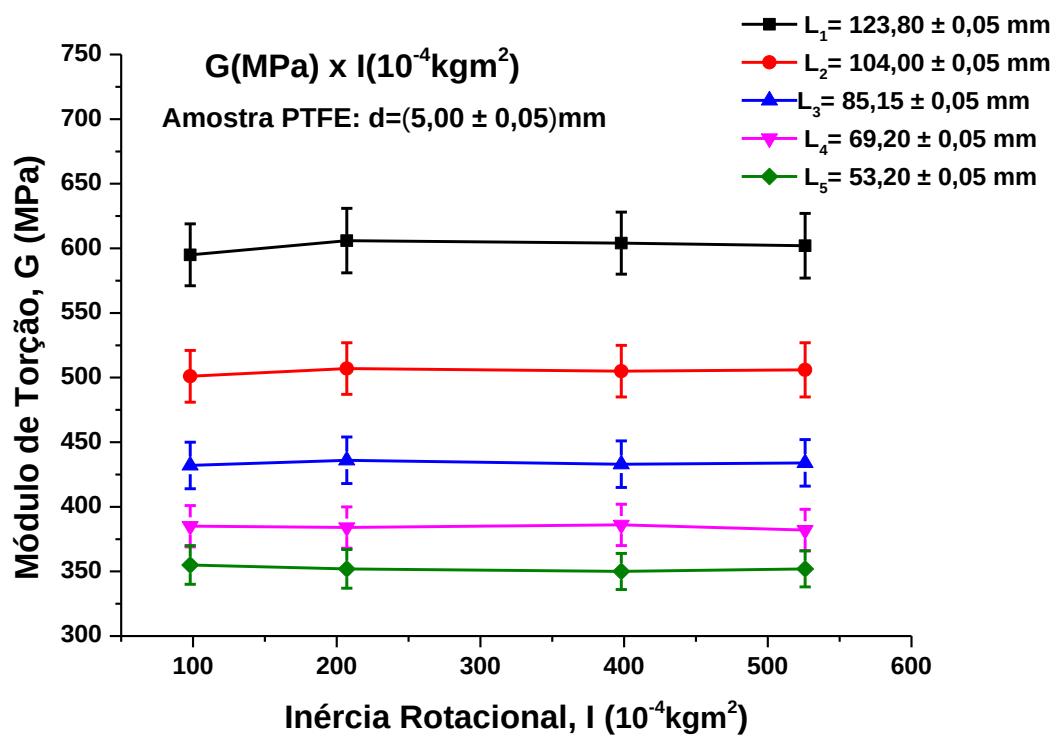
Fonte: Próprio autor

Tabela A0.6 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $d = 5$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
$207/98,1 = 2,11$	$13322/6255 = 2,1298$	0,93
$398/98,1 = 4,05$	$25379/6255 = 4,0573$	0,010
$398/207 = 1,92$	$25379/13322 = 1,9050$	-0,92
$526/98,1 = 5,36$	$33656/6255 = 5,3806$	0,35
$526/207 = 2,54$	$33656/13322 = 2,5263$	-0,58
$526/398 = 1,32$	$33656/25379 = 1,3261$	0,34

Fonte: Próprio autor

Figura A0.3 - Valores experimentais de G em função de I com d = 5mm.



Fonte: Próprio autor

APÊNDICE B - RESULTADOS D= 6,50 MM

Tabela B0.1 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	517 ± 17	517 ± 16	516 ± 16	517 ± 16
f_0 (Hz)	$0,593 \pm 0,001$	$0,68341 \pm 0,00008$	$0,9463 \pm 0,0005$	$1,3764 \pm 0,0001$
δ	$0,238 \pm 0,006$	$0,27 \pm 0,03$	$0,30 \pm 0,02$	$0,28 \pm 0,01$
Q_T^{-1}	$0,038 \pm 0,006$	$0,04 \pm 0,03$	$0,05 \pm 0,02$	$0,04 \pm 0,01$

Fonte: Próprio autor

Tabela B0.2 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 104,20 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	434 ± 14	433 ± 14	437 ± 14	433 ± 14
f_0 (Hz)	$0,5941 \pm 0,0005$	$0,6821 \pm 0,0004$	$0,9510 \pm 0,0003$	$1,3750 \pm 0,0001$
δ	$0,29 \pm 0,03$	$0,26 \pm 0,01$	$0,264 \pm 0,003$	$0,273 \pm 0,007$
Q_T^{-1}	$0,05 \pm 0,03$	$0,04 \pm 0,01$	$0,042 \pm 0,003$	$0,043 \pm 0,007$

Fonte: Próprio autor

Tabela B0.3 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 85,15 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	376 ± 12	378 ± 12	375 ± 12	376 ± 12
f_0 (Hz)	$0,6113 \pm 0,0004$	$0,7053 \pm 0,0002$	$0,973 \pm 0,0002$	$1,4157 \pm 0,0002$
δ	$0,301 \pm 0,003$	$0,34 \pm 0,02$	$0,30 \pm 0,03$	$0,32 \pm 0,01$
Q_T^{-1}	$0,048 \pm 0,003$	$0,05 \pm 0,02$	$0,05 \pm 0,03$	$0,05 \pm 0,01$

Fonte: Próprio autor

Tabela B0.4 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.

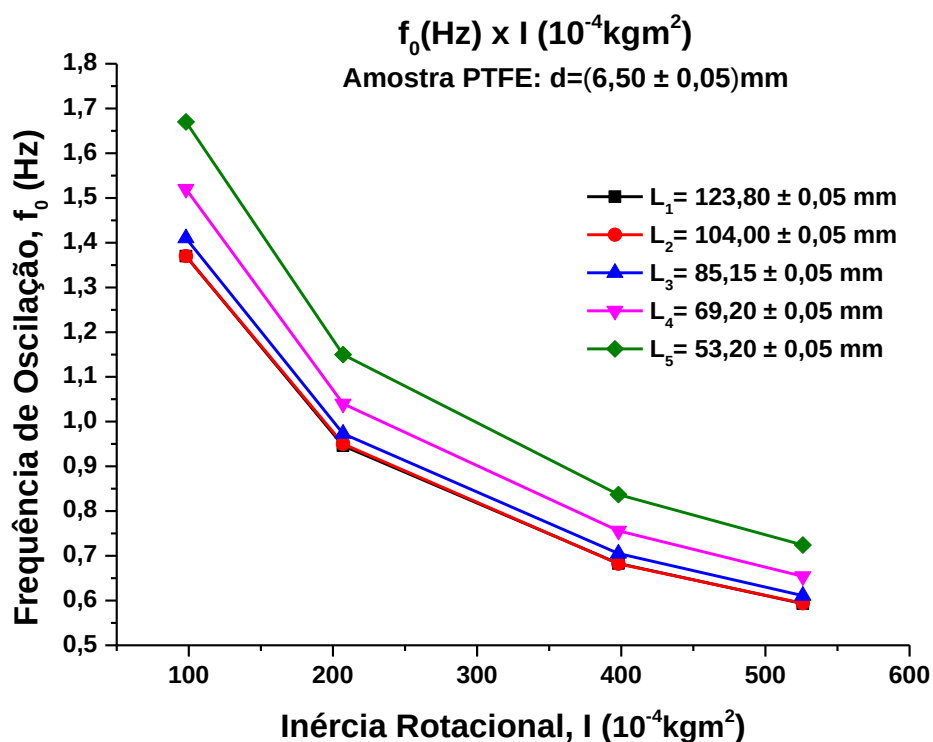
Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	351 ± 12	354 ± 11	355 ± 12	356 ± 14
f_0 (Hz)	$0,654 \pm 0,001$	$0,7566 \pm 0,0005$	$1,0500 \pm 0,0005$	$1,5280 \pm 0,0013$
δ	$0,311 \pm 0,004$	$0,296 \pm 0,005$	$0,2940 \pm 0,0005$	$0,304 \pm 0,005$
Q_T^{-1}	$0,049 \pm 0,004$	$0,047 \pm 0,005$	$0,0470 \pm 0,0005$	$0,048 \pm 0,005$

Fonte: Próprio autor

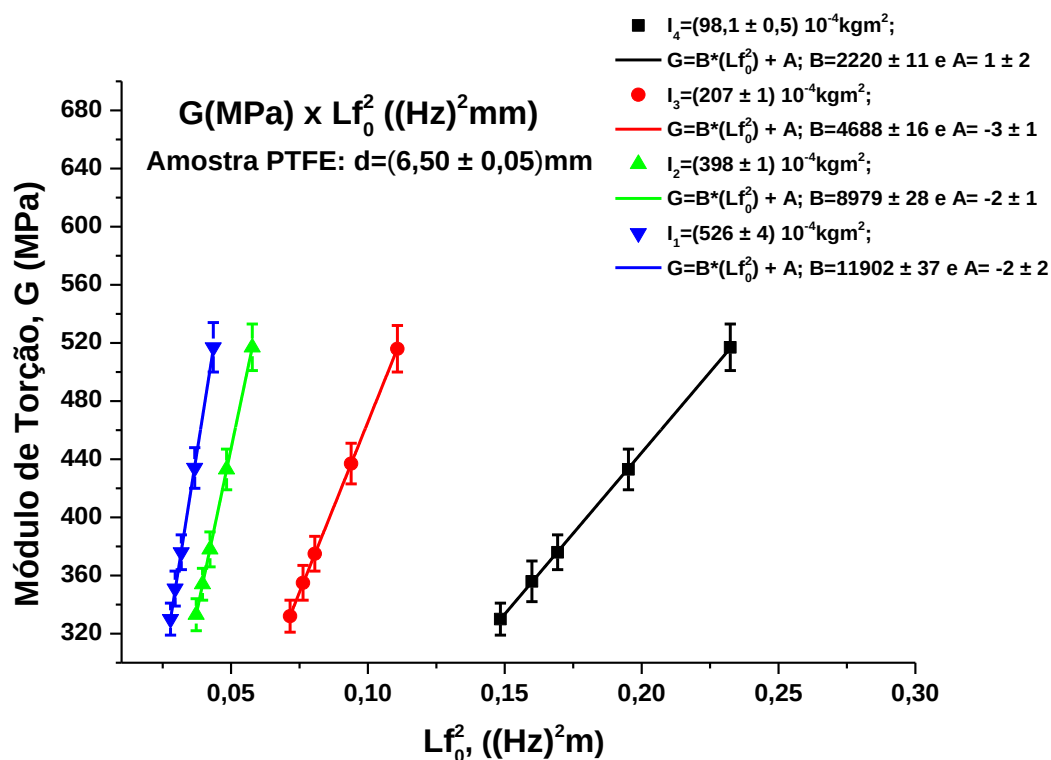
Tabela B0.5 - Resultados experimentais: $d = 6,50 \pm 0,05$ mm, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.

Grandezas	Config. 1	Config. 2	Config. 3	Config. 4
I ($\text{kgm}^2 \times 10^{-4}$)	526 ± 4	398 ± 1	207 ± 1	$98,1 \pm 0,5$
G (Mpa)	330 ± 11	333 ± 11	332 ± 11	330 ± 11
f_0 (Hz)	$0,7243 \pm 0,0001$	$0,8374 \pm 0,0005$	$1,1590 \pm 0,0003$	$1,6757 \pm 0,0001$
δ	$0,32 \pm 0,02$	$0,30 \pm 0,02$	$0,33 \pm 0,01$	$0,333 \pm 0,006$
Q_T^{-1}	$0,05 \pm 0,02$	$0,05 \pm 0,02$	$0,05 \pm 0,01$	$0,053 \pm 0,006$

Fonte: Próprio autor

Figura B0.1 - Frequência de oscilação em função da inércia rotacional, I , com $d = 6,5$ mm.

Fonte: Próprio autor

Figura B0.2 - Curva de G em função de Lf_0^2 para $d = 6,5$ mm.

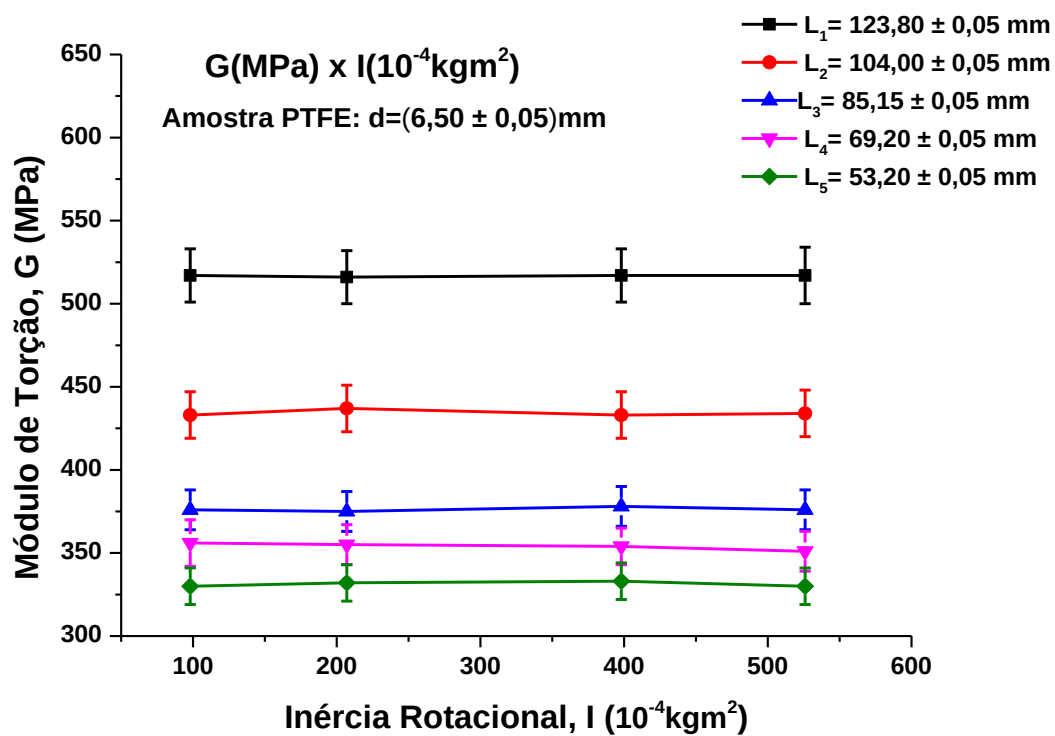
Fonte: Próprio autor

Tabela B0.6 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $d = 6,5$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,110	4668/2220= 2,1111	0,08
398/98,1= 4,057	8979/2220= 4,0445	-0,31
398/207= 1,922	8979/4688= 1,9153	-0,38
526/98,1= 5,361	11902/2220= 5,3612	-0,01
526/207= 2,541	11902/4688= 2,5388	-0,09
526/398= 1,321	11902/8979= 1,3255	0,3

Fonte: Próprio autor

Figura B0.3 - Valores experimentais de G em função de I com d = 6,5mm.



Fonte: Próprio autor

APÊNDICE C - VARIANDO D E MANTENDO L FIXO PARA CADA I

Tabela C0.1 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 123,80 \pm 0,05$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,11	1023750/483786= 2,116100	0,29
398/98,1= 4,06	1953510/483786= 4,037900	-0,47
398/207= 1,92	1953510/1023750= 1,908100	-0,75
526/98,1= 5,36	26093000/483786= 5,3935000	0,59
526/207= 2,54	2609300/1023750= 2,548700	0,30
526/398= 1,32	2609300/1953510= 1,335600	1,07

Fonte: Próprio autor

Tabela C0.2 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,11	832258/406774= 2,04590	-3,04
398/98,1= 4,06	1659010/406774= 4,078400	0,530
398/207= 1,92	1659010/832258= 1,993300	3,68
526/98,1= 5,36	2146910/406774= 5,277800	-1,57
526/207= 2,54	2146910/832258= 2,579600	1,52
526/398= 1,32	2146910/1659010= 1,294000	-2,08

Fonte: Próprio autor

Tabela C0.3 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,11	569507/260203= 2,18870	3,73
398/98,1= 4,06	1047900/260203= 4,027200	-0,740
398/207= 1,92	1047900/569507= 1,840000	-4,30
526/98,1= 5,36	1403460/260203= 5,393700	0,590
526/207= 2,54	1403460/569507= 2,464300	-3,02
526/398= 1,32	1403460/1047900= 1,339300	1,34

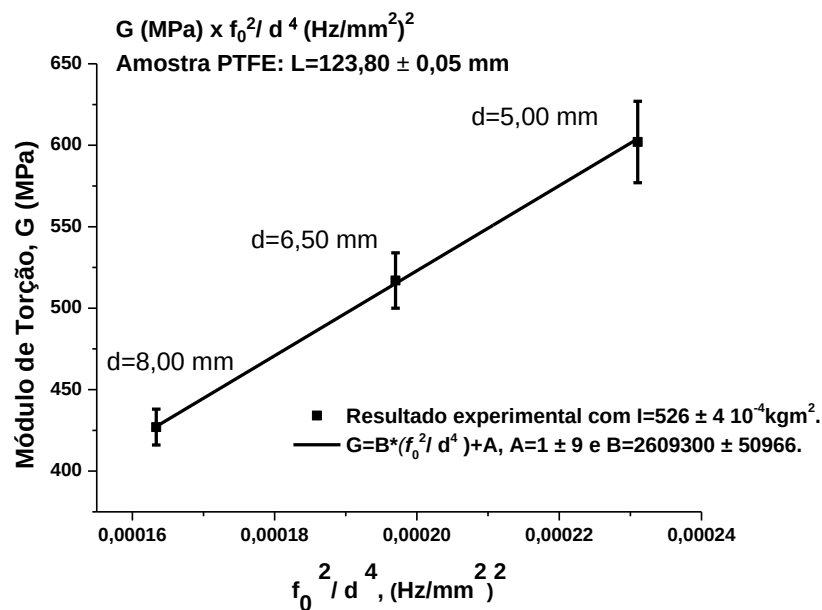
Fonte: Próprio autor

Tabela C0.4 - Valores de I e B e os desvios percentuais para $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.

Relação entre I	Relação entre B	Desvio percentual (%)
207/98,1= 2,11	434322/214254= 2,02710	-3,93
398/98,1= 4,06	854271/214254= 3,98710	-1,72
398/207= 1,92	854271/434322= 1,96690	2,30
526/98,1= 5,36	1142410/214254= 5,33200	-0,56
526/207= 2,54	1142410/214254= 2,63030	3,51
526/398= 1,32	1142410/854271= 1,33720	1,19

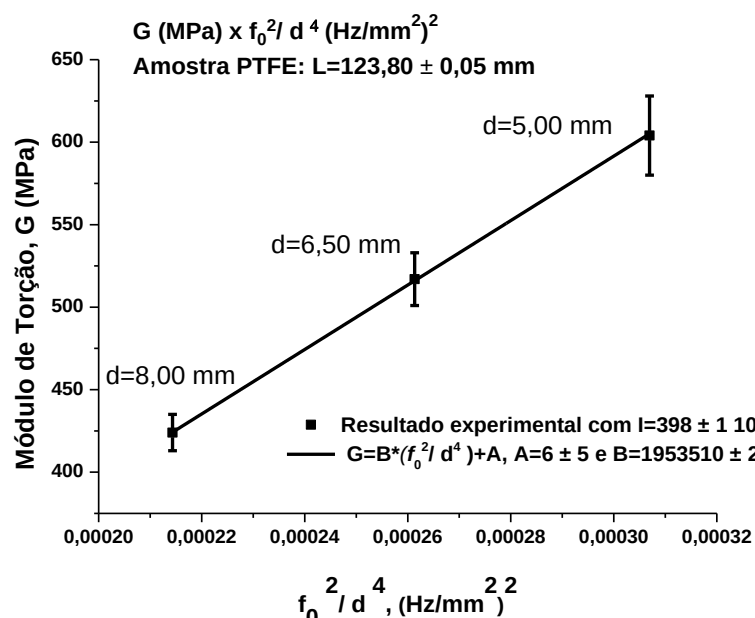
Fonte: Próprio autor

Figura C0.1 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm, $I = (526 \pm 4) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



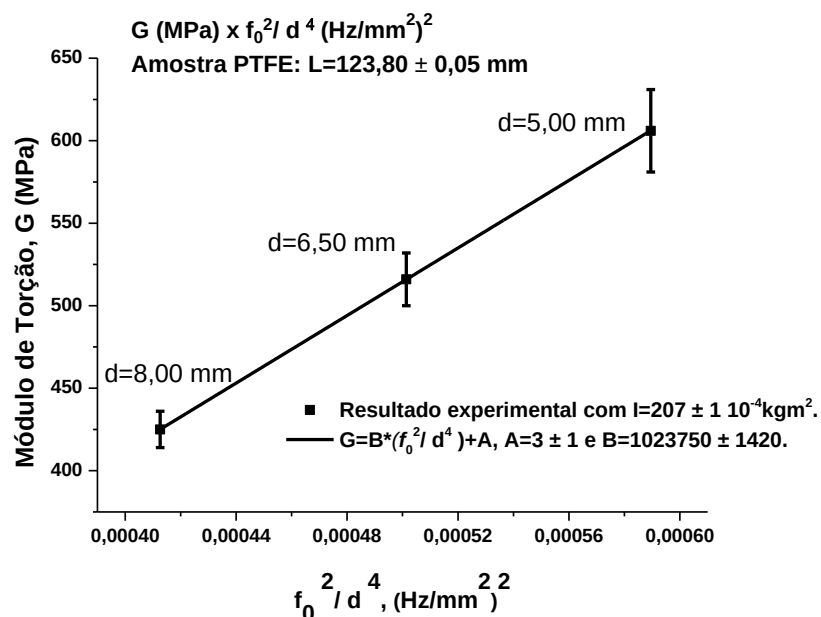
Fonte: Próprio autor

Figura C0.2 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm, $I = (398 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



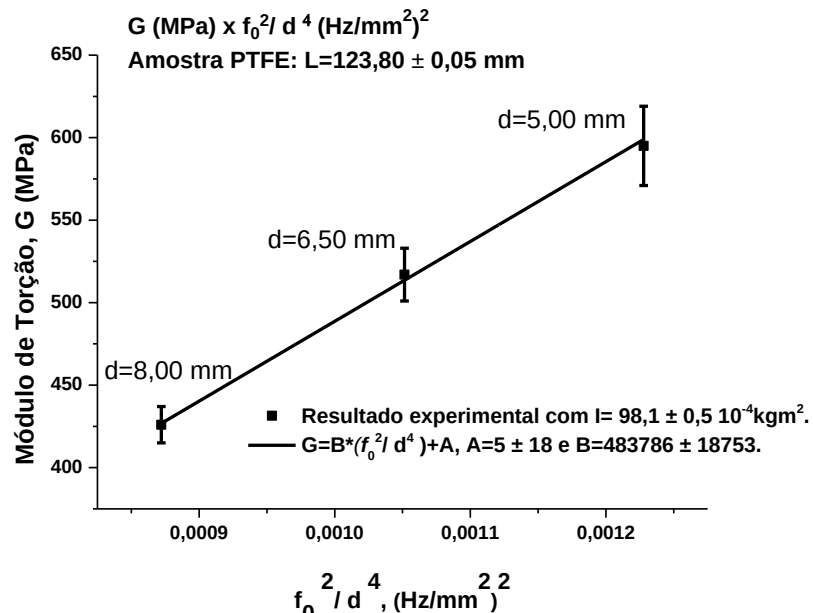
Fonte: Próprio autor

Figura C0.3 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm, $I = (207 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



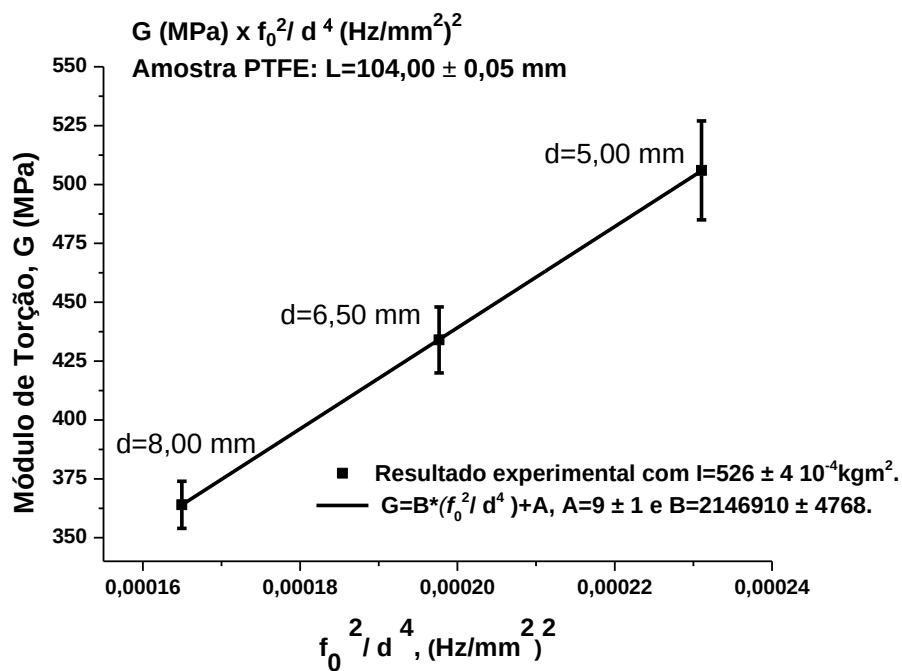
Fonte: Próprio autor

Figura C0.4 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm, $I=(98,1 \pm 0,5) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



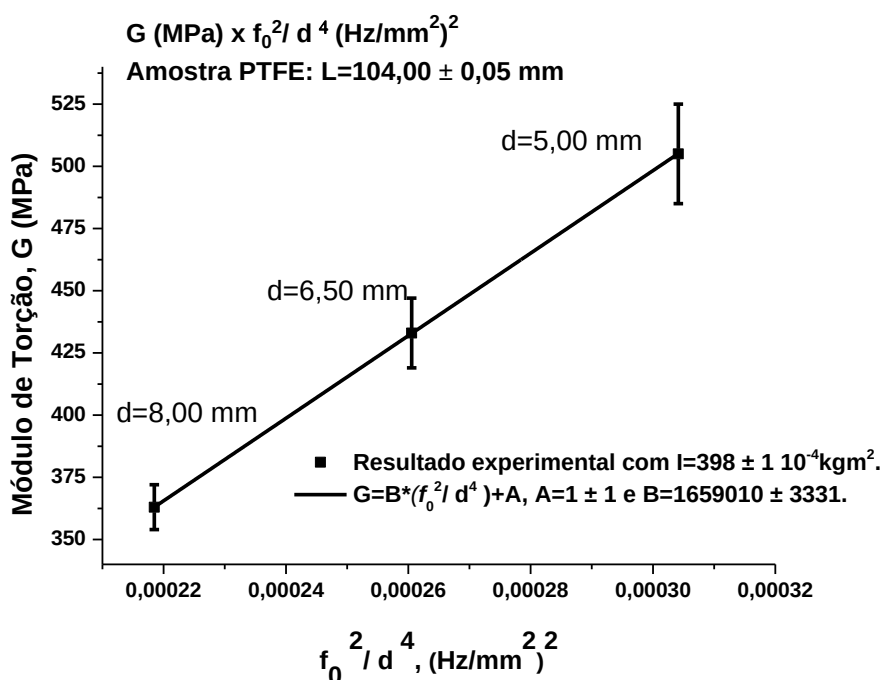
Fonte: Próprio autor

Figura C0.5 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm, $I = (526 \pm 4) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



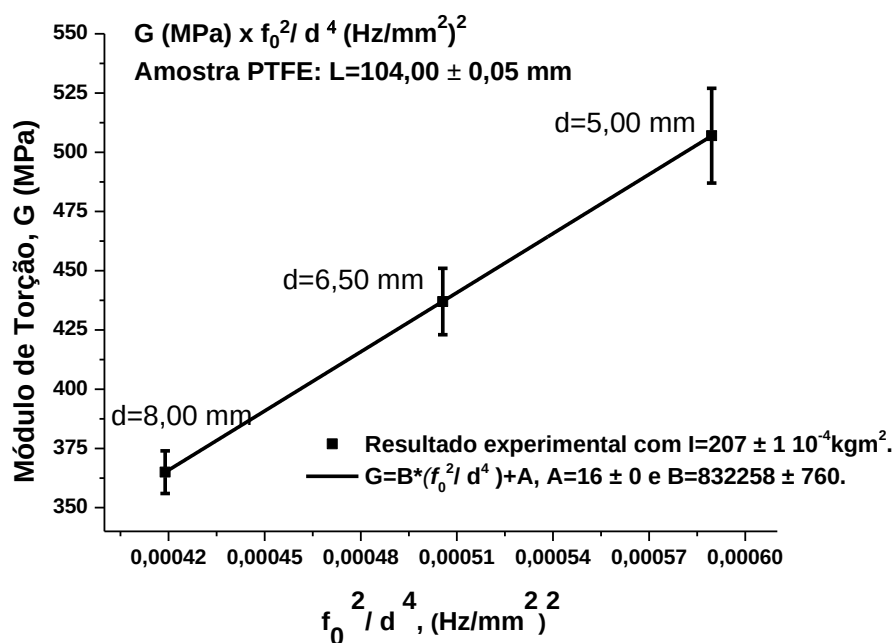
Fonte: Próprio autor

Figura C0.6 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm, $I = (398 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



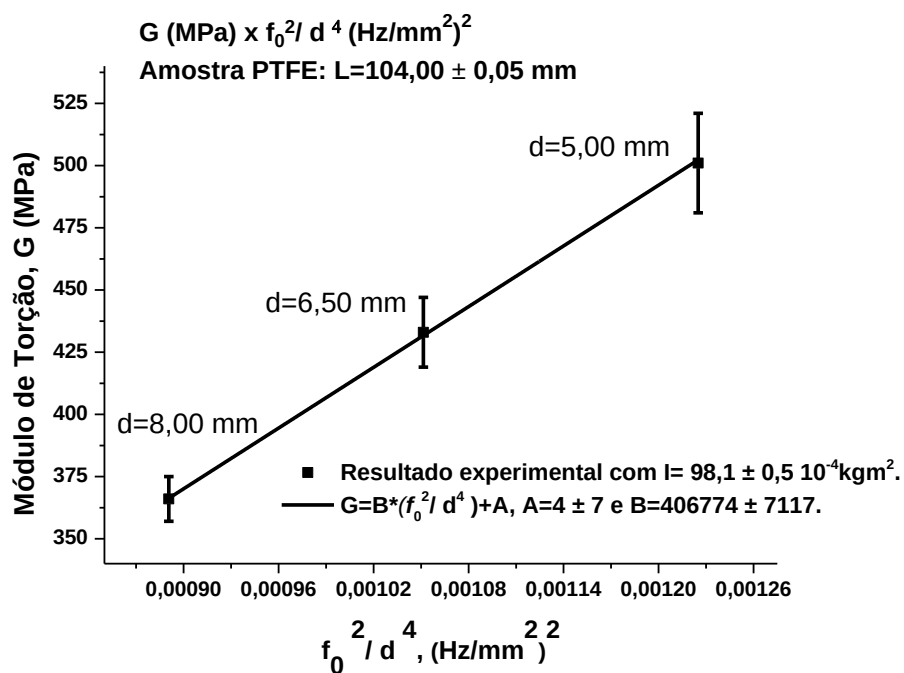
Fonte: Próprio autor

Figura C0.7 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm, $I = (207 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



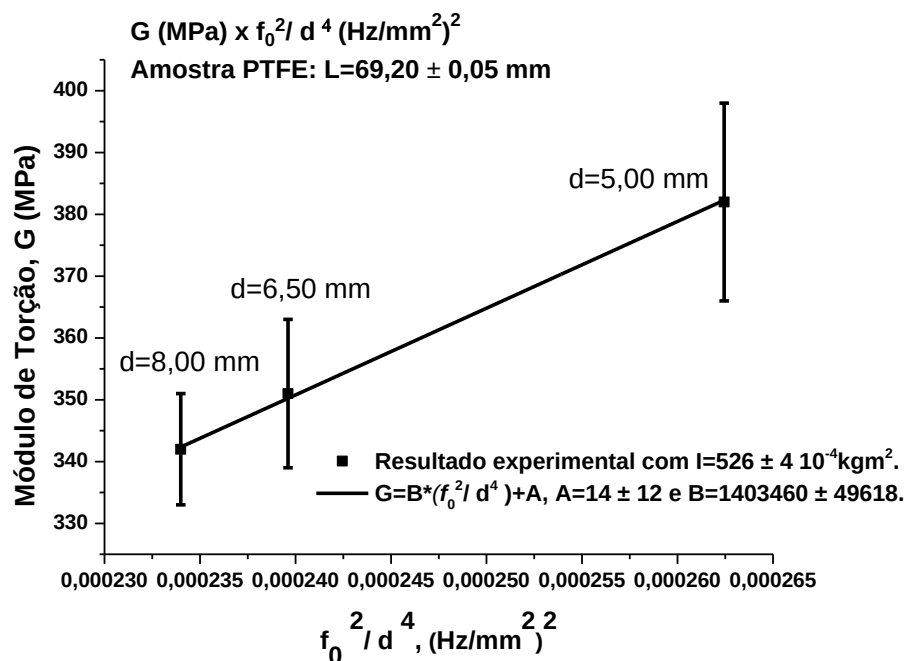
Fonte: Próprio autor

Figura C0.8 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm, $I=(98,1 \pm 0,5) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



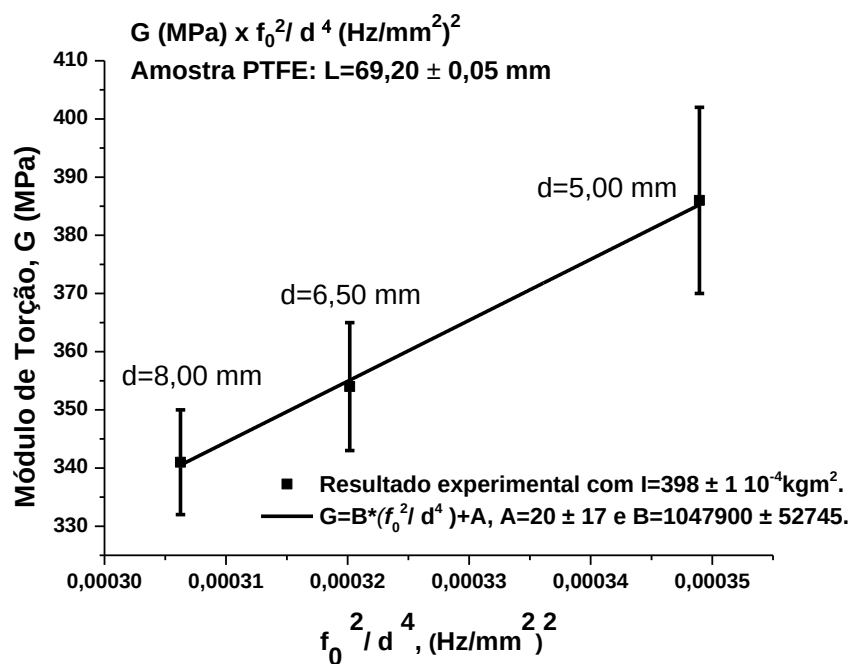
Fonte: Próprio autor

Figura C0.9 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm, $I = (526 \pm 4) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



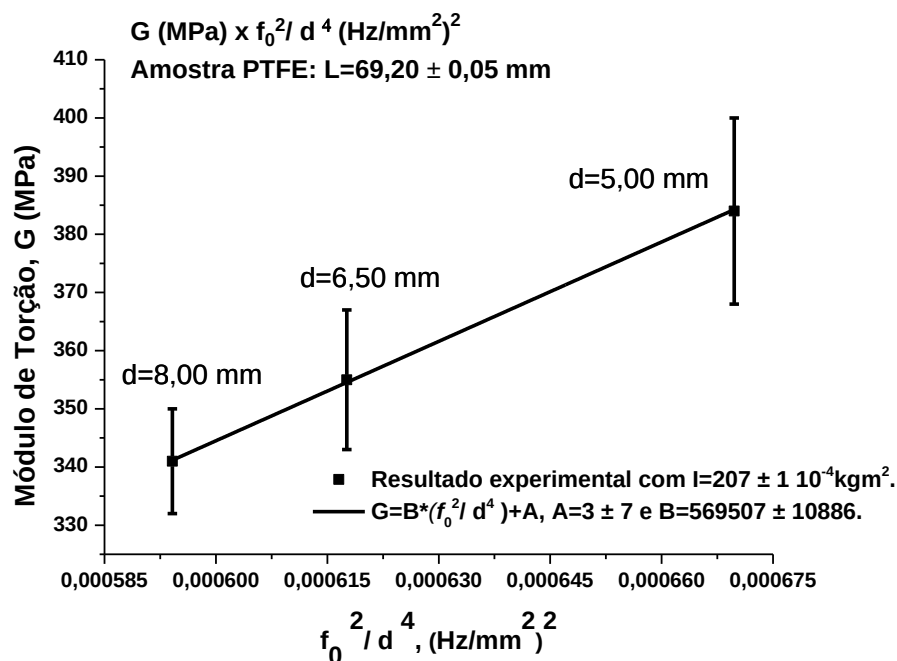
Fonte: Próprio autor

Figura C0.10 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm, $I = (398 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



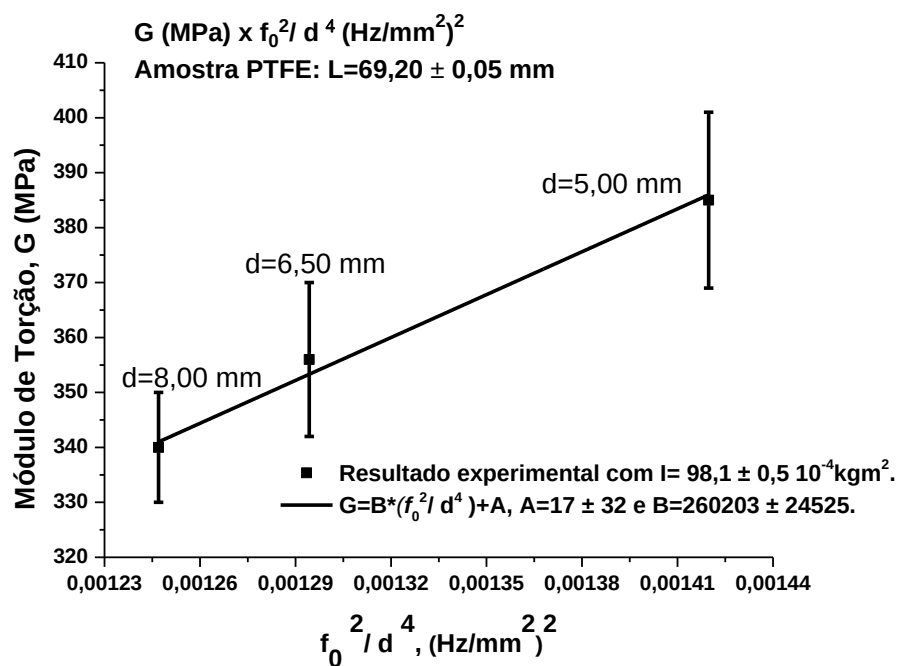
Fonte: Próprio autor

Figura C0.11 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm, $I = (207 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



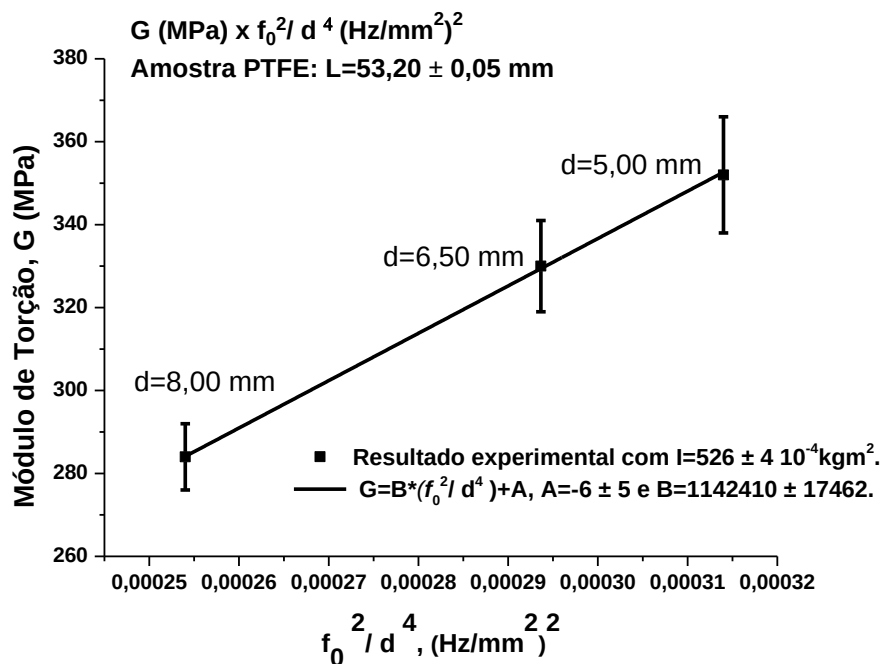
Fonte: Próprio autor

Figura C0.12 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm, $I=(98,1 \pm 0,5) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



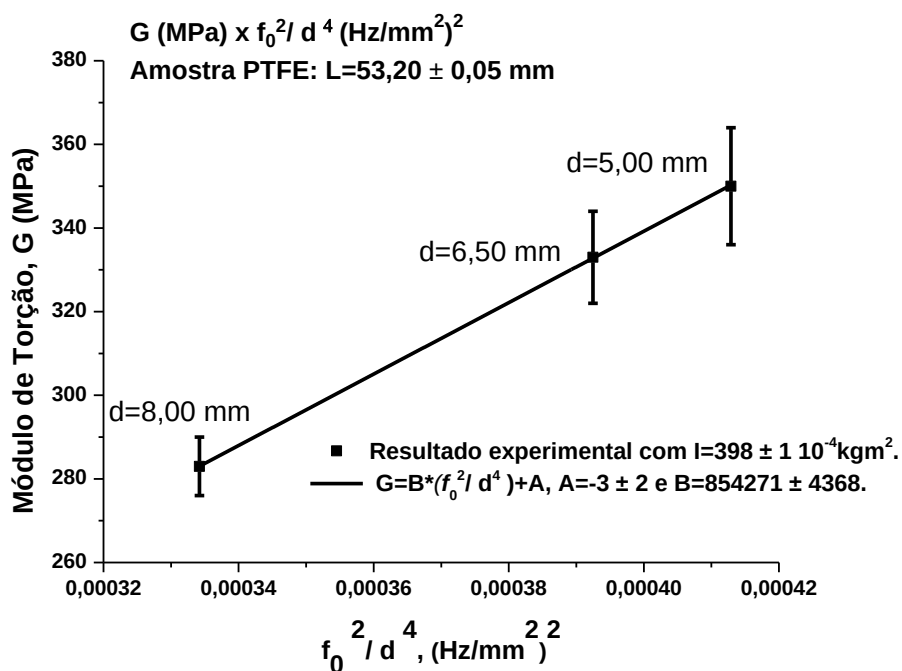
Fonte: Próprio autor

Figura C0.13 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm, $I = (526 \pm 4) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



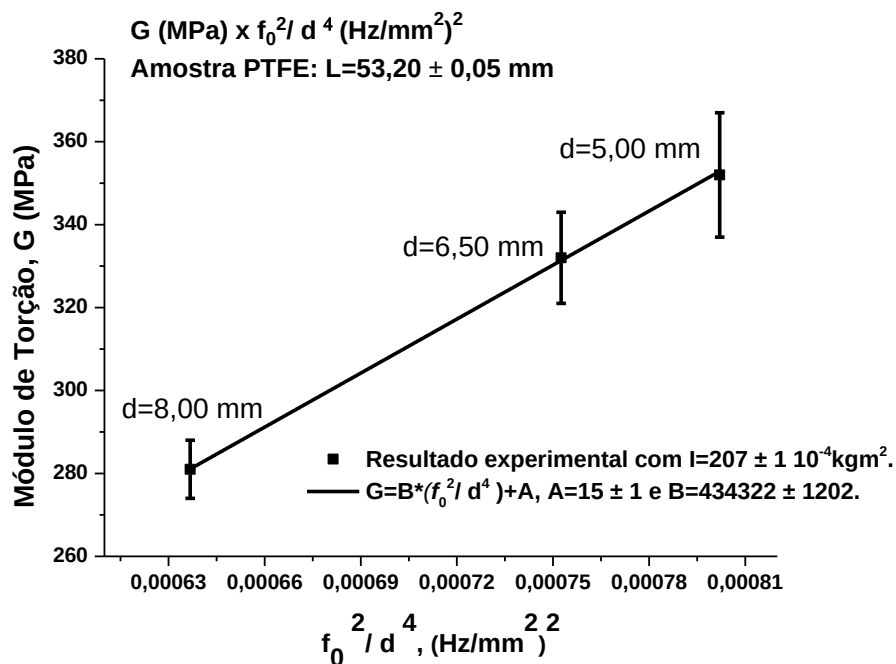
Fonte: Próprio autor

Figura C0.14 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm, $I = (398 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



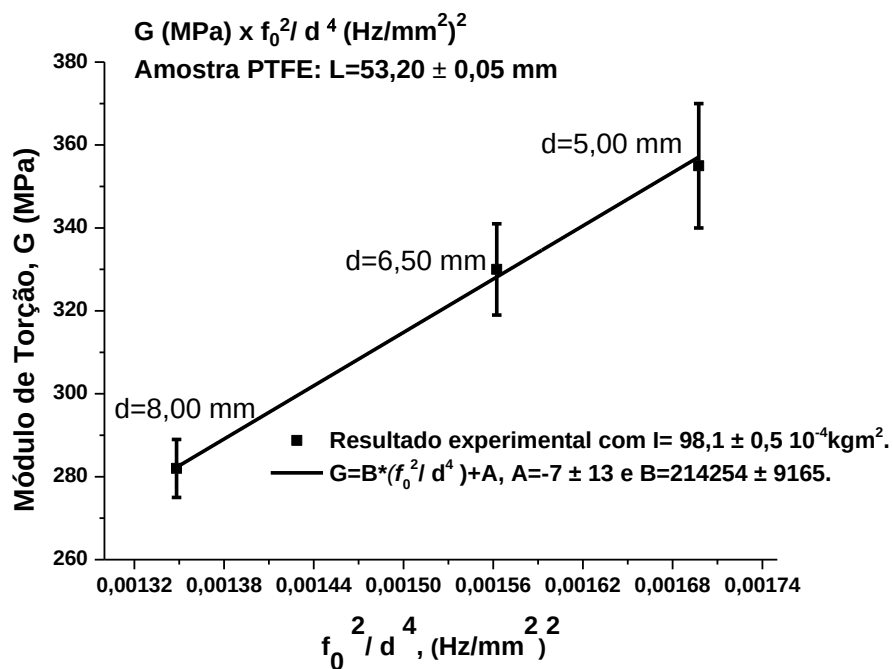
Fonte: Próprio autor

Figura C0.15 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm, $I = (207 \pm 1) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



Fonte: Próprio autor

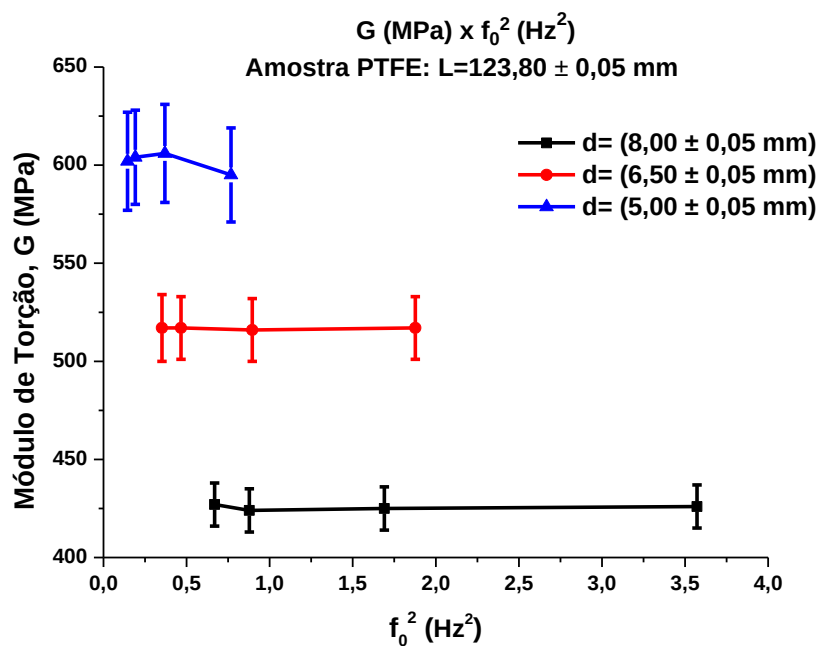
Figura C0.16 - G em função de $(f_0)^2/d^4$, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm, $I=(98,1 \pm 0,5) 10^{-4} \text{kgm}^2$.



Fonte: Próprio autor

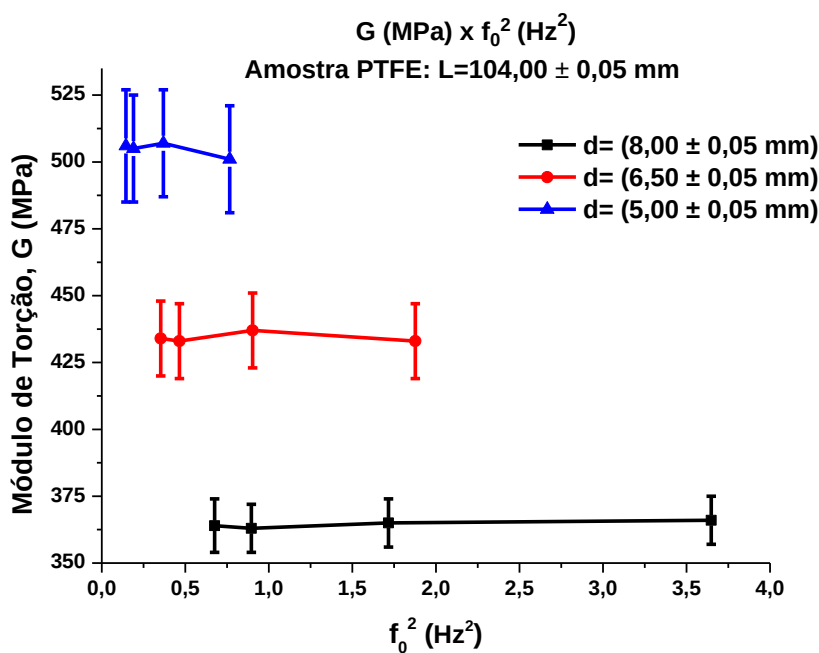
APÊNDICE D - G VERSUS f_0^2

Figura D0.1 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 123,80 \pm 0,05$ mm .



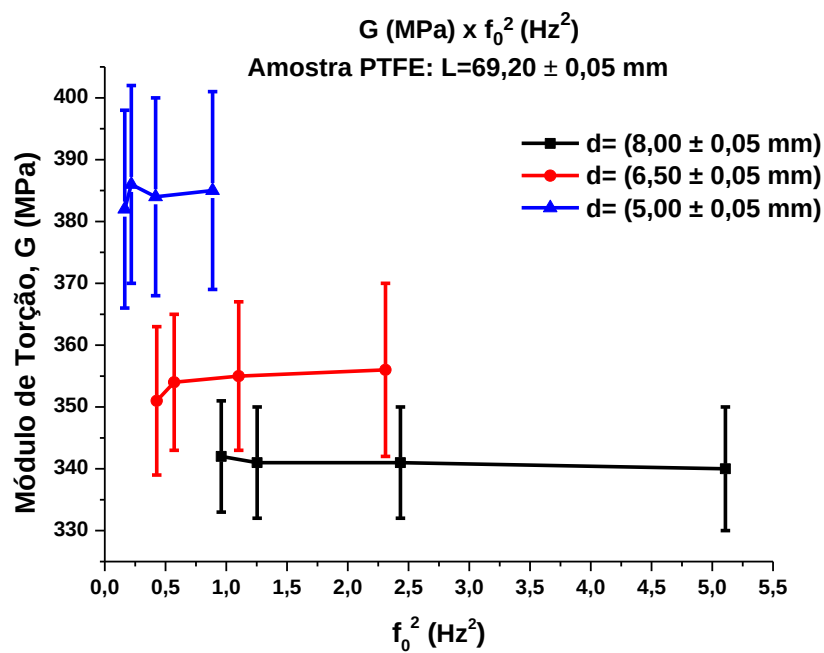
Fonte: Próprio autor

Figura D0.2 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 104,00 \pm 0,05$ mm.



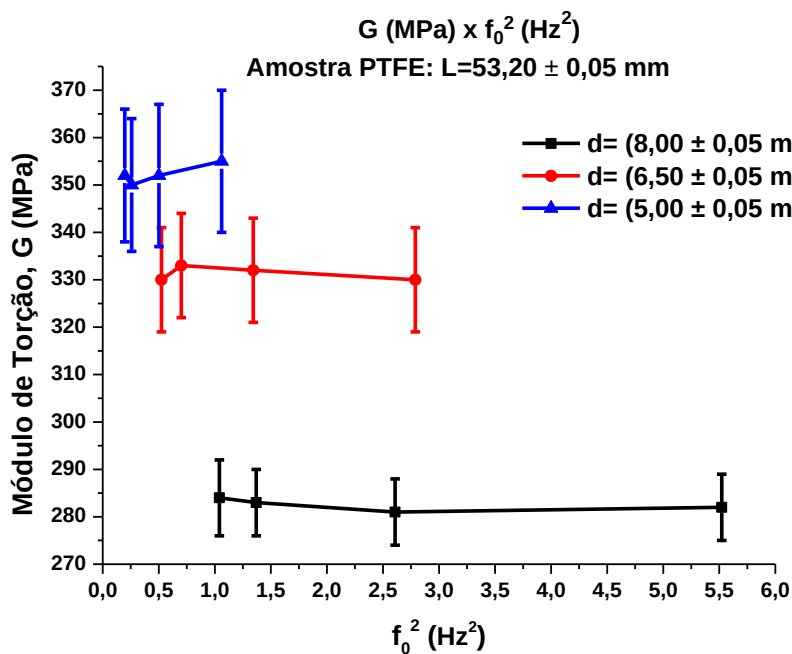
Fonte: Próprio autor

Figura D0.3 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 69,20 \pm 0,05$ mm.



Fonte: Próprio autor

Figura D0.4 - Valores de G em função de $(f_0)^2$ variando d, $L = 53,20 \pm 0,05$ mm.



Fonte: Próprio autor