

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA**

JEFERSON CAMARGO FUKUSHIMA

**Desenvolvimento e caracterização de um
Elastômero Magneto-Reológico para aplicação
em absorvedores de vibração mecânica**

Ilha Solteira
2016

JEFERSON CAMARGO FUKUSHIMA

**Desenvolvimento e caracterização de um
Elastômero Magneto-Reológico para aplicação
em absorvedores de vibração mecânica**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – UNESP como parte dos requisitos para obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica. Área de conhecimento: Mecânica dos Sólidos

Prof. Dr. Amarildo Tabone Paschoalini
Orientador

Ilha Solteira

2016

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

F961d Fukushima, Jeferson Camargo.
Desenvolvimento e caracterização de um elastômero magneto reológico para aplicação em absorvedores de vibração mecânica / Jeferson Camargo Fukushima. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2016
80 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. Área de conhecimento: Mecânica dos Sólidos, 2016

Orientador: Amarildo Tabone Paschoalini
Inclui bibliografia

1. Elastômero magneto reológico. 2. Campo magnético. 3. Borracha de silicone. 4. Partículas ferro carbonila.

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Desenvolvimento e caracterização de um Elastômero Magneto-Reológico para aplicação em absorvedores de vibração mecânica

AUTOR: JEFERSON CAMARGO FUKUSHIMA .

ORIENTADOR: AMARILDO TABONE PASCHOALINI

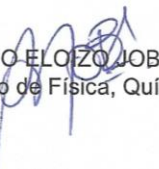
Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em ENGENHARIA MECÂNICA, área: CIÊNCIAS TÉRMICAS pela Comissão Examinadora:



Prof. Dr. AMARILDO TABONE PASCHOALINI
Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Prof. Dr. FABRÍCIO CESAR LOBATÓ DE ALMEIDA
Departamento de Engenharia de Biosistemas / Faculdade de Ciências e Engenharia de Tupã



Prof. Dr. ALDO ELOZO JOB
Departamento de Física, Química e Biologia / Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente

Ilha Solteira, 05 de agosto de 2016

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à toda minha Família, aos meus pais, Sonia e Brasileiro Yoshio Fukushima, à minha irmã Joyce e para Natália Michelan.

AGRADECIMENTOS

- Ao meu orientador, Prof. Dr. Amarildo Tabone Paschoalini, pela amizade, credibilidade, confiança e apoio que me proporcionou tranquilidade tanto nos bons momentos quanto nas dificuldades.

- Ao Prof. Dr. Márcio Antônio Bazani e Prof. Dr. Fabrício César Lobato de Almeida do Departamento de Engenharia Mecânica da UNESP FEIS, pela amizade, pelas discussões científicas e apoio.

- Ao Dr. Felipe Silva Bellucci vinculado ao Ministério de Ciência Tecnologia e Inovação, pela amizade, paciência, pelo suporte científico e pelo auxílio no laboratório.

- Aos doutorandos em Engenharia Mecânica Daniel Henrique de Souza Obata e Alex Pereira Cunha sem o qual não teria sido possível no breve período de tempo a realização da parte experimental deste trabalho.

- A todos os funcionários da UNESP que contribuíram direta ou indiretamente de alguma forma com este trabalho, o meu obrigado.

- À Fundação FEPISA que financiou este trabalho com 24 meses de bolsa.

- À Natalia Michelin pelo companheirismo e auxílio nas horas difíceis.

“Ao vencido, ódio ou compaixão; ao vencedor, as
batatas”

Machado de Assis

RESUMO

O presente trabalho apresenta um estudo de uma classe de materiais chamado de Elastômeros Magneto-Reológicos (MRE – *Magneto-Rheological Elastomers*, da sigla em inglês), com foco principal em sua resposta mecânico-magnética, onde as propriedades das micropartículas de Ferro Carbonila funcionalizaram a borracha de silicone. As amostras foram preparadas a partir da dispersão de partículas de Ferro Carbonila em borracha de silicone, sendo que, a vulcanização do material aconteceu por meio de um catalisador, e foram realizados ensaios do tipo de cisalhamento. Foram realizados ensaios experimentais de cisalhamento em que as amostras foram organizadas na forma de “sanduiche” formado por Latão/MRE/Latão/MRE/Latão e acopladas à máquina de ensaio universal entre ímãs permanentes, no qual se analisou a relação tensão-deformação de várias amostras com concentrações de 18%, 33% e 48% em volume de Ferro Carbonila, com e sem campo magnético. Considerando a caracterização do MRE, são apresentados também resultados utilizando a técnica de Espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier visando construir uma compreensão da relação entre as propriedades das amostras mediante sua concentração e a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura com o objetivo de se observar a caracterização morfológica das partículas dispersas no silicone. Os resultados apontam para a possibilidade de utilização do MRE em sistemas como absorvedores dinâmicos de vibrações sintonizáveis uma vez que os resultados obtidos apresentam até 50% de variação da rigidez entre o sistema com e sem campo magnético.

Palavras-chave: Elastômero magneto-reológico. Campo magnético. Borracha de silicone. Partículas ferro carbonila.

ABSTRACT

This dissertation presents a study of a class of materials called Magneto-Rheological Elastomers (MRE) with main focus on its mechanical and magnetic response, where the properties of the iron carbonyl micro particles functionalize rubber silicone. Samples were prepared from the dispersion of iron carbonyl particles in silicone rubber, and that vulcanization of the material took place by means of a catalyst, and the type of shear tests were performed. We carried out experimental shear tests in which the samples were arranged in the form of "sandwich" formed by Brass / MRE / Brass / MRE / brass and attached to the universal test machine between permanent magnets, which examined the relationship tension strain samples with different concentrations of 18%, 33% and 48% by volume iron carbonyl with and without magnetic field. Considering the characterization of the MRE, they are also displayed results using the Infrared Spectroscopy technique of Fourier Transform aimed at building an understanding of the relationship between the properties of the samples by concentration and scanning electron microscopy technique in order to observe the characterization morphological particles dispersed in the silicone. The results point to the possibility of use of the MRE system as Dynamic Vibration Absorbers tunable since the results obtained are within 50% variation of the stiffness of the system with and without magnetic field.

Keywords: Magneto-rheological elastomer. , Magnetic field. Silicone rubber. Iron carbonyl particles.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Acoplamento placa de aço e elastômero magneto-reológico	15
Figura 2	– Representação das camadas a serem analisadas.	19
Figura 3	– Representação da ação de varredura na superfície, interface e volume.....	20
Figura 4	– Fluxograma do processo de fabricação do silicone.....	21
Figura 5	– Cadeia polimérica do silicone.....	22
Figura 6	– Estrutura do ferro pentacarbonil	24
Figura 7	– Partículas ferromagnéticas submetidas a um campo magnético.....	26
Figura 8	– Representação de um fluido MR: (a) Com e (b) sem campo magnético.....	28
Figura 9	– Micrografia SEM (200x) em amostra de MRE com 21 phr de partículas (a seta indica o sentido do campo magnético b_0 durante a cura).....	31
Figura 10	– Gabaritos confeccionados em alumínio e preenchidos com a mistura de silicone e ferro carbonila.....	33
Figura 11	– Câmara de vácuo com as amostras de MRE em seu interior.	34
Figura 12	– Distribuição do campo magnético no dispositivo de ensaio de cisalhamento com barras de aço.....	35
Figura 13	– Distribuição do campo magnético no dispositivo de ensaio de cisalhamento com barras de latão.....	35
Figura 14	– Desenho do dispositivo de ensaio onde a amostra MRE será colada.....	36
Figura 15	– Dispositivo de ensaio de cisalhamento confeccionado com barras de latão e amostras de MRE.....	37
Figura 16	– Dispositivo experimental com eletroímã encontrado na literatura.	38
Figura 17	– Dispositivo experimental com eletroímã confeccionado para o ensaio.....	38
Figura 18	– Desenho do dispositivo experimental com imã permanente, (a) Vista superior do desenho, (b) Vista lateral e (c) Vista lateral superior.	39
Figura 19	– Dispositivo experimental confeccionado com imãs permanentes.....	40
Figura 20	– Gaussímetro medindo o campo magnético entro os imãs.....	40
Figura 21	– Esquema do dispositivo de ensaio de cisalhamento na amostra de MRE.	41
Figura 22	– Representação esquemática da deformação de cisalhamento.	43
Figura 23	– Ensaio de cisalhamento na amostra de MRE com campo magnético.....	43
Figura 24	– Comparação entre os dispositivos de ensaio de cisalhamento com hastes de latão e com tubo quadrado de alumínio: a) vista frontal, b) vista lateral, c) vista frontal com corte e d) vista lateral com corte.	45
Figura 25	– Fotografia: (a) Amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48 (b) Amostras já recobertas de ouro no aparato do MEV.	47
Figura 26	– Amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48 compactadas com KBr.	48
Figura 27	– Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Silicone	49

Figura 28 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Ferro Carbonila.....	50
Figura 29 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Silicone com Ferro Carbonila.....	50
Figura 30 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Silicone com Ferro Carbonila.....	51
Figura 31 – Micrografia da superfície da amostra de borracha natural vulcanizada com partículas de ferro carbonila.	52
Figura 32 – Micrografia da amostra de MRE SiFe18.....	53
Figura 33 – Micrografia da amostra de MRE SiFe33.....	53
Figura 34 – Micrografia da amostra de MRE SiFe48.....	54
Figura 35 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe18 / DHL).....	56
Figura 36 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe33 / DHL).....	57
Figura 37 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe48 / DHL).....	58
Figura 38 – Gráfico demonstrativo da porcentagem de ganho em relação a alguns pontos de deslocamento.....	59
Figura 39 – Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação (MRE SiFe18 / DHL).....	60
Figura 40 – Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação (MRE SiFe33 / DHL).....	61
Figura 41 – Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação (MRE SiFe48 / DHL).....	62
Figura 42 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe18 / DTA).....	63
Figura 43 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe33 / DTA).....	64
Figura 44 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe48 / DTA).....	65
Figura 45 – Micrografia da superfície da amostra MRE orientada.....	66
Figura 46 – Curvas Força x Deslocamento da amostra MRE orientada SiFe33.....	67
Figura 47 – Esquema do aparato experimental para análise de vibrações.	68
Figura 48 – Montagem experimental, mostrando sistema de aquisição, gerador de sinal, amplificador e shaker.....	69
Figura 49 – Aparato experimental para análise dinâmica do MRE.....	69
Figura 50 – Resultados na faixa de 0 a 800 Hz para amplitudes de 1,0 mm.	70
Figura 51 – Resultados na faixa de 0 a 800 Hz para amplitudes de 2,0 mm.	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Distribuição de metilclosilanos após reação entre silício metálico e cloreto de metila	22
Tabela 2 – Principais substâncias que compõe a matriz dos silicones.....	23
Tabela 3 – Lista de materiais inteligentes.....	29
Tabela 4 – Concentração de Ferro Carbonila no Silicone	33
Tabela 5 – Bandas de infravermelho característicos de compostos de silício	51

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

- FTIR – Espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier
- HTV – Vulcanizável a quente
- LSR – Borracha de silicone líquida
- MARE – Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética
- MCK – Neutralizador Dinâmico de Vibração do Tipo Massa-Mola-Amortecedor
- MK – Neutralizador Dinâmico de Vibração do Tipo Massa-Mola
- MRE – Elastômero Magneto-Reológico
- RTV – Vulcanizável a frio
- SE – Elétrons Secundários
- VE – Visco Elástico
- PHR – Partes por Cem Partes de Resina (*parts per hundred of resin*)
- DHL – Dispositivo de ensaio de cisalhamento com hastes de latão
- DTA – Dispositivo de ensaio de cisalhamento com tubo quadrado de alumínio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1	ASPECTOS RELEVANTES PARA A CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS	18
2.2	PROPRIEDADES DO SILICONE	21
2.3	PROPRIEDADES DO FERRO CARBONILA.....	24
2.4	PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DE NANO E MICROPARTÍCULAS.....	25
2.5	AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES MECÂNICAS.....	26
2.6	AMORTECEDORES BASEADOS EM FLUIDO MAGNETO-REOLÓGICO..	27
2.7	MATERIAIS INTELIGENTES	28
2.8	ELASTÔMEROS MAGNETO-REOLÓGICOS (MRE).....	29
3	MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE MRE	32
3.2	DISPOSITIVO GERADOR DE CAMPO MAGNÉTICO	37
3.3	ENSAIO DE CISALHAMENTO	41
3.4	ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER	46
3.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	47
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
4.1	ENSAIO DE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO	48
4.2	ANÁLISES COM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	52
4.3	ENSAIOS DE CISALHAMENTO.....	55
4.3.1	Dispositivo com hastes de latão (DHL)	55
4.3.2	Dispositivo com tubo de alumínio (DTA)	62
4.4	ENSAIOS EXPLORATÓRIOS	66
4.4.1	Silicone com ferro carbonila orientado	66
4.4.2	Análise dinâmica	67
5	CONCLUSÃO	72
6	TRABALHOS FUTUROS	73
	REFERÊNCIAS	74

1 INTRODUÇÃO

Dentre os aspectos inspiradores da humanidade, devemos destacar o comportamento adaptativo que fornece a capacidade de auto regulação dos sistemas naturais. A tecnologia humana estará sempre relacionada com diferentes materiais e é possível reconhecer as eras definidas por alguma invenção ou utilização de materiais. Recentemente, os materiais inteligentes podem ser identificados como o estímulo de uma nova era, utilizando basicamente grandezas mecânicas e não mecânicas em sua característica e comportamento.

Ao atuar com sistemas mecânicos podemos ter forças cujo espectro apresenta valores significativos em determinada faixa de frequência e, nesta região de excitação, observam-se as frequências naturais (tendência de um sistema a oscilar em máxima amplitude em certas frequências) do sistema. Este pode responder com vibrações excessivas, ocasionando a falha do mesmo.

A técnica proposta para reduzir essas vibrações a níveis aceitáveis, segundo Espíndola (1987), é fixar um ou mais sistemas secundários ao sistema vibrante (também conhecido como sistema principal, sistema primário ou estrutura). Aos sistemas secundários dá-se o nome de absorvedores de vibrações. Estes são fixados ao sistema principal com o propósito de reduzir ou controlar as vibrações aplicando forças de reação e/ou dissipação da energia vibratória.

A primeira aplicação de dispositivos para suprimir vibrações foi desenvolvida por (FRAHM, 1911). Durante anos, vários tipos de neutralizadores e modelos matemáticos foram desenvolvidos para prever o seu comportamento, sendo que os neutralizadores de vibração são dispositivos projetados e acoplados à uma estrutura, para que este vibre em lugar da estrutura.

Foram estudados primeiramente por Osmondroyd e Den Hartog (1928) e apresentado por vários autores, tais como Harris e Crede (1976), Hunt (1979), Snowdon (1968), um neutralizador dinâmico com um grau de liberdade aplicado a um sistema primário também com um grau de liberdade. Nesta análise considerou-se o sistema primário sem amortecimento e o neutralizador com e sem amortecimento viscoso. O propósito foi encontrar os parâmetros ótimos do sistema secundário (massa, rigidez e amortecimento viscoso) para minimizar a vibração no sistema primário.

Trabalhando em uma banda estreita (faixa estreita ao redor da frequência natural do sistema primário), pode-se demonstrar que a vibração do sistema principal tende para zero quando a frequência natural do neutralizador coincide com aquela do sistema primário (DEN HARTOG, 1956). Esta escolha para a frequência do neutralizador, conhecida como de sintonização, altera a resposta do sistema composto (sistema primário e neutralizador), introduzindo duas frequências naturais novas ao redor da frequência natural do sistema primário. Este tipo de neutralizador, que pode ser denominado MK (Neutralizador Dinâmico de Vibração do Tipo Massa-Mola), possui apenas elementos que armazenam energia inercial e elástica, não existindo nenhum elemento que dissipe energia.

Dois dificuldades são encontradas através desta solução: a vibração no neutralizador será extremamente elevada, produzindo a possível ruptura do mesmo (por fadiga); grandes amplitudes de vibrações podem ser encontradas no sistema primário se a frequência de excitação variar, podendo coincidir com uma das frequências naturais do sistema composto (ressonância). Na prática, procura-se introduzir amortecimento no neutralizador para evitar esses inconvenientes. (DEN HARTOG, 1956)

Pelo exposto no parágrafo anterior, uma alternativa é trabalhar em banda larga (faixa de frequência ampla) com modelos de neutralizadores não só contendo elementos de massa e de mola, mas também amortecimento. Quando o modelo é viscoso, o neutralizador é conhecido como MCK (Neutralizador Dinâmico de Vibração do Tipo Massa-Mola-Amortecedor).

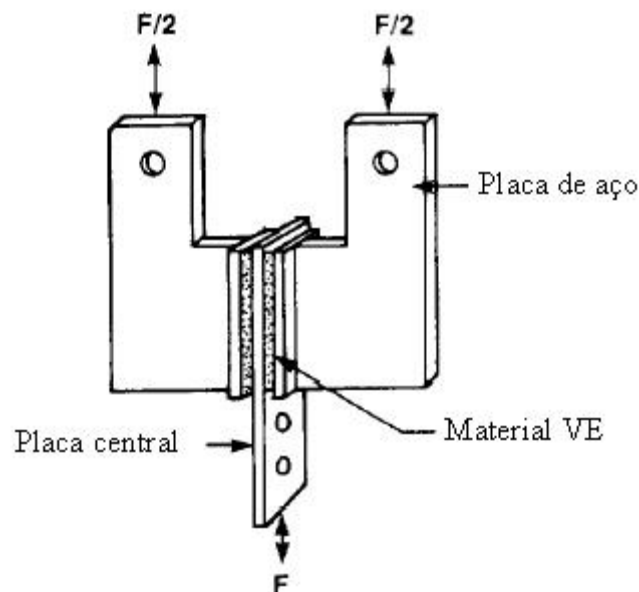
Existem diferentes formas de reduzir a transmissão de energia de um corpo para outro. Uma das mais utilizadas é a conexão da fonte vibrante com a estrutura que se quer isolar por um material que absorva energia. Materiais elastoméricos, em sua maioria, cumprem bem esta função (SNOWDON, 1968).

O conhecimento do perfil de absorção de vibração do material que será utilizado é de fundamental importância para o sucesso no isolamento de vibrações. O poder de absorção de energia dos materiais elastoméricos é relacionado com a função da frequência da excitação. Sendo assim, especial atenção deve-se ter no projeto deste tipo de sistema de isolamento, nas frequências naturais e no material a ser utilizado. É através da avaliação das propriedades dinâmicas de um elastômero que a propriedade de absorção de vibração será caracterizada.

A princípio, existem vários estudos com materiais visco-elásticos que relatam características entre a parte elástica e viscosa quando submetidos à deformação, ou seja, eles retornarão às suas formas originais após um ciclo de deformação, mas com uma certa quantidade de energia perdida sob a forma de calor. Estes materiais têm sido utilizados para fabricar dispositivos denominados amortecedores visco-elásticos, que visam reduzir as amplitudes de deslocamento e aceleração que ocorrem em estruturas devido às forças resultantes.

Estes dispositivos de dissipação de energia são utilizados para aumentar o amortecimento do sistema estrutural. Basicamente, um amortecedor visco-elástico consiste de duas camadas deste material com espessuras constantes confinadas por três placas de aço, conforme mostra a **Figura 1**.

Figura 1 – Acoplamento placa de aço e elastômero magneto-reológico



Fonte: Varga (2006).

Uma classe de materiais ativos leves, os elastômeros magneto-reológicos (*Magneto-Rheological Elastomers* - MRE) são utilizados em diversas aplicações devido as suas propriedades mecânicas controláveis. Elastômeros MRE consistem em compostos de partículas magnéticas de ferro de tamanho geralmente micrométrico e uma matriz polimérica como a borracha de silicone, borracha natural, ou poliuretano (ZAJAC, 2010; WU, 2010). Em virtude do seu forte acoplamento magneto-mecânico, o MRE pode alterar significativamente a sua rigidez quando exposto a um campo magnético externo. Tal característica tem encontrado

aplicações para MREs em absorvedores de vibração variável (HOANG, 2011), em sistemas de isolamento de ruído (FARSHAD, 2004) e sensores (TIAN, 2011). Além da rigidez ajustável, um campo magnético também pode resultar em deformação rápida e reversível no material (DANAS, 2012).

Sujeitos a um campo magnético, o módulo de elasticidade e o módulo de cisalhamento dos MREs aumentam. Este fenômeno de enrijecimento induzido pelo campo é muitas vezes referido como o efeito magneto-reológico. Algumas experiências foram realizadas para estudar o efeito magneto-reológico em elastômeros (ZHOU, 2003; VARGA, 2006). As experiências mostraram também que a variação de rigidez também depende da amplitude e da frequência da tensão de deformação (STEPANOV, 2007) e da fração de volume das partículas (NIKITIN, 2006).

A síntese e caracterização de nanopartículas magnéticas são um dos assuntos atualmente pesquisados. A descoberta de novos meios de aplicação em diferentes áreas tecnológicas como nanopartículas magnéticas contidas em um fluido carreador¹ (ferrofluidos) ou incorporadas em lipossomos² (magnetolipossomos) são exemplos da utilização de um campo magnético externo na área biológica (KLOTZ, 1999). Em aplicações biomédicas os sistemas magnéticos superam a atividade de carreadores de drogas, sendo usados como agentes de contraste na ressonância magnética nuclear (BRUCE, 2004).

Neste trabalho vamos apresentar um estudo sobre o acoplamento entre os campos mecânico e magnético, explorando a principal característica dos Elastômeros Magneto-Reológicos, ou seja, uma mudança no campo magnético causa uma mudança no comportamento mecânico (OLABI, 2008). Utilizou-se um aparato experimental desenvolvido para realizar o ensaio dinâmico e estático do absorvedor a base de borracha de silicone com partículas ferromagnéticas de ferro carbonila. Outros parâmetros também foram observados, como o tempo de cura, influência da indução de campo magnético na cura do material e orientação do campo magnético.

Podemos afirmar que o presente estudo fornecerá novos conhecimentos práticos sobre o potencial de utilização de elastômeros magnetos-reológicos em isolamento de ruído e controle de vibração, incluindo suas vantagens em comparação com os absorvedores de vibração tradicionais.

¹ Solvente ou qualquer substância que leva outra de menor quantidade.

² Similares a vesículas usadas como carreadores.

São inúmeras as vantagens de se ter um absorvedor dinâmico modulável como, por exemplo, conseguir manter a estabilidade mesmo com a variação da massa de desbalanceamento, também apresenta a grande vantagem de atuar em uma faixa de frequências, e não apenas em uma única frequência. São por isto, muito eficazes tanto em aplicações onde a excitação é bem definida e constante (oriunda de uma máquina, por exemplo) como naquelas em que a excitação é variável e imprevisível, como no caso de vento ou da movimentação do público em um estádio. Dentro desta proposta podemos imaginar inúmeros casos, na área automobilística, aeronáutica, aeroespacial e muitas outras.

O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento do processo de confecção de um Elastômero Magneto-Reológico a base de borracha de silicone e partículas de ferro carbonila para aplicações em absorvedores de vibração mecânica. Em paralelo ao processo confecção será efetuada a caracterização das propriedades mecânicas do elastômero desenvolvido realizando ensaios de cisalhamento para verificar a alteração de rigidez com a aplicação de campo magnético. Amostras do elastômero serão analisadas utilizando a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura e a técnica de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesse capítulo será apresentada uma revisão da literatura exibindo aspectos relevantes para a caracterização de materiais e propriedades dos materiais e métodos envolvidos no estudo.

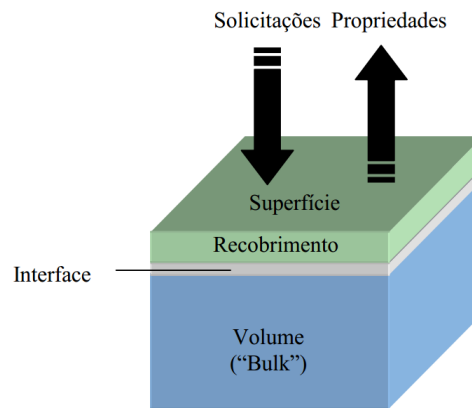
2.1 ASPECTOS RELEVANTES PARA A CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

O crescente interesse pela área de análise e caracterização de materiais devido à necessidade de seleção adequada do material, baseado no desempenho do sistema em estudo, tem causado uma grande busca na comunidade científica ou no setor industrial. Dependendo das solicitações a que este material ou sistema será submetido, a caracterização poderá abranger a avaliação de propriedades mecânicas, elétricas, bioatividade, imunogenicidade, eletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas, térmicas e até mesmos a combinação destas propriedades. Esta caracterização de propriedades visa principalmente estimar o desempenho no período de “vida útil” do material, minimizando a possibilidade de degradação e falhas indesejáveis durante a utilização do produto.

Existem várias definições para caracterização na literatura, dependendo basicamente do enfoque adotado. Sob a óptica da Engenharia e Ciências de Materiais a caracterização descreve os aspectos de composição e estrutura (incluindo defeitos) dos materiais, dentro de um contexto de relevância para um processo, produto ou propriedade em particular (MANSUR, 2009).

Assumindo-se que os sistemas são compostos de materiais, em que muitas vezes recobrimentos e filmes, o processo de caracterização pode-se tornar extenso e complexo. Por clareza e abordagem didática, divide-se o material sob análise em quatro grupos: superfície, recobrimento (ou filme), interface e volume (“bulk”). A ilustração da **Figura 2** mostra o sistema detalhado com os quatro grupos a serem caracterizadas.

Figura 2 – Representação das camadas a serem analisadas.



Fonte: Mansur (2009).

No procedimento de caracterização de materiais, definimos os seguintes aspectos importantes, a serem avaliados:

- Composição química;
- Tamanho, forma e distribuição;
- Fases e estruturas (cristalino, amorfo, etc.);
- Microestrutura;
- Superfícies, interfaces e recobrimentos.

Existem diversos conceitos de superfície e interface apresentados na literatura, mas a maioria deles converge para o proposto por Hudson (1992): “Uma superfície ou interface existe em um sistema em qualquer caso que houver uma mudança abrupta nas propriedades do sistema com a distância” (MANSUR, 2009).

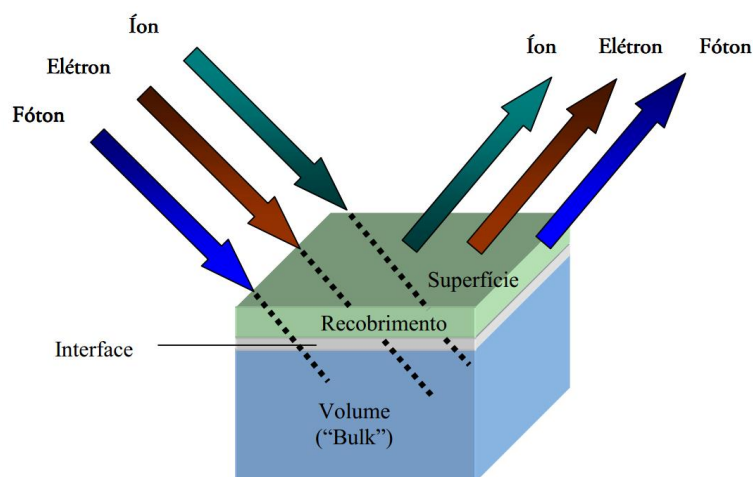
Uma vez que estamos avaliando uma propriedade do sistema, quando houver uma descontinuidade na medida desta propriedade, em uma interface ou também denominada fronteira deste sistema. Como exemplos de propriedades de um sistema:

- Térmica
- Estrutura Cristalina;
- Orientação Cristalina;
- Composição Química;
- Ferromagnética;
- Porosidade.

Cabe ressaltar que, neste conceito, existem diferentes níveis ou graus de descontinuidades. Um caso de mudança abrupta extrema seria a presença de um sólido cristalino em contato com vapor à baixa temperatura, conforme ilustrado na **Figura 3**. Neste caso, a superfície de um material enquadra-se em um caso particular de fronteira, em que existe uma interface sólido-gás.

No desenvolvimento de biomateriais devemos estar atentos às diversas solicitações dos sistemas vivos. Esses biomateriais estarão em contato direto, seja através de funções estruturais de sustentação, seja através de respostas complexas bioquímicas e físico-químicas, tais como resposta imunológica, trombogenicidade, adsorção de macromoléculas, resposta inflamatória, histocompatibilidade³, osteocondução⁴, dentre outras.

Figura 3 – Representação da ação de varredura na superfície, interface e volume



Fonte: Mansur (2009).

As técnicas de caracterização de materiais são divididas em três grandes grupos: Microscopia, Espectroscopia e Análises Complementares. Atualmente, diversas técnicas utilizadas nas pesquisas acadêmicas e nas indústrias são os resultados da combinação de duas ou mais das técnicas.

³ Estado de semelhança ou identidade genética entre dois indivíduos, que possibilita ou não o transplante de tecido.

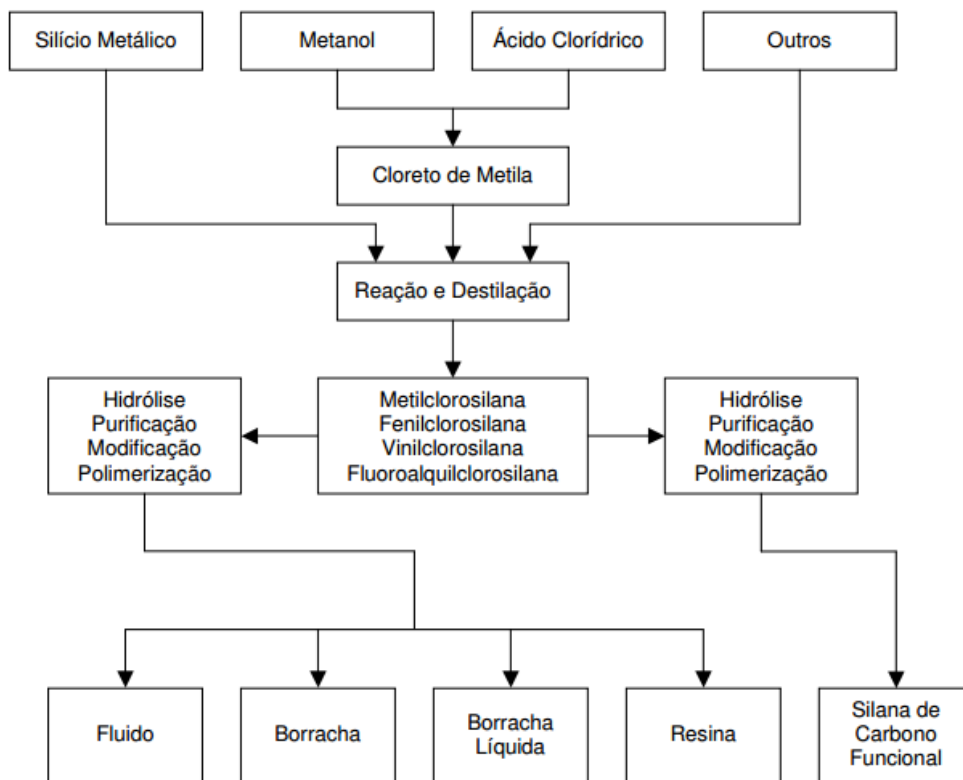
⁴ É a propriedade de produção de novo osso por proliferação.

2.2 PROPRIEDADES DO SILICONE

Frederick Stanley Kipping é considerado o pioneiro dos estudos das propriedades do silicone. Em 1823, conseguiu isolar o metal silício e juntamente com Wohler conseguiram sintetizar os primeiros clorosilanos⁵. Em meados dos anos de 1940, Dr. Eugene G. Rochow, da “General Electric Chemistry” tendo descoberto em 1940 o processo direto para a produção dos metilclorosilanos, processo que envolve a reação do cloreto de metilo com silício, na presença de um catalisador ácido com a descoberta deste processo, tornou possível a atual indústria de silicone (MORTON, 1989)

A matéria prima básica para a indústria do silicone é a sílica, um abundante recurso natural que ocorre na forma de areia, a sílica é reduzida ao silício fundamental em um processo de fundição, a reação direta entre o silício metálico e o cloreto de metila mostrado na **Figura 4**. Em um reator produz uma complexa mistura de metilclorosilanos com a distribuição de produtos mostrados na Tabela 1.

Figura 4 – Fluxograma do processo de fabricação do silicone.



Fonte: Shreve (1980).

⁵ Composto de cloro e silício

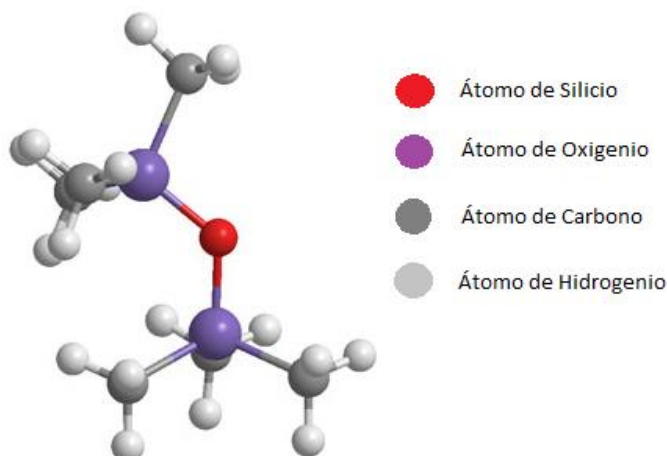
Tabela 1 – Distribuição de metilclorosilanos após reação entre silício metálico e cloreto de metila

$Si + 2 CH_3Cl$	Metilclorosilanos
$(CH_3)_2SiCl_2$	79-90%
CH_3SiCl_3	3-15%
$(CH_3)_3SiCl$	3%
CH_3HSiCl_2	1-3%
$(CH_3)_2HSiCl$	0,5%
$(CH_3)_4Si$	0,1%
Policlorosilanos	1-6%

Fonte: Shreve (1980).

A característica principal dos polímeros de silicone é a cadeia polimérica de átomos de silício e oxigênio em que os átomos de silicone transportam dois radicais orgânicos, preferencialmente radicais metilo, representada na **Figura 5**. As propriedades especiais da borracha de silicone estão relacionadas com a presença de pequenas quantidades de radicais vinilo, fenilo ou fluoroalquilo.

Figura 5 – Cadeia polimérica do silicone.



Fonte: Mittal (2010).

Os vulcanizados de borracha silicone distinguem-se pela sua excepcional resistência ao calor, pela sua estabilidade a baixa temperatura, pela sua flexibilidade a baixa temperatura, pela sua excelente resistência ao oxigênio, ozono e radiação ultravioleta, pelas suas propriedades de bom isolante elétrico e pela sua compatibilidade com o ambiente. (BERGHUS, 1993).

Há três tipos de borracha de silicone, a vulcanizável a quente ou HTV (“high temperature vulcanizing”), vulcanizável a frio ou RTV (“room temperature vulcanizing”) e a borracha de silicone líquida ou LSR (“liquid silicone rubber”). As borrachas de silicone são normalmente vulcanizadas por calor na presença de peróxidos orgânicos tais como o peróxido de bis (2,4 diclorobenzoílo), peróxido de dibenzoílo, peróxido de dicumilo e o peróxido de 2,5 (tert. butilperoxi) 2,5 dimetilhexano, a temperaturas de vulcanização superiores a 100°C, entre 110 e 130°C, entre 165 e 190°C e entre 170 e 190°C, respectivamente. Devemos procurar utilizar o tipo e quantidade de peróxido mais adequado ao método de vulcanização usada e a temperatura escolhida para a realização da mesma (BERGHUS, 1993). Na Tabela 2 podemos ver as principais substâncias que compõem o silicone.

Tabela 2 – Principais substâncias que compõem a matriz dos silicones

BLOCO "A"	BLOCO "B"	Método Sintético	temperatura °C
carbonato α metil estireno - bisfenol A	dimetilsiloxano	dihidro condensação SiOH - terminado A-B-A	-
carbonato fluoreno 9.9-bis(4-hidroxifenil)	dimetil siloxano	fosgeração e condensação de oligomero	25-55
carbonato tetrabromo bisfenol A	dimetilsiloxano	fosgeração e condensação de oligomero	25-55
carbonato 2,2,4,4- tetrametil-1,3-ciclobutileno	dimetilsiloxano	condensação de oligomero via reações de silaminas	130
isofталato bisfenol A	dimetil siloxano	condensação de oligomero via reações de silaminas	130-150
isofталato bisfenol A	fenilmetilsiloxano	condensação de oligomero	100-220
terafталato bisfenol A	dimetilsiloxano	condensação de oligomero via reações de silaminas	180
terafталato bisfenol A	fenilmetilsiloxano	condensação de oligomero	100-220
hexametileno terafталato	dimetilsiloxano	condensação de oligomero via reações de silaminas	120
Y-benzil L-glutamato	dimetilsiloxano	condensação de oligomero via reações de silaminas	120
Nylon 6	dimetilsiloxano	NaH	120
Uretano	dimetilsiloxano	condensação de oligomero	50
Urea	dimetilsiloxano	condensação de oligomero	75
Urea	aluminosiloxano	condensação de oligomero	65
Imida	dimetilsiloxano	-	-

Fonte: Berghus (1993).

Segundo a norma DIN 53501, definimos borracha (matéria-prima), elastômero (borracha) e vulcanização de acordo com o produto final. Onde as borrachas são polímeros não reticulados, mas vulcanizáveis e que são elásticos a temperatura ambiente, e dentro de temperaturas adjacentes, sendo matéria prima para a fabricação de elastômeros.

Um elastômero é um polímero que apresenta propriedades elásticas, obtidas depois da reticulação. Ele suporta grandes deformações antes da ruptura. O termo borracha é um sinônimo usual de elastômero. A maioria dos elastômeros são polímeros orgânicos, porém os de base de silicone se distinguem por sua natureza mineral. Ao adicionar partículas ferromagnéticas na base do elastômero algumas propriedades ou características principais do material resultante devem ser observadas, dentre elas a resiliência, densidade e elasticidade (BERGHUS, 1993).

2.3 PROPRIEDADES DO FERRO CARBONILA

Ferro Carbonila é um composto de ferro de alta pureza (97,5% para a classe S, 99,5% para o grau + R), preparado pela decomposição química do purificada pentacarbonil ferro, **Figura 6**. Geralmente, tem a aparência de pó cinzento, composto de micropartículas esféricas. A maioria das impurezas são carbono, oxigênio e azoto (BASF, 2016).

Figura 6 – Estrutura do ferro pentacarbonil



Fonte: Mittal (2010).

A BASF desenvolveu o Ferro Carbonila em 1925 e em 1934 a BASF iniciou o desenvolvimento das primeiras fitas magnéticas. O Ferro Carbonila tornou-se o primeiro óxido de gravação magnética (embora rapidamente substituído em 1936 por óxido de ferro).

Na eletrônica, o Ferro Carbonila é usado para a fabricação de núcleos magnéticos para bobinas de alta frequência e na produção de alguns ferrites. As partículas esféricas de Ferro Carbonila são utilizadas na indústria militar como componente de absorção de radar, na metalurgia do pó, em peças moldadas por injeção de metal e em vários produtos especiais.

Os núcleos de Ferro Carbonila tem uma elevada estabilidade de parâmetros em toda uma vasta gama de temperaturas e níveis de fluxo magnético, com excelentes fatores entre 50 kHz e 200 MHz. Uma aplicação popular é em indutores de banda larga, especialmente em aplicações de alta potência.

As partículas de Ferro Carbonila (20-40%) em suspensão num fluido transportador (60-80%) são utilizadas como um fluido magneto-reológico.

2.4 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DE NANO E MICROPARTÍCULAS

Quanto às propriedades magnéticas os materiais são classificados em ferromagnéticos, paramagnéticos e diamagnéticos, onde os ferromagnéticos apresentam características bem diferentes das características das demais citados, esses materiais se imantam fortemente se colocados na presença de um campo magnético, são muito utilizados quando se deseja obter altas intensidades de campo magnético, os materiais diamagnéticos quando colocados na presença de um campo magnético tem seus ímãs elementares orientados no sentido contrário ao sentido do campo magnético aplicado e os materiais paramagnéticos são os que possuem elétrons desemparelhados e que, são fracamente atraídos pelos ímãs (FERRI, 2010).

O magnetismo é a propriedade dos átomos que tem origem em sua estrutura atômica. É resultado da combinação do momento angular orbital e do momento angular de spin do elétron. A forma como ocorre a combinação entre esses momentos angulares determina como o material irá se comportar na presença de outro campo magnético. É de acordo com esse comportamento que as propriedades

magnéticas dos materiais são definidas. As propriedades magnéticas de um material são devidas inteiramente aos elétrons dos átomos, que tem um momento magnético em virtude de seus movimentos. A magnetização de um material é o momento magnético resultante por unidade de volume.

Substâncias ferromagnéticas tem momento de dipolo magnético que tendem a se alinhar paralelamente uns aos outros, mesmo na presença de um campo magnético externo fraco. Uma vez alinhados os momentos, a substância permanecerá magnética até mesmo depois de o campo externo ter sido removido. Um material ferromagnético no estado desmagnetizado é dividido em um número de pequenas regiões denominadas domínios, onde todos os momentos magnéticos estão alinhados espontaneamente, conforme mostra a **Figura 7**.

Figura 7 – Partículas ferromagnéticas submetidas a um campo magnético.



Fonte: Próprio autor

2.5 AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES MECÂNICAS

A primeira aplicação de dispositivos para eliminar vibrações mecânicas foi desenvolvida por (FRAHM, 1911). Durante anos, vários tipos de neutralizadores dinâmicos foram desenvolvidos, assim como vários modelos matemáticos para prever o seu comportamento. O modelo mais simples, estudado por Osmondroyd e Den Hartog (1928), e apresentado por vários autores, tais como Harris e Crede

(1976), Hunt (1979), Snowdon (1968), foi um neutralizador dinâmico com um grau de liberdade, aplicado a um sistema primário também com um grau de liberdade.

Devido a excitações externas e internas alguns problemas operacionais sob o ponto de vista dinâmico podem ocorrer. Como principal causa de excitação externa podemos citar: desalinhamento do acoplamento, perda de retilineidade do eixo, desbalanceamento do rotor, etc. Excitações internas ocorrem quando as características do sistema são tais que a energia de rotação amplifica e mantém a perturbação do sistema.

Uma das formas de reduzir os efeitos destas excitações é a adição de amortecedores aos suportes das máquinas, o que causaria a dissipação de energia na forma de vibração.

Uma das fontes mais comuns de vibração excessiva em rotores é a força dinâmica produzida por desbalanceamento. Vibração síncrona devida ao desbalanceamento é usualmente controlada através do balanceamento do rotor, pois ataca diretamente a causa do desbalanceamento. Contudo, frequentemente o balanceamento do rotor é insuficiente para compensar o desbalanceamento e, conseqüentemente, reduzir a amplitude de resposta. Adicionar o amortecedor externo em combinação com o balanceamento pode ser uma boa solução na limitação da vibração dentro de magnitudes toleráveis.

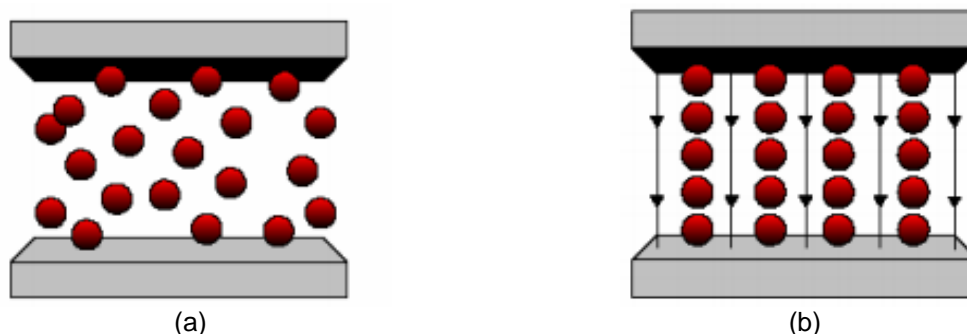
O amortecimento é empregado para reduzir a amplitude dos movimentos causados por instabilidades dinâmicas ou ressonâncias em um sistema. Níveis indesejados de vibração e ruído são largamente tratados, combatidos e controlados através de amortecimento passivo (THOMAZI, 2013).

Uma das classes mais sofisticadas de sistemas de absorção de vibração são os amortecedores utilizando fluidos ou elastômeros magneto-reológicos modulados por campo magnético utilizando um controle semi-ativo, que permite controlar o amortecedor e, assim, controlar a resposta da estrutura.

2.6 AMORTECEDORES BASEADOS EM FLUIDO MAGNETO-REOLÓGICO

Amortecedores magneto-reológicos (MR) são compostos de fluidos com partículas que apresentam um momento de dipolo paralelo à direção das linhas de fluxo do campo magnético. Desta forma, as partículas se alinham ao longo do campo magnético, esquema apresentado na **Figura 8** (LIMA, 2011).

Figura 8 – Representação de um fluido MR: (a) com e (b) sem campo magnético.



Fonte: Stutz (2005).

A mudança das características do fluido é proporcional à magnitude do campo magnético aplicado e ocorre em milissegundos. Os primeiros amortecedores explorados por Rabinow (1948) continham fluidos MR. A interação entre dipolos, induzida por um campo magnético externo, faz com que as partículas formem estruturas colunares paralelas para o campo aplicado. À medida que se aumenta o campo magnético externo, a energia mecânica necessária para se obter estas estruturas do tipo cadeia aumenta, uma vez que se torna cada vez mais difícil para o fluido escoar através destas estruturas formadas. O grau de tensão mecânica dependente do campo obtido, o qual pode ser rapidamente e reversivelmente controlado.

Os fluidos MR têm sido explorados em uma variedade de dispositivos de controle de vibração ou de torque (CARSON, 2001; BERGANDER, 2012). No entanto, os inconvenientes dos fluidos MR são a sedimentação de partículas e o fato que os dispositivos devem ser fechados. Uma solução para o problema da sedimentação foi o desenvolvimento de uma matriz porosa absorvente (CARLSON, 2000). Fluidos nestes dispositivos inteligentes são, portanto, mais resistentes à sedimentação gravitacional. Porém ainda há a necessidade de vedações ou rolamentos nestes amortecedores.

Uma resposta definitiva para a sedimentação das partículas foi a utilização de um elastômero como a matriz. As partículas magnéticas são misturadas com polímero de tipo fluido, mas permanecem fixas no lugar dentro da rede de ligação cruzada do elastômero após a cura.

2.7 MATERIAIS INTELIGENTES

Os materiais que apresentam resposta de forma reversível a diferentes estímulos recebem o nome de "inteligentes" ou "ativos", produzindo assim um efeito muito útil para diversas aplicações. Materiais comuns que têm o rótulo de ser inteligente incluem os piezelétricos, eletro-restritivos, magneto-restritivos, electro-reológicos, magneto-reológicos, termossensíveis e ligas com memória de forma. Os estímulos aplicados em materiais inteligentes e suas respostas podem ser identificados nas áreas da mecânica, elétrica, magnética e térmica. Portanto, uma característica importante relacionada com materiais inteligentes é que eles abrangem quase todos os campos da ciência e da engenharia. A Tabela 3 apresenta uma lista de materiais inteligentes com exemplos de aplicação em diversas áreas.

Tabela 3 – Lista de materiais inteligentes.

Material	Entrada/Estímulo	Saída/Resposta	Aplicação
Gel polimérico	Alteração de PH	Contração	Músculos artificiais
Fluido eletro-reológico	Sinal Elétrico	Alteração da Viscosidade	Amortecedores, sistema de torção
Piroelétrico	Temperatura	Sinal elétrico	Sensores de calor
Polímero (celulose película fina), cerâmica	Alteração de unidade	Mudança de resistência	Sensores de unidade
Auto recuperação	Força	Força	Chassis, <i>Smartphones</i>
Ligas Metálicas Inteligentes	Temperatura	Forma	Atuadores em motores
Elastômeros dielétricos	Voltagem	Deslocamento	Robótica
Varistor	Voltagem	Resistência	Protetor de sobrecorrente
Material piezelétrico	Deformação	Sinal elétrico	Controle ativo de ruído e vibração.

Fonte: Callister (2009).

2.8 ELASTÔMEROS MAGNETO-REOLÓGICOS (MRE)

Os elastômeros magneto-reológicos consistem em compostos de partículas ferromagnéticas e uma matriz polimérica (ZAJAC, 2010; WU, 2010) e em virtude do seu forte acoplamento magneto-mecânico, alteraram significativamente a sua rigidez quando exposto a um campo magnético externo.

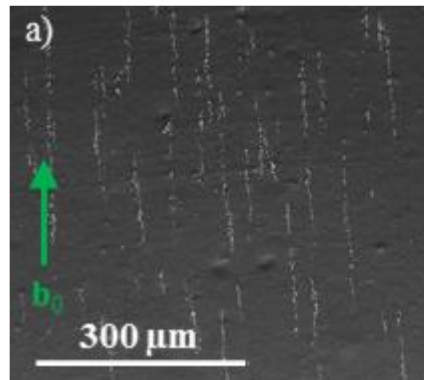
Os elastômeros magneto-reológicos geralmente são compostos por uma matriz sólida, eletricamente isolante, tal como borracha de silicone, borracha natural, poliuretano ou termoplásticos. Para a composição da matriz há uma grande variedade de materiais encontrados no mercado e na literatura, que abrangem uma ampla gama de propriedades, resistência à tração ou a viscosidade. Os elastômeros magneto-reológicos são também muitas vezes chamados elastômeros magneto-ativos ou elastômeros sensíveis ao magneto. Respeitando a nomenclatura já utilizada, utilizaremos nesse trabalho a denominação Elastômeros Magneto-Reológicos (MRE) tal como definido. O MRE pode ainda ser classificado de acordo com os seus constituintes principais, isto é, matriz não magnética e as partículas de preenchimento magnético, bem como as suas propriedades inerentes (POSSINGER, 2015).

A borracha de silicone é muito utilizada como matriz na literatura devido à sua excelente processabilidade, e ao bom comportamento entre as propriedades mecânicas, térmicas e envelhecimento, bem quanto ao seu uso generalizado em aplicações industriais. Além disso, possuir uma matriz “macia” com baixo módulo de elasticidade, propriedade encontrada em borrachas de silicone, tendem a aliviar a interação magneto-mecânica.

Se um campo magnético é aplicado ao compósito elastomérico durante o processo de cura, propriedades especiais anisotrópicas podem ser conferidas a estes materiais, denominados agora de MRE campo-estruturado. Foi observado que eles são anisotrópicos em termos de propriedades mecânicas, magnéticas, elétricas e térmicas. Particularmente, um campo magnético uniaxial aplicado produz um alinhamento nas estruturas das partículas. As concentrações de partículas inicialmente formam cadeias que coalescem lentamente em colunas.

A **Figura 9** apresenta a microscopia eletrônica de varredura de um MRE estruturado em campo com baixa concentração de partículas, onde as partículas aparecem como pontos brancos alinhados pelo campo magnético aplicado na matriz elastomérica que aparece como fundo preto.

Figura 9 – Micrografia SEM (200x) em amostra de MRE com 21 phr de partículas (a seta indica o sentido do campo magnético b_0 durante a cura).



Fonte: Possinger (2015).

Em altas concentrações de partículas ferromagnéticas a morfologia torna-se um pouco mais complexa, com possível ramificação entre as colunas e uma ligeira perda de anisotropia. Um campo biaxial produz estruturas em forma de folha. Com a geração de campos magnéticos triaxiais durante o processamento, uma variedade de estruturas de partículas isotrópicas e anisotrópicas podem ser criadas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesse capítulo serão apresentados os materiais e métodos utilizados no desenvolvimento e caracterização do MRE. Para confecção da matriz polimérica utilizou-se a borracha de silicone e foram adicionadas partículas ferromagnéticas de ferro carbonila para se obter o MRE.

A borracha de silicone com especificação “BS ADESIVO BRANCO OS” foi adquirida da empresa REDELEASE, e apresenta-se como um elastômero bi-componente, vulcanizável à temperatura ambiente e que após a adição de catalisador, resulta num produto elástico e resistente.

A partícula ferromagnética de ferro carbonila (Iron Carbonyl) com especificação “C3518” foi adquirida da empresa SIGMA-ALDRICH e apresenta-se como um pó cinza contendo no mínimo 97% de ferro.

Foram confeccionadas amostras de borracha de silicone com adição de ferro carbonila em diferentes concentrações, as mesmas foram montadas em suportes de latão para serem ensaiados em máquina universal, com a ação ou não de campo magnético gerado através de ímãs permanentes, estas mesmas amostras serão analisadas no MEV e no IFTR.

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE MRE

As amostras foram preparadas com concentrações específicas, a fim de se investigar a ação da concentração na alteração do módulo de elasticidade do MRE na presença de campo magnético. A composição de cada amostra é apresentada na Tabela 4.

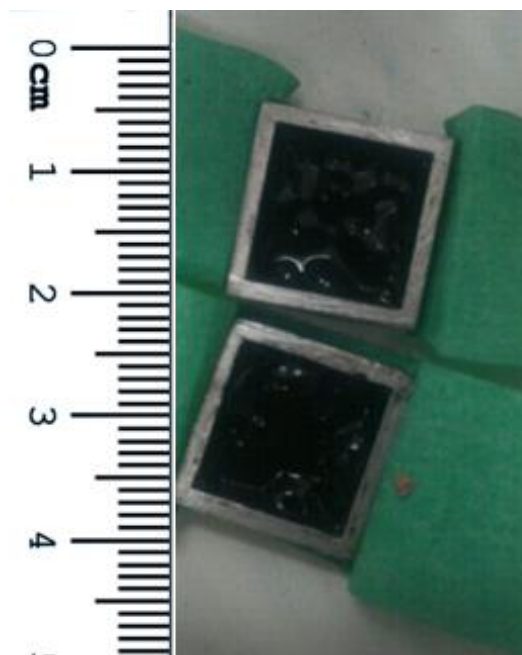
Tabela 4 – Concentração de Ferro Carbonila no Silicone

Estimativa de Componentes das Amostras						
Nome da Amostra	Ferro Carbonila – Fe (7,86 g/cm³)		Silicone – Si (1,2g/cm³)			
	Fração Si (%v/v)	Massa Si (g)	Fração Fe (%v/v)	Massa Fe (g)	Massa da amostra (g)	Volume da amostra (cm ³)
SiFe00	100	1,00	0	0	1,0	0,83
SiFe18	82	1,10	18	1,58	2,7	1,12
SiFe33	67	0,90	33	2,90	3,8	1,12
SiFe48	52	0,70	48	4,23	4,9	1,12
Total	-	3,70	-	8,72	-	-

Fonte: Próprio Autor.

O MRE foi fabricado utilizando a borracha de silicone como ligante e o ferro carbonila como partícula, misturados manualmente por 3 minutos a temperatura ambiente, posteriormente, a mistura foi colocada no molde de 13,5x13,5x4 mm (**Figura 10**). Desta forma foram confeccionadas amostras com diferentes concentrações (Tabela 4).

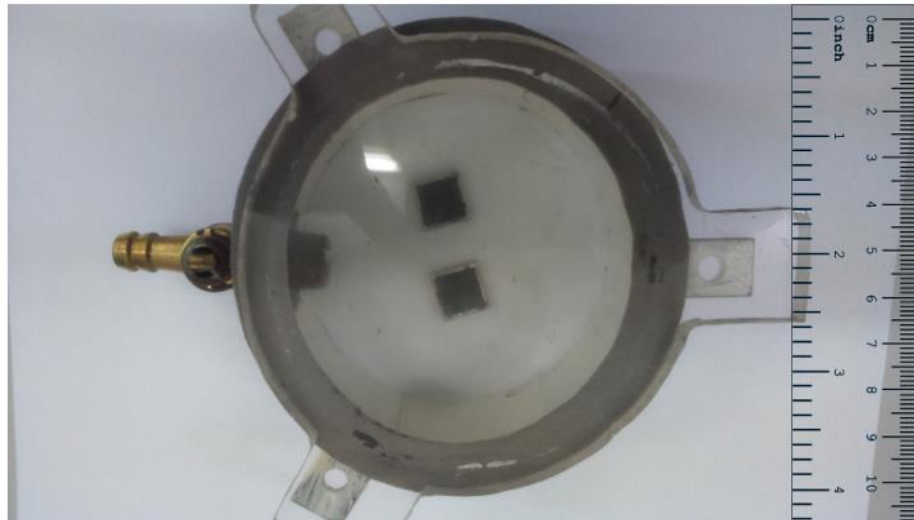
Figura 10 – Gabaritos confeccionados em alumínio e preenchidos com a mistura de silicone e ferro carbonila.



Fonte: Próprio autor.

Observou-se a formação de bolhas no interior da amostra, o que poderia ocasionar problemas na uniformidade, visto que o ar não é um bom condutor magnético. Com a finalidade de diminuir a presença de ar foi confeccionado um sistema de câmara de vácuo, para tentar extrair o máximo possível de bolhas do interior da amostra (**Figura 11**).

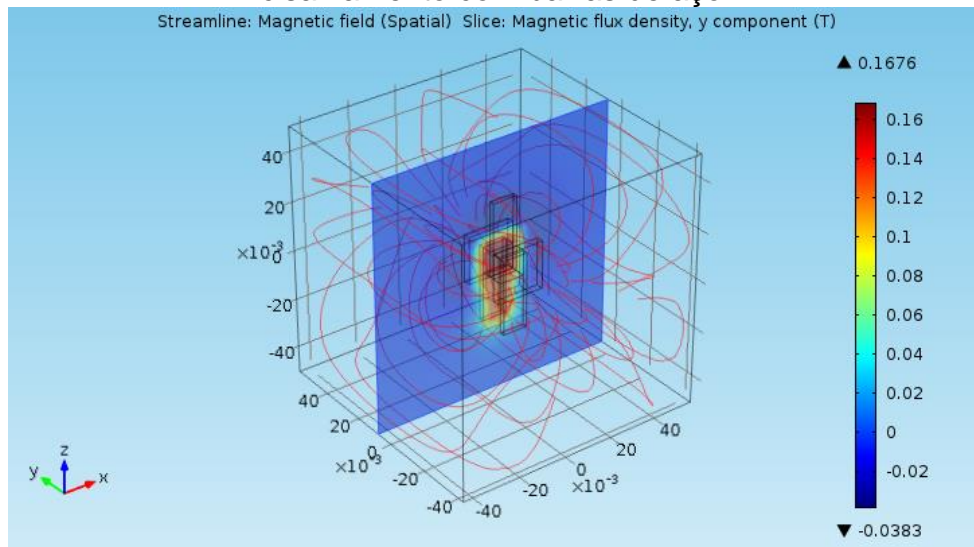
Figura 11 – Câmara de vácuo com as amostras de MRE em seu interior.



Fonte: Próprio Autor.

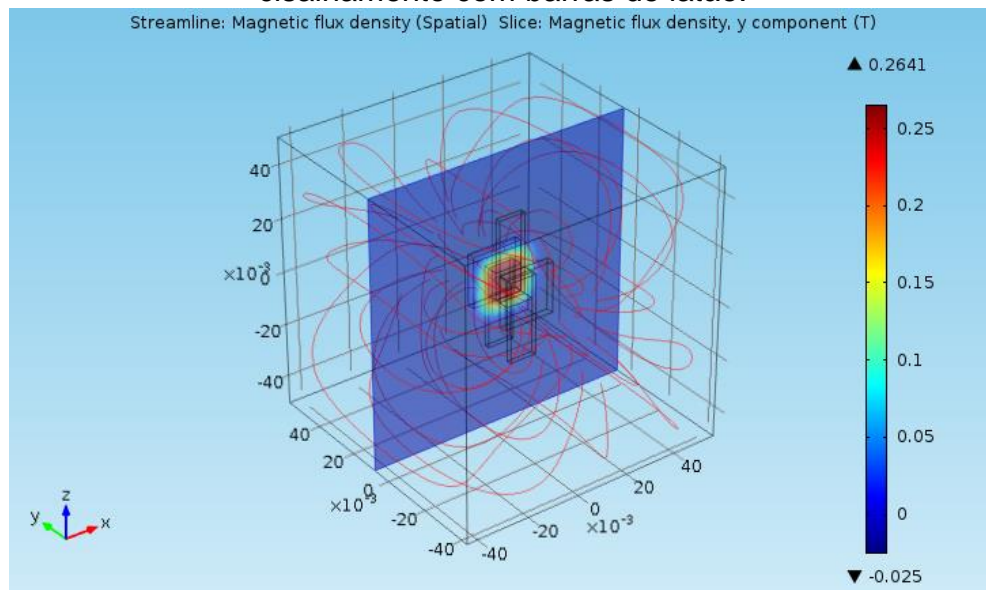
Para determinar o melhor tipo de material para construir o dispositivo de ensaio de cisalhamento para o ensaio de cisalhamento das amostras de MRE, foi realizada uma análise computacional do campo magnético. Foram realizadas simulações computacionais utilizando o software comercial COMSOL V.4.3 em dois tipos de dispositivo de ensaio de cisalhamento com dimensões idênticas e materiais diferentes: aço e latão. O corpo de prova utilizado na análise experimental é composto por três barras metálicas e duas amostras de MRE (**Figura 12**).

Figura 12 – Distribuição do campo magnético no dispositivo de ensaio de cisalhamento com barras de aço.



Fonte: Próprio Autor

Figura 13 – Distribuição do campo magnético no dispositivo de ensaio de cisalhamento com barras de latão.

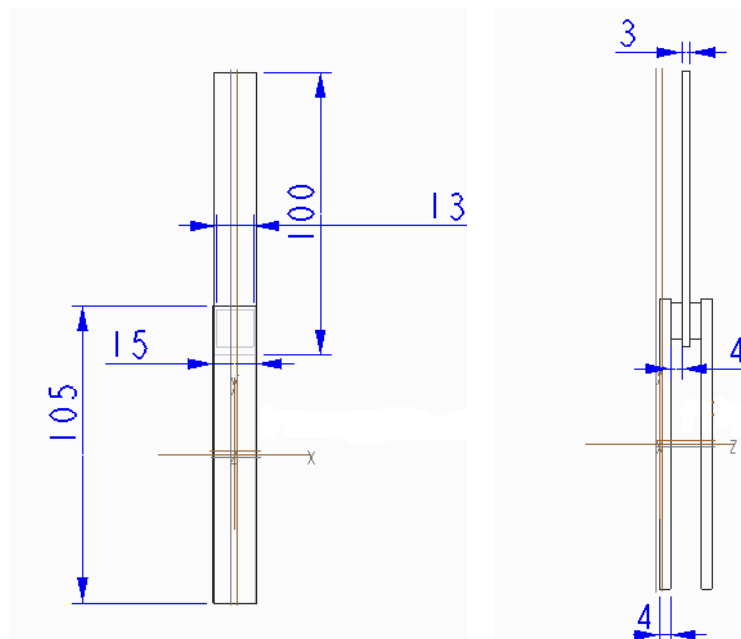


Fonte: Próprio Autor

Observa-se que ao utilizar as barras de aço obtém-se um fluxo magnético na região do MRE com menor intensidade (máximo de 0,1676 Tesla) e mais disperso. Ao utilizar as placas de latão, o fluxo magnético no MRE é mais intenso (máximo de 0,2641 Tesla) e concentrado. Como objetivo era obter o fluxo magnético mais intenso e mais concentrado possível as barras de latão foram selecionadas para confecção dos corpos de prova.

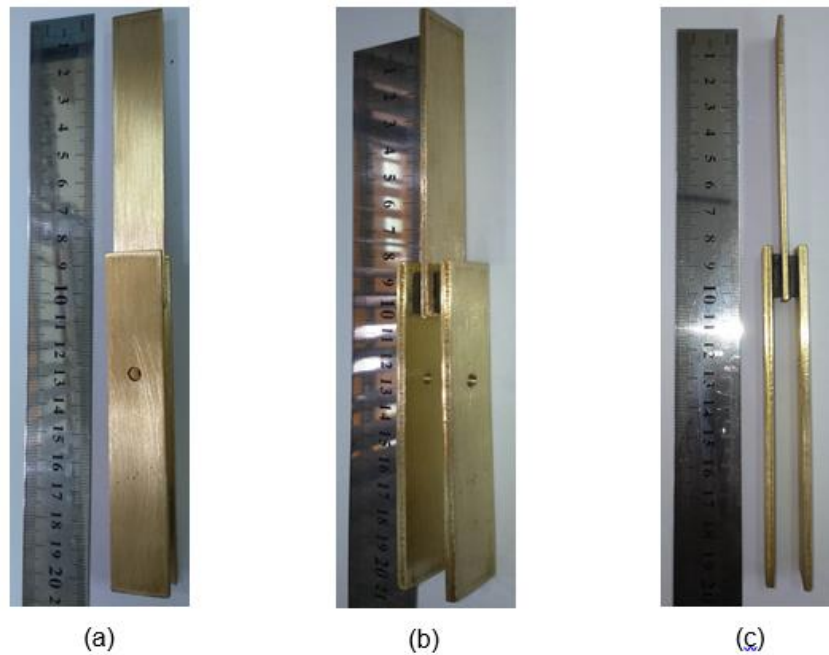
Para o ensaio de cisalhamento foram utilizados dispositivos de ensaio de cisalhamento confeccionados com uma haste superior de latão (100x20x3 mm), duas hastes inferiores de latão (110x20x4 mm) e duas amostras de MRE (13,5x13,5x4 mm). As dimensões em mm do dispositivo são mostradas na **Figura 14** e o dispositivo confeccionado é mostrado na **Figura 15**. Para a colagem do MRE nas barras de latão foi utilizado o adesivo instantâneo universal à base de cianoacrilato de etila.

Figura 14 – Desenho do dispositivo de ensaio onde a amostra MRE será colada.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 15 – Dispositivo de ensaio de cisalhamento confeccionado com barras de latão e amostras de MRE.



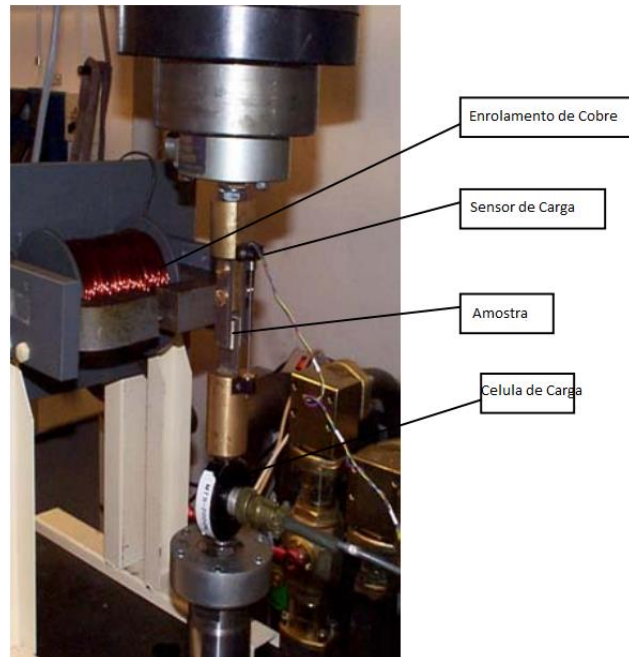
Fonte: Próprio Autor.

3.2 DISPOSITIVO GERADOR DE CAMPO MAGNÉTICO

Com o objetivo de gerar o campo magnético foram confeccionados um dispositivo experimental com eletroímã e um dispositivo com imã permanente de neodímio. A maior vantagem dos dispositivos com eletroímãs em relação aos dispositivos com imã permanente é obtenção de um campo magnético variável de acordo com a alimentação da tensão, mas os dispositivos com eletroímãs tem um custo muito maior que os dispositivos com imã permanente, pois necessitam adicionalmente de fonte de potência e sistema de troca de calor.

Para a confecção do dispositivo gerador de campo magnético com eletroímã utilizou-se a configuração proposta por Stenberg (2004), mostrada na **Figura 16**. Porém, algumas condições para a geração do campo magnético não foram atingidas resultando um campo de apenas 0,2 Tesla, o que foi insuficiente para se obter uma resposta considerável na amostra de MRE (**Figura 17**).

Figura 16 – Dispositivo experimental com eletroímã encontrado na literatura.



Fonte: Stenberg (2004).

Figura 17 – Dispositivo experimental com eletroímã confeccionado para o ensaio.

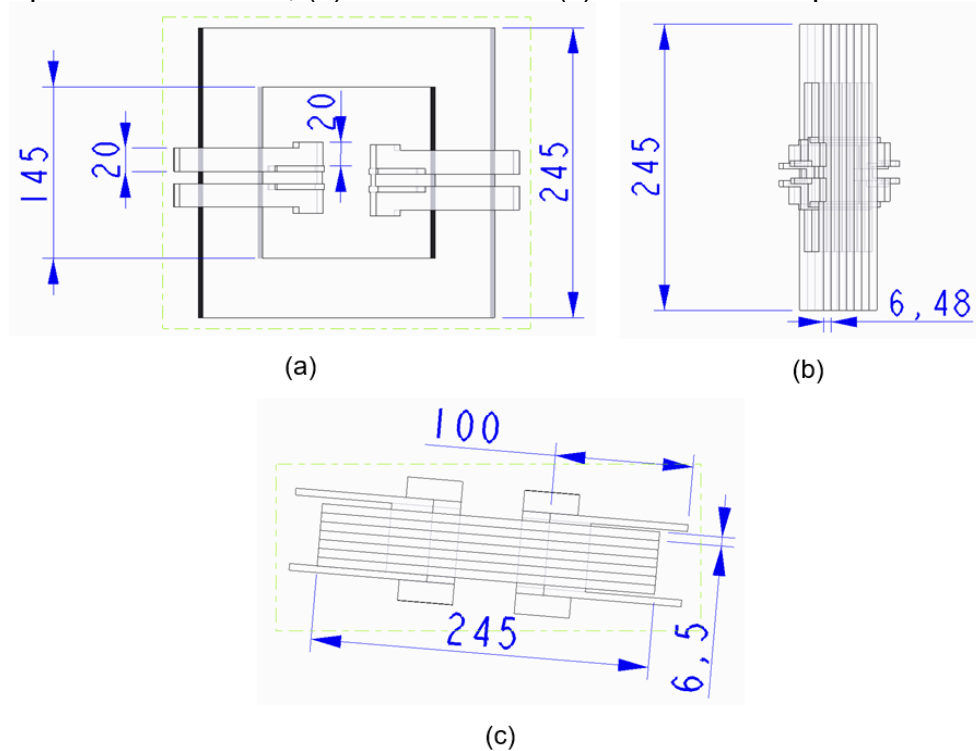


Fonte: Próprio Autor.

Com a necessidade de se obter um campo magnético suficientemente grande para alterar a propriedades mecânicas da amostra de MRE foi desenvolvido um dispositivo experimental com imã permanente de neodímio, uma alternativa de baixo custo em relação ao eletroímã.

Como a finalidade do dispositivo experimental era a obtenção de um campo magnético uniforme e também de elevada magnitude, optou-se por confeccionar um dispositivo em forma de H (dupla ferradura) com dois ímãs permanentes de neodímio no centro, conforme desenho mostrado na **Figura 18** e fotografias mostradas na **Figura 19**. Os ímãs de neodímio selecionados tem dimensões 50,8x50,8x50,8 mm e grade magnética N52.

Figura 18 – Desenho do dispositivo experimental com ímã permanente, (a) Vista superior do desenho, (b) Vista lateral e (c) Vista lateral superior.

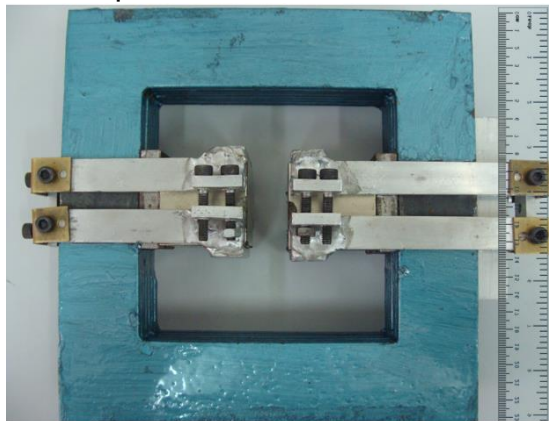


Fonte: Próprio Autor.

Entre dois polos planos e paralelos o campo é praticamente uniforme se a área dos polos for maior que a distância entre eles, mas nas bordas de um elemento magnético há sempre algumas linhas de campo que não são paralelas às outras, estas distorções são chamadas de espraiamento (SADIKU, 2004). Por esse motivo foram selecionados ímãs permanentes de neodímio no formato de blocos com dimensões de 50,8x50,8x50,8 mm, portanto a área do polo (50,8x50,8 mm) é bem maior que a área da amostra de MRE (13,5x13,5 mm) o que resulta num campo magnético praticamente uniforme na amostra de MRE.

Os ímãs de neodímio são classificados em grades, designadas pela letra N seguida por um número. As grades variam de acordo com a composição dos ímãs, mas, via de regra, quanto maior o número da grade, mais “forte” é o ímã. Ou seja, se compararmos dois ímãs de mesmas dimensões, mas de grades diferentes, o de grade mais alta será sempre o mais “forte”. A grade mais alta disponível hoje para os ímãs de neodímio é a N52 (SADIKU, 2004). Por esse motivo foram selecionados ímãs permanentes com grade N52 que proporcionam um maior campo magnético.

Figura 19 – Dispositivo experimental confeccionado com ímãs permanentes.



Fonte: Próprio Autor.

Com o dispositivo experimental com ímãs permanentes de neodímio conseguiu-se valores do campo magnético maiores que 1,0 Tesla, como pode ser observado na medição mostrada na **Figura 20** na qual o campo magnético atingiu na região central dos polos 11.870 Gauss (1,187 Tesla) utilizando um Gaussímetro TLMP-HALL da fabricante GlobalMag.

Figura 20 – Gaussímetro medindo o campo magnético entro os ímãs.



Fonte: Próprio Autor.

3.3 ENSAIO DE CISALHAMENTO

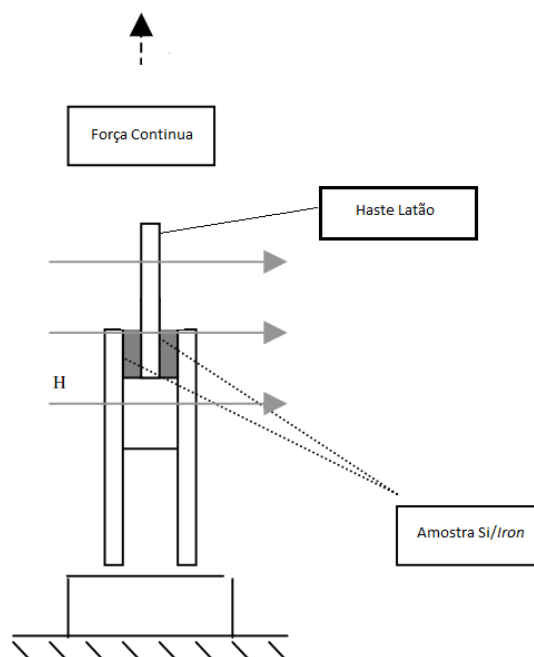
Existem vários tipos de ensaios para caracterizar as propriedades mecânicas de polímeros, ou seja, estáticos, dinâmicos, destrutivos, não-destrutivos, de curta duração, de longa duração, etc. As solicitações podem ser na forma de tensão ou de deformação. Grande parte dos ensaios mecânicos pode ser registrada através de curvas de tensão versus deformação.

Existem vários modos para solicitar um polímero de forma estática, dentre eles: tração, compressão, flexão, cisalhamento, etc. Os ensaios de tração são os mais populares entre todos.

Nesse trabalho a caracterização mecânica do MRE foi realizada utilizando somente o ensaio de cisalhamento, uma vez que nesse tipo de ensaio a amostra de MRE apresenta pequena deformação e continua imersa no campo magnético após a solicitação mecânica, conforme mostra a **Figura 21**.

No ensaio de cisalhamento, a força é aplicada à amostra na direção perpendicular ao seu eixo longitudinal, provocando o cisalhamento. Como resposta ao esforço cortante, o material desenvolve em sua seção transversal uma reação chamada resistência ao cisalhamento, definida pelo parâmetro Módulo de Cisalhamento.

Figura 21 – Esquema do dispositivo de ensaio de cisalhamento na amostra de MRE.



Fonte: Próprio Autor.

No caso de materiais isotrópicos, o Módulo de Cisalhamento G é definido como:

$$G = \frac{\tau}{\gamma} \quad (1)$$

Na qual:

G = Módulo de cisalhamento (Pa)

τ = Tensão de cisalhamento (Pa)

γ = Deformação elástica de cisalhamento (adimensional)

A tensão de cisalhamento relaciona-se com uma força aplicada paralelamente a uma superfície, com o objetivo de causar o deslizamento de planos paralelos uns em relação aos outros (**Figura 22**). No caso, a deformação de cisalhamento γ pode ser calculada pela tangente do ângulo θ :

$$\gamma = \tan(\theta) \quad (2)$$

E a tensão de cisalhamento τ é obtida a partir da força cortante e a área da superfície:

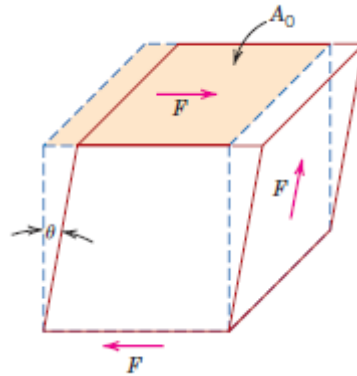
$$\tau = \frac{F}{A_0} \quad (3)$$

Na qual:

F = Força aplicada tangencialmente à seção transversal (N)

A_0 = Área da seção reta original da superfície (m²)

Figura 22 – . Representação esquemática da deformação de cisalhamento.

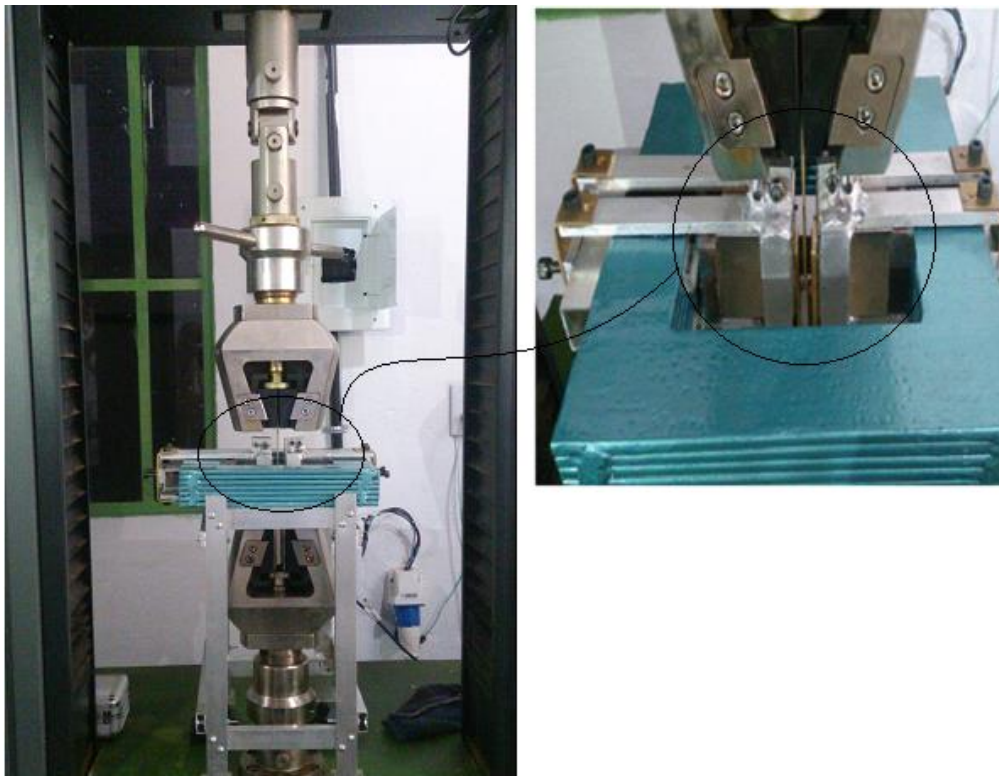


Fonte: Callister (2009).

Para o ensaio de cisalhamento foi utilizada a Máquina Universal Eletrônica de Ensaio Modelo WDW-100E da fabricante TIME GROUP INC (**Figura 23**) do Laboratório de Mecânica da ETEC de Ilha Solteira.

Na máquina de ensaio foi montado o dispositivo gerador de campo magnético com ímãs permanentes e acoplado o dispositivo de ensaio de cisalhamento com hastes de latão contendo as amostras de MRE (**Figura 23**).

Figura 23 – Ensaio de cisalhamento na amostra de MRE com campo magnético.



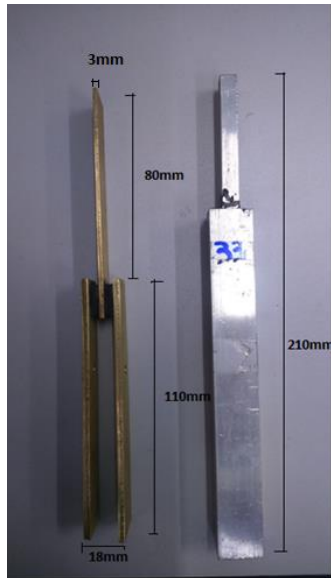
Fonte: Próprio Autor.

Foram confeccionados dois dispositivos de ensaio com hastes de latão para cada amostra de MRE (SiFe18, SiFe33 e SiFe48) e o ensaio para cada dispositivo foi repetido cinco vezes sem campo magnético e cinco vezes com campo magnético de 0,8 Tesla, desmontando e montando o dispositivo gerador de campo magnético na máquina de ensaio, respectivamente. Os ensaios de cisalhamento na máquina de ensaio universal foram limitados a um deslocamento linear de 1,5 mm, suficiente para comparar as amostras e que não ocasionava deformação plástica ou ruptura da amostra de MRE.

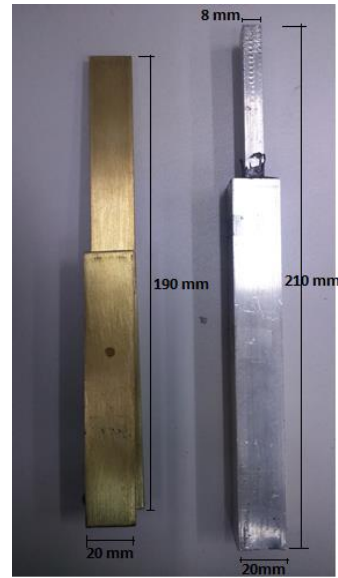
Com o objetivo de eliminar o uso do adesivo para colagem das amostras de MRE nas hastes de latão do dispositivo de ensaio de cisalhamento e proporcionar uma forma preliminar a um absorvedor de vibração mecânica, confeccionou-se, também, um dispositivo de ensaio de cisalhamento com tubo quadrado de alumínio. Esse dispositivo consiste na parte externa de um tubo de seção quadrada de alumínio (20x20 mm) onde foi inserida uma barra de seção quadrada de alumínio de 8x8 mm centralizada e o espaço entre o tubo e barra preenchido com a mistura de silicone e ferro carbonila. Na parte interna do tubo e na parte externa da barra foram feitas ranhuras para proporcionar a adesão do próprio silicone na superfície do alumínio, eliminando a necessidade de adesivo. Uma comparação entre o dispositivo de ensaio de cisalhamento com hastes de latão e o dispositivo de ensaio de cisalhamento com tubo quadrado de alumínio são mostrados na **Figura 24**.

Foram confeccionados dois dispositivos de ensaio com tubo quadrado de alumínio para cada amostra de MRE (SiFe18, SiFe33 e SiFe48) e o ensaio para cada dispositivo foi repetido cinco vezes sem campo magnético, cinco vezes com campo de 0,5 Tesla e cinco vezes com campo de 0,8 Tesla. Os ensaios de cisalhamento na máquina de ensaio universal foram limitados a um deslocamento linear de 1,0 mm, suficiente para comparar as amostras e que não ocasionava deformação plástica ou ruptura da amostra de MRE.

Figura 24 – Comparação entre os dispositivos de ensaio de cisalhamento com hastes de latão e com tubo quadrado de alumínio: a) vista frontal, b) vista lateral, c) vista frontal com corte e d) vista lateral com corte.



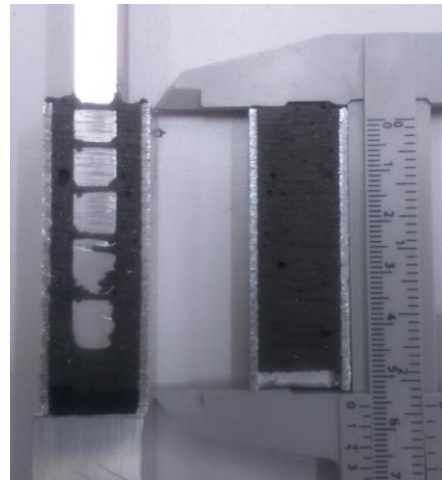
a)



b)



c)



d)

Fonte: Próprio autor.

3.4 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER

A Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier é um tipo de espectroscopia de absorção, em que a energia absorvida se encontra na região do infravermelho do espectro eletromagnético. Como as demais técnicas espectroscópicas, ela pode ser usada para identificar um composto ou investigar a composição de uma amostra. Esta técnica tem se tornado cada vez mais útil na análise qualitativa e quantitativa de materiais, e sua utilização está se estendendo para outras áreas tais como detecção de traços de constituintes gasosos, identificação de estrutura e grupos funcionais em compostos, determinação da concentração de compostos, absorção de CO e CO₂, estudo de fusão e catalisadores, controle de linha de produção na indústria e medida de espessura de camadas (epitaxiais). Esta é uma técnica que encontra uma extensa variedade de utilização em laboratórios analíticos industriais e laboratórios de pesquisa de todos os tipos, no fornecimento de informações úteis, no cálculo de várias constantes físicas, na determinação da estrutura de compostos, e em muitas outras áreas. Análise no infravermelho pode ser usada para uma amostra, contanto que o material seja um composto ou contenha compostos e é útil para micro-amostras (faixa inferior a sub-micrograma). Inicialmente, a espectroscopia infravermelho foi usada para materiais orgânicos, mas, especialmente desde o advento de instrumentação de longo comprimento de onda, tem sido utilizada também para análise de compostos inorgânicos (CHALMERS, 2002).

A amostra com índice de reflexão menor do que aquele do meio transmissor é posta em contato com a superfície refletora, a luz atravessa o material até a profundidade de alguns micrometros, produzindo assim um espectro de absorção. Para este ensaio a transmitância é tradicionalmente utilizada para interpretação espectral (STUART, 2004).

As amostras de MRE contendo silicone e ferro carbonila foram pulverizadas e depois prensadas em formato circular em brometo de potássio (KBr), depois colocadas no suporte para serem analisadas.

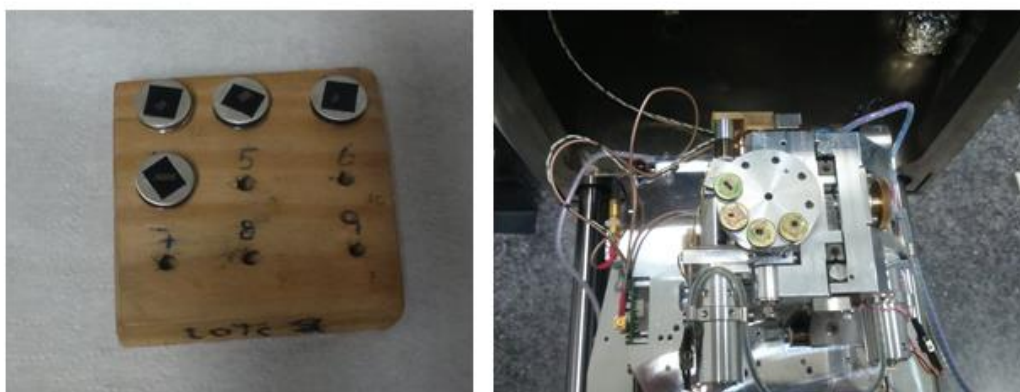
3.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

O Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica de Varredura da FEIS/UNESP conta com um microscópio eletrônico de varredura fabricado pela Carls Zeiss modelo EVO LS15 com os detectores:

- Elétrons secundários (SE);
- Elétrons secundários em pressão variável (VPSE);
- Elétrons secundários em pressão estendida (EPSE).

Possui também um *Sputtering Quorum*, para a metalização das amostras com alvos de ouro e grafite, apresentado na **Figura 25**.

Figura 25 – Fotografia: (a) Amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48 (b) Amostras já recobertas de ouro no aparato do MEV.



a)

b)

Fonte: Próprio Autor

No MEV, é possível fazer análises morfológicas bem como quantitativas de diversos tipos de amostras provenientes de materiais metálicos, cerâmicos, poliméricos, biológicos e outros. Nas análises morfológicas é possível obter resoluções menores que 100 nm e nas análises quantitativas é possível mapear os elementos químicos constituintes da amostra por espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

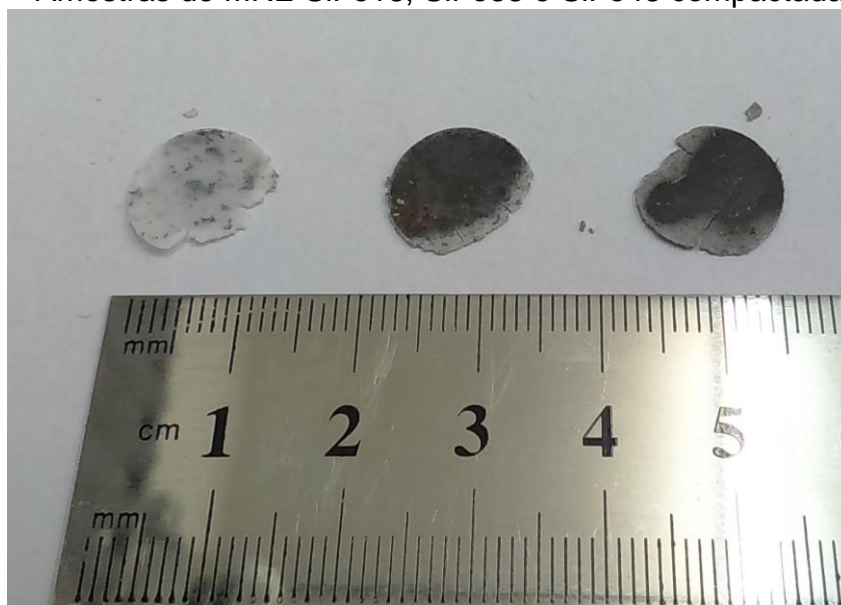
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo serão apresentados os resultados dos ensaios realizados para caracterização do MRE: Espectroscopia no Infravermelho, Microscopia Eletrônica de Varredura e Ensaio de Cisalhamento. As amostras de MRE analisadas, conforme descritas no Capítulo 3, foram nomeadas como SiFe00, SiFe18, SiFe33 e SiFe48, de acordo com a porcentagem de ferro carbonila em volume adicionada na borracha de silicone, 00% (somente silicone), 18%, 33% e 48%, respectivamente.

4.1 ENSAIO DE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO

As amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48, compactadas com brometo de potássio (KBr), utilizadas no Ensaio de Espectroscopia no Infravermelho são mostradas na **Figura 26**.

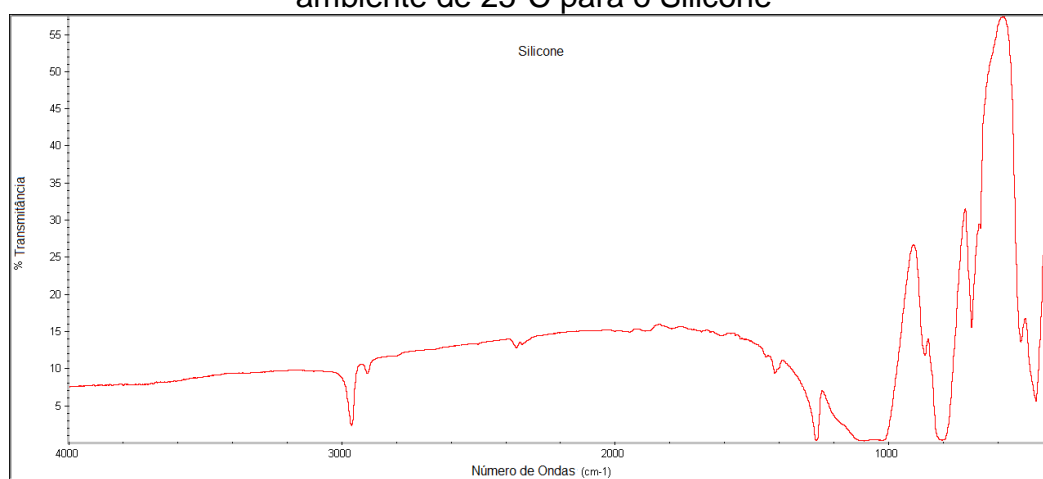
Figura 26 – Amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48 compactadas com KBr.



Fonte: Próprio Autor

Esta técnica foi utilizada para se observar o comportamento do Ferro Carbonila, em contato com o silicone, se era possível acontecer alguma reação química, a molécula ao receber a radiação eletromagnética com a mesma energia de sua vibrações, então a luz será absorvida, as frequências de ressonância podem ser em uma primeira aproximação relacionadas ao comprimento da ligação e as massas dos átomos em cada ponta dela, porém com os resultados, ficou claro que não está acontecendo nenhuma interação química entre as estruturas, para o primeiro espectro, o silicone puro, obtemos os seguintes resultados, **Figura 27**, onde podemos comparar os resultados com o compósito de silicone e de Ferro Carbonila, **Figura 28**, basicamente a absorção das partículas se manteve, ou seja não houve alteração das estruturas químicas dos compósitos **Figura 29**.

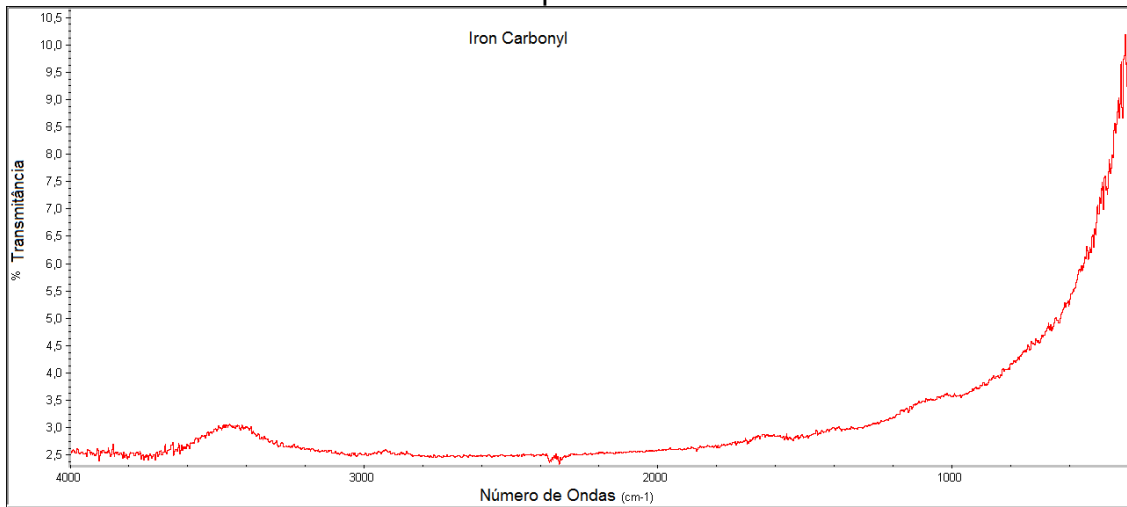
Figura 27 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Silicone



Fonte: Próprio Autor

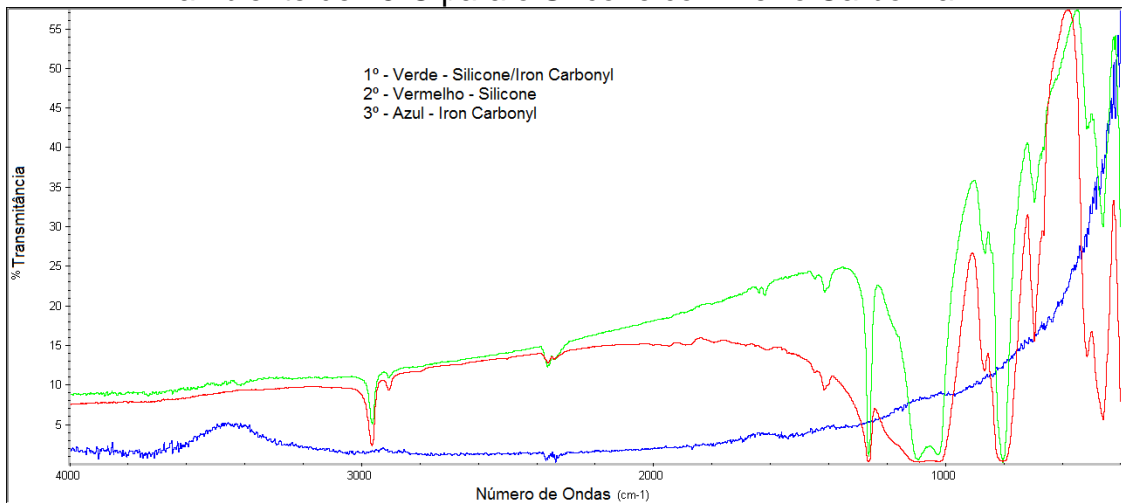
A estrutura da **Figura 28**, apresenta o espectro do Ferro Carbonila, como é esperado sua resposta apresenta nos valores próximos de 500, característico de metais.

Figura 28 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Ferro Carbonila



Fonte: Próprio Autor

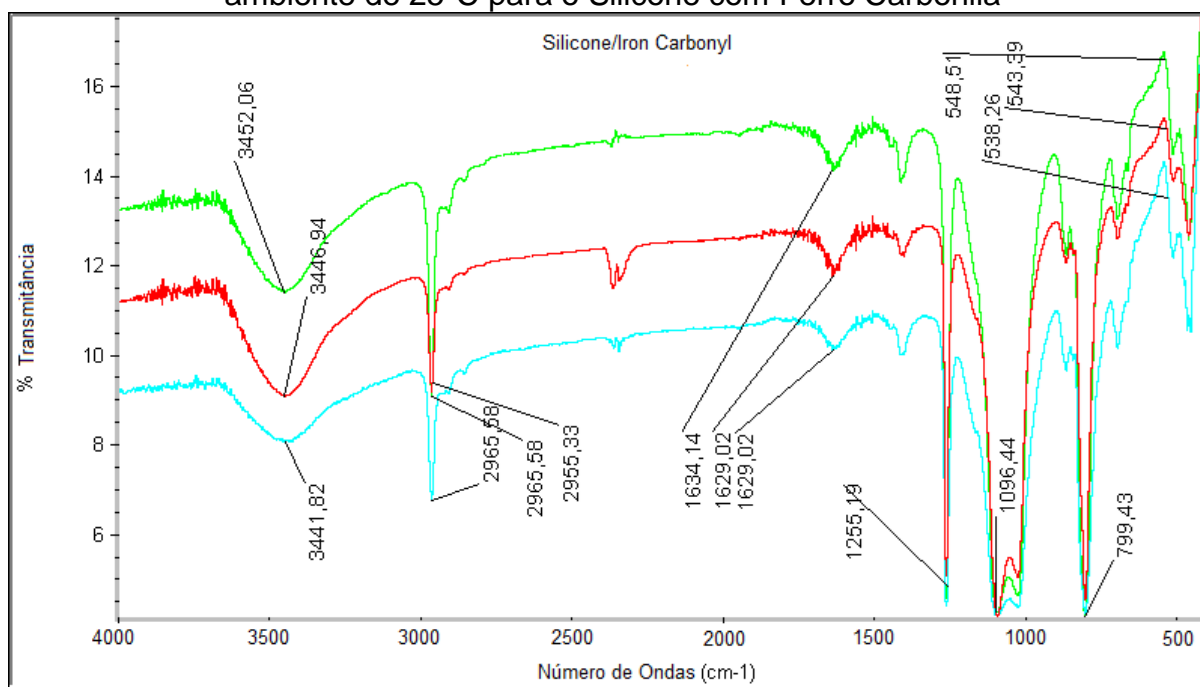
Figura 29 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Silicone com Ferro Carbonila



Fonte: Próprio Autor

Os espectros de absorção na região do infravermelho (FTIR) com comprimento de onda entre 4000 e 400 cm^{-1} para as partículas estão mostrados na **Figura 30**.

Figura 30 – Espectros FTIR entre 4000 e 400 cm^{-1} realizados a temperatura ambiente de 25°C para o Silicone com Ferro Carbonila



Fonte: Próprio Autor

Tabela 5 – Bandas de infravermelho características de compostos de silício

<i>Número de Ondas (cm^{-1})</i>	<i>Atribuição</i>
3700–3200	Si–OH
1280–1250	Si–CH ₃
1130–1000	Si–O–Si
1110–1050	Si–O–C
1430, 1110	Si–C ₆ H ₅

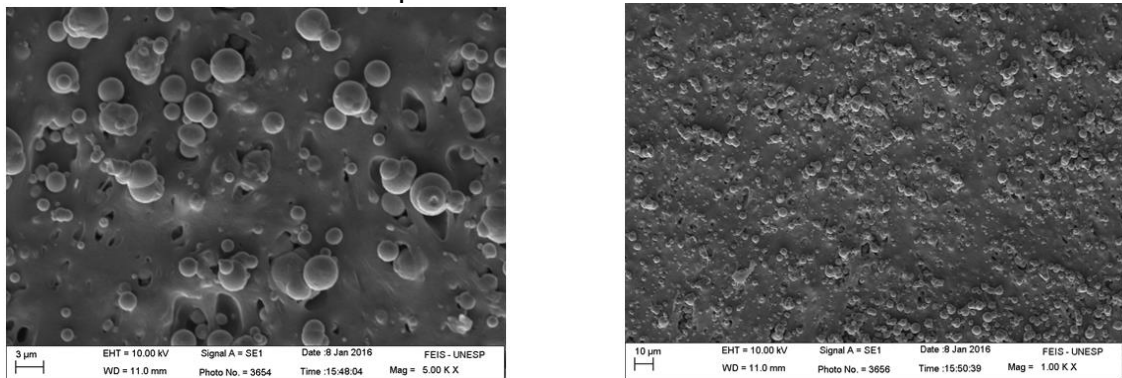
Fonte: STUART (2004)

De acordo com a **Figura 30**, compostos de silício, mostra bandas características de Si-CH₃, que dá origem a uma banda de dobragem simétrica CH₃ na gama de 1280-1250 cm^{-1} . O O-H das bandas de estiramento Si-OH aparecem na mesma região como álcoois, isto é, 3700-3200 cm^{-1} . Si-O-C produzem alongamento em uma banda larga em 1100-1050 cm^{-1} e siloxanos também mostram uma forte banda em 1130-1000 cm^{-1} . Silício ligado a um anel de benzeno produzem duas fortes bandas perto de 1430 e 1110 cm^{-1} .

4.2 ANÁLISES COM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras utilizadas na microscopia foram fraturadas em nitrogênio líquido e as superfícies de fratura foram metalizadas com ouro (**Figura 31**). As análises morfológicas foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura.

Figura 31 – Micrografia da superfície da amostra de borracha natural vulcanizada com partículas de ferro carbonila.

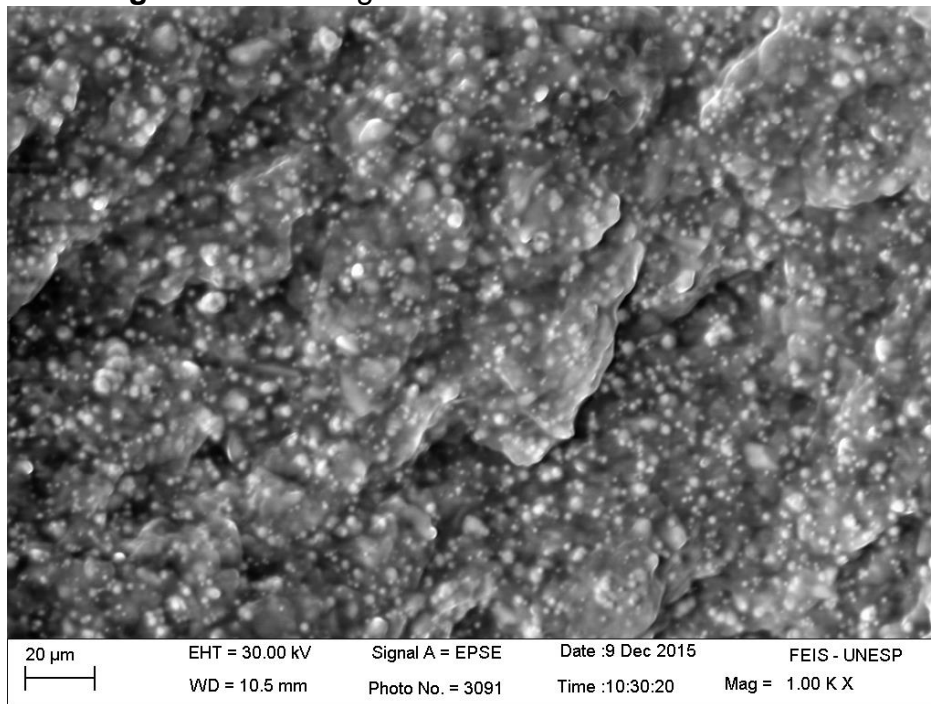


Fonte: Próprio Autor

As imagens da **Figura 31** apresentam as amostras de borracha natural com ferro carbonila, sendo este material ligante com propriedades mais robustas, conseqüentemente uma qualidade superior nas imagens.

Nas **Figura 32**, **33** e **34** são apresentadas as imagens das amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48, utilizadas no presente trabalho, compostas de borracha de silicone e ferro carbonila.

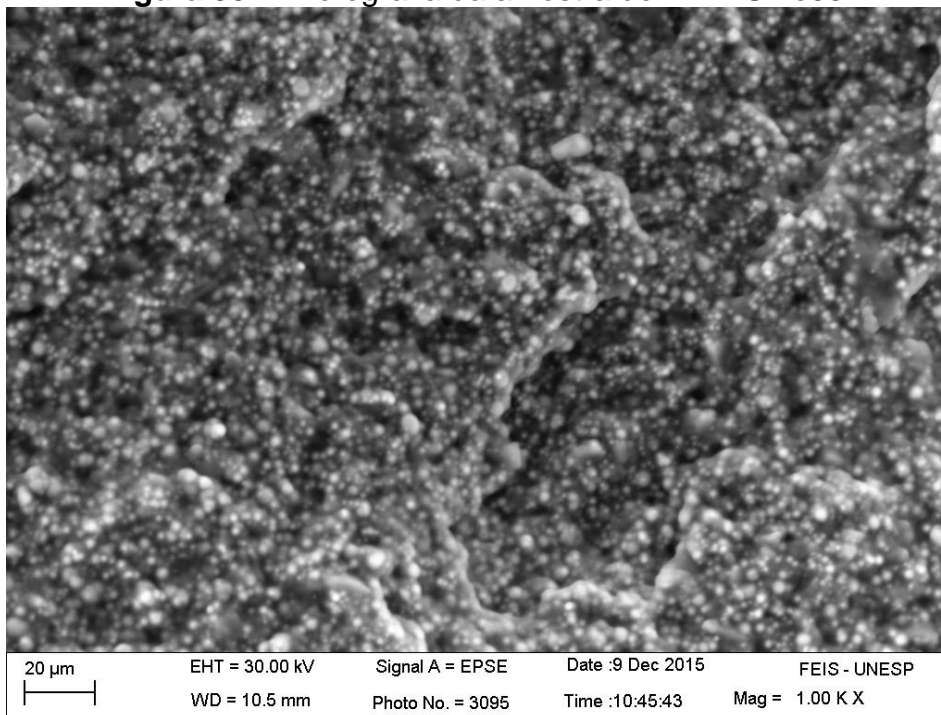
Figura 32 – Micrografia da amostra de MRE SiFe18.



Fonte: Próprio Autor

Através do resultado do MEV foi possível observar a adesão no material ligante, a formação de bolhas na estrutura e distribuição do material ferromagnético.

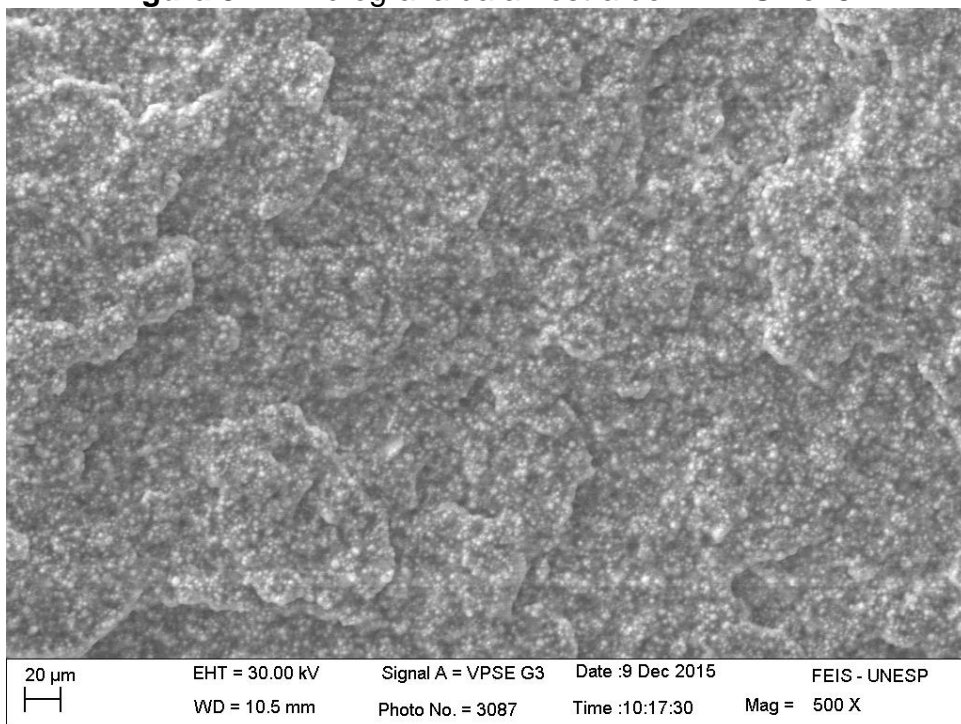
Figura 33 – Micrografia da amostra de MRE SiFe33.



Fonte: Próprio Autor

Uma das primeiras observações durante o ensaio foi a reação das amostras ao feixe de elétrons do SE. A amostra sendo um material muito frágil, ocasionou a queima da superfície quase que instantânea, impossibilitando o uso da mesma, como segunda opção utilizamos o EPSE, com a deposição de ouro, uma camada ultrafina de material eletricamente condutiva, depositada para evitar o acúmulo de campos elétricos estáticos, devido irradiação elétrica durante a produção da imagem.

Figura 34 – Micrografia da amostra de MRE SiFe48.



Fonte: Próprio Autor

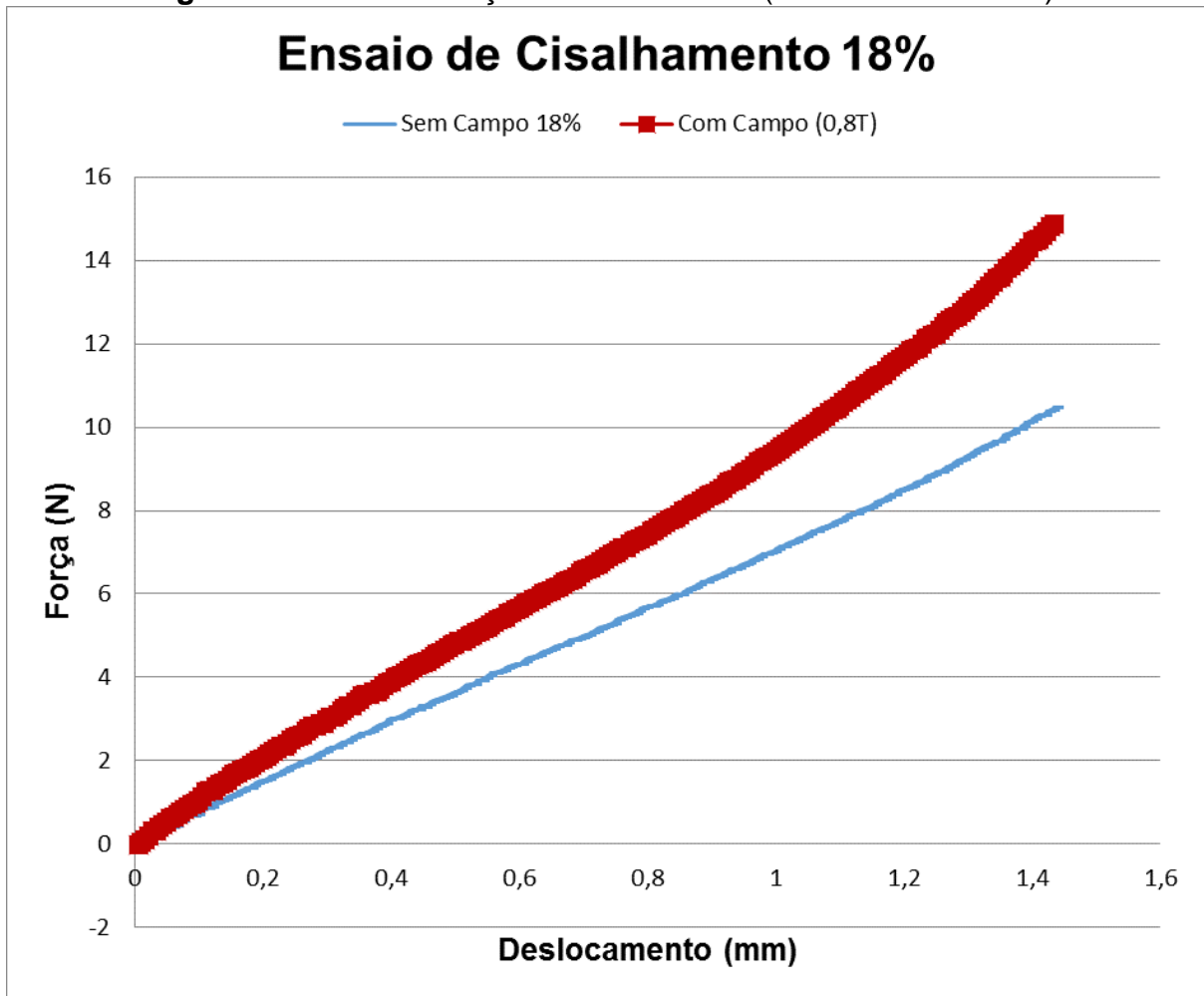
As imagens mostram uma distribuição homogênea das partículas de ferro carbonílica, também se observa o aumento da concentração das partículas em cada amostra.

4.3 ENSAIOS DE CISALHAMENTO

Os resultados do ensaio de cisalhamento na máquina de ensaio universal são apresentados para o dispositivo de ensaio de cisalhamento com hastes de latão (Figura 15) e para o dispositivo de ensaio de cisalhamento com tubo quadrado de alumínio (Figura 24).

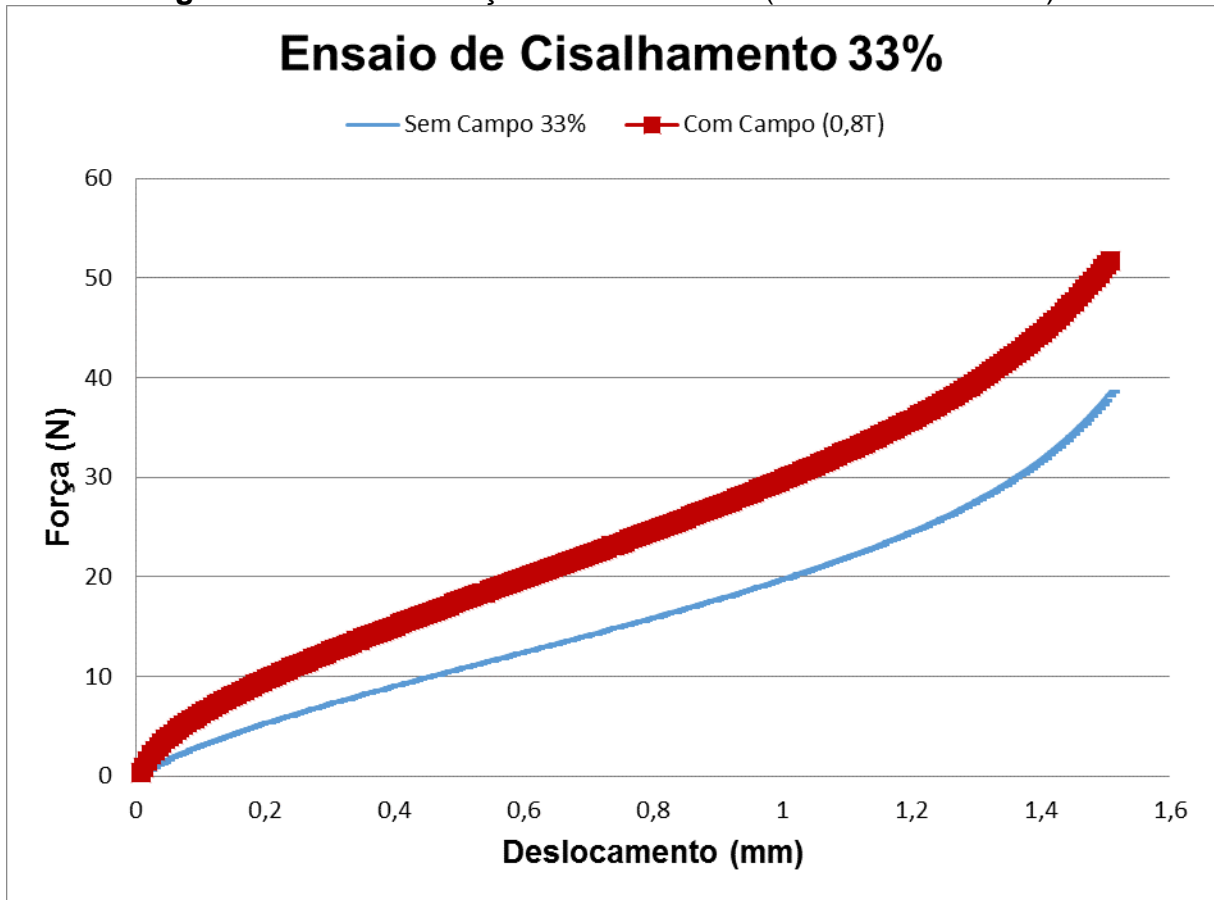
4.3.1 Dispositivo com hastes de latão (DHL)

Nas **Figura 35**, 36 e 37 são mostrados os resultados do ensaio de cisalhamento utilizando o dispositivo com hastes de latão (DHL) para as amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48, respectivamente.

Figura 35 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe18 / DHL).

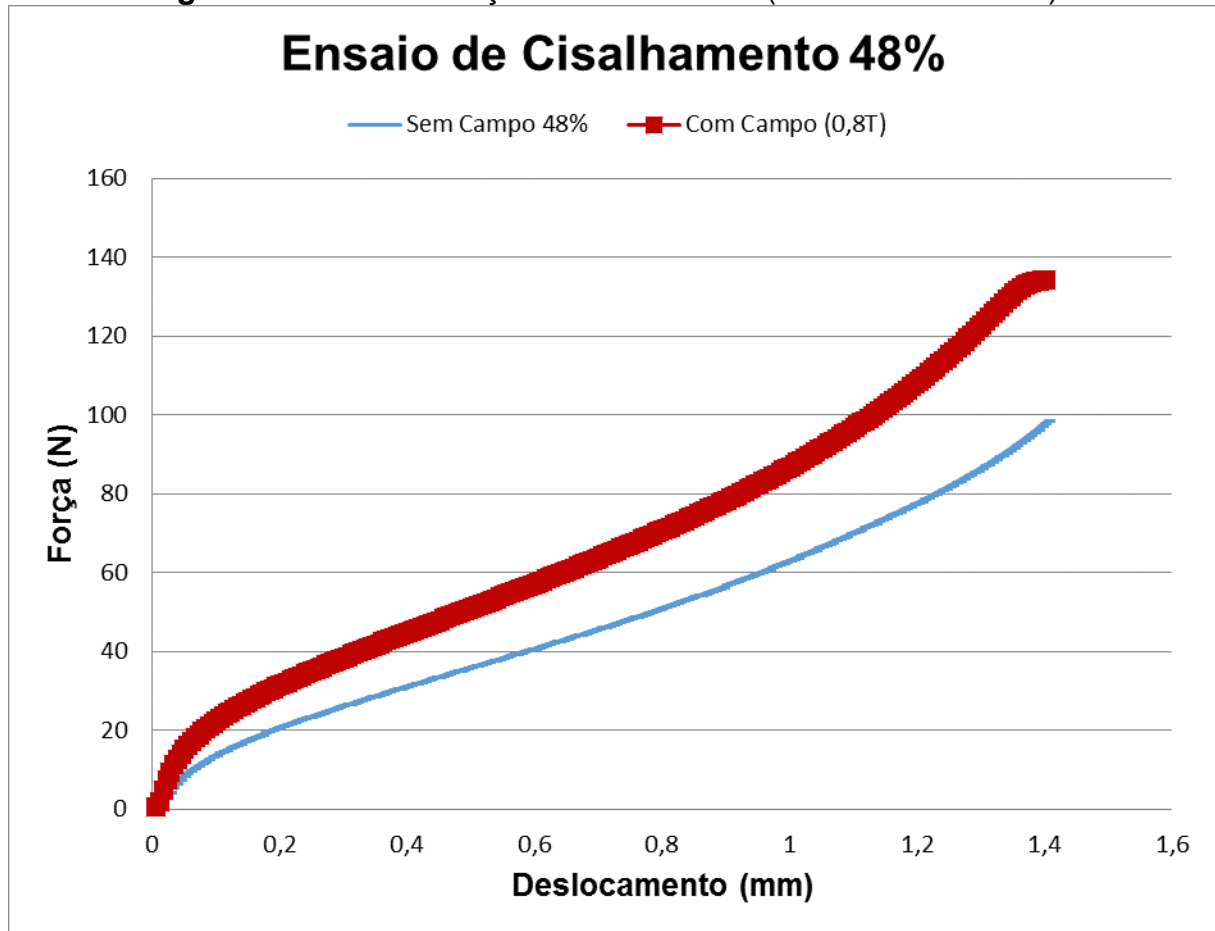
Observa-se na Figura 35 que a ação do campo magnético na amostra de MRE SiFe18 apresentou necessidade de mais força para executar o mesmo deslocamento do que a amostra sem campo, sendo assim, houve ganho na rigidez de aproximadamente 34,20% ($\pm 5,34$).

Figura 36 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe33 / DHL)..



Observa-se na Figura 36 que a ação do campo magnético na amostra de MRE SiFe33 apresentou necessidade de mais força para executar o mesmo deslocamento do que a amostra sem campo, sendo assim, houve ganho na rigidez de aproximadamente 54,70% ($\pm 11,77$). Nota-se também que esse aumento da rigidez é maior na amostra MRE SiFe33 se comparada com a SiFe18.

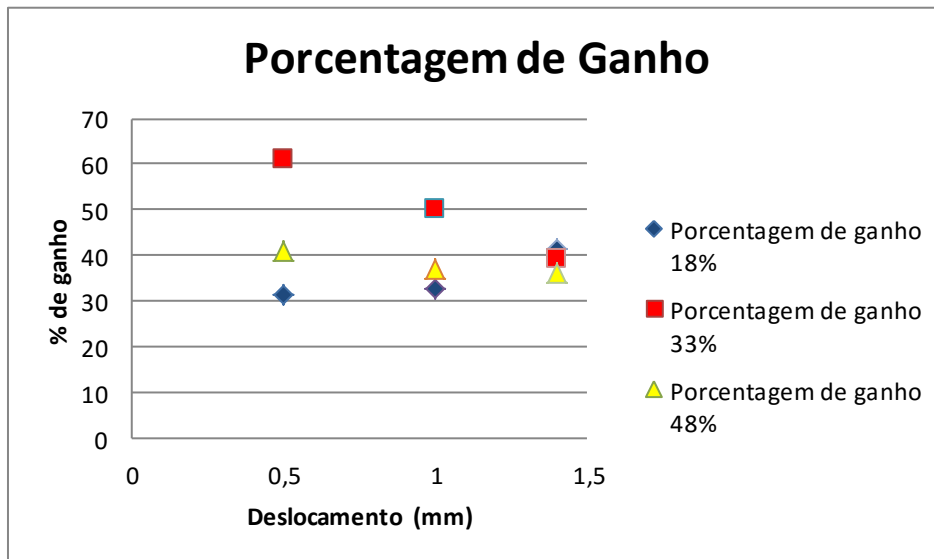
Figura 37 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe48 / DHL)..



Observa-se na Figura 37 que a ação do campo magnético na amostra de MRE SiFe48 apresentou necessidade de mais força para executar o mesmo deslocamento do que a amostra sem campo, sendo assim, houve ganho na rigidez de aproximadamente 41,96% ($\pm 7,74$). Nota-se também que esse aumento da rigidez é menor que na amostra MRE SiFe33 e maior que na amostra SiFe18.

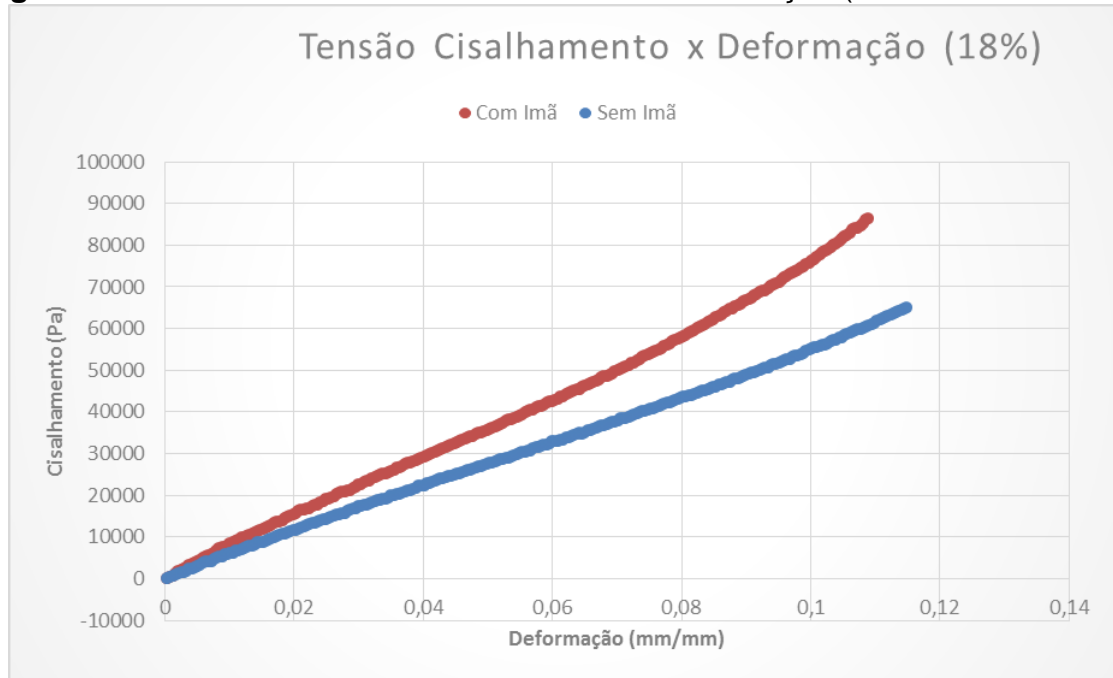
A **Figura 38** apresenta um gráfico demonstrativo da porcentagem de ganho de rigidez para as amostras MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48, obtidos a partir das Curvas Força x Deslocamento mostradas nas Figuras 35, 36 e 37. Observa-se nitidamente que amostra MRE SiFe33 apresenta os melhores resultados considerando o ganho de rigidez com campo magnético.

Figura 38 – Gráfico demonstrativo da porcentagem de ganho em relação a alguns pontos de deslocamento.



Fonte: Próprio Autor

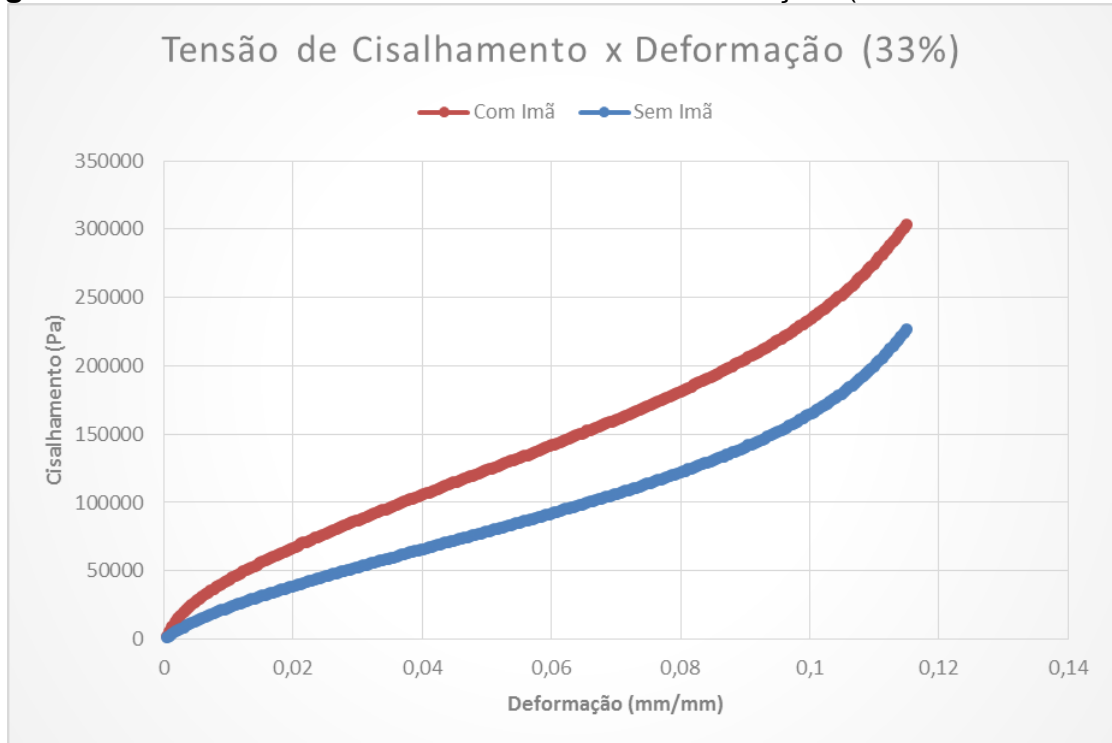
Utilizando as Equações (1), (2) e (3) do Capítulo 3, a geometria das amostras e os dados das Curvas Força x Deslocamento mostradas nas Figuras 35, 36 e 37, foram levantadas as Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação e calculados os Módulos de Cisalhamento G para cada amostra. As **Figura 39**, 40 e 41 apresentam as Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação para as amostras MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48, respectivamente.

Figura 39 – Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação (MRE SiFe18 / DHL).

Fonte: Próprio Autor

O módulo de cisalhamento médio calculado a partir da Equação (1) para a amostra MRE SiFe18 sem campo magnético foi $G = 0,162$ MPa e com campo o valor obtido foi $G = 0,229$ MPa.

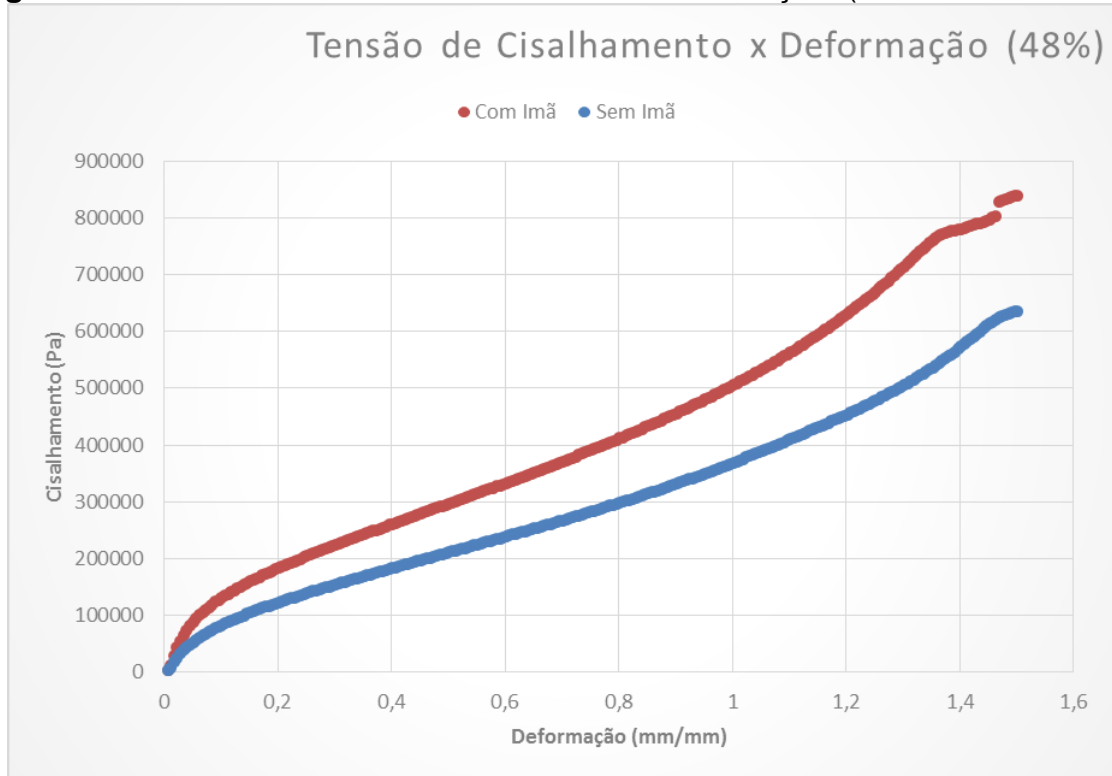
Figura 40 – Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação (MRE SiFe33 / DHL).



Fonte: Próprio Autor

O módulo de cisalhamento médio calculado a partir da Equação (1) para a amostra MRE SiFe33 sem campo magnético foi $G = 0,558$ MPa e com campo o valor obtido foi $G = 0,751$ MPa.

Figura 41 – Curvas Tensão de Cisalhamento x Deformação (MRE SiFe48 / DHL).



Fonte: Próprio Autor

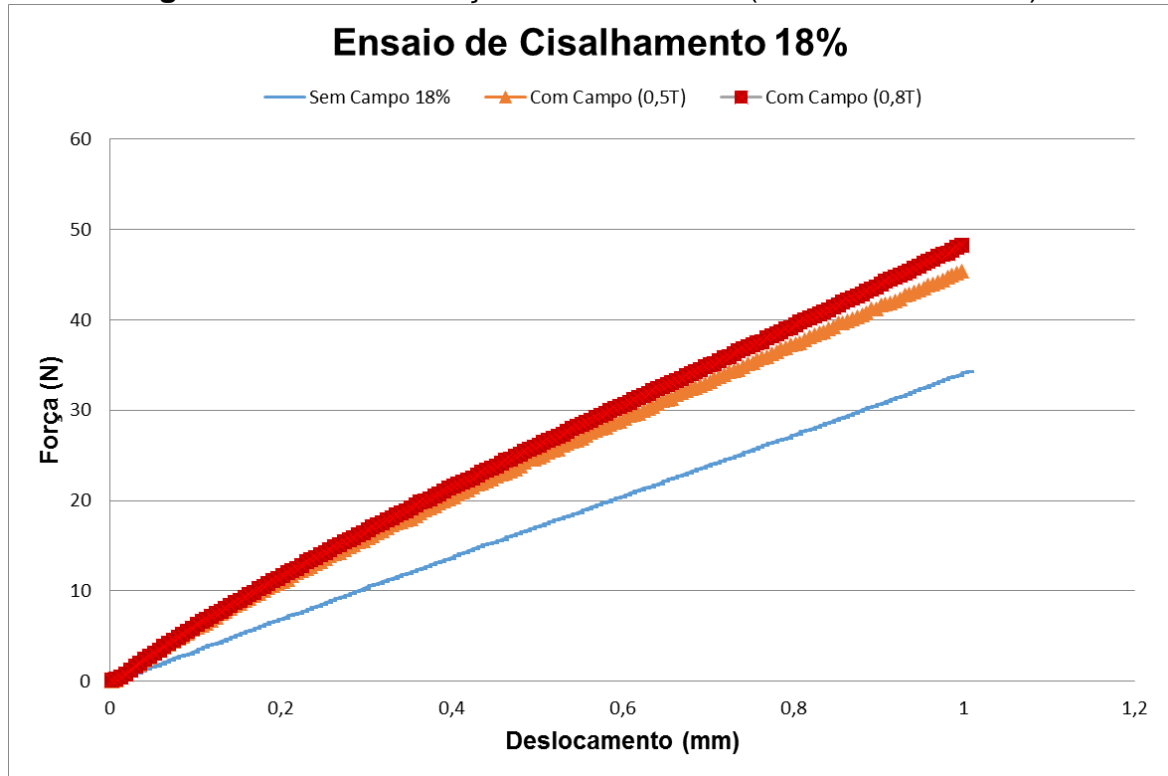
O módulo de cisalhamento médio calculado a partir da Equação (1) para a amostra MRE SiFe33 sem campo magnético foi $G = 1,59$ MPa e com campo o valor obtido foi $G = 2,11$ MPa.

4.3.2 Dispositivo com tubo de alumínio (DTA)

Nos ensaios com o dispositivo com tubo quadrado de alumínio (DTA) foram preparadas as mesmas amostras de MRE do ensaio do dispositivo com haste de latão (DTL), SiFe18, SiFe33 e SiFe48. Somente a configuração do dispositivo foi alterada, eliminando o adesivo. No ensaio de cisalhamento com esse dispositivo foram empregados dois campos magnéticos diferentes (0,5 e 0,8 Tesla) alcançados com a variação da distância entre os ímãs permanentes de neodímio no dispositivo gerador de campo magnético.

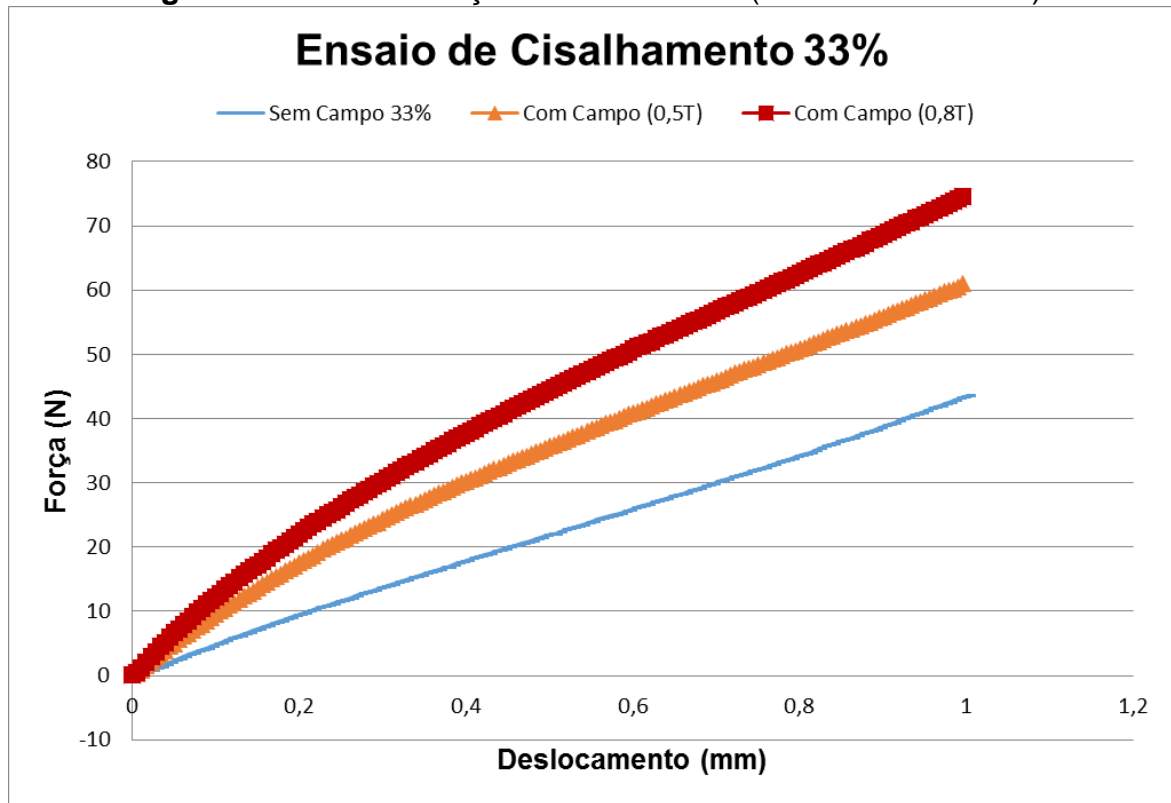
Nas **Figura 42**, 43 e 44 são mostrados os resultados do ensaio de cisalhamento utilizando o dispositivo com tubo quadrado de alumínio (DTA) para as amostras de MRE SiFe18, SiFe33 e SiFe48, respectivamente.

Figura 42 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe18 / DTA).



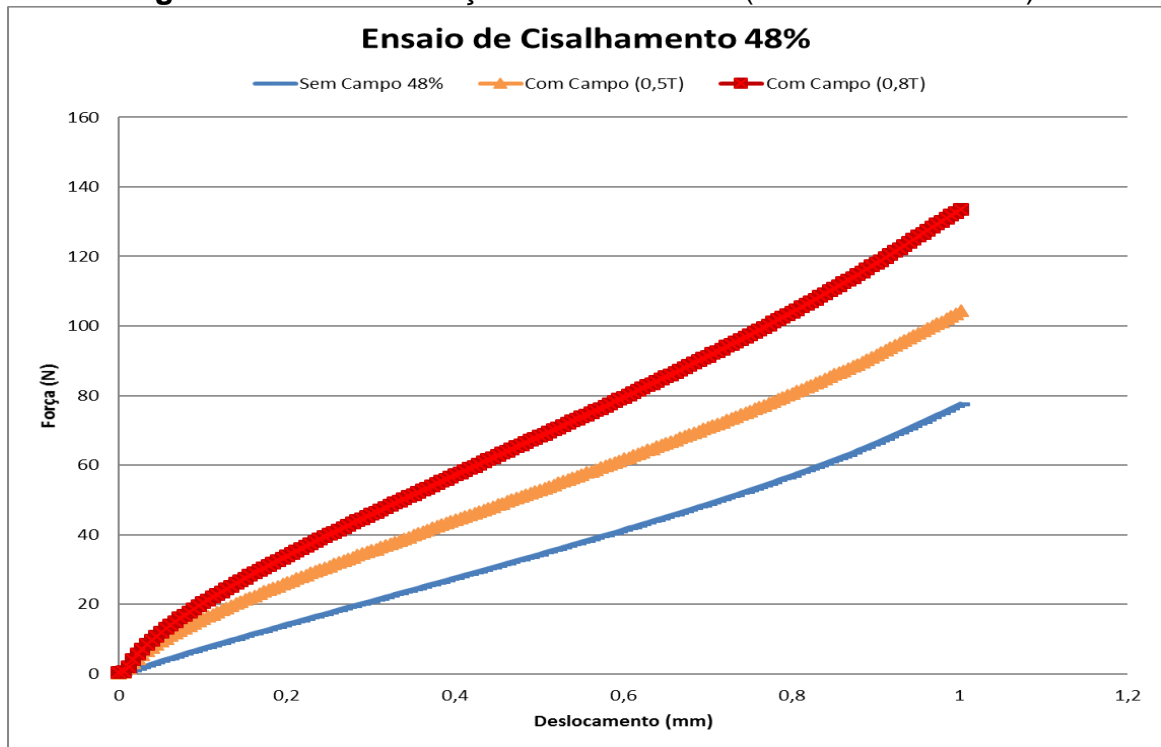
Fonte: Proprio autor

Em relação ao ensaio anterior com o dispositivo com haste de latão, este apresenta uma resposta muito similar no formato da curva, mas a força para obter um mesmo deslocamento teve que ser bem maior, uma vez que a área cisalhante da amostra é maior no dispositivo com tubo de alumínio. Observ-se, também, que o resultado da amostra MRE SiFe18 não apresentou muita diferença entre os campo magnéticos de 0,5 e 0,8 Tesla, devido a concentração ser menor de ferro carbonila.

Figura 43 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe33 / DTA).

Fonte: Proprio autor

Os resultados para a amostra MRE SiFe33 apresentaram uma diferença significativa para os campos magnéticos de 0,5 e 0,8 Tesla. A variação na rigidez da amostra foi de aproximadamente 73% quando se compara a amostra sem campo magnético e a amostra com campo de 0,8 Tesla.

Figura 44 – Curvas Força x Deslocamento (MRE SiFe48 / DTA).

Fonte: Proprio autor

Os resultados para a amostra MRE SiFe48 também apresentaram uma diferença significativa para os campos magnéticos de 0,5 e 0,8 Tesla. A variação na rigidez da amostra foi de aproximadamente 56% quando se compara a amostra sem campo magnético e a amostra com campo de 0,8 Tesla, menor que para a amostra SiFe33.

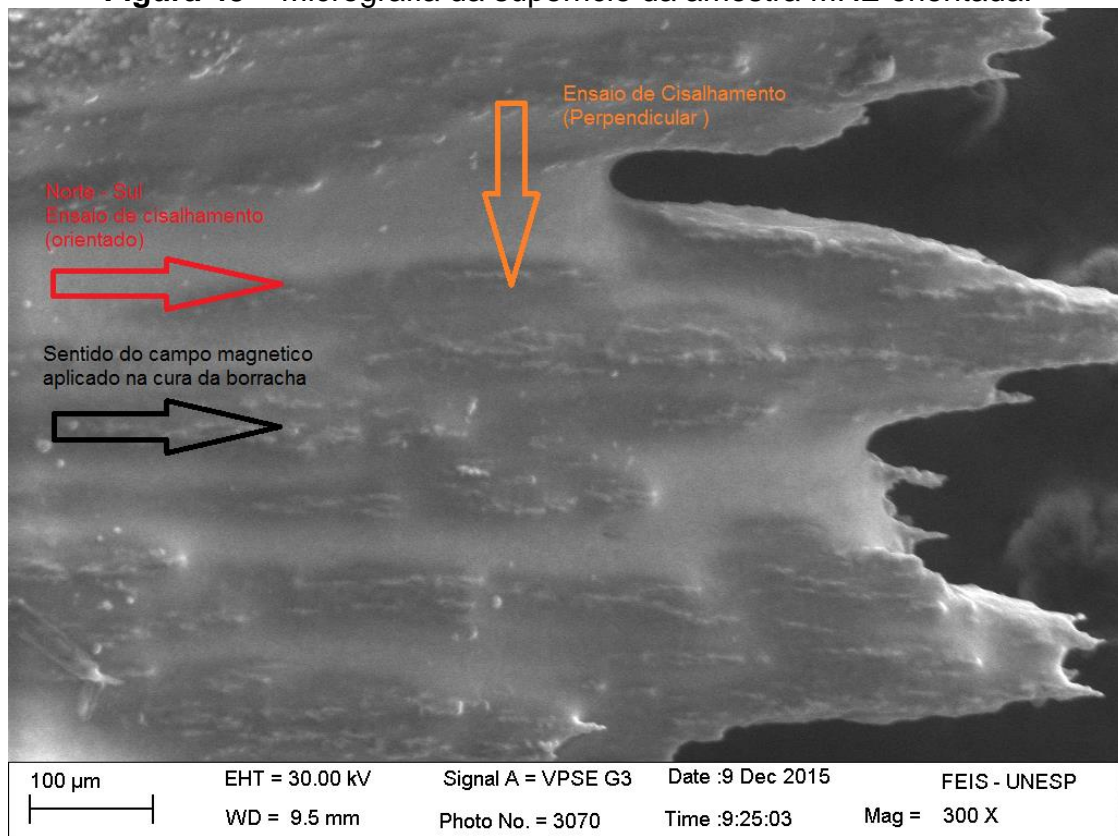
4.4 ENSAIOS EXPLORATÓRIOS

A seguir são apresentados alguns ensaios exploratórios com objetivo de investigar de forma simples o potencial de aplicação do MRE como absorvedor dinâmico de vibrações.

4.4.1 Silicone com ferro carbonila orientado

Uma amostra de MRE com partículas de ferro carbonila orientadas por campo magnético foi confeccionada com a finalidade de obter uma amostra anisotrópica com propriedades mecânicas distintas dependendo da direção medida. Na micrografia da amostra MRE orientada (**Figura 45**) pode-se observar uma ordem nos traços, nessa amostra a cura da borracha de silicone com partículas de ferro carbonila foi realizada um ímã na sua face (lado esquerdo da **Figura 45**).

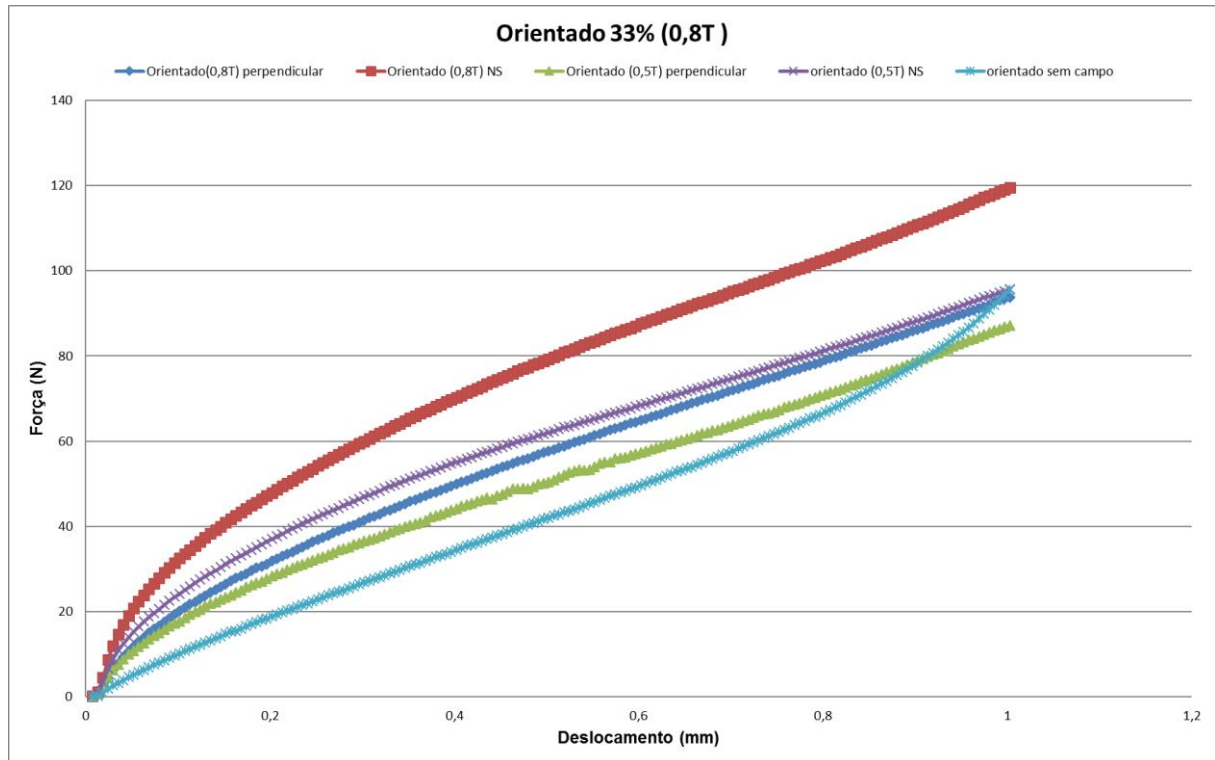
Figura 45 – Micrografia da superfície da amostra MRE orientada.



Fonte: Próprio Autor

Na Figura 46 são mostradas as Curvas Força x Deslocamento da amostra MRE SiFe33 com cura em campo magnético orientado.

Figura 46 – Curvas Força x Deslocamento da amostra MRE orientada SiFe33.

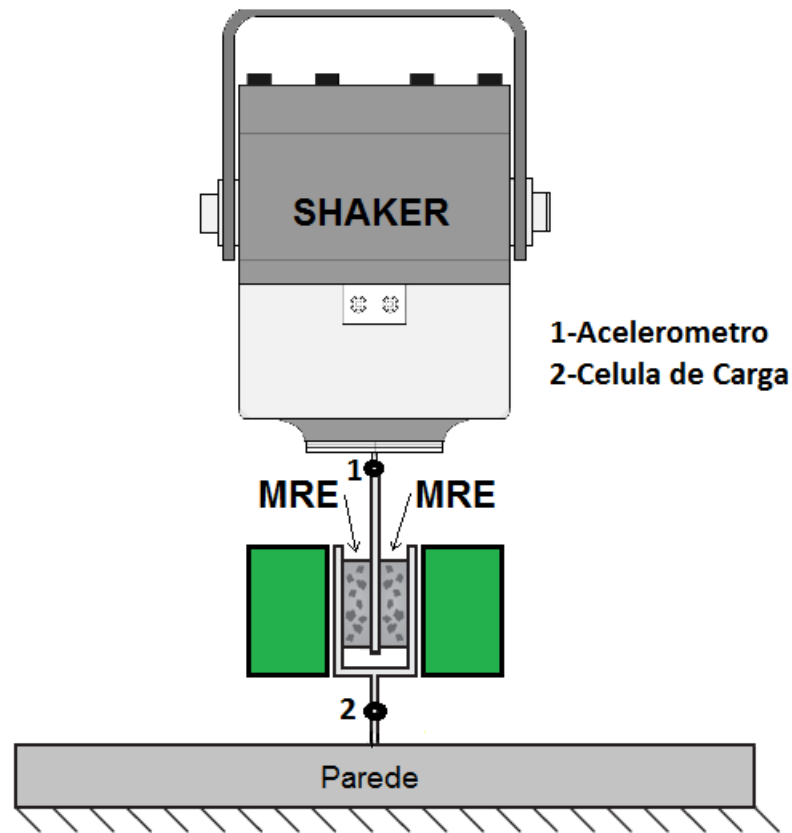


Devido às propriedades anisotrópicas na estrutura da amostra de MRE foram obtidos resultados totalmente diferentes dos apresentados nos ensaios de cisalhamento anteriores. Ao se aplicar o campo magnético em diferentes posições observam-se comportamentos distintos das curvas mostradas na Figura 46.

4.4.2 Análise dinâmica

Para este ensaio foi montado um aparato experimental mostrado na Figura 47. O absorvedor dinâmico de vibrações foi confeccionado com um conjunto de dois elementos de borracha MRE colados entre placas de aço, porém em um futuro ensaio será substituído por hastes de latão ou tubo de alumínio para otimizar o campo magnético.

Figura 47 – Esquema do aparato experimental para análise de vibrações.



Fonte: Próprio Autor

O sistema de isolamento de vibração montado no laboratório é constituído de borracha MRE com base no experimento desenvolvido por Alberdi (2013). A excitação será aplicada no sentido horizontal por um *shaker* eletrodinâmico, conforme é mostrado na Figura 48.

Para medir o fluxo de entrada foi instalado um acelerômetro onde a excitação é aplicada. Também foi instalada uma célula de carga na base.

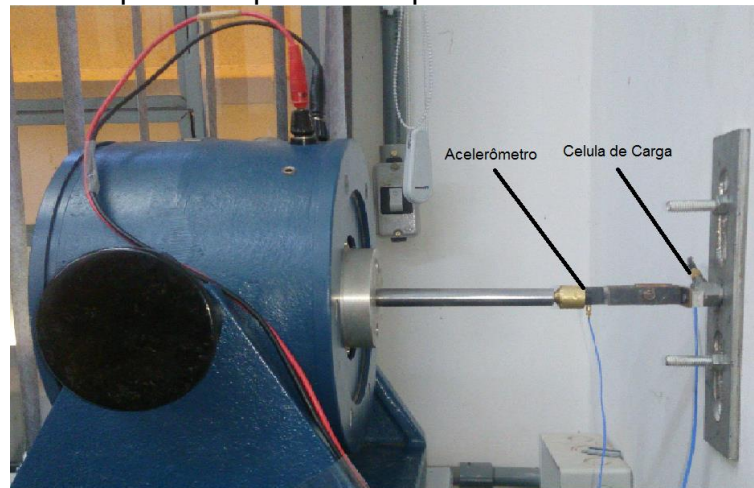
O sinal de excitação será fornecido ao *shaker* por um analisador de frequência através de um amplificador. Os sinais provenientes dos acelerômetros e transdutores de força serão condicionados e adquiridos pelo analisador de frequência, o qual está ligado a um computador, onde os sinais serão registrados e processados, **Figura 49**.

Figura 48 – Montagem experimental, mostrando sistema de aquisição, gerador de sinal, amplificador e shaker



Fonte: Próprio Autor

Figura 49 – Aparato experimental para análise dinâmica do MRE.



Fonte: Próprio Autor

O campo magnético será aplicado aos componentes de borracha MRE perpendicularmente por um ímã permanente. No caso do aparato experimental conter mais de um isolador, os ímãs serão ligados em paralelo, conforme mostra a **Figura 50**.

As amostras foram analisadas considerando várias frequências de excitação. Sendo analisadas também algumas propriedades dinâmicas da borracha MRE como rigidez e amortecimento.

Figura 50 – Resultados na faixa de 0 a 800 Hz para amplitudes de 1,0 mm.

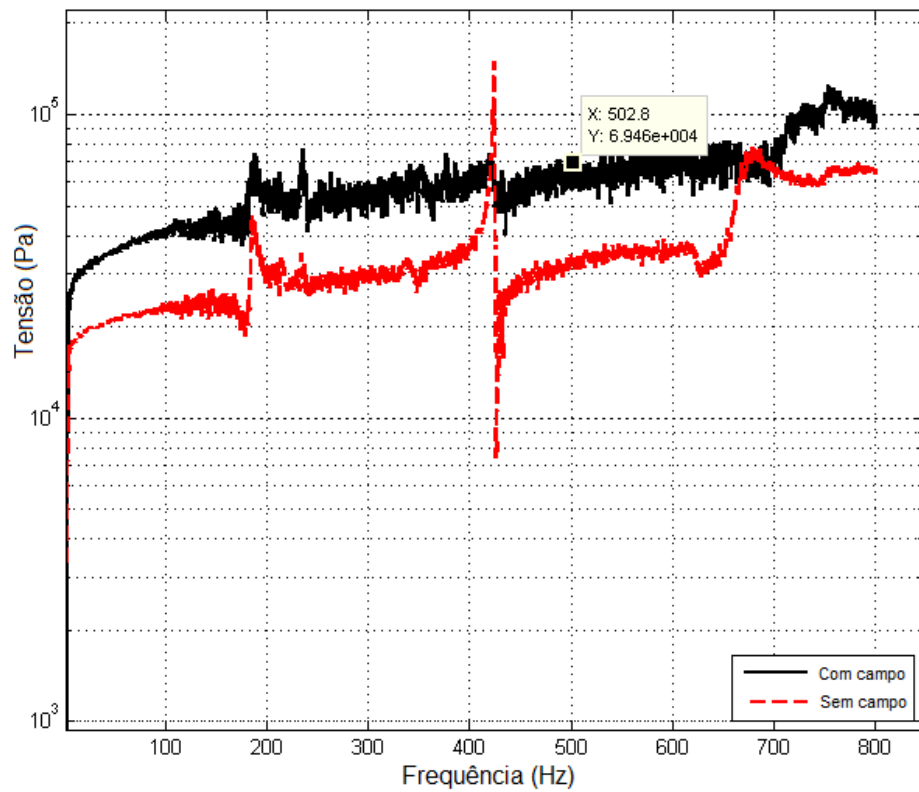
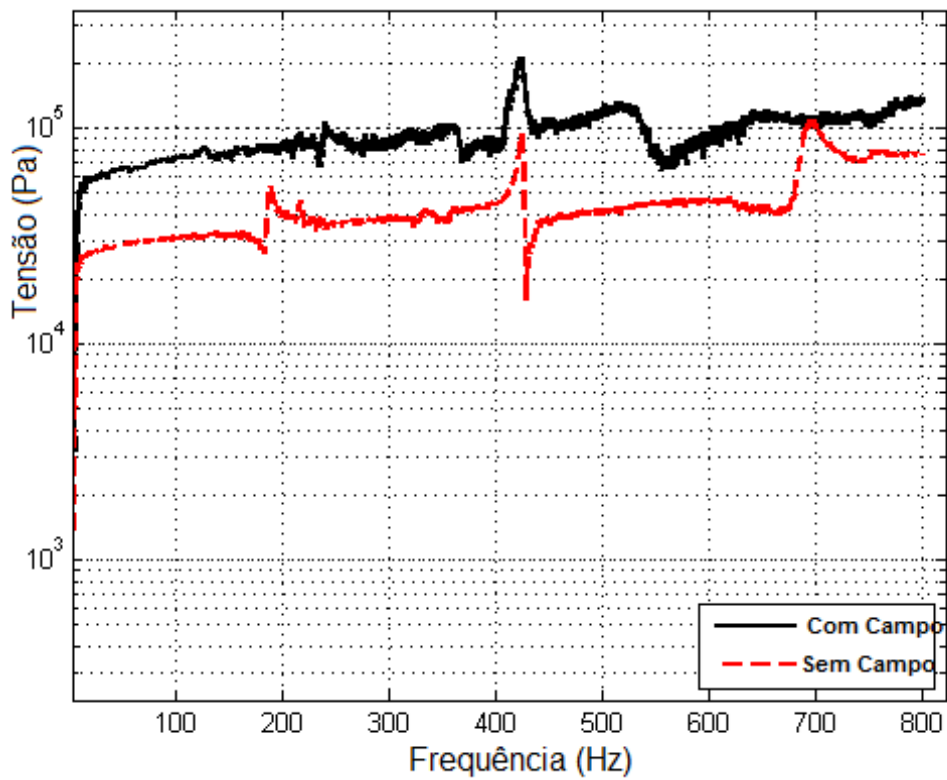


Figura 51 – Resultados na faixa de 0 a 800 Hz para amplitudes de 2,0 mm.



Os resultados mostrados nas **Figura 50** e 51 podem ser considerados promissores, demonstrando o potencial funcional das borrachas MRE, de forma a serem aprimoradas e trabalhadas em absorvedores dinâmicos de vibração, onde conseguimos uma alteração considerável na rigidez.

5 CONCLUSÃO

O objetivo deste trabalho foi mostrar a influência do campo magnético em alterar a rigidez da amostra de MRE, onde foi comprovado através dos ensaios experimentais, que as amostras de MRE confeccionadas com borracha de silicone e partículas de ferro carbonila mostraram potencial para uma aplicação imediata, assim aplicamos concentrações diferentes de ferro carbonila no silicone para conseguir diferentes respostas do sistema, observamos que as alterações de concentração assim como orientação do campo magnético geram respostas diferentes.

Mostramos que acontece uma distribuição homogênea entre o silicone e o ferro carbonila, e que não acontece nenhuma interação química entre eles.

Visto que o elastômero de silicone apresentou um resultado expressivo, ficando na média de 50% de alteração entre sem campo e com campo as partículas de ferro carbonila mostrou ser uma boa escolha.

No ensaio exploratório apresentamos o potencial do MRE, para a utilização em absorvedores de vibrações onde o mesmo apresenta funcionalmente o controle da rigidez da amostra, assim como a possibilidade de produzir um absorvedor que possua uma matriz MRE com diferentes orientações em seu processo de fabricação, ocasionando diferentes respostas.

6 TRABALHOS FUTUROS

- Aperfeiçoar um eletroímã capaz de atuar de forma efetiva no Sistema.
- Produzir uma borracha natural/ Ferro Carbonila de forma a deixar funcional, em um absorvedor dinâmico.

REFERÊNCIAS

ALBERDI-MUNIAIN, A.; GIL-NEGRETE, N.; KARI, L. Modelling energy flow through magneto-sensitive vibration isolators. **International Journal of Engineering Science**, Philadelphia, v. 65, n.1, p. 22-39, abr. 2013.

BELLUCCI, F. S. **Preparação e caracterização de nanocompósitos multifuncionais obtidos com nanopartículas ferroelétricas e paramagnéticas em filmes de borracha natural**. 2013. 176 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais) - Faculdade Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista- UNESP, 2013.

BERGANDER, A.; LOZADA, J.; POESSINGER, T. Translatably and rotatably semi-active device. Patent US 20120279345 A1, 23 nov. 2010, 08 nov. 2012.

BERGHUS, K.; FRIEMANN, H. In: BENDER, H. et al. **Manual for the rubber industry**. Leverkusen: Rubber Business Group, 1993. Development section.

BRUCE, L. J. et al. Synthesis, characterisation and application of silica-magnetite nanocomposites. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 284, n. 88, p.145-160, 2004. DOI: 10.1016/j.jmmm.2004.06.032.

CALLISTER, W. D. RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering: an introduction**. 8 th ed. Utah: John Wiley & Sons, 2009. p. 131; 489.

CARSON, J. D. Magnetorheological fluid seismic damper, Patent US 6296088 B1, 2001.

CARSON, J. D.; JOLLY, M. R. MR fluid, foam and elastomer devices. **Mechatronics**, Kidlington. v. 10, n.1, p. 555-569, 2000.

COSTA, W. **Comportamento das forças de adesão do adesivo selante de silicone e do mastic butílico sob o efeito da radiação ionizante**. 2012. 93 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Metalúrgica e de Materiais)- Escola Politécnica, Universidade de São Paulo- USP, 2012.

CHALMERS, J.M.; GRIFFITHS, P. R. **Handbook of vibrational spectroscopy**. Chichester: John Wiley & Sons, 2002. p. 200-210.

DANAS, K.; KANKANALA, S. V.; Triantafyllidis, N. Experiments and modeling of iron-particle-filled magnetorheological elastomers. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, Kidlington, v. 60, n. 22, p. 120-138, 2012.

DEN HARTOG, J. P. **Mechanical vibrations**. New York: McGraw-Hill, 1956. p. 262. ISBN 13 9780486647852.

ESPÍNDOLA, J. J.; BAVASTRI, C. A. Viscoelastic neutralisers in vibration abatement: a non-linear optimization approach. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences**, Rio de Janeiro, v. 19, n. 3, p. 154-163, 1997.

FARSHAD, M.; ROUX, M. L. A new active noise abatement barrier system. **Polymer Testing**, London, v. 23, n. 7, p. 855-860, 2004. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2004.02.003

FERRI, F. A. **Síntese e caracterização de filmes à base de Si e Ge dopados com espécies magnéticas**. 2010. 142 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física Aplicada, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

FRAHM, H. Device for damping vibrations of bodies. U.S. Patent 989, 1911.

HARRIS, C. M.; CREDE, C. E. **Shock and vibration handbook**. 2nd ed. New York: McGraw-Hill, 1976. p. 235.

Harvey, J. A. **Smart materials, in mechanical engineers' handbook**: materials and mechanical design. 3 th ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2005. p. 458. DOI: 10.1002/0471777447.ch11

HOANG, N.; ZHANG, N., Du, H. An adaptive tunable vibration absorber using a new magneto-rheological elastomer for vehicular powertrain transient vibration reduction. **Smart Mater. Struct.**, United Kingdom, v. 20, n. 1, p. 24. 2010. DOI: 10.1088/0964-1726/20/1/015019

HUNT, J. B. **Dynamic vibration absorbers mechanical engineering**. London: Mechanical Engineering Publications, 1979. p.117.

KLOTZ, M.; AYRAL, A.; GUIZARD, C.; MÉNAER, C.; CABUIL, V.; COLL, J. Silica coating on colloidal maghemite particles. **Colloids for nano- and biotechnology**. Berlin. v. 220, n. 2, p. 357-361, 1999.

LIMA, S. A. **Identificação experimental de um sistema magneto-reológico**. 2011. 105 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

MANSUR, H. S.; PEREIRA, M.; ORÉFICE, R. Técnicas de caracterização de materiais. In: ORÉFICE, R.; MANSUR, H.; PEREIRA, M. (Org.). **Biomateriais: fundamentos e aplicações**. Rio de Janeiro: Cultura Médica. v. 1, p. 185-236. 2009.

MITTAL, K. L.; PIZZI, A. **Hand-Book of sealant technology**. Boca Raton: Crc , 2010. 533 p.

MONTEIRO, L. S. **Efeitos de elementos substitucionais e intersticiais na microestrutura, dureza e módulo de elasticidade de liga Ti-Nb**. 2014. 98 f. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais)- Faculdade Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista, UNESP, Bauru, 2014.

MORTON, M. **Rubber technology**. 3. ed. New York: van Nostrand, 1987. 638 p.

NIKITIN, L.V.; KOROLEV, D. G.; STEPANOV, G. V.; MIRONOVA, L. S. Experimental study of magnetoelastics. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Holanda, v. 300, n. 1, p. 234. 2006. DOI: 10.1016/j.jmmm.2005.10.087

OLABI, A. G.; GRUNWALD, A. Design and application of magnetostrictive materials. **Materials & Design**, Holanda, v. 29, n. 2, p. 469-483, 2008. DOI: 10.1016/j.matdes.2006.12.016

RABINOW, J. The magnetic fluid clutch. **Transactions of the American Institute of Electrical Engineers, AIEE**. Washington, v. 67, n. 2, p.1308-1315, 1948.

SADIKU, M. N. O. **Elementos do eletromagnetismo**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2004. 716 p.

SHREVE, R. N.; BRINK JUNIOR, J. A. **Indústrias de processos químicos**. 4. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1980. 574 p.

SILVA, J. E. M. **Síntese, caracterização de ferrita espinélio com propriedades magnéticas e absorvedoras de micro-ondas**. 2013. 136 f. Tese (Doutorado)– Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte- UFRN, Nata, 2013.

SNOWDON, J. C. **Vibration and shock in damped mechanical systems**. New York: Wiley, 1968. 473 p.

STEPANOV, G. V.; ABRAMCHUK, S. S.; GRISHIN, D. A.; NIKITIN, L. V.; KRAMARENKO, E. Y.; KHOKHLOV, A. R. Effect of a homogeneous magnetic field on the viscoelastic behavior of magnetic elastomers. **Polymer**, Holanda, v. 48, n.2, p. 488-495, 2007. DOI: 10.1016/j.polymer.2006.11.044

STENBERG, B.; Lokander, M.; Reitberger, T. Magnetorheological elastomers – possibilities and limitations. **Annual transactions of the Nordic Rheology Society**, Noruega, v. 12, n. 1, p. 163-170, 2004

STUART, B. **Infrared spectroscopy: fundamentals and applications**. Chichester: J. Wiley, 2004. 165 p.

STUTZ, L. T. **Síntese e análise de uma suspensão semi-ativa magneto reológica baseada na abordagem de controle com estrutura variável**. 2005. 76 f. Tese (Doutorado)- COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

TIAN, T.; Li, W.; Deng, Y. Sensing capabilities of graphite based MR elastomers. **Smart Mater. Struct.**, Bristol, v. 20, n. 2, p. 135-140, 2011.

THOMAZI, C. C. **Contribuição ao controle passivo de rotores flexíveis suportados por mancais de filme fluido através de elastômeros**. 2013. 145 f. Tese (Doutorado)- Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.

VARGA, Z.; FILIPCSEI, G.; ZRÍNYI, M. Magnetic field sensitive functional elastomers with tunable elastic modulus. **Polymer**, Holanda, v. 47, n. 1 p. 227-233, 2006. DOI: 10.1016/j.polymer.2005.10.139.

VIEIRA, C. A. M. **Efeitos das interações magnéticas entre partículas nas propriedades de bloqueio de nanocristais de ferrita de cobalto**. 2013. 72 f. Dissertação (Mestrado)- Instituto de Física, Universidade de Brasília, Brasília, 2013.

WU, J.; GONG, X.; FAN, Y.; XIA, H. Anisotropic polyurethane magnetorheological elastomer prepared through in situ polycondensation under a magnetic field. **Smart Materials and Structures**, Bristol, v. 19, n. 10., p. 126-131, 2010.

ZAJAC, P.; KALETA, J.; LEWANDOWSKI, D.; GASPEROWICZ, A. Isotropic magnetorheological elastomers with thermoplastic matrices: structure, damping properties and testing. **Smart Materials and Structures**, Bristol, v. 19, n. 4, p. 85-90, 2010.

ZHOU, G. Shear properties of a magnetorheological elastomer. **Smart Materials and Structures**, Bristol, v. 12, n. 1, p. 139-146, 2003.