MINISTÉRIO DA DEFESA EXÉRCITO BRASILEIRO DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA (Real Academia de Artilharia, Fortificação e Desenho, 1792) SEÇÃO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS TESE DE DOUTORADO

MÁRCIO JARDIM DE OLIVEIRA

COMPÓSITO DE POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE REFORÇADO POR ALUMINA E NANOPARTÍCULAS DE CARBETO DE BORO PARA PROTEÇÃO BALÍSTICA

Rio de Janeiro 2019 INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

MÁRCIO JARDIM DE OLIVEIRA

COMPÓSITO DE POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE REFORÇADO POR ALUMINA E NANOPARTÍCULAS DE CARBETO DE BORO PARA PROTEÇÃO BALÍSTICA

Tese de Doutorado apresentado ao programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Ciência de Materiais.

Orientador: Prof. D.C. Alaelson Vieira Gomes Coorientador: Prof. D.C. Édio Pereira Lima Junior

Rio de Janeiro 2019

©2019

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Jardim de Oliveira, Márcio

Compósito de polietileno de baixa densidade reforçado por alumina e nanopartículas de carbeto de boro para proteção balística / Márcio Jardim de Oliveira. - Rio de Janeiro, 2019.

179 f.:

Orientador: Alaelson Vieira Gomes,

Coorientador: Édio Pereira Lima Junior,

Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Engenharia de Defesa, 2019.

 Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Balística, Polietileno baixa densidade, Alumina. 3. Carbeto de boro. 3. Gomes, Alaelson Vieira. 4. Lima Junior, Édio Pereira. 5. Instituto Militar de Engenharia. I. Vieira Gomes, Alaelson, orient. II. Lima Junior, Édio Pereira, coorient. III. Título

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

MÁRCIO JARDIM DE OLIVEIRA

COMPÓSITO DE POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE REFORÇADO POR ALUMINA E NANOPARTÍCULAS DE CARBETO DE BORO PARA PROTEÇÃO BALÍSTICA

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientadores: Prof. D.C. Alaelson Vieira Gomes Prof. D.C. Édio Pereira Lima Junior

Aprovada em 16 de dezembro de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:

Alaelson Vieira Gomes – D.C. do IME – Presidente

André Ben-Hur da Silva Figueiredo – D. C. do IME

Carlos Frederico de Matos Chagas – D.C. do IME

Édio Pereira Lima Junior – D.C. do IME

Flavio James Humberto Tommasini Vieira Ramos - D.C. do IMA

Jheison Lopes dos Santos – D. C. da UFRRJ

Rodrigo Félix de Araujo Cardoso – D.C. do CBPF

Tiago Alegretti Zucarelli – D.C. do IAE

Wagner Anacleto Pinheiro – D.C. do IME

Rio de Janeiro

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a toda a minha família e aos meus amigos, que durante este longo trajeto tiveram paciência e compreensão para suportar as minhas ausências e me apoiaram a conseguir trilhar mais esta etapa.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pois sem ele e sua infinita misericórdia e bondade, nada em nossas vidas seria possível.

A minha família em especial a minha esposa Daysi e minha filha Débora, pelos intermináveis fins de semana que tive que me ausentar. Ao meu pai Mario e minha mãe Zulimar pois muitas vezes também não estive o tempo que gostaria com vocês.

Ao Exército Brasileiro e ao Instituto Militar de Engenharia, que proporcionaram a realização deste curso.

Ao meu orientador professor Alaelson Vieira Gomes uma pessoa muito especial que tive a honra de conhecer e que sempre me auxiliou com suas opiniões notáveis em todos os momentos necessários durante esta jornada.

Ao meu coorientador Édio Pereira Lima Junior que desde a época das disciplinas sempre esteve disposto e solicito a ajudar.

Ao professor Carlos Nelson Elias, sou extremamente grato por ter sido meu primeiro orientador.

Aos professores do Instituto Militar, em especial aos professores Souza Lima, Sergio Neves, Wagner Anacleto e Andersan que transmitiram conhecimentos e auxiliaram no meu engrandecimento pessoal e profissional.

Ao professor André Ben Hur da Silva Figueiredo por permitir o uso do seu laboratório, por todo o conhecimento transmitido na área balística e pela boa vontade demonstrada na realização dos ensaios balísticos com seu ouvido de artilheiro

Ao Doutor Flavio James Humberto Tommasini Vieira Ramos por sua ajuda na realização dos ensaios de microscopia e flamabilidade e principalmente por nossas acaloradas conversas.

Aos alunos Rodolfo, Eustáquio, Pedro Pobel, que auxiliaram em alguns ensaios e testes primordiais para a conclusão desta pesquisa.

Ao amigo José Alex Galiza, companheiro desde o primeiro dia desta jornada, que me apresentou o IME e me incentivou a concluir este curso.

Ao amigo Pedroso por suas tiradas sempre inteligentes.

Aos amigos do Instituto Federal do Rio de Janeiro Campus Paracambi, em especial André Rocha Pimenta, Jose Maria Paolucci, Ivan Cairrão, Henrique José, Felipe Silva, Paulo Feliciano, que sempre me deram forças e auxílio nesta caminhada.

Ao amigo Walker Filho por sua colaboração e ajuda nos ensaios de ultrassom.

Ao amigo Roberto Roco Antunez pelas palavras de incentivo e o auxílio nos ensaios de tração e compressão.

Ao amigo Rodrigo da empresa W.S. por fornecer o polietileno de alta densidade, material do início da pesquisa.

A empresa Resinpó por fornecer o polietileno de baixa densidade.

Aos amigos da escola técnica estadual Visconde de Mauá pelo apoio e incentivo. Aos amigos Charles e Catalão da empresa Arctest pelo auxílio nos ensaios radiográficos.

Combati o bom combate, acabei a carreira, guardei a fé.

Thimóteo 4:7-8

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	11
LISTA DE TABELAS	14
LISTA DE SÍMBOLOS	16
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS	17

1	INT	RO	DUÇÃO	20
	1.1	Mo	tivação	22
	1.2	Obj	jetivos	24
	1.2.	1	Objetivo geral	24
	1.2.	2	Objetivos específicos	24
2	RE	VISÁ	ÃO DA LITERATURA	25
	2.1	Pro	teção balística	25
	2.2	Cer	râmicas utilizadas em blindagens balísticas	28
	2.3	Nar	nomateriais	32
	2.4	Alu	mina	33
	2.5	Car	rbeto de boro	36
	2.6	Pol	ietileno	38
	2.7	Dur	reza	45
	2.8	Der	nsidade	46
	2.9	Eer	nsaio de DSC	47
	2.10	Fla	mabilidade	49
	2.11	Ultr	assom	52
3	MA	TER	RIAIS E MÉTODOS	55
	3.1	Mat	teriais	55
	3.1.	1	Polímero	55
	3.1.	2	Cerâmicas	56
	3.2	Mé	todos	58
	3.3	Pre	paração dos compósitos	58
	3.3.	1	Processo de mistura	59
	3.4	Pro	cessamento dos compósitos	60
	3.4.	1	Tipos e dimensionamento dos corpos de prova	62

	3.5	Der	nsidade	. 65
	3.6	Dur	eza	. 66
	3.7	Fla	mabilidade	. 66
	3.8	Ens	saio de tração	. 68
	3.9	Ens	saio de impacto Charpy	. 68
	3.10	Ens	saio de compressão	. 69
	3.11	Ens	saio radiográfico	. 70
	3.12	Ultr	assom	. 70
	3.13	Imp	edância acústica	. 72
	3.14	Ens	saio de calorimetria diferencial de varredura (DSC)	. 72
	3.15	Ens	saio balísticos	. 74
	3.1	5.1	Ensaio balístico com projéteis .22 LR	. 74
	3.1	5.2	Ensaios balísticos com projéteis 7.62 mm	. 76
	3.16	Mic	roscopia eletrônica de varredura	.78
	3.17	Difr	ação de raios X	.78
4	RE	SUL	TADOS E DISCUSSÃO	. 80
	4.1	Der	nsidade	. 80
	4.1.	.1	Densidade teórica	. 80
	4.1.	.2	Densidade calculada	. 82
	4.2	Por	osidade aparente	. 83
	4.3	Abs	sorção	. 85
	4.4	Dur	eza	. 86
	4.5	Fla	mabilidade	. 89
	4.6	Imp	pacto	. 91
	4.7	Rad	diografia	. 95
	4.8	Ultr	assom	. 97
	4.9	Imp	edâcia acústica	101
	4.10	Cal	orimetria diferencial de varredura (DSC)	102
	4.11	Ens	aios balísticos	108
	4.1	1.1	Ensaios com projéteis .22LR	108
	4.1	1.2	Ensaios balísticos com projéteis 7,62 x 51mm	113
	4.12	Mic	roscopia eletrônica de varredura	114
	4.12	2.1	Microscopia eletrônica e varredura do PEBD	114
	4.12	2.2	Microscopia eletrônica dos compósitos	115
	4.12	2.3	Microscopia eletrônica dos compósitos após o impacto	
	balí	stico)	117
	4.13	Esp	ectroscopia dispersiva de energia (EDS)	122

	4.14	Ensaio de tração	123
	4.15	Ensaio de compressão	124
	4.16	Difração de raios X	126
5	CO	NCLUSÕES E SUGESTÕES	129
	5.1	Sugestões de trabalhos futuros	131
6	RE	FERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	133
7	AP	ÊNDICES	142
	7.1	APÊNDICE 1: Dados do ensaio de dureza	142
	7.2	APÊNDICE 2: Dados do ensaio de flamabilidade	144
	7.3	APÊNDICE 3: Dados do ensaio de impacto	145
	7.4	APÊNDICE 4: Ensaios radiográficos com írídio e raios X.	
			146
	7.5	APÊNDICE 5: Média das medições ultrassônicas	157
	7.6	APÊNDICE 6: Imagens de DSC	159
	7.7	APÊNDICE 7: Gráficos ensaio de tração	170
	7.8	APÊNDICE 8: Gráficos ensaio de compressão	171

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1 Mecanismo de penetração do projétil
FIG. 2.2 a) estágio da guebra; b) estágio da erosão; c) estágio da captura
Adaptado de (FISHER, 2011)
FIG.2.3 Sequência da deformação do proiétil em diferentes proteções cerâmicas.
Adaptado de (YUNGWIRTH et. al., 2011)
FIG 3.1 PEBD modelo RP 0065-000 Aumento 100 X 56
FIG 3.2 Imagem de Al ₂ O ₂ Aumento de 100 X 57
FIG. 3.3 B ₄ C. Retirado de (LIMA JUNIOR 2017) 57
FIG 34 Montagem do molde para confecção dos corpos de prova
FIG. 3.5 Gráfico forca x tempo da compressão a quente
FIG 3 6 Dimensões e geometria dos corpos de prova para os ensaios de tração
Adaptado de (ASTM D638, 2014)
FIG 3.7 a) molde de teflon e b) molde de alumínio usados na confecção 63
FIG. 3.8 Corpos do provo do comprossão com vazios internos
FIG. 3.0 Corpos de prova para onsaio de compressão usinados no torno
mocônico
FIG. 2.10 Grupo do matoriais congrados para o opesio do flamabilidado 67
FIG. 3.10 Grupo de materiais separados para o ensaio de flamabilidade
FIG. 3.17 Dispositivo de queima para o ensaio de namabilidade
FIG. 3.12 Corpo de prova serido tracionado na maquina de ensaios
CD no brochodoiro
CF lid Diocliduella
FIG. 3.14 Aparellilo usado has medições ultrassonicas
FIG. 3.15 Cabeçule usadu nu processo de medição dillassonica
FIG. 3.10 Granco com analise termica de DSC do FEBD
FIG. 3.17 Imagem do projetil .22LR
FIG.5. To Corpo de prova apoiado numa piaca de MDF antes do ensaio balístico
EIC 2 10 1 Corpo do provo 2 Projótil 2 Placo do MDE 4 Profundidado
de penetroeão (DOD)
Cic penetração (DOP)
FIG. 3.20 Imagem do provo upodo no onocio bolístico com proiótoio 7.62 mm 77
FIG. 3.21 Corpo de prova usado no ensalo balístico com projeteis 7,62 mm77
FIG.3.22 Conjunto submetido ao ensaio balístico com projeteis 7,62mm no CAEX
FIG. A A Oráfica e de densidade teánica de DEDD : ALO - e de DEDD : ALO -
FIG. 4.1 Graticos de densidade teorica do PEBD + AI_2O_3 e do PEBD + AI_2O_3 +
FIG. 4.2 Densidade calculada do PEBD + Al_2O_3 e PEBD + Al_2O_3 + B_4C
FIG. 4.3 Porosidade aparente do PEBD + AI_2O_3 e PEBD + AI_2O_3 + B_4C
FIG. 4.4 Absorção do PEBD + Al2O3 e PEBD + Al2O3 + B_4C
FIG. 4.5 Dureza Shore D no PEBD puro e nos compositos de PEBD e alumina
FIG. 4.6 Dureza Shore D no composito de PEBD com alumina e carbeto de boro
FIG. 4.7 Flamabilidade do PEBD e os compositos de PEBD + Al ₂ O ₃
FIG. 4.8 Flamabilidade do PEBD e os compositos de PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C 91
FIG. 4.9 Ensaio de impacto no compósito PEBD + AI_2O_3

 FIG. 4.10 Ensaio de impacto no compósito PEBD + Al₂O₃ + B₄C	4 6 6 7 3
99 FIG. 4.15 Velocidades ultrassônicas do PEBD e dos compósitos PEBD - Al ₂ O ₃ +B ₄ C 100 FIG. 4.16 1° e 2° aquecimento e resfriamento do PEBD 100 FIG. 4.16 1° e 2° aquecimento e resfriamento do PEBD 100 FIG. 4.17 1° e 2° aquecimento e resfriamento do PEBD 100 FIG. 4.18 Cristalinidade do PEBD + PEBD+Al ₂ O ₃ 100 FIG. 4.19 (a) entalpia do primeiro e segundo aquecimento do PEBD e PEBD - Al ₂ O ₃ + B ₄ C NI 100 FIG. 4.20 (a) cristalinidade do primeiro e do segundo aquecimento do PEBD e PEBD + PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C 100 FIG. 4.21 Profundidade de penetração do PEBD e PEBD + Al ₂ O ₃ + FIG. 4.22 Indentação nos compósitos de PEBD + Al ₂ O ₃ + FIG. 4.23 Deformação nos projéteis após impacto balístico nas amostras ACB 80 110 FIG. 4.24 (a) Furo na aramida; (b) fragmentação do compósito e falha dúctil no alumínio no formato de pétala 110 FIG. 4.25 Microscopia do PEBD a) Aumento de 50 X e b) Aumento de 100 X 100	9+0245+7
	4 0 0 3 % + X 0
FIG. 4.28 a) Amostra A 80 após impacto balístico. Aumento 40X. b) amostra ACE 80 após impacto balístico. Aumento 40X	5 3 8) 9 0 5
x127FIG. 4.32 Resultado de EDS da amostra A80127FIG. 4.34 Difratograma do PEBD+Al2O3126FIG. 4.35 Difratograma do PEBD+Al2O3 + B4C127FIG. 7.1 (a) imagem do ensaio da amostra A00 com Irídio (b) imagem do ensaio146da amostra A 00 com raios X146FIG. 7.2 (a) imagem do ensaio da amostra A70 com Irídio (b) imagem do ensaio147da amostra A 70 com raios X147	1 2 5 7 0 6 7
FIG. 7.3 (a) imagem do ensaio da amostra A75 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A 75 com raios X	, 5 5 0 9

Fig.7.5 (a) imagem do ensaio da amostra A85 com Irídio (b) imagem do en	saio
da amostra A85 com raios X	150
FIG. 7.6 (a) imagem do ensaio da amostra A90 com Irídio (b) imagem do en	saio
da amostra A90 com raios X.	151
FIG. 7.7 (a) imagem do ensaio da amostra ACB70 com Irídio (b) imagen	n do
ensaio da amostra ACB70 com raios X	152
FIG.7.8 (a) imagem do ensaio da amostra ACB75 com Irídio (b) imagem	n do
ensaio da amostra ACB75 com raios X	153
FIG. 7.9 (a) imagem do ensaio do da amostra ACB80 com Irídio (b) imagen	n do
ensaio da amostra ACB80 com raios X	154
FIG.7.10 (a) imagem do ensaio da amostra ACB85 com Irídio (b) imagen	n do
ensaio da amostra ACB85 com raios X	155
FIG. 7.11 (a) imagem do ensaio da amostra ACB90 com Irídio (b) imagen	n do
ensaio da amostra ACB90 com raios X	156
FIG. 7.12 AMOSTRA A00 1° Aquecimento.	159
FIG. 7.13 AMOSTRA A00 2° Aquecimento.	159
FIG. 7.14 Amostra A70 1° Aquecimento	160
FIG. 7.15 Amostra A70 2° Aquecimento	160
FIG. 7.16 Amostra A75 1° Aquecimento	161
FIG. 7.17 Amostra A75 2° Aquecimento	161
FIG. 7.18 Amostra A80 1° Aquecimento	162
FIG. 7.19 Amostra A80 2° Aquecimento	162
FIG. 7.20 Amostra A85 1° Aquecimento	163
FIG. 7.21Amostra A85 2° Aquecimento	163
FIG. 7.22 Amostra A90 1° Aquecimento	164
FIG. 7.23 Amostra A90 2° Aquecimento	164
FIG. 7.24 Amostra ACB70 1° Aquecimento	165
FIG. 7.25 Amostra ACB 70 2° Aquecimento	165
FIG. 7.26 Amostra ACB75 1° Aquecimento	166
FIG. 7.27 Amostra ACB75 2° Aquecimento	166
FIG. 7.28 Amostra ACB80 1° Aquecimento	167
FIG. 7.29 Amostra ACB80 2° Aquecimento	167
FIG. 7.30 Amostra ACB85 1° Aquecimento	168
FIG. 7.31Amostra ACB85 2° Aquecimento	168
FIG. 7.32 Amostra ACB 90 1° Aquecimento	169
FIG. 7.33 Amostra ACB 90 2° Aquecimento	169
FIG. 7.34 Ensaio de tração das Ámostras A00	170
FIG. 7.35 Ensaio de compressão das Amostras A00	171
FIG. 7.36 Ensaio de compressão das Amostras A70	172
FIG. 7.37 Ensaio de Compressão das Amostras A75	173
FIG. 7.38 Ensaio de Compressão das Amostras A80	174
FIG. 7.39 Ensaio de Compressão das Amostras A85	175
FIG. 7.40 Ensaio de Compressão das Amostras ACB70	176
FIG. 7.41Ensaio de Compressão das Amostras ACB75	177
FIG. 7.42 Ensaio de Compressão das Amostras ACB 80	178
FIG. 7.43 Ensaio de Compressão das Amostras ACB85	179

LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1 Diferença de propriedades das principais cerâmicas. Adaptado de
(HAZELL, 2009)
TAB 2.2 Influência dos parâmetros sobre as propriedades de proteção 32
TAB. 3.1 Propriedades do polietileno de baixa densidade (RP 0065-000/XX-Y)
fornecido pelo fabricante (Resinpó)56
TAB. 3.2 Principais propriedades do carbeto de boro nanométrico. Valores de
acordo com o site da skyspring Nanomaterials . Inc
TAB. 3.3 Identificação do PEBD e dos compósitos com PEBD + Al ₂ O ₃
TAB. 3.4 Identificação dos compósitos com PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C
TAB. 3.5 Parâmetros instrumentais usados no DRX 79
TAB 4 1 Valores de densidade teórica do PEBD + Al ₂ O ₃ e PEBD + Al ₂ O ₃ e $PEBD$ + Al ₂ O ₃ + B ₄ C
81
TAB 4.2 Densidade calculada do PEBD + Al ₂ O ₃ e PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C 82
TAB 4.3 Porosidade anarente do PEBD + $Al_2O_3 = PEBD + Al_2O_3 + B_4C$ 84
TAB 4.4 Absorcão do PEBD + Al ₂ O3 e PEBD + Al ₂ O ₂ + B ₄ C. 85
TAB 4 5 Resultado do ensaio de dureza Shore D no compósito de PEBD nuro e
radição de percentuais de AlaOa
TAB 4.6 Resultado do ensajo de dureza Shore D no compósito de PERD nuro e
com percentuais de alumina e 1% de carbeto de boro
TAB 4.7 Energia de impacto do compósito PEBD + AI_0O_2
TAB. 4.8 Energia de impacto do compósito PEBD + $A_{12}O_{3}$ + $B_{4}O_{12}O_{2}$
TAB. 4.0 Velocidados ultrassônicas do PERD
TAB. 4.9 Velocidades ultrassônicas do PEBD o dos compósitos PEBD + AloOs
TAB / 11 Velocidades ultrassônicas do PEBD \neq PEBD \pm Al ₂ O ₂ \pm B ₄ C 100
TAB. 4.12 Impedância acústica do PEBD. PEBD + $AI_2O_3 + B_4O_{12}$.
TAB 133° aquecimento do PEBD e PEBD + $\Delta I_2 O_2$ 103
TAB. 4.14 2° aquecimento do PEBD e PEBD $\pm Al_2O_3$
TAB. 4.14.2 aquecimento do PEBD e PEBD $\pm Al_2O_3 \pm B_4C$ 106
TAB. 4.16.1° aquecimento do PEBD o PEBD $+Al_2O_3 + B_4O$
TAB. 4.10 2 aquecimento do PEDD e PEDD +Ai203 + 640
TAB. 4.17 FIOIUIUUUUUU e de penetração no FEBD + Al2O3
TAB. 4.10 Indeniação no FEDD e FEDD + Ai2O3 + D4C
TAD. 4.19 Resultatios da media dos ensaios de tração do FEDD e FEDD+Al2O3
TAP 4.20 Desultadas de média das enseise de compressão de DEPD e
TAR 4.21 Desultados de média dos energios de compressão de DERD e
TAB. 4.2 TResultados da media dos ensaios de compressão do PEDD e
$PEBD+Al_{2}O_{3}+B4O_{4}O_{2}O_$
TAB. 4.22 Tamanno dos Cristalitos
TAB 7.1 IVIEGIÇÕES DE DUPEBU E PEBU + Al2U3
I AD 7.2 IVIEGIÇÕES DE DU PEBU E PEBU + AI $_2U_{3+}B_4U_{2}$
IAB 7.3 PEBD 6 PEBD + Al2O3
IAB /.4 PEBD e PEBD + Al2O3
I AB 7.5 Ensaio de impacto do PEBD e dos compósitos de PEBD + Al ₂ O ₃ 145

TAB 7.6 Ensaio de impacto do PEBD e dos compósitos de PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C
TAB 7.7 Medições ultrassônicas nas amostras de PEBD e PEBD + Al ₂ O ₃ 157
TAB 7.8 Medições ultrassônicas nas amostras de PEBD e PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C

LISTA DE SÍMBOLOS

- ΔHc entalpia de cristalização
- ΔH_m entalpia de fusão
- $a = \% p \text{ de } Al_2O_3.$
- $c = \% p de B_4C$
- c = % de Cristalinidade
- C = velocidade do som (m/s).
- H = entalpia (J/g).
- kN.- kiloNewton
- kV kiloVolt
- MHz megahertz
- σ máx- tensão máxima (Mpa)
- T Onset temperatura extrapolada de início de evento térmico (°C)
- T peak temperatura de pico (°C)
- T_c temperatura de cristalização (°C)
- T_m temperatura de fusão (°C)
- λ comprimento de onda (nm)
- Z = impedância acústica (kg/m²/s)
- β = largura de pico a meia altura
- Δ hf = entalpia de fusão do PE 100% cristalino (293 J/g).
- εMáx Deformação máxima
- 20 ângulo de difração (° gauss)
- ρ densidade calculada (g/cm³).
- a absorção pelo líquido saturante (%)
- me massa específica (g/cm3)
- ms massa seca (g)
- mu massa saturada (g)
- pa porosidade aparente
- (%)va volume aparente (cm³)

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABIPLAST – Associação Brasileira da Indústria do Plástico

Al₂O₃ – Alumina

- ASTM (American Society for Testing and Materials)
- B₄C Carbeto de Boro
- CAEx Centro de Avaliações do Exército
- DOP Depht of Penetration (profundidade de penetração)
- DSC Differential Scanning Calorimetry (calorimetria de varredura diferencial)
- EDS Espectroscopia por dispersão de energia de raio-X
- END Ensaio não destrutivo
- FTIR Fourier transform infrared spectroscopy (Espectroscopia por transformada
- de Fourier na região do infravermelho)
- IFRJ Instituto Federal do Rio de Janeiro
- MEV Microscopia eletrônica de varredura
- Nb₂O₅ Nióbia
- NIJ National Institute of Justice (Instituto Nacional de Justiça Washington, EUA)
- PEAD Polietileno de alta densidade
- PEBD Polietileno de baixa densidade.
- PELDB Polietileno linear de baixa densidade).
- PET Politereftalato de etileno
- PEUAPM Polietileno de ultra alto peso moleculuar
- PEUBD Polietileno de ultra baixa densidade
- RHA Rolled Homogeneous Armor
- SiC Carbeto de Silício
- TiB₂ Diboreto Titânio

RESUMO

A baixa tenacidade das cerâmicas sinterizadas proporciona uma redução significativa da resistência a múltiplos impactos balísticos subsequentes de projéteis, principalmente em pontos próximos a impactos anteriores. A motivação primordial deste trabalho é desenvolver dois novos compósitos, com alumina (Al_2O_3) e outro com alumina e carbeto de boro (B_4C) em uma matriz polimérica de polietileno de baixa densidade (PEBD) para aumentar a tenacidade do material e proporcionar uma fragmentação e erosão da ponta do projétil. Os corpos de prova foram produzidos em formato de disco, através do processo de compressão a quente com e sem reforços cerâmicos. Os percentuais de adição variaram entre 70%p, 75%p, 80%p, 85%p e 90%p com Al₂O₃, e os mesmos percentuais com 1%p de B₄C na mesma matriz polimérica. Os compósitos foram submetidos a ensaios térmicos, mecânicos, não destrutivos e balísticos que indicaram um melhoria significativa ao se elevar o percentual de Al₂O₃ quantidade de cerâmica. As interações entre o polímero, alumina, carbeto de boro e projétil foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura e a análise química semiquantitativa por espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Os compósitos com Al₂O₃ e B₄C demonstraram maior eficiência em reter projéteis.22LR com baixas velocidades de impacto e a amostra desse grupo com 85%p obteve o melhor resultado com uma indentação de 0,48mm.

ABSTRACT

The low toughness of sintered ceramics provides a significant reduction in resistance to multiple subsequent ballistic impacts from projectiles, especially at points close to previous impacts. The main motivation of this work is to develop two new composites, with alumina (Al₂O₃) and another with alumina and boron carbide (B₄C) in a polymeric matrix of low density polyethylene (LDPE) to increase the toughness of the material and provide a fragmentation and erosion of the projectile tip. The specimens were produced in disk format, through the process of hot compression with and without ceramic reinforcements. The percentages of addition varied between 70% w, 75% w, 80% w, 85% w and 90% w with Al₂O₃, and the same percentages with 1% w of B₄C in the same polymeric matrix. The composites were subjected to thermal, mechanical, non-destructive and ballistic tests that indicated a significant improvement by increasing the percentage of Al₂O₃ quantity of ceramic. The interactions between the polymer, alumina, boron carbide and projectile were evaluated by scanning electron microscopy and semi-quantitative chemical analysis by dispersive energy spectroscopy (EDS). The composites with Al₂O₃ and B₄C demonstrated greater efficiency in retaining projectiles.22LR with low impact speeds and the sample of this group with 85% p obtained the best result with an indentation of 0.48mm.

1 INTRODUÇÃO

O aumento dos conflitos armados, a intensificação das atividades terroristas ao redor do mundo, a crescente violência na sociedade brasileira com mais 60 mil mortos por arma de fogo, além da forte onda de atentados contra a vida dos agentes de segurança em diferentes estados, produzem uma grande preocupação com a segurança pessoal civil ou militar, das Forças Armadas e Forças Auxiliares de Segurança. Entre 145 países pesquisados, o Brasil ocupa o incômodo primeiro lugar, como a nação com maior número de pessoas mortas por arma de fogo (NAGHAVI, 2016). De acordo com o Anuário Brasileiro de Segurança Pública de 2018, um policial civil ou militar foi assassinado por dia e mais de 119.000 armas de fogo foram apreendidas.

Fatores como a criação de novos armamentos e munições com maior poder de fogo e letalidade, redução de peso associada à necessidade do aumento da mobilidade dos usuários, além de custos mais acessíveis são alguns dos motivos que estimulam o desenvolvimento de pesquisas em proteção balística. Estima-se que até o ano de 2028 o mercado de blindagens balísticas em todos seus segmentos atingirá valores superiores a 120 bilhões de Reais sendo 15 bilhões de Reais somente nas proteções pessoais (REPORTLINKER, 2018). Nas últimas décadas foram registrados aumentos significativos de trabalhos destinados a desenvolver novos materiais utilizados nas blindagens balísticas.

A intenção fundamental ao disparar um armamento contra algum objeto ou corpo é que o projétil vença a resistência do alvo o resultado final tem como influência as características de design, da intenção do armamento (CARLUCCI e JACOBSON, 2008) além de outras características como composição, calibre, massa, ângulo de incidência e velocidade de impacto (NIJ0101.04, 2000). As funções primordiais de um projétil são: fragmentar-se em função da sua carga de explosivos; penetração ou perfuração do alvo de acordo com a energia cinética do projétil ou química do propelente (CARLUCCI e JACOBSON, 2008).

Diversos aspectos devem ser considerados na análise de um sistema de proteção balística: o tipo de desafio a ser combatido, como por exemplo: calibre e velocidade do projétil, condições ambientais, possibilidade e capacidade de fabricação, peso, custo, propriedades isoladas e em conjunto dos materiais, além da eficiência de resposta da blindagem (MEDVEDOVSKI, 2010). A escolha do material é fundamental para o êxito da produção de componentes balísticos. Entretanto o processo de fabricação também exerce uma influência considerável, pois é capaz de alterar a microestrutura do material assim como as propriedades finais e a eficiência do material (LÉO *et al.* 2014).

Entre os principais materiais utilizados na proteção contra ameaças balísticas, estão os metais, polímeros (fibras e aramidas), cerâmicas, e blindagens multicamadas. Cada classe apresenta suas propriedades características. Os metais foram os primeiros materiais utilizados e para que consigam uma boa proteção devem possuir grandes espessuras. No entanto isso acarreta um elevado peso e consequente restrição da mobilidade. Já os materiais cerâmicos podem ser monolíticos ou compósitos com matriz de cerâmica, com a função primordial de fragmentar a ponta do projétil, em função de sua alta dureza (MEDVEDOVSKI, 2010). Possuem também alta resistência à compressão e densidade relativamente baixa. Porém sua principal desvantagem reside no fato de não responderem bem a disparos agrupados, pois as cerâmicas se estilhaçam em função da baixa tenacidade.

Os polímeros podem ser usados como blindagens flexíveis (*soft armor*) ou blindagens rígidas (*hard armor*), nas quais as camadas de tecido são ligadas com uma resina e respondem ao impacto como um material único, que resiste a penetração e absorve a energia cinética do projétil. Um exemplo de polímero usado atualmente em blindagens é o polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM) ou (*ultra-high molecular weight polyethylene* (UHMWPE), devido a sua baixa densidade e alta tenacidade (ALVES *et al.* 2004). Alguns tipos de processamento (injeção, extrusão ou compressão), além dos parâmetros de processo (temperatura, tempo e velocidade de resfriamento) são fatores que afetam o desempenho dos polímeros (KHANAM e ALMAADEED, 2015).

O alto desempenho na deformação e retenção dos projéteis de baixa velocidade de impacto tornam as fibras de aramida um material adequado a proteção balística. Principalmente por suas notáveis propriedades de força aliadas à grande rigidez e reduzida densidade. Seu ponto negativo reside no fato de que em função do impacto gerado pelo projétil ocorre uma pressão pontual e intensa propagação de ondas de choque, que podem causar sérias lesões aos orgãos internos (ÁVILA *et al.* 2018).

Algumas soluções têm sido desenvolvidas, dentre estas as blindagens multicamadas, os compósitos cerâmico-metálicos constituem uma classe que tenta associar a elevada tenacidade dos metais à alta dureza e rigidez das cerâmicas (PICKERING *et al.* 2016).

Outros exemplos são as blindagens multicamadas de cerâmica e polímero que aliam a rigidez das cerâmicas a tecidos como, por exemplo, as aramidas com a função de absorver a energia cinética dos fragmentos gerados pela interação do projétil a cerâmica. O desenvolvimento de novos compostos laminados com diferentes materiais pode fornecer opções mais leves com espessuras menores e que possuam maior eficiência comparadas as proteções convencionais de placas monolíticas. Os materiais compósitos são formados pela combinação de dois ou mais materiais com propriedades e características diferentes com a finalidade de possibilitar a integração de suas propriedades para atender requisitos específicos de utilização. Os compósitos tendem a melhorar a estrutura multicamadas aliando ligas metálicas, fibras, materiais naturais, bem como nanopartículas, a fim de possibilitarem uma proteção mais eficiente (HARO *et al.* 2016).

1.1 MOTIVAÇÃO

Uma das grandes preocupações nas pesquisas de proteção balística consiste no fato de se empregarem cerâmicas monolíticas, quando ocorre a interação projétil-cerâmica, o ponto de impacto resulta em microtrincas, que podem ser radiais, circunferenciais e cônicas. Esse fator é de extrema importância devido a extensão das trincas, que são dependentes em grande parte das propriedades da cerâmica e do calibre do projétil utilizado. A baixa tenacidade das cerâmicas resulta em uma redução significativa da resistência a impactos subsequentes de projéteis, principalmente em pontos próximos a impactos balísticos anteriores (PICKERING *et al.* 2016; MEDVEDOVISKI, 2010; SILVA, *et al.* 2014).

Em função dos problemas apresentados por uma cerâmica monolítica, a motivação primordial deste trabalho é desenvolver um material compósito com matriz de polietileno de baixa densidade (PEBD) com partículas cerâmicas de

alumina (Al₂O₃) micrométrica e carbeto de boro (B₄C) em dimensões nanométricas.

A natureza fragil das cerâmicas associada à possibilidade de falharem em função de suas descontinuidades, poros e defeitos, principalmente decorrentes do tipo de processamento, motivaram a utilização do polietileno de baixa densidade como elemento capaz de reduzir esses problemas e produzir um compósito com tenacidade suficiente a garantir resistência a novos impactos (MEDVEDOVSKI, 2010; LEO *et al.* 2014).

A opção pela alumina (Al₂O₃) e carbeto de boro (B₄C) reside na tentativa de combinar as vantagens de propriedades dessas duas cerâmicas. Por um lado, a alumina tem menor temperatura de processamento, menor custo e melhor relação custo-benefício. Por outro lado, o carbeto de boro tem maior dureza e menor densidade. Estas cerâmicas nesse contexo são as mais utilizadas em placas monolíticas para proteção balística (LEO *et al.* 2014).

As dimensões e a forma das partículas são fatores preponderantes para as propriedades do compósito; quanto menor o tamanho das partículas, melhores são suas propriedades mecânicas (CHEE *et al.* 2012). A opção por tamanhos de cerâmicas micrométricas e nanométricas tem como finalidade possibilitar uma maior compactação entre as partículas, reduzir o volume de polímero como ligante e aumentar a capacidade de fragmentação dos projéteis (MEDVEDOVSKI, 2010; ODUOLA e OZIOKO, 2017).

A escolha do polietileno de baixa densidade (PEBD) ocorre em função deste material ser um termoplástico processado em larga escala, de baixo custo, fácil de ser obtido no mercado, possuir estrutura semicristalina com baixa ramificação, ser resistente e flexível, praticamente não absorver água, apresentar boas propriedades como baixa densidade e elevada resistência ao impacto (COUTINHO *et al.* 2003; KRASNY, 2014; KHANAM e ALMAADEED, 2015).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral desse trabalho é produzir, por meio do processamento por compressão a quente, compósitos com matriz polimérica de PEBD com diferentes percentuais cerâmicos (70, 75, 80, 85 e 90% em peso de alumina) e de PEBD com os mesmos percentuais de alumina anteriores e adição de 1% em peso de carbeto de boro em relação a massa do PEBD. A partir do material processado, avaliar para essas composições, os desempenhos nos ensaios balísticos.

A execução dos ensaios possibilitará avaliar a verdadeira capacidade dos compósitos em resistir ao impacto balístico de diferentes calibres (.22 mm e 7,62 mm), além de apresentar de uma forma mais objetiva a interação das cargas cerâmicas com o polímero.

1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos do trabalho são:

 Caracterizar, por microscopia eletrônica de varredura, a microestrutura das diferentes placas processadas por compressão a quente, para verificar o comportamento entre o PEBD e as partículas cerâmicas;

2) Avaliar propriedades mecânicas, tais como limite de resistência à tração, módulo de elasticidade, dureza, porosidade, absorção de água e resistência ao impacto do polietileno e dos compósitos, através dos ensaios mecânicos de tração, compressão, impacto e dureza Rockwell;

 Determinar as fases presentes nas amostras, por meio da difração de raios X;

 Determinar as transformações de fases por meio de análises de calorimetria diferencial de varredura (DSC);

5) Avaliar os compósitos processados com diferentes percentuais cerâmicos através das técnicas de: ultrassom; densidade; flamabilidade; e por difração de raios X.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 PROTEÇÃO BALÍSTICA

A proteção balística tem por objetivo utilizar diferentes tipos de materiais a fim de proporcionar aos usuários um bloqueio eficiente contra qualquer tipo de projétil dos mais variados calibres (WRÓBEL, 2017).

Nos tempos atuais, os equipamentos de proteção balística individual são denominados coletes à prova de balas ou coletes balísticos. Contudo um grande equívoco ocorre em relação a expressão "à prova de balas". Os equipamentos de proteção balística pessoal (PBP) não são à prova de balas, mas sim têm a capacidade de resistir à penetração dos projéteis (WRÓBEL, 2017).

Os acessórios de proteção balística são imprescindíveis no cumprimento da lei e da ordem, principalmente por militares, policiais e qualquer agente do Poder Público que atue no combate à violência produzida por armamentos. Ao se projetar uma vestimenta com finalidade de proteção balística, a principal propriedade desejada é que projéteis ou fragmentos sejam detidos sem causar danos ao corpo do usuário. Esse intento é obtido por meio de vários métodos e utilização de diferentes materiais de acordo com a ameaça a ser combatida (CROUCH, 2019).

As proteções usualmente revestem o corpo do usuário com a função de resguardar partes vitais, como tronco e coração contra impacto de projéteis de várias geometrias, dimensões, velocidades e energias de impacto (ADANUR, 1995). Atualmente a proteção das extermidades do corpo humano, pescoço, braços e pernas são restritas, porém o elevado número de danos nestas regiões é um obstáculo que deve ser vencido (ÁVILA *et al.* 2018).

Possivelmente, com a evolução das blindagens, os ferimentos nas extermidades gerados no campo de batalha serão reduzidos a níveis aceitáveis (ALBERT e BRUNEY, 2004). Vestimentas com bons níveis de segurança também encontram dificuldade de serem fabricadas, pois os materiais convencionais como o (Kevlar ®) possuem grande volume e rigidez. Assim não sendo adequados dado a mobilidade requerida e a função de proteção em extremidades (WIŚNIEWSKI, 2008).

A restrição na eficiência de um combatente pode ser associada ao termo "triângulo de ferro" que é composto por três vertentes: proteção, mobilidade e o poder de fogo (PRAT *et al.* 2012).

O impacto balístico é um fenômeno dinâmico e imprevisto que dissipa a energia cinética do projétil em aproximadamente 3 vezes, no curto tempo de 20µs, em função da perda de massa durante a fratura e desaceleração da munição. Este evento é frequentemente consumado entre 50 µs e 200µs. Há de se supor que para uma perfeita eficiência do material de proteção, a resistência ou resposta da estrutura deve atuar dentro desse período (ASENOV *et al.* 2013; CROUCH, 2019).

Por meio de uma nova técnica de impacto reverso utilizando uma barra de pressão Hopkinson, pesquisadores introduziram uma nova técnica de medição da resistência balística em polímeros, fibras de alto desempenho e metais leves, aumentando consideravelmente a velocidade de teste de 30m/s para 400 m/s. Os ensaios demonstraram que a carga máxima a que o material é submetido sofre forte dependência da geometria da ponta do projétil, enquanto que a energia transmitida é estabelecida em função do calibre usado (SHAKTIVESH *et al.* 2013).

Militares, policiais e outros agentes da lei utilizam coletes com componente rígido quando existe um elevado nível na ameaça a ser combatida. Entretanto, no uso diário os coletes flexíveis são preferidos em função de suas propriedades de flexibilidade, leveza e proteção adequada (WANG *et al.* 2014). Num painel balístico rígido a superfície da placa que está afastada do corpo e recebe o primeiro disparo é chamada face de impacto, já o outro lado é denominada face de desgaste ou lado do corpo (WRÓBEL, 2017).

Normalmente materiais rígidos são usados contra munições de médio e grande calibre, oferecendo nível de proteção superior. Em contrapatida, seu peso e restrição na mobilidade podem causar desconforto e lentidão. São pontos negativos quando comparados a materiais macios, entretanto no projeto de um colete o equilíbrio entre peso, grau de proteção, mobilidade e custo devem ser observados (WANG *et al.* 2014). Uma proteção com fins balísticos eleva a segurança de um combatente porém gera uma carga térmica que impede a dissipação do calor metabólico. Essa carga pode reduzir a performance do usuário além de aumentar o risco de enfermidades (POTTER *et al.* 2015).

Propriedades fundamentais dos materiais e / ou sua capacidade de resistir a penetração são significativamente afetadas pela velocidade do impacto que também exerce grande influência na taxa de deformação (SUTHERLAND, 2018). Alterações consideráveis ocorrem na microestrutura do material de proteção durante um impacto balístico. A alta taxa de deformação produz um encruamento elevando a temperatura, porém gerando um amolecimento do material (MAPELLI, 2013).

O conceito básico que norteia uma proteção balística é subdividido entre a redução da energia cinética do impacto do projétil e a dissipação dessa energia na blindagem (KARAHAN, 2008). A função primordial do material de proteção é minimizar a ação do projétil antes que ele atravesse integralmente a blindagem. A atenuação da energia do projétil por ser obtida em função do alongamento, compressão ou fratura do material. Esta pode ser compreendida através da transformação e dissipação dessa energia no material de proteção (COOPER e GOTTS, 2005). Os materiais usados nas blindagens rígidas apresentam métodos distintos de absorção de energia cinética do projétil, enquanto nos metais esse processo ocorre por meio da deformação plástica. Nas cerâmicas esse mecanismo ocorre por meio da energia de fratura (MEDVEDOVSKI, 2010).

Quando um projétil atinge o alvo, podem ser consideradas duas situações: a penetração e a perfuração. No primeiro caso, a munição produz uma descontinuidade apenas na face da proteção, enquanto que na segunda situação é possível observar a passagem de luz, pela blindagem, caracterizando danos em ambas as faces (CARLUCCI e JACOBSON, 2008).

Desde que o projétil atinge o ponto de impacto na superfície externa da blindagem, uma sucessão peculiar de eventos ocorre. Ondas compressivas longitudinais propagam-se no alvo e no projétil. Quando as ondas chegam à superfície livre do alvo essas ondas retornam como ondas de tração. As ondas longitudinais (dilatacionais) propagam-se no plano do material e provocam ondas transversais (torcionais) que viajam perpendicularmente ao plano do material, como pode ser observado na FIG. 2.1.



FIG. 2.1 Mecanismo de penetração do projétil. Adaptado de (SCOTT, 2005).

Ao se afastarem do ponto de impacto, as ondas de tração provocam movimentação do material posterior à frente da onda. A velocidade de propagação dessas ondas na blindagem tem como um dos parâmetros a eficiência de absorção de energia dos materiais. Outros tipos de onda também ocorrem em diferentes condições. Na superfície do material, ondas de Rayleigh em pequenas distâncias são propagadas em compósitos ou materiais laminados. Ondas de cisalhamento são geradas e de acordo com a geometria podem ser produzidas ondas de flexão ou torção (HARO *et al.* 2016; CARLUCCI e JACOBSON, 2008, WANG *et al.* 2014).

2.2 CERÂMICAS UTILIZADAS EM BLINDAGENS BALÍSTICAS

O primeiro registro da utilização de materiais cerâmicos em sistemas de proteção balística ocorreu na primeira guerra mundial, precisamente no ano de 1918, onde o major inglês Neville Monroe Hopkins descobriu uma maior resistência à penetração de uma placa de aço laminada impregnada com uma fina cobertura de esmalte duro (HAZELL, 2009).

Os principais materiais cerâmicos monolíticos usados em sistemas de blindagem para proteção balística pessoal e de veículos abrangem: cerâmicas à base de oxigênio (óxidos), especialmente a alumina (Al₂O₃); cerâmicas não óxidas à base de nitrogênio (nitretos); à base de carbono (carbetos), como

carbeto de boro (B₄C) e carbeto de silício (SiC); e boretos e suas combinações, como diboreto de titânio (TiB₂). Em função de propriedades, como baixa densidade, elevada rigidez, alta dureza, resistência e estabilidade térmica, estes materiais apresentam potencial para aprimorar os padrões vigentes de desempenho balístico. Essas cerâmicas devem possuir propriedades para romper, fraturar, erodir e capturar o projétil (BLAGA, 2017; RAHBEK *et al.* 2017).

Após o impacto do projétil em velocidades superiores a 700 m/s – 1000 m/s, a cerâmica rígida é fragmentada e a energia residual do projétil deve ser absorvida pelo material de apoio. Este pode ser um polietileno laminado (Kevlar®, Dyneema®, Spectra®), um metal dúctil (placas finas de alumínio) ou ainda um compósito metal-cerâmico. A função do material de apoio é sustentar e reter fragmentos tanto do material cerâmico, quanto do projétil (MEDVEDOVSKI, 2010). Na FIG. 2.2 estão exemplificados os estágios na interação de um projétil com a blindagem.



FIG. 2.2 a) estágio da quebra; b) estágio da erosão; c) estágio da captura Adaptado de (FISHER, 2011).

A principal desvantagem das cerâmicas está no fato de que ao sofrerem um impacto, sua baixa tenacidade produz microtrincas, que podem ser extensas próximo ao ponto de impacto (PICKERING *et al.* 2016), provocando fragmentação induzindo uma vulnerabilidade na cerâmica em resistir a novos impactos. Na FIG. 2.3 são apresentadas duas sequências de fragmentação de uma cerâmica e avaria do projétil. O primeiro esquema apresenta uma cerâmica com placa metálicas de proteção na parte posterior. No segundo esquema, a cerâmica está protegida por duas placas metálicas.

Em a), observa-se o impacto do projétil na cerâmica, o que promove uma redução da energia cinética do projétil, bem como sua fratura em diversas partes, além de causar uma deformação plástica na placa metálica posicionada na parte posterior da cerâmica. Em b) são montadas duas placas metálicas, onde o

projétil deforma a primeira placa, perde energia cinética e quando atravessa a cerâmica, ocorrem os processos descritos em a), porém em menor intensidade, reduzindo o cone de fratura (YUNGWIRTH *et. al.* 2011).



FIG.2.3 Sequência da deformação do projétil em diferentes proteções cerâmicas. Adaptado de (YUNGWIRTH *et. al.,* 2011)

Nos dias atuais, as cerâmicas têm seu uso bem difundido, principalmente em função de apresentarem propriedades como dureza elevada, alta rigidez, baixo peso e custo comparativamente baixo em relação aos metais (BLAGA, 2017). A maior divergência entre a cerâmica tradicional e as cerâmicas usadas na proteção balística, consiste no fato de que esta última é essencialmente mais resistente, e ao sofrer compressão, podem ser mais resistentes que o aço. Na TAB. 2.1 estão relacionadas algumas propriedades das principais cerâmicas e do aço RHA (*Rolled Homogeneous Armor*), utilizado como padrão para comparar a eficiência da blindagem em relação a outros materiais (HAZELL, 2009).

Não é possível, entre as diversas opções de materiais cerâmicos, definir qual é o melhor em todos os níveis de proteção. Principalmente em função de peso e custo, pois em determinadas situações, uma combinação de características físicas e mecânicas, método de fabricação, design e sistema de proteção devem ser avaliados (ASENOV *et al.* 2013).

		AI_2O_3			
	RHA	alta	SiC	TiB2	B ₄ C
		pureza			
Densidade (kg/m ³)	7850	3810-3920	3090-3220	4450-4520	2500-2520
Módulo de Young	210	350-390	380-430	520-550	420-460
(GPa)					
Dureza (Vickers)	9	300-550	1500-1900	1800-2800	2100-2600
Alongamento (%)	14-18	< 1	< 1	< 1	< 1

TAB. 2.1 Diferença de propriedades das principais cerâmicas. Adaptado de (HAZELL, 2009).

A resposta balística de um material cerâmico está associada a sua microestrutura, composição química, constituição de fases, propriedades físicas (densidade, dureza, módulo de Young, resistência mecânica, resistência a fratura e velocidade sônica), além de uma eficiência em dissipar a energia do impacto balístico. Uma propriedade específica não define totalmente ao comportamento de uma cerâmica, especialmente porque o mecanismo de fratura durante o impacto do projétil é muito complexo, e as fraturas são criadas por gradientes de tensão que ocorrem em um período relativamente pequeno. Somente a interação de diferentes propriedades leva o material a proporcionar desempenho satisfatório. Para uma perfeita análise e escolha da blindagem, a associação entre diferentes condições deve ser considerada, como o aprimoramento dos processos de fabricação e, em consequência as propriedades da cerâmica (MEDVEDOVSKI, 2010).

A TAB. 2.2 exibe alguns parâmetros e sua influência nas propriedades de proteção. Além do fator estrutural, um ponto relevante no uso das cerâmicas é a questão do custo, onde novas pesquisas desenvolvendo sistemas mais modernos e com maior tecnologia, associando compósitos de matriz cerâmica reforçada com fibras sintéticas, naturais e polímeros estão sendo testados, com a proposta de reduzir o preço e melhorar a tenacidade (PICKERING *et al.* 2016).

Além disso, muitas cerâmicas de alto desempenho são fabricadas por prensagem a quente, processo oneroso que não é muito produtivo, mas que em diversas situações é o melhor método disponível (MEDVEDOVSKI, 2010).

TAB 2.2 Influência dos parâmetros sobre as propriedades de proteção
Adaptado de (ASENOV <i>et al.</i> 2013).

Parâmetros que afetam as propriedades de proteção				
Parâmetro	Efeitos sobre			
Densidade	Peso do sistema de proteção			
Dureza	Extensão da destruição do projétil			
Módulo de Young	Velocidade de ondas elásticas			
Tenacidade	Resistência a múltiplos impactos			
Caráter de destruição	Absorção de energia			

A microestrutura, tamanho de grão, transições de fases e amorfismo durante o impacto dinâmico e porosidade afetam as propriedades mecânicas.

Estudos demonstram que sistema em camadas, com placa monolítica de alumina com 98% em peso unidas com espuma polimérica de poliuretano (termofixo), com espessura de 6mm, foi capaz de resistir a disparos de calibre 5,56mm e 7,62mm. Esse sistema possui potencial para proteção balística pessoal, veicular e estrutural (COLOMBO *et al.* 2006).

2.3 NANOMATERIAIS

Materiais cerâmicos com menores tamanhos de grãos, em geral, demonstram melhor performance balística quando comparados a grãos maiores (WROBÉL, 2017). A utilização de materiais com dimensões nanométricas nas blindagens balísticas possibilita reduzir as camadas de trauma aumentando a performance além de reduzir peso e custos.

Grande parte das pesquisas sobre o arranjo e a ordenação dos nanomateriais dispersos em matrizes poliméricas revelam que baixos percentuais usualmente apresentam boa dispersão enquanto que altas porcentagens de nanopartículas aumentam a probabilidade de formar aglomerados (SHAHRAJABIAN e SADEGHIAN, 2019). Os materiais inorgânicos tem a capacidade de inovar as proteções pessoais especificamente quando

incorporados de forma eficaz em diferentes materiais como metais, polímeros ou cerâmicas (FLEISHER *et al.* 2006).

Materiais absorventes de elevada resistência geralmente são empregados em situações onde a capacidade de resistir ao impacto é exigida como as blindagens balísticas. Nanomateriais compósitos de fulereno para proteção contra ondas de choque possuem uma tensão de 25 GPa valor aproximadamente quatro vezes maior que o do aço, duas vezes maior que o carbeto de silício e principalmente superior ao carbeto de boro que é nessas condições o material mais promissor usado na atualidade, além de uma resistência a tração de 16 GPa superior em torno de quatro ou cinco vezes o valor do Kevlar® (FLEISHER *et al.* 2006).

2.4 ALUMINA

A alumina é a cerâmica mais usada nos sistemas de blindagem, principalmente por proporcionar a melhor relação custo x benefício, devido a alta refratariedade, elevada dureza e menor custo. Porém, em comparação ao carbeto de silício e ao carbeto de boro usualmente possui menor desempenho balístico. Suas propriedades como tenacidade à fratura e resistência à flexão podem ser melhoradas adicionando-se zircônia tetragonal (SILVA *et al.* 2014).

Condutividade térmica e propriedades mecânicas (resistência à tração e ao impacto) foram avaliadas em compósitos de alumina e polietileno de alta densidade de dimensões micrométricas e nanométricas. Partículas micrométricas apresentaram maior eficácia no endurecimento, enquanto que as partículas nanométricas demonstraram melhor condutividade térmica, embora possam formar agregados e reduzir a resistência (ZHANG *et al.* 2011).

Estudos com o objetivo de avaliar o desempenho balístico de placas de alumina sinterizadas com 92, 96 e 99,7%p sob impactos com altos níveis de energia cinética foram realizados por (SILVA *et. al.* 2014). Os ensaios balísticos foram conduzidos com projéteis de calibre 7.62 mm de acordo com as normas NIJ-0108.01(1985) e STANAG 4569. A dureza Vickers dos percentuais com 92 e 99,7% demonstraram resultados similares (14,8 HV) e 92% apresentou maior resistência à flexão (221 Mpa) que a composição de 96% (195Mpa). Em função

de uma menor porosidade, foram produzidas cinco placas com alumina de 92% p. Após o ensaio balístico, todas as placas cerâmicas apresentaram resultados satisfatórios e foram aprovadas.

Testes balísticos foram realizados por (RAHBEK *et al.* 2017) em cerâmicas com alumina pura e alumina recoberta com compósitos de fibra de vidro e politereftalato de etileno (PET). A pesquisa verificou o tipo e a quantidade de danos provocados na cerâmica para diferentes velocidades de impacto. Foi demonstrado que embora as velocidades de impacto estivessem abaixo das velocidades necessárias para o projétil perfurar a proteção, os danos provocados nas cerâmicas com cobertura e sem cobertura apresentaram características diferentes. A camada com cobertura apresentou um melhor desempenho balístico.

A diferença entre o impacto de projéteis em superfícies plana e convexa de placas cerâmicas de alumina dopada com 4%p de nióbia (Nb₂O₅) foi realizado por (MONTEIRO *et al.* 2016). A cerâmica convexa, em função de impactos oblíquos, possuiu demonstrou desempenho entre 16 a 18% maior que as cerâmicas planas.

Experiências realizadas por (ODANOVIC e BOBIC, 2003) com diferentes materiais, como cerâmicas com 98,5%p de alumina, liga de alumínio e proteções de aço comprovaram que os compósitos apresentaram uma eficiência balística relativamente maior que as proteções em aço, e que também as blindagens compostas possuem densidade de área menor em comparação ao aço para níveis de proteção semelhantes. Na FIG. 2.4 estão representadas a densidade de área em três diferentes materiais de blindagem em relação à energia do projétil, para atingir o mesmo nível de proteção balística.

Investigações experimentais depositando pós micro e nanométricos de alumina gama, alumínio, carbeto de silício, farinha de batata e sílica coloidal na superfície de fibras de Kevlar® em compostos híbridos foram utilizados como blindagem para armamento de baixo calibre e comprovaram que a resistência ao impacto balístico e uma maior capacidade de absorção energia foram conseguidas através desse processo. Os melhores resultados foram obtidos em ordem decrescente pelos pós de alumínio, sílica coloidal e o carbeto de silício, enquanto que o pó de alumina e a farinha de batata conseguiram um menor efeito na capacidade de absorver impactos nos laminados. (HARO *et al.* 2016).

Pesquisa sobre o desempenho balístico após um confinamento dentro de um composto de matriz metálica de placas cerâmicas com alumina quando comparadas a placas de cermet foi avaliada após impacto produzido por esferas de aço submetidas a altas velocidades.

FIG. 2.4 Dependência da densidade de área de diferentes materiais de proteção em relação à energia do projétil, para atingir o mesmo nível de proteção balística.1) armaduras de aço; 2) cerâmica (Al2O3) / armadura de aço; 3) cerâmica (Al2O3)/ liga de alumínio. Adaptado de (Odanović e Bobić, 2003)



Com o aumento da espessura do revestimento, as placas de alumina apresentaram um desempenho consideravelmente melhor, reduzindo as trincas radiais e as dimensões da marca produzida pelo impacto. Já no cermet, as trincas radiais foram encontradas em menor quantidade por (PICKERING *et al.* 2016).

2.5 CARBETO DE BORO

O carbeto de boro (B₄C) é o material cerâmico mais duro que pode ser processado. Possui a terceira maior dureza, somente atrás do nitreto de diamante e boreto cúbico. Possui excelentes propriedades mecânicas, tais como: módulo de Young, tenacidade à fratura e baixa densidade. Sua utilização é concentrada onde a dureza é um requisito primordial (MORRELL, 2000; SILVA *et. al.* 2014). Porém em impacto sob altas pressões, ocorre uma ruptura que o enfraquece. Esse processo é complexo e deve ser bem avaliado, principalmente sob projéteis de grande velocidade (WRÓBEL, 2017).

Com velocidades de onda inferiores a 650 m/s o comportamento de fragmentação mantém-se constante, já a partir de 850 m/s é possível observar uma alteração no modo de fratura da cerâmica. Em função da velocidade de impacto, falhas compressivas uniaxiais podem ser observadas além de dois comportamentos divergentes que são característicos do carbeto de boro. Um que gera fragmentos de grandes dimensões associado a defeitos na estrutura do material (trincas radiais ou circunferenciais) e outro que produz estilhaços de tamanhos menores em função da coalescência de fraturas (HOGAN *et al.* 2017).

A compressão dinâmica impõe uma taxa de carregamento onde outros defeitos são ativados antes da propagação da trinca. Esse crescimento da trinca ocorre através das descontinuidades mais deletérias no carregamento dinâmico e uma maior quantidade de danos (KRIMSKY *et al.* 2019).

O B₄C é a cerâmica de maior custo fabril e de um modo geral não é muito aplicada em blindagem de veículos terrestres, mas amplamente usada em proteções pessoais e de helicópteros e aeronaves (ODANOVIC e BOBIC, 2003).

A densificação do B₄C é muito difícil em função da forte ligação covalente em sua estrutura. Embora seja excepcionalmente difícil encontrar o carbeto de boro puro no processo prensado a quente nos sistemas de proteção pessoal, esse material é apontado como a cerâmica mais eficiente que pode ser adquirido comercialmente (DIAMONDAGE, 2018).

CEGLA *et al.* (2014) investigaram dois sistemas de proteção contra projéteis com diferentes materiais e alto poder de penetração, nos calibres
4,6mm e 5,7mm x 30mm. Foram usadas as fibras de polietileno Dyneema®, Goldflex® contendo entre 30 e 45 camadas de material sem reforço e materiais compósitos com placas cerâmicas monolíticas de B₄C e SiC com dimensões entre 4,5 e 7 mm. As fibras de polietileno sem placas cerâmicas não realizaram um trabalho eficiente de proteção, enquanto que as cerâmicas demonstraram eficiência em parar os projéteis. O carbeto de boro demonstrou maior eficiência, embora seu custo seja aproximadamente quatro vezes maior que o carbeto de silício.

Um novo modelo considerando o material de suporte, a velocidade do projetil e a espessura da placa cerâmica para cálculo da eficiência balística foi apresentado por (SAVIO e MADHU, 2018). Os estudos utilizaram três diferentes cerâmicas prensadas a quente: carbeto de boro, alumina e alumina endurecida com zircônia, todas com diferentes espessuras. As cerâmicas sofreram impactos de calibre 7,62 mm, com diferentes velocidades de projétil. A pesquisa demonstrou que o novo método de cálculo proposto da eficiência balística das cerâmicas diminui com a redução da velocidade do projétil, independente do tipo de cerâmica utilizada, e que esse novo modelo de cálculo, possui uma ligeira vantagem em relação ao método tradicional da profundidade de penetração (Depth of Penetration - DOP).

O comportamento mecânico e a resposta balística com munições do tipo M80 com calibre 7,62mm x 51 mm foram pesquisadas por (KARAKOÇ *et al.* 2018). O compósito foi utilizado com uma liga de alumínio 6061 combinada com reforço de pós cerâmicos nos percentuais de 5%, 10%, 15% e 20% em peso de B4C. Os processos de fabricação por extrusão a quente e metalurgia do pó obtiveram uma distribuição homogênea entre as partículas, enquanto que em função de um aumento da fração volumétrica do reforço de partículas B4C os processos de extrusão e laminação a quente proporcionaram uma redução na resistência ao impacto, enquanto que dureza e resistência a tração aumentaram.

2.6 POLIETILENO

O polietileno é um material polimérico obtido no ano de 1898 pelo químico alemão Hans von Pechmann. Constituído de Carbono e Hidrogênio, sua estrutura química não é complexa, sendo representado pela cadeia $(CH_2-CH_2)n$. O polietileno é classificado como uma poliolefina, sendo produzido pelo processo de polimerização da olefina etileno. As olefinas são hidrocarbonetos que possuem cadeia aberta e ligações duplas C=C (ligação n), já as poliolefinas são de um modo geral definidas como polímeros com base no monômero α -olefinas alceno-1. Constitui o grupo de termoplásticos mais utilizado atualmente (RAY e OKAMOTO, 2003).

O número de meros de um polietileno é o que induz o tamanho da cadeia. Suas propriedades físicas e químicas também são influenciadas pelo peso molecular, distribuição e ramificações (RAMKUMAR e SUGUMARAN, 2016).

Na FIG. 2.5 pode-se observar esquematicamente a polimerização do polietileno e as estruturas da unidade de repetição (mero) e da cadeira.



FIG.2.5 Representação esquemática da polimerização por adição do polietileno Adaptado de (BROWN *et al.* 2005)

Esse tipo de polímero é extremamente versátil que possui como características, ser inerte, não tóxico, flexível, isolante elétrico, além de excelente resistência química. Suas propriedades mecânicas são função do peso molecular e ramificações. Em função de sua facilidade de processamento e baixo custo seus níveis de produção são elevados apresentando uma grande diversidade de utilização (KRÁSNY *et al.* 2014; KHANAM e ALMAADEED, 2015).

Dependendo da composição, pode apresentar variações que influenciam as propriedades do material, bem como sua condição de fabricação e utilização. Embora seja utilizado em escala comercial há muito tempo, não existe uma total compreensão de suas propriedades, visto que as mesmas são fortemente afetadas por frações das fases cristalina e amorfa. Em função do tipo de reação de polimerização, pode-se obter cinco diferentes tipos de polietilenos. **(COUTINHO** *et al.* 2003).

Entre as principais aplicações, destacam-se: contentores, bombonas, fitalacre de embalagens, material hospitalar, filmes, frascos para embalagens de produtos alimentícios, farmacêuticos e químicos, bem como brinquedos, coletes de proteção balística, capacetes militares, compósitos, linhas de pesca, buchas para rotores de bombas e gaxetas de válvulas (MANO e MENDES, 2004).

Na TAB. 2.3 são apresentadas as diferentes siglas usadas para classificar os polietilenos.

Tipos de polietileno	Português	Inglês
Polietileno de baixa densidade	PEBD	LDPE
Polietileno de alta densidade	PEAD	HDPE
Polietileno linear de baixa densidade	PELDB	LLDPE
Polietileno de ultra alto peso	PEUAPM	UHMWPE
moleculuar		
Polietileno de ultra baixa densidade	PEUBD	ULDPE

TAB. 2.3 Diferentes tipos de polietileno (COUTINHO et al., 2003)

Anualmente a produção do polietileno situa-se em torno de 70 milhões de toneladas. No Brasil, de acordo com a Associação Brasileira da Indústria do Plástico (ABIPLAST), no ano de 2017, somando todos os tipos de polietileno, este polímero foi o que apresentou maior utilização, sendo responsável por uma fatia de 31,9% de todo o mercado nacional.

A viscosidade de um material polimérico com cargas de reforço é significativamente superior quando comparada ao polímero sem cargas. Essa alteração é afetada pela fração volumétrica, forma, tamanho e distribuição das partículas dispersas. A influência na interação carga/matriz depende da tensão de cisalhamento atuante e a resposta do material obedece à taxa de cisalhamento empregada (LAUFER *et al.* 2017).

Uma blenda de polipropileno e polietileno de baixa densidade (PEBD) na proporção de 50/50 com pó de caulim em tamanhos micrométricos de grão de 100 e 120 µm foi estudada por (MUSTAFA, 2012). Ao adicionar o pó de caulim aos polímeros, o compósito teve uma melhoria em algumas das propriedades, como o módulo de elasticidade, resistência a tração e ao impacto e a dureza Shore-D, porém ocorreu uma redução na mobilidade.

Misturas poliméricas de PEBD / PEAD com proporções variando entre (80/20, 60/40, 40/60 e 20/80) respectivamente foram caracterizadas por (ANOUR *et al.* 2018). As blendas com maior percentual de PEBD demonstraram propriedades mecânicas com melhor desempenho, como maior alongamento, ductilidade e resistência ao impacto, porém menores valores de resistência mecânica e dureza quando comparadas às blendas com percentual mais alto de PEAD. A proporção com 60% de PEBD apresentou comparativamente características mecânicas com melhor performance.

A influência em nível molecular de nanopartículas inorgânicas de materiais de silicato polimérico em camadas, enxertadas no PEBD, foram investigadas por (CHANG, 2015). Através da análise da microestrutura e das propriedades mecânicas e térmicas, foi possível comprovar que uma considerável melhoria nas propriedades, como o módulo de Young que aumentou 51,25%, aumento na resistência ao impacto, melhoria na estabilidade térmica e entalpia mais baixa.

YASIN e KHAN, (2008) estudaram a capacidade de absorção de neutrôns térmicos e propriedades mecânicas em diferentes concentrações de partículas de B₄C na matriz de PEAD e concluiram que a resistência a tração e alongamento na ruptura são reduzidos com o aumento percentual das cargas.

CHEE *et al.* (2012) avaliaram os efeitos de partículas de alumina nanométrica em uma matriz de polietileno de baixa densidade. Os percentuais da alumina variaram de 0,5%, 1%, 2%, 3% e 5%p e a resposta mecânica do compósito foi avaliada através dos ensaios de tração, flexão e impacto. Já as análises para verificar a microestrutura e os efeitos da adição de alumina foram realizadas utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV) e

espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), respectivamente. Os resultados demonstraram que o compósito que apresentou melhores resultados em tração e maior alongamento na ruptura foi com 1%p de alumina.

ODUOLA e OZIOKO, (2017) avaliaram compósitos de alumina e PEAD. A influência das cargas de alumina com diferentes tamanhos (75 µm, 212 µm e 850 µm) e percentuais, variando de até 30%p foram avaliados. Os autores concluíram que a dureza Rockwell e a resistência ao impacto aumentaram aproximadamente de 3 a 4 vezes, e que com menores tamanhos de partículas, maior é a probabilidade da formação de agregados que reduzem a resistência dos compósitos.

LIMA JUNIOR, (2017) pesquisou o polietileno de ultra alto peso molecular com diferentes percentuais de B₄C. Os valores estudados foram de 0,0625 %p, 0,125 %p, 0,25 %p, 0,5 %p, 1 %p e 2 %p. O autor concluiu que o percentual de 1%p de B₄C foi o que apresentou melhores resultados tanto nos ensaios de tração quanto no ensaio balístico.

ZHANG *et al.* (2011) investigaram a influência do tamanho de partículas de alumina dispersas no polietileno de alta densidade. Propriedades como a condutividade térmica e a resistência à tração foram melhoradas com a redução do tamanho das partículas. As micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura mostraram que partículas pequenas de alumina produzem um melhor efeito na resistência ao impacto do compósito e que nanopartículas de 100 nm induzem agregados que causam uma deterioração na resistência ao impacto. Quando as nanopartículas são de 0,1 µm, a área superficial é muito grande e em valores acima de 30% em volume, o PEAD não consegue uma boa dispersão das partículas.

Diferentes tipos de blendas, misturadas através dos processos por solução e mistura mecânica do polietileno de alta densidade (PEAD) junto ao polietileno de baixa densidade (LPDE) e HDPE com o polietileno de baixa densidade linear (LLDPE) nas proporções de 10% a 90% em peso intercaladas de 20% foram estudadas por (MUNARO, 2007). As blendas com HDPE e LLPDE com percentuais entre 30 e 50%, em função de suas características mecânicas e de resistência, apresentaram melhores condições de durabilidade e

processamento do que o HPDE puro, podendo ser uma alternativa para o setor elétrico.

RAMKUMAR e SUGUMARAN, (2016) estudaram algumas propriedades elétricas utilizando compósitos de PEAD e alumina com 1%p, 3%p, 5%p e 7%p. O material com 3%p obteve um maior valor de capacitância e com 5%p uma melhor rigidez dielétrica, além de uma ruptura em tração 16,3% maior que o PEAD puro.

LINS *et al.* (2018) investigaram materiais compósitos de PEAD; de alumina e PEAD; e de alumina e fibras de vidro. O objetivo do trabalho visava melhorar algumas propriedades, como a estabilidade térmica, a rigidez e a resistência mecânica. Os percentuais de alumina foram de 5%p e 10%p e a fibra de vidro 10% p e 30%p. Uma baixa adesão das partículas de PEAD e alumina foi verificada. Os compósitos de PEAD e alumina apresentaram uma queda na resistência mecânica, enquanto que os compósitos híbridos de PEAD, fibra de vidro e alumina registraram um aumento na resistência mecânica. Já com relação ao módulo de elasticidade, ocorreu um aumento de 501% em relação ao polietileno puro.

ARRAKHIZ *et al.* (2012) estudaram compósitos de PEAD com fibras de coco tratadas quimicamente. As propriedades dos compósitos, do polímero puro e das fibras sem tratamento foram comparadas. Cargas de fibra de 20% foram utilizadas. Os resultados obtidos demonstraram que propriedades como ductilidade e módulo de elasticidade tiveram considerável aumento com o uso de silano no tratamento químico.

RAMOS e MENDES, (2015) investigaram compósitos com resíduos de PEAD e gesso com o objetivo de desenvolver um material ecologicamente correto. Foram analisadas a flamabilidade, a absorção de água e a resistência a compressão do material. As conclusões do trabalho demonstraram que a cristalinidade do PEAD teve um aumento gradual em função do incremento do teor de gesso. Foram obtidas morfologias distintas em função do tipo de processamento do compósito com um ganho mútuo entre os materiais, pois o PEAD forneceu ao gesso resistência mecânica.

Para CHEE et al. (2012), de um modo geral, quando a matriz é reforçada com cargas, sua eficiência é inversamente proporcional ao tamanho das

partículas e diretamente proporcional à proporção da mistura. ZHANG *et al.* (2011) sugerem que a adição de nanopartículas cerâmicas ao PEAD produz um bom desempenho, desde que o reforço seja adequadamente disperso.

O comportamento de fluxo de compósitos de PEBD adicionado a esferas de vidro foi estudado por (LAUFER *et al.* 2017). Esferas de aproximadamente 60µm influenciaram efetivamente a interação das partículas com a matriz enquanto que um volume de aproximadamente 20% com partículas com dimensões em torno de 345 µm foram insignificantes no processo de mistura. Entender o efeito dessas interações é importante no processamento dos polímeros pois é capaz de predizer a reação ao fluxo das misturas.

YASIN e KHAN, (2008) processaram o PEAD em um misturador com tempo de 3 minutos e 35 rpm. Ao término do processo adicionaram o B₄C por mais dez minutos. A intenção da pesquisa era avaliar a capacidade de absorção de nêutrons em diferentes percentuais de B₄C modificado na matriz de HDPE. O trabalho concluiu que o aumento no quantidade de carbeto de boro melhorou a atenuação para nêutrons lentos.

ZHANG *et al.* (2011) avaliaram PEAD com diferentes tamanhos de alumina e no processamento do compósito utilizaram um moinho de dois rolos com tempo de mistura de 20 minutos e temperaturas de 140 °C no rolo dianteiro e 130 °C no rolo traseiro.

KHALAF, (2015) avaliou três diferentes cargas no PEAD: lignocelulose da base de tamareira, carbonato de cálcio e fibra de vidro. As misturas foram processadas em um misturador com tempo de mistura de 15 minutos, 160 °C e rotação de 32 rpm. As cargas variaram entre 5 e 25% em peso nos compósitos e proporcionaram melhorias nas propriedades mecânicas em função das dimensões e tipo de carga.

FAN e XU, (2018) produziram compósitos com diferentes pesos de PEAD, alumina e carbeto de silício. A mistura foi processada a 180 °C por 10 minutos com 60 rpm. Os resultados indicaram que a condutividade térmica, a resistência ao calor e o módulo de Young apresentaram aumento nestas propriedades em relação ao material sem cargas.

ZURAIMI *et al.* (2017) estudaram algumas propriedades mecânicas do PEAD natural e do PEAD reciclado. O ensaio de tração apresentou resultados do limite de resistência à tração de 26,843 MPa para o PEAD e de 15,888 MPa para o PEAD reciclado, ambos obtidos por processo de injeção com temperatura de fusão de 240 °C, pressão de injeção de 95 MPa e tempo de resfriamento de 25 s.

OMAR *et.al.* (2015) estudaram o comportamento do PEAD com diferentes percentuais de serragem (5%p, 10%p, 15%p,20%p e 30%p) quando submetidos a baixas taxas de deformação sob compressão (0,001/s, 0,01/s e 0,1/s). Os resultados indicaram que a rigidez dos compósitos sofre influência tanto das cargas quanto das taxas de deformação.

ODUOLA e OZIOKO, (2017) estudaram os efeitos de diferentes teores de alumina (10%, 15%, 20%, 25% e 30%,) no PEAD. Uma das propriedades mais influenciadas por essa adição de alumina foi a dureza Rockwell que aumentou em quase todos os percentuais, exceto em 30%. Os autores atribuem que a redução de dureza nesse percentual é relativa à distância média entre as partículas, porém esse afastamento não seria capaz de criar aglomerados em diferentes pontos do material.

A pesquisa de COSTA *et al.* (2016) comparou diferentes tipos de polietileno reciclado ao polietileno comercial. A análise térmica foi a calorimetria e as propriedades analisadas foram a temperatura de cristalização (T_c), a temperatura de fusão (T_m), entalpia de cristalização (ΔH_c) e a entalpia de fusão (ΔH_m). A conclusão do trabalho foi de que o material comercial nos parâmetros de cristalização apresentou maiores valores. Esse fato é atribuído à heterogeneidade dos polímeros reciclados.

Muitas pesquisas utilizam valores de referência divergentes na temperatura, tempo e pressão de processamento do polietileno. A TAB. 2.4 apresenta uma gama de trabalhos com dados disponíveis encontrados na literatura.

Pesquisadores	Ano	Temperatura	Tempo (min)	Pressão (Mpa)
		°C		
YASIN e KHAN	2008	160	5	1,5
WANG et al.	2011	140	40	0,5
SUN et al.	2011	200	25	*
ARRAKHIZ et al.	2012	190	0,5	*
KHALAF	2015	175	3	*
REIS et al.	2013	137	*	*
GRALA e BARTCZAK	2015	180	5	5
LUSTOSA et al.	2015	140	20	1
KIDA <i>et al.</i>	2015	210	5	20
ODUOLA e OZIOKO	2017	190	*	*
LINS et al.	2018	160 a 230	*	*
* Não informado				

TAB. 2.4 Diferentes valores para processamento do Polietileno

2.7 DUREZA

A dureza é uma propriedade mecânica caracterizada pela resistência de um material à deformação permanente, podendo também ser definida como a capacidade que o material possui de resistir a cargas de compressão, além de eventos como: absorção de energia, resistência a arranhões, riscos, cortes ou perfuração sendo influenciada diretamente pelas forças de ligação atômica, iônica ou molecular. Usualmente, os testes de dureza são realizados pressionando-se uma parte do equipamento de medição denominado penetrador, que possui geometria e propriedades mecânicas definidas no material a ser testado. O valor da dureza é obtido através do método selecionado e da escala escolhida (HANDBOOK, 2000).

De um modo geral, os polímeros não possuem dureza elevada em função das forças de ligação, pois suas moléculas são unidas pela força de Van der Waals. Porém pode ser uma técnica de caracterização vantajosa para avaliar propriedades, como módulo de armazenamento e módulo de perda. Nas cerâmicas é possível relacionar a dureza com a tenacidade a fratura. Também aparenta existir alguma correspondência entre a microdureza e a resistência a compressão (HANDBOOK, 2000). No estudo de (CHANG, 2015) após a adição de nanopartículas inorgânicas de montmorilonita e anidrido maleico ao PEBD, o compósito apresentou aumento na escala de dureza Shore-D em relação ao polímero puro. Na pesquisa de (DULEBOVÁ et al. 2017), o aumento da dureza foi através da adição de nano tubos de Halloysite (HNT) em concentrações de 2%, 4% e 6% em peso, no polietileno enxertado com anidrido maleico e PEBD. (O halloysite é um membro natural da família caulim de argilas de aluminossilicato). Os compósitos conseguiram valores de dureza superiores ao do polímero puro.

WICKAMAARACHCHI *et al.* (2016) mediram a dureza Shore-D em misturas simples e reativas (com peróxido de dicumila usado como agente reativo) da borracha natural (NR) com diferentes polietilenos, PEBD, PEAD e PEBDL. As proporções foram intercaladas entre 30 e 70% em peso para ambos materiais, em intervalos de 10%. Considerando as mesmas proporções, as misturas reativas apresentaram maiores valores de dureza quando comparadas às misturas simples. O compósito NR/PEAD também obteve maiores valores de dureza que os compósitos de NR/PEBD e NR/PEBDL.

MUSTAFA, (2012) concluiu que blendas poliméricas de PP e PE com os mesmos percentuais em peso, adicionadas ao pó de caulin nos valores de (0, 1, 3, 5, 10, 14) % em peso, elevaram a dureza até um valor máximo de 14 Shore D. Outro fator observado nessa pesquisa foi que com grãos de 100 µm foram obtidos valores de dureza mais altos que com grãos de 120 µm.

2.8 DENSIDADE

A densidade é uma propriedade dependente das dimensões e ordenação atômica ou iônica que pode ser mensurada para tipificar um material sólido, registrar alterações físicas de uma determinado corpo, demonstrar a existência de alguma uniformidade entre espécimes ou amostras desiguais ou ainda para determinar a densidade média em objetos de grandes dimensões (SAMPAIO e SILVA, 2007). Auxilia também no cálculo de pesos, custos e resistência (ASTM D792, 2013). Possíveis mudanças na densidade dentro de uma mesma amostra polimérica podem ocorrer em função de variações localizadas de cristalinidade, porosidade, impurezas existentes, composição (quantidade de carga, aditivos, pigmentos ou resinas) ou até mesmo pelo processamento realizado. A densidade é uma propriedade relevante e juntamente à ramificação distinguem os tipos de polietilenos de maior emprego em: polietileno de alta densidade (PEAD ou HDPE), polietileno de média densidade (PEMD ou MDPE) e polietileno de baixa densidade (PEBD ou LDPE) (KHANAM e ALMAADEED, 2015).

O volume utilizado no cálculo da densidade absoluta ou real não leva em conta todos os vazios existentes entre as partículas componentes da amostra. Já na determinação da densidade aparente, o volume deve ser calculado assumindo todos os vazios ou poros efetivos. Consequentemente, a densidade real terá sempre valores maiores que a densidade aparente (SAMPAIO e SILVA, 2007).

2.9 ENSAIO DE DSC

A calorimetria de varredura diferencial (DSC) constitui uma das técnicas de análise térmica em que a alteração no fluxo de calor entre a amostra e o material de referência é verificada enquanto ambas são submetidas a um regime de temperatura (ROSTEK e BIERNAT, 2013).

A análise térmica constitui um grupo de técnicas analíticas onde uma propriedade da amostra é monitorada de acordo com o tempo ou temperatura, enquanto a mesma é submetida a uma programação controlada de temperatura (HANDBOOK, 2000).

Através dessa metodologia é possível medir com agilidade as transições ocorridas em materiais poliméricos relacionadas às transformações químicas ou alterações estruturais de acordo com o aquecimento ou resfriamento a que o material é submetido (ASTM D 3418, 2015). Propriedades como: alterações na capacidade específica de calor, fluxo de calor, absorção de energia, decomposição térmica, determinação de umidade, módulo mecânico, oxidação térmica, valores de temperatura, diagramas de fases, constante dielétrica, determinação de calor específico, entalpia de fusão ou cristalização, determinação de transição vítrea e outras propriedades menos comuns, podem ser verificadas (HANDBOOK, 2000; ASTM D 3418, 2015).

Diversos pesquisadores relizaram estudos sobre a importância das cargas no polietileno. LI *et al.* (2019) verificaram influência da cristalinidade no polietileno com diferentes densidades (PEBD, HDPE, PEBLD, MDPE), em propriedades elétricas e na ruptura sob tração. Foi possível comprovar que a tensão de ruptura teve valores significativamente maiores com o aumento da densidade dos polietilenos, e que as propriedades elétricas foram reduzidas e não houve ganhos expressivos nos polímeros de maior densidade. Já a análise térmica de compósitos com matriz polimérica de PEAD, polietileno tereftalato reciclado (rPET) ou polietileno anidrido maleico (PEAM) incorporados com reforço de nanopartículas de alumina nos percentuais de 1%, 3% e 5% em peso foram avaliados na pesquisa de (SHAHRAJABIAN e SADEGHIAN, 2019). O ensaio de DSC indicou que a dispersão da alumina em 3%p aproximou os pontos de fusão entre o PEAD e o rPET e que esse percentual também promoveu um aumento na cristalinidade do PEAD.

Misturas de PEBD e amido plastificado foram pesquisadas por (GUZMAN *et al.* 2017). O ensaio de DSC demonstrou que maiores teores de carga influenciaram elevando a temperatura de fusão e reduzindo a temperatura de cristalização dos compósitos.

MOHAMMAD *et al.* (2012) examinou os resultados de compósitos de PEAD processados por compressão a quente com partículas de alumina em percentuais de 5%, 10% e 15%p. As análises térmicas de DSC confirmaram que os reforços cerâmicos não foram capazes de alterar a temperatura de fusão do PEAD, além de reduzirem a capacidade térmica específica e a entropia.

NGU *et al.* (2011) pesquisaram as propriedades térmicas de compósitos de polietileno de baixa densidade e alumina em percentuais de 95/5; 97/3; 98/2; 99/1; 99,5/0,5 e 100/0 respectivamente, processados através de compressão a quente. O ensaio de DSC investigou a ação de nanopartículas de Al₂O₃ no desempenho da cristalização não isotérmica dos compósitos. A matriz polimérica teve um aumento na estabilidade térmica, enquanto que a cristalinidade, a temperatura de fusão e a temperatura inicial do composto foram reduzidas com o aumento percentual nas cargas de reforço.

2.10 FLAMABILIDADE

A flamabalidade pode ser definida como a propensão do material queimar ou entrar em ignição. Essa propriedade é afetada pelas condições do fogo e da composição polimérica (SHAH V., 2007).

A queima dos materiais poliméricos segue um padrão fixo que ocorre de forma gradual, provocando num primeiro momento alterações físicas e posteriormente alterações químicas. Todo esse processo pode ser descrito através de quatro etapas com início em um pré-aquecimento, seguido de uma ignição, combustão e culminando com a decomposição completa do material sólido em produtos voláteis (MANO e MENDES, 2004; PORABKA *et al.* 2015). Em função da estrutura química do polímero, a decomposição térmica pode ser facilitada ou dificultada (MANO e MENDES, 2004).

Cada vez mais, em situações industriais ou domésticas, o retardamento de chama tem sido utilizado como critério importante na seleção do PEBD (OBIDIEGWU e OGBOBE, 2012). Um ponto importante nessa escolha é que a redução da combustão não deve acarretar em perdas de propriedades mecânicas (SZUSTAKIEWICZ *et al.* 2013).

WANG *et al.* (2013) estudaram compósitos com retardante comercial (FR01), PEDB e hidróxido de alumínio (ATH) em valores entre 0% e 15%. O retardante como era esperado demonstrou capacidade em retardar as chamas, porém os aumentos provocavam redução na resistência à tração em valores não informados. Nesse trabalho o silano foi usado como agente de acoplamento. À medida que o silano foi aumentado para valores próximos a 1,5%p, a resistência à tração melhorou em torno de 15% e o alongamento à ruptura em 70%.

SHEN *et al.* (2018) pesquisaram compósitos com PEBD, hidróxido de magnésio (HM) e acrilato de lauril. Através de testes de índice de oxigênio (LOI) que são largamente usados para mensurar o retardamento das chamas, foi possível encontrar valores superiores a 20% que em termos de comparação é um dado significativamente elevado, demonstrando a eficiência do HM. Porém a incorporação desses materiais no PEBD influenciaram negativamente no fluxo de processamento e reduzindo a resistência a tração e o alongamento dos compósitos.

Os materiais inorgânicos, especialmente na forma de pós, têm sido combinados ao PEBD com a função de aumentar o retardamento das chamas (SHEN *et al.* 2018), porém devem ser acrescentados na menor fração possível para que não exerçam forte influência em outras propriedades (ABDELGHANI, 2018). Impedir ou cessar a combustão de um polímero são algumas das atribuições dos retardadores de chama. De acordo com sua composição, os retardadores podem agir fisicamente através de resfriamento, dissolução do combustível, construção de um revestimento protetivo ou quimicamente reagindo em fases condensadas ou gasosas (LAOUTID *et al.* 2009). Os retardadores de chama podem ser divididos entre compostos aditivos ou reativos. Os compostos aditivos não reagem quimicamente ao polímero. São incorporados ao mesmo durante a etapa de processamento e podem ser usados na forma de óxido de antimônio, óxido de boro ou trihidrato de alumina. A alumina é utilizada com função dissipadora de calor, pois absorve o calor e libera água da hidratação quando submetida ao calor (HANDBOOK, 2000).

Uma influência negativa da aglomeração dos reforços também foi comprovada por (WANG *et al.* 2013). Uma excelente dispersão dos reforços na matriz polimérica está intimamente relacionada à obtenção das excelentes propriedades dos nanocompósitos (SZUSTAKIEWICZ *et al.* 2013). Uma perfeita homogenização das partículas nanométricas dentro da matriz polimérica fornece um ganho nas propriedades mecânica, térmica e calorífica. Esse acréscimo ocorre em função de uma área interfacial maior entre a matriz polimérica e as nanopartículas. Dependendo da ordenação química e da geometria, diferentes tipos de nanopartículas podem proporcionar valores desiguais no tempo de retardamento da chama (LAOUTID *et al.* 2009).

A eficiência em resistir ao fogo tem como parâmetros as características das chamas e a constituição do material polimérico. Como é praticamente impossível prever todas as reais condições de queima, os teste de laboratório são uma alternativa para simular uma resposta à combustão. A TAB. 2.5 apresenta alguns valores de temperatura máxima de serviço dos materiais usados nesta pesquisa.

TAB 2.5 Temperatura Máxima de serviço. Fonte Materials Handbook, 2000, Desk Edition.

Material	Temperatura Máxima de Serviço		
	°C		
Al ₂ O ₃	198		
B ₄ C	2260		
PEBD	100		

O processo de mistura, moldagem e injeção em temperaturas de 160°C do PEBD com os retardadores de chama, hidróxido de magnésio e éter decenérmico de dacabormeto em valores de 3,0%, 5,0%, 7,0% e 9,0%p foram avaliados por (ALI *et al.* 2018). Até 7,0%p as misturas apresentaram melhoria no processo de reter as chamas. A partir de 9,0% a redução das chamas não foi eficiente. A resistência à tração foi elevada de 5,7 para 7,6 Mpa em função do efeito dos aditivos que funcionaram como reforço, além de modificarem o grau de cristalinidade.

Propriedades mecânicas (módulo de Young, módulo de armazenamento, módulo de perda), propriedades elétricas (estabilidade e condutividade elétrica), propriedades térmicas (ponto de fusão, estabilidade térmica) e viscoelasticidade demonstraram considerável melhoria com a incorporação de 0,5 %p de grafeno nanométrico em compósitos de PEBD/grafeno. Com 1,0%p as alterações nas propriedades não foram tão significativas, enquanto que com 3,0%p ocorreu um aumento na resistência à tração e cristalinidade do compósito. Essa mistura homogênea aumentou a interação intermolecular e a energia de ativação, bem como proporcionou um ponto de fusão superior aos nanocompósitos. A análise do diagrama tensão x deformação do compósito apresentou uma região plástica muito restrita, sugerindo que a existência de extensos aglomerados de grafeno, que não possibilitaram ao compósito obter uma fratura com as características de ductilidade do PEBD puro. (SABET e SOLEIMANI, 2019).

2.11 ULTRASSOM

O ultrassom é um ensaio não destrutivo (END) que tem como finalidade detectar defeitos internos como descontinuidades, poros, inclusões e vazios (ANDREUCCI, 2003). Ao atravessar o material, uma onda ultrassônica é capaz de expressar informações sobre características elásticas macroscópicas, porém ela também possibilita obter informações a respeito da microestrutura da amostra analisada. Até mesmo a integridade estrutural pode ser avaliada com elevada precisão e sensibilidade. Métodos de detecção com ultrassom têm cada vez mais sido difundidos como uma ferramenta de grande poder em inspeções internas não invasivas e sub superficiais. (HU *el al.* 2018). Qualquer ensaio não destrutivo possibilita aumentar a confiabilidade no uso dos materiais, peças ou equipamentos que necessitem de um elevado desempenho (ANDREUCCI, 2003).

Quando a frente de uma onda sonora (longitudinal ou transversal) atravessa um meio e encontra uma interface, uma fração da energia da onda é refletida e outra porção é transmitida. As proporções de reflexão e transmissão são regidas pela impedância acústica específica dos materiais (OLYMPUS, 2019; HOCHE *et al.* 2013). A impedância acústica é calculada multiplicando-se a velocidade do som pela densidade do material. Os aparelhos de ultrassom contemporâneos usualmente capturam um tipo de onda e em sequência processam várias funções de análise e medição, valendo-se de processamento de sinal digital para estabilidade e precisão dos parâmetros (OLYMPUS, 2019).

Quando o transdutor é pressionado contra a superfície do material de análise, caso exista uma descontinuidade, algumas ondas sonoras são refletidas enquanto que outras seguem através do meio em direção a face oposta. Os transdutores ultrassônicos planos foram projetados para se acoplarem corretamente com a superfície do material a ser avaliado, porém o ar, sendo um outro meio de propagação, atrapalha essa interface provocando reflexo de energia acústica e deformações da onda. Para se obter resultados confiáveis e eliminar essa interferência do ar é necessário o uso de acoplantes em forma de gel ou água na mediação. Uma grande quantidade de material acoplante também não é recomendada, pois interfere reduzindo a transmissão de energia em torno de 80% (HU *el al.* 2018).

No sistema de pulso-eco o cabeçote ultrassônico deve manter-se em posição perpendicular com a superfície da peça para que ocorra uma elevada transmissão da energia refletiva. Caso esse posicionamento esteja sem conformidade, o sinal pode se dispersar e não voltar ao transdutor (ZHU et al. 2015).

O ultrassom pode ser ensaiado através de diferentes técnicas. Entre essas técnicas, destacam-se os métodos pulso-eco ou impulso-eco. O ultrassom foi concebido para detectar defeitos em materiais metálicos. Atualmente também é utilizada em materiais policristalinos, polímeros, ligas metálicas e compósitos (KOHLHAUSER e HELLMICH, 2013). É uma técnica que utiliza apenas um cabeçote acoplado em uma das faces do material com função de emitir e receber as ondas ultrassônicas que viajam através do material. (ANDREUCCI, 2003). Já na primeira interface entre o material acoplante e material ensaiado, uma parcela das ondas sonoras é refletida enquanto que outra fração continua viajando através do meio. O cabeçote ou transdutor ultrassônico deve ser ajustado perpendicularmente a face do objeto a ser analisado, a fim de que se obtenha uma alta transmissão da energia refletida, e para que não ocorra um espalhamento do sinal. (ZHU *et al.* 2015). Na FIG. 2.6, pode-se observar o método pulso eco, com diferentes respostas em função da reflexão.



FIG. 2.6 Esquema do método pulso eco. S1 reflexão da onda na interface com o acoplante, S2 reflexão do fundo da peça e S3 reflexão em função da descontinuidade. Adaptado de (Andreucci, 2003)

Ao viajar dentro de um material, as ondas sônicas provocam um pressão variável nas partículas do meio, ajustando-se à frequência da onda incidente. Consequentemente, alterações na densidade também promovem variações nas velocidades de cisalhamento longitudinal e na onda superficial. Todo esse processo influencia na determinação das propriedades elásticas. Partículas com diferentes dimensões provocam dispersão e possibilitam avaliar a microestrutura em função da frequência da atenuação do ultrassom (SWAB, 2005).

De um modo geral, em função da utilização os fabricantes de materiais poliméricos levam em consideração as características acústicas do material, pois essas propriedades possam influenciar os resultados dos testes ultrassônicos. Diversas pesquisas e estudos apontam valores divergentes nas velocidades de propagação sonora de um mesmo material. O polietileno é um material que, por exemplo, é classificado principalmente em função de sua densidade, massa molecular, condições de processamento e alinhamento das cadeias. Estas características possibilitam a essa classe de polímero apresentar diferentes valores na velocidade acústica (GINZEL *et al.* 2015). A TAB 2.6 apresenta diferentes valores encontrados on-line da velocidade sônica no polietileno.

Fontes on line	Velocidade
	informada
	(m/s)
www.KaveLaby.NPL.co.uk	2100-2400
https://www.engineeringtoolbox.com/sound-speed-solids-	1950
d_713.html	
www.therm-a-guard.com	2210
https://www.olympus-ims.com/pt/ndt-tutorials/thickness-	2080-2460
gage/appendices-velocities/	
www.ONDT.com (materials properties)	2460
www.nde-ed.org/generalResource/Materialproperties/UT/ut	2670
matlprop plastics.htm	

о.
(

Ultrassom de alta frequência e imagens radiográficas com raios X, que utilizam o princípio da interação dos raios gerados com a matéria, são ensaios não destrutivos que podem localizar e identificar defeitos na ordem de mícrons dentro de uma proteção balística cerâmica. As vantagens do ultrassom residem no fato de ser um método rápido, que não necessita de preparação da amostra (SWAB, 2005). É importante ressaltar, como afirma (GENOV, 2012), que a capacidade de uma blindagem não pode ser avaliada por um ensaio destrutivo,

embora essas técnicas sejam cada vez mais adaptadas a qualificar os materiais de proteção.

ZHU *et al.*, (2015) investigaram, através da técnica de ultrassom, a integridade estrutural de dois diferentes termoplásticos usualmente utilizados em dutos, o polietileno de alta densidade e o PVC. Porosidades, trincas, perda de massa e vazios foram examinados com a finalidade de validar o processo e mensurar a qualidade dos equipamentos utilizados. Foi comprovado que a metodologia empregada da amplitude de reflexão foi capaz de localizar precisamente trincas de geometria e dimensões variáveis comprovando que a utilização do ultrassom é um procedimento apropriado na inspeção de peças plásticas. Essa afirmação é corroborada no trabalho de (ZHANG *et al.* 2017) onde o ensaio de ultrassom foi usado em placas de polietileno para quantificar a evolução dos defeitos gerados por deformação.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

No presente trabalho foram estudados compósitos com matriz polimérica de polietileno de baixa densidade (PEBD) como matriz e materiais cerâmicos de alumina (Al₂O₃) e carbeto de boro (B₄C) como intuito de aumentar a dureza para fragmentação e erosão dos projéteis.

3.1.1 POLÍMERO

O material polimérico utilizado foi o polietileno de baixa densidade da empresa Resinpó modelo RP 0065-000, processado como recebido. A FIG. 3.1 exibe imagens do termoplástico obtidas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) do Instituto Militar de Engenharia, modelo Quanta FEG-250 da FEI com magnificação de 100 X. Já as principais propriedades do PEBD, são apresentadas na TAB. 3.1.



FIG.3.1 PEBD modelo RP 0065-000, Aumento 100 X

TAB. 3.1 Propriedades do polietileno de baixa densidade (RP 0065-000/XX-Y)
fornecido pelo fabricante (Resinpó)

Propriedades	Unidades	Método	Valores Típicos
Índice de Fluidez (190°C / 2,16 Kg)	g/10 min	ASTM D 1238	5
Densidade	g/cm ³	ASTM D 792	0,937
Alongamento no Escoamento	%	ASTM D 638	13
Alongamento na Ruptura	%	ASTM D 638	1.000
Resistência à Tração no Escoamento	MPa	ASTM D 638	20

Velocidade de teste: 50 mm/min.

3.1.2 CERÂMICAS

No presente trabalho, foram utilizadas dois tipos de materiais cerâmicos, a alumina (Al₂O₃), alundum RR (A-620) 60 Mesh, dureza Moh 9,25 do fabricante (Fisher Scientific Co), sinterizada em tamanho micrométrico, e o carbeto de boro constituído de nanopartículas com dimensões de aproximadamente 40 nm de diâmetro, adquirido da empresa Sky Spring Nanomaterials, Inc., Estados Unidos da América (USA). Ambos disponíveis no Laboratório de Materiais Cerâmicos do IME.

A FIG. 3.2 apresenta uma imagem com Aumento de 100 X da alumina obtida através do MEV modelo Quanta FEG-250 da FEI (IME).



FIG. 3.2 Imagem de Al₂O₃. Aumento de 100 X

A FIG. 3.3 apresenta imagens do carbeto de boro, obtidas através do microscópio eletrônico de transmissão (MET) JEM-2010, da JEOL (IME). A TAB. 3.2 mostra as principais propriedades do B₄C



FIG. 3.3 B₄C. Retirado de (LIMA JUNIOR, 2017)

TAB.	3.2	Principais	propriedades	s do	carbeto	de	boro	nanométrico.	Valores	de
acoro	do co	om o site da	a skyspring N	ano	materials	, In	IC.			

Propriedade	Valor característico
Aparência	Pó preto
Densidade a granel	0,10 g/cm ³
Geometria	Nanopartículas hexagonais
Pureza	99%
Superfície específica	> 42 m ₂ /g
Tamanho de partícula	50 nm

Com o objetivo de verificar as modificações estruturais e possíveis alterações físico químicas provocadas pela dispersão das partículas cerâmicas na matriz polimérica, bem como a resposta dos corpos de prova na interação com projéteis disparados por arma de fogo, foram realizadas diferentes técnicas de caracterização, além de ensaios térmicos e mecânicos (estáticos e dinâmicos).

3.2 MÉTODOS

3.3 PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Nesta pesquisa foram processados: o PEBD puro, como grupo controle; dois diferentes tipos de compósitos de PEBD com partículas micrométricas de alumina; e PEBD com partículas micrométricas de alumina e nanopartículas de carbeto de boro, ambos com variações na proporção cerâmica. A matriz polimérica foi usada na forma de pó para proporcionar uma melhor dispersão junto às partículas cerâmicas e a nomenclatura utilizada foi determinada como A00. Os compósitos foram identificados com a letra A (alumina) e ACB (alumina e carbeto de boro) seguida do percentual cerâmico. As TAB. 3.3 e 3.4 exemplificam essa codificação. Os percentuais em peso de Al₂O₃ iniciaram em 70% e foram sendo incrementados em 5% até o máximo de 90%. Já o carbeto de boro foi adicionado na proporção de 1%, pois utilizando como referência a pesquisa de (LIMA JUNIOR, 2017) que adicionou o B₄C ao polietileno de ultra alto peso molecular esse percentual foi o valor que apresentou melhor resposta aos ensaios balísticos.

Composição	Identificação	Percentual Cerâmico
PEBD	A00	0%
	A70	70% Al ₂ O ₃
	A 75	75% Al ₂ O ₃
PEBD + Al ₂ O ₃	A 80	80% Al ₂ O ₃
	A 85	85% Al ₂ O ₃
	A 90	90% Al ₂ O ₃

TAB. 3.3 Identificação do PEBD e dos compósitos com PEBD + Al₂O₃

TAB. 3.4 Identificação dos compósitos com PEBD + Al₂O₃ + B₄C

Composição	Identificação	Percentual Cerâmico
	ACB 70	70% Al ₂ O ₃ + 1% de B ₄ C
	ACB 75	75% Al ₂ O ₃ + 1% de B ₄ C
PEBD + Al ₂ O ₃ + B ₄ C	ACB 80	80% Al ₂ O ₃ + 1% de B ₄ C
	ACB 85	85% Al ₂ O ₃ + 1% de B ₄ C
	ACB 90	90% Al ₂ O ₃ + 1% de B ₄ C

3.3.1 PROCESSO DE MISTURA

As massas do PEBD foram determinadas com o auxílio de uma balança de precisão Pluris 6/15 da Filizola (IME). Já as massas das partículas cerâmicas de alumina e do carbeto de boro foram obtidas com a utilização de uma balança de precisão AG-200 Gehaka (IME). Com a finalidade de facilitar a dispersão das cargas na matriz do polietileno e obter uma mistura mais homogênea além de evitar aglomeração das nanopartículas, o compósito foi misturado mecanicamente, no agitador mecânico do laboratório de materiais cerâmicos do IME por 10 minutos.

3.4 PROCESSAMENTO DOS COMPÓSITOS

Em função do tipo de compósito a ser processado, esse trabalho de pesquisa utilizou a prensagem a quente como método de fabricação das amostras. A montagem para a manufatura dos corpos de prova foi realizada com duas placas de aço de 100mm x100mm x 1 mm de espessura, com duas folhas quadradas de teflon com as mesmas dimensões da placa de aço, usadas como antiaderentes, apoiadas entre as placas de aço e as faces superior e inferior de uma matriz de alumínio.

De acordo com o tipo de material desejado no corpo de prova, tanto o PEBD puro como os compósitos na forma de pós foram colocados dentro da matriz metálica. A geometria dos corpos de prova variou de acordo com o ensaio desejado. A FIG. 3.4 exibe o processo de montagem com todos os componentes. O conjunto após toda essa preparação foi colocado na prensa hidráulica com aquecimento SL-11 marca Solab do IME, onde as placas de aquecimento da prensa foram ajustadas à temperatura de 270 °C, em função da troca de calor e espessura da amostra. Após todo esse procedimento, o conjunto foi prensado com uma pressão de 3 toneladas. Cada material processado permaneceu no molde por um tempo total de 12 minutos e o conjunto sofreu consecutivos aumentos de carga além de sucessivas degaseificações por minuto, que tiveram como finalidade liberar voláteis, atenuar tensões internas, evitar possíveis porosidades e trincas.



FIG. 3.4 Montagem do molde para confecção dos corpos de prova

A FIG. 3.5 expressa o aumento da pressão em função do tempo. A etapa final do processamento foi um resfriamento por 90 minutos, sob pressão de 5 toneladas na prensa hidráulica EVA (IME), tipo 15 – Augusto Salgado da Silva, com as placas mantidas na temperatura ambiente.



FIG. 3.5 Gráfico força x tempo da compressão a quente

3.4.1 TIPOS E DIMENSIONAMENTO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova (CPs) para os ensaios balístico, de densidade, de dureza, de ultrassom e radiografia foram processados no formato de disco com dimensões de 51 mm de diâmetro por 15 mm de espessura. Já os corpos de prova para os ensaios de impacto foram moldados nas dimensões de 12,7mm X 5 mm x 127 mm, previstas na norma ASTM D6110 (2018).

Para os ensaios de tração, os CPs foram fabricados de acordo com a norma (ASTM D638, 2014) Tipo IV. As dimensões e a forma do CP estão especificadas na FIG. 3.6. O Tipo IV foi escolhido em função da norma especificar que esse modelo é o mais indicado quando são necessárias comparações diretas entre materiais em diferentes casos de rigidez.



Dimensões	Tipo IV 🔒	Tolerâncias
W	6	±0,5
L	33	±0,5
WO	19	6,4
LO	115	
G	25	±0,13
D	65	±5
R	14	±1
RO	25	±1

* unidades em mm.

FIG.3.6 Dimensões e geometria dos corpos de prova para os ensaios de tração. Adaptado de (ASTM D638, 2014)

Para os ensaios de compressão, os corpos de prova foram confeccionados de acordo com a norma (ASTM D695, 2015). Dois moldes, um de teflon e outro de alumínio, foram utilizados e não proporcionaram peças de boa qualidade. A FIG. 3.7 exibe esses moldes e as peças por eles gerados.



a)

b)

FIG.3.7 a) molde de teflon e b) molde de alumínio usados na confecção

Diante do exposto, foi realizada a tentativa de utilizar um novo molde de alumínio cilíndrico com diâmetro externo de 50 mm, diâmetro interno de 12,7 mm e altura de 50 mm. Essa nova ferramenta, assim como as anteriores, não foi capaz de obter peças sem porosidade, pois também reteve o ar no seu interior. A FIG. 3.8 mostra duas peças com vazios internos.



FIG. 3.8 Corpos de prova de compressão com vazios internos

Para obter peças sem porosidade e retirar totalmente o ar do molde, foi implementado um pistão cilíndrico com diâmetro de 12,7mm. Esse cilindro foi capaz de retirar o ar do molde. Os corpos de prova foram obtidos com medida de comprimento com dimensão de 40mm. Esse valor é superior ao que a norma indica (25,4mm). Para conseguir colocar os corpos de prova na medida normalizada, as peças foram usinadas no torno mecânico. A FIG. 3.9 apresenta as peças sendo usinadas.



FIG. 3.9 Corpos de prova para ensaio de compressão usinados no torno mecânico

3.5 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Esse trabalho de pesquisa tem como propósito avaliar eventos dinâmicos ou seja, a resposta dos materiais aos impactos produzidos por projéteis através de ensaios balísticos. Para aumentar o conhecimento dos resultados obtidos, também é importante conhecer as modificações ocorridas nas propriedades mecânicas em baixas taxas de deformação. O ensaio de densidade foi realizado com objetivo de quantificar as porosidades e a absorção de água do PEBD e dos compósitos. As propriedades térmicas dos materiais foram avaliadas através do ensaio de DSC, os ensaios não destrutivos de radiografia e ultrassom foram utilizados com a finalidade de proporcionarem novas alternativas de estudo da interação das partículas e o ensaio de flamabilidade foi realizado com o propósito de avaliar as condições dos compósitos em suportar calor, visto que este é um dos requisitos dos coletes balísticos.

3.5 DENSIDADE

A densidade das amostras foi verificada através do ensaio de Arquimedes de acordo com a norma ABNT NBR 16661-17. A primeira pesagem foi realizada nos corpos-de-prova a seco. Em seguida as peças foram imersas em água destilada em ebulição por 1 h. Após esse tempo, os CPs foram retirados, resfriados e as medições do peso saturado e do peso imerso foram realizadas. Os equipamentos usados para verificar as massas foram as balanças AG-200 Gehaka (IME) e a balança Pluris 6/15 da Filizola do laboratório de materiais cerâmicos do IME.

Através de todo esse processo, algumas propriedades dos corpos de prova foram calculadas, como: a densidade teórica (d), a porosidade aparente (pa), a densidade da massa aparente (dma) e a absorção de água (a). A escolha dessas propriedades ocorreu em função da porosidade aparente proporcionar uma visão quantitativa dos poros existentes no material. Os poros abertos na superfície podem afetar a resistência mecânica do compósito, pois geralmente fraturas são originadas em descontinuidades superficiais. Embora a absorção de água do polietileno na maioria das literaturas seja aproximadamente nula, essa propriedade foi calculada com a finalidade de comprovar se realmente esse valor é praticamente inexistente, pois essa característica é um fator relevante no projeto de um material com funções de proteção balística.

3.6 DUREZA

A dureza dos materiais poliméricos varia consideravelmente e tem como escalas mais usuais os métodos Rockwell e Shore. Neste trabalho foi usada a escala Shore D (HANDBOOK, 2000).

O ensaio foi realizado de acordo com a norma (ASTM D 2240, 2015), na temperatura ambiente de 28° C, utilizando como equipamento um durômetro Shore D digital, modelo TH 210 da empresa Panambra. As medições foram obtidas após a estabilização do indicador do aparelho. Foram utilizadas duas amostras com dez medições em cada uma, totalizando 20 medições para cada um dos onze conjuntos de materiais, (PEBD puro, PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C), para determinar o valor final de cada grupo de materiais foram obtidas médias aritméticas das 20 medições. As medições podem ser verificadas no Apêndice 1.

3.7 FLAMABILIDADE

Para o ensaio de flamabilidade, foram adotados os padrões da norma (ASTM D635, 2018). As amostras foram ensaiadas com as dimensões normalizadas, na temperatura ambiente. A FIG. 3.10 apresenta o conjunto com cinco corpos de prova de cada grupo de materiais separados antes do ensaio.



FIG. 3.10 Grupo de materiais separados para o ensaio de flamabilidade

Os corpos de prova foram marcados com duas linhas distantes 25 mm de cada extremidade, presos com a base inclinada a 45° em relação a horizontal, como pode ser observado na FIG. 3.11 e mantidos a uma distância constante de 10 mm da fonte de calor. Após a queima do material iniciando entre a face dos corpos de prova e a primeira linha, o tempo de combustão foi aferido com um cronômetro a partir do momento que as chamas atingiram a primeira marcação e finalizado quando essas chamas alcançaram a segunda marcação.



FIG. 3.11 Dispositivo de queima para o ensaio de flamabilidade.

3.8 ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração foi realizado na máquina universal de ensaios controlada por computador fabricante Shijin modelo WDW-100F, do Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ) campus Paracambi, com célula de carga de 10 kN. Os ensaios foram realizados de acordo com os parâmetros especificados pela norma (ASTM D 638, 2014). Os corpos de provas usados foram do tipo IV. A velocidade usada foi o valor mínimo especificado pela norma (5 mm/min). Na FIG. 3.12 é ilustrado o corpo de provas sendo tracionado na máquina de ensaios.



FIG. 3.12 Corpo de prova sendo tracionado na máquina de ensaios

3.9 ENSAIO DE IMPACTO CHARPY

Para aferição das energias obtidas nos ensaios de impacto, foi utilizado um pêndulo de impacto Charpy, modelo PAN 300J do fabricante Pantec. Os corpos de prova foram moldados nas dimensões especificados na Norma (ASTM D6110, 2018).

Os entalhes foram usinados na brochadeira fabricante Pantec. Na FIG. 3.13 é possível observar as máquinas utilizadas na confecção do entalhe dos CPs e o pêndulo usado no ensaio de impacto.





(2)

FIG. 3.13 (a) Pêndulo de impacto Charpy. (b) Brochadeira (c) centralização do CP na brochadeira

3.10 ENSAIO DE COMPRESSÃO

Os ensaios de compressão foram realizados no Laboratório de Ensaios Destrutivos do Instituto Federal do Rio de Janeiro, Campus Paracambi, obtido em uma máquina de ensaios universal monitorada por meio de computador do fabricante chinês Shijin, modelo WDW-100F, com célula de carga de 10 kN. Os ensaios foram realizados de acordo com os critérios adotados pela norma (ASTM D695, 2015), na temperatura ambiente. A velocidade adotada no ensaio foi de 1,3 mm/min.

3.11 ENSAIO RADIOGRÁFICO

Para verificar as heterogeneidades das amostras em função do material polimérico e das variações dos percentuais cerâmicos de Al₂O₃ e B₄C, foram realizados ensaios radiográficos, no bunker da empresa Arctest em Macaé. Duas radiações ionizantes diferentes foram usadas: raios X e raios gama (Irídio -192). Os parâmetros utilizados nos ensaios com raios X foram: tensão de 5KV, 3 mA e tempos de exposição entre 1 e 3 minutos. Já na gamagrafia, o tempo de exposição à radiação foi de 10 minutos, com valor de intensidade da radiação de 40 Curie. Para manter um registro definitivo dos ensaios, após o processo de radiografia, todos os filmes foram digitalizados.

3.12 ULTRASSOM

As medições foram realizadas no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos do IFRJ Campus Paracambi. A temperatura ambiente durante os ensaios foi de 22°C. O instrumento utilizado foi um Equipamento de Ultrassom Digital, da marca Olympus, modelo EPOCH 600 – "Digital Ultrasonic Flaw Detector" (conforme requisitos normativos da norma EN 12668-1) mostrado na FIG. 3.14.



FIG. 3.14 Aparelho usado nas medições ultrassônicas

As especificações técnicas usadas foram: faixa de calibração automática da velocidade do pulso de 635 m/s a 15240 m/s; e faixa de calibração automática da espessura de 3,35 mm a 13405 mm a 5900 m/s. Os acessórios utilizados foram um transdutor reto, duplo cristal, com frequência 4,0 MHz e diâmetro 10 mm, como pode ser verificado na FIG. 3.15 e um acoplante de óleo mineral).



FIG. 3.15 Cabeçote usado no processo de medição ultrassônica

As medições foram realizadas nos dois conjuntos de amostras com diferentes composições. A condição de referência foi realizada utilizando-se as amostras PEBD (sem adições de Al₂O₃), com o transdutor normal acoplado na superfície da amostra, e ajustando-se o equipamento ao ganho de 74,0 dB, de forma a obter-se a leitura do segundo pulso ("segundo pulo"), com leitura correspondendo a aproximadamente 60% da tela na leitura A-Scan. Nessa condição, foram utilizados os recursos de calibração automática do equipamento, para a espessura conhecida da amostra (por exemplo: 15,0 mm), em um mesmo ponto de medição sobre a superfície da mesma. O sistema de calibração automática do equipamento utilizado mede, com resolução de microssegundos (10⁻⁶ s), o tempo entre a emissão e a recepção do pulso ultrassônico e então, calcula a velocidade de propagação daquela onda mecânica no material examinado, utilizando essa espessura conhecida. Foram realizadas, no mínimo, 20 leituras, no mesmo ponto de emissão do pulso ultrassônico, em cada uma das amostras, de todos os conjuntos (PEBD, PEBD+Al₂O₃, PEBD+Al₂O₃+B₄C).

3.13 IMPEDÂNCIA ACÚSTICA

De um modo geral a dureza das cerâmicas é superior aos aços. Essa elevada rigidez também aumenta a impedância acústica prejudicando a onda supersônica que caminha ao longo do comprimento do projétil. Cerâmicas com alta impedância acústica são capazes de ter um bom rendimento provocando falhas nos projéteis. A impedância acústica dos materiais foi calculada de acordo com a Eq. 3.1

 $Z = \rho \times c \tag{3.1}$

Onde: Z = impedância acústica (kg/m²/s) ρ = densidade calculada (g/cm³). *c* = velocidade do som (m/s).

3.14 ENSAIO DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A análise térmica por calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi realizada no equipamento do IME, modelo DSC 404 F1 Pegasus da empresa NETZSCH. Amostras de cada um dos grupos analisados nesta tese foram pesadas com massa variando em torno de 20mg, colocadas em cadinhos de alumínio e submetidas a dois aquecimentos que variaram de uma temperatura mínima de 20°C até uma temperatura máxima de 200°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e atmosfera de Nitrogênio com vazão de 70 ml/min.
Através dos gráficos gerados pelo programa Proteus®, foi possível interpretar as análises de DSC, (FIG. 3.16). A temperatura de início de fusão cristalina (T Onset); temperatura máxima (T peak), ponto superior da curva, que representa a máxima liberação de energia determinada em função do tamanho das cadeias moleculares; a entalpia de fusão; e a cristalinidade, foram determinados nos dois aquecimentos.

O percentual de cristalinidade foi calculado, de acordo com a Eq. 3.2. Essa expressão teve seus valores corrigidos para excluir as massas dos materiais cerâmicos Al₂O₃ e B₄C, considerando apenas o material polimérico no cálculo da cristalinidade e o valor teórico para o padrão de entalpia de fusão do PEBD 100% cristalino extraído do programa, que foi de 293 J/g.



FIG. 3.16 Gráfico com análise térmica de DSC do PEBD

$$C = \frac{H}{\frac{\Delta h f}{1 - q - c}}$$
(3.1)

Onde: c = Cristalinidade H = entalpia J/g. $\Delta hf = Constante 293 J/g.$ $q = \% de Al_2O_3.$ $c = \% de B_4C.$

3.15 ENSAIOS BALÍSTICOS

3.15.1 ENSAIO BALÍSTICO COM PROJÉTEIS .22 LR

Os ensaios balísticos com projéteis .22LR, utilizaram um provete de ar comprimido do fabricante Gunpower modelo SSS, com dois cilindros comunicantes, com capacidades de 0,5L e 6L, com pressão estabelecida em 280 bar e projétil de chumbo tipo .22 LR com massas variando em torno de 3,3 g e temperatura ambiente de 28°C. A FIG. 3.17 apresenta uma imagem de um dos projéteis usados.



FIG. 3.17 Imagem do projétil .22LR

Em cada disparo, as velocidades de boca e energia cinética do projétil foram determinadas com auxílio de um cronógrafo balístico da marca Air Chrony modelo MK3, com precisão de 0,15 m/s, posicionado a 10 cm da face superior do supressor. A distância entre o provete de ar comprimido e o alvo foi de 5m e os corpos de prova foram apoiados em uma placa de MDF. Na FIG. 3.18 é possível observar um CP antes do teste. Um supressor de ruídos foi utilizado para promover uma maior estabilidade do projétil ao sair do provete, reduzir o turbilhonamento pela saída dos propelentes, assim como diminuir o ruído.

A profundidade de penetração (DOP) foi medida com um paquímetro, a partir da superfície do compósito até a ponta do projétil, como pode ser observado no esquema da FIG. 3.19. Este tipo de teste, especialmente em munições ogivais (geometria usada nesta tese), depende do material do alvo, do projétil e da velocidade de impacto (CARLUCCI e JACOBSON, 2008).



FIG.3.18 Corpo de prova apoiado numa placa de MDF antes do ensaio balístico



FIG. 3.19 1 - Corpo de prova. 2 – Projétil. 3 – Placa de MDF. 4 – Profundidade de penetração (DOP)

3.15.2 ENSAIOS BALÍSTICO COM PROJÉTEIS 7.62

O ensaio balístico foi realizado com projéteis 7,62mm x 51mm, no Centro de Avaliações do Exército (CAEx). A FIG. 3.20 exibe um dos projéteis usados no Ensaio.



FIG. 3.20 Imagem do projétil 7.62 mm

Os corpos de prova testados foram discos de PEBD, compósitos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C em diferentes percentuais cerâmicos, que foram colados com um adesivo comercial de poliuretano entre duas placas de aramida com a mesma espessura e apoiados em uma placa quadrada de 100mm X 100mm x espessura de 5 mm de alumínio balístico como pode ser observado na FIG. 3.21.

A espessura do adesivo e o procedimento de colagem em todos os corpos de prova foram realizados de modo semelhante, com esta espessura sendo a menor possível, para reduzir sua influência no resultado final e ser melhor espalhada em ambas superfícies a serem unidas.

Os ensaios balísticos utilizaram munição 7,62mm, com os projéteis viajando com uma velocidade média de 823 m/s. Todas as amostras foram submetidas a apenas um disparo, sem anteparo e posicionadas a uma distância de 15 metros da boca do provete.



FIG. 3.21 Corpo de prova usado no ensaio balístico com projéteis 7,62 mm

Análises macroscópica e microscópica foram realizadas para entender os mecanismos de falha. A FIG. 3.22 exibe a montagem do conjunto antes do ensaio.



FIG.3.22 Conjunto submetido ao ensaio balístico com projéteis 7,62mm no CAEx

3.16 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As imagens de microscopia foram realizadas com auxílio de três tipos diferentes de microscópios. Os projéteis tiveram suas imagens obtidas através de um microscópio óptico (MO) Marca Olympus, modelo SZX16. As imagens do PEBD, do B₄C, da Al₂O₃ e das falhas provocadas pelos disparos realizados com munições 7,62 mm foram obtidas com um MEV Quanta FEG-250 (IME), com uma tensão de aceleração de 675 V e com magnificações na ordem de 50 a 200 X. As imagens dos compósitos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C, além dos danos provocados pelos disparos efetuados com munição .22LR, foram obtidas com auxílio de um MEV de bancada modelo TM3000 da Hitachi do Instituto Federal do Rio de Janeiro. Para tais análises foi adotada a voltagem de aceleração de 15 kV. As amostras não foram recobertas.

3.17 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As difrações de raios X (DRX) das onze amostras representantes de cada um dos grupos de materiais pesquisados nessa tese foram obtidas através do Difratômetro de Raios X da empresa PANalytical, modelo X'Pert PRO MRD do laboratório de Difrações de raios X do IME.

Os testes foram gerados na configuração foco linha, com o auxílio do software X'Pert Data Collector, versão 2.2j, de 2010 usado para inserir as características de trabalho do equipamento. A TAB. 3.5 exibe os diversos parâmetros instrumentais usados nos ensaios para confecção dos difratogramas das amostras. A técnica foi utilizada para determinar o tamanho médio de cristalitos das partículas de alumina e das nanopartículas de carbeto de boro. O refinamento dos resultados foi conseguido usando o método de Rietveld do software TOPAS - Academic versão 4.1.

PARÂMETROS	VALORES
Radiação	Co (λ ₁ = 1,789010 A)
Filtro	Fe
Voltagem do tubo	40 kV
Corrente do tubo	40 mA
Soller slit	0,04 rad
Mask	5mm
Anti-scatter slit	1/2°
Divergence slit	1/4°
Step size	0,0295°
Time per step	200s
Scan range	10° - 120°

TAB. 3.5 Parâmetros instrumentais usados no DRX

Todos os resultados alcançados no ensaio de difração foram tratados com o auxílio do programa HighScore Plus e as cartas cristalográficas foram obtidas através da biblioteca do software e também no sitio crystallography open database (COD - http://www.crystallography.net).

A Eq. 3.3, conhecida como equação de Scherrer, representa o cálculo do tamanho do cristalito empregado nesta tese. Essa expressão foi derivada por Scherrer com base nas suposições dos perfis de linha gaussiana e pequenos cristais cúbicos de tamanho uniforme e também para ampliar os picos de difração de raios-X em cristalitos com pequenas dimensões (SURYANARAYANA, 1998).

$$\beta = \frac{k\delta}{L\cos\theta} \tag{3.2}$$

Onde: β é a largura de pico a meia altura, k é uma constante com valor de 0,94, λ é o comprimento de onda da radiação utilizada e Θ é a metade do ângulo de difração.

4.1 DENSIDADE

4.1.1 DENSIDADE TEÓRICA

A densidade teórica das amostras foi calculada a partir da regra das misturas, tendo como referência os valores da literatura para o polietileno de baixa densidade (0,937 g/cm³), a alumina (3,95 g/cm³) e o carbeto de boro (2,52 g/cm³). As Eq. 4.1, 4.2 exibem as equações usadas na determinação da densidade teórica.

Compósito de PEBD +Al₂O₃ (4.1)

$$\rho Comp = \frac{1}{\frac{W PEBD}{\rho PEBD} + \frac{W Al2O3}{\rho Al2O3}}$$

$$Compósito de PEBD + AI_2O_3 + B_4C$$
(4.2)

$$\rho Comp = \frac{1}{\frac{W PEBD}{\rho PEBD} + \frac{W Al2O3}{\rho Al2O3} + \frac{W B4C}{\rho B4C}}$$

Onde:

 ρ comp- Densidade do compósito W PEBD – Percentual em peso do PEBD; ρ PEBD – Densidade do PEBD; W Al₂O₃ – Percentual em peso da alumina; ρ Al₂O₃ – Densidade da alumina; W B₄C – Percentual em peso do carbeto de boro; ρ B₄C – Densidade do Carbeto de boro. Na Tab. 4.1 e na Fig. 4.1 são apresentados os valores e as curvas de densidade teórica.

Amostra	Densidade Teórica	Amostra	Densidade Teórica
$PEBD + Al_2O_3$	(g/cm ³)	$PEBD + AI_2O_3 + B_4C.$	(g/cm ³)
A 70	2,01	ACB 70	1,63
A 75	2,19	ACB 75	1,81
A 80	2,40	ACB 80	2,04
A 85	2,66	ACB 85	2,32
A 90	2,99	ACB 90	2,70

TAB 4.1 Valores de densidade teórica do PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C



FIG. 4.1 Gráficos de densidade teórica do PEBD + Al₂O₃ e do PEBD + Al₂O₃ + B₄C

Analisando os dois gráficos da densidade teórica é possível observar que em função do aumento do percentual cerâmico nos compósitos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C ocorre um aumento gradual da densidade. Os compósitos com carbeto de boro apresentarem densidades menores, variando em torno de 10 a 20% em relação aos compósitos com alumina. Essa condição pode ser atribuída ao pequeno valor (1%) do carbeto de boro ter exercido uma influência no cálculo da densidade teórica. No trabalho de (KARAKOÇ *et al.* 2018) a densidade das amostras foi reduzida em torno de 8% com o aumento da

proporção de partículas de reforço. Essa redução é atribuída em função da menor densidade das partículas de carbeto de boro.

4.1.2 DENSIDADE CALCULADA

A densidade calculada utilizou como parâmetros a razão entre o peso da massa seca e o volume das amostras. Os valores usados foram a média entre as amostras de cada um dos conjuntos. Para a amostra do PEBD sem cargas A 00, a densidade calculada foi de 0,96 g/cm³. Esse valor está próximo a 0,937 g/cm³ (dado constante da TAB. 3.1, fornecida pelo fabricante do material. A FIG. 4.2 e a TAB. 4.2 exibem todos os valores de densidade dos compósitos calculados.

TAB. 4.2 Densidade calculada do PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C

	Peso	Volume	Densidade		Peso	Volume	Densidade
Amostra	(g)	(cm ³)	(cm ³)	Amostra	(g)	(cm ³)	(cm ³)
A 70	65,22	20,41	3,19	ACB 70	57,62	24,50	2,35
A 75	74,055	27,56	2,69	ACB 75	71,19	24,50	2,91
A 80	91,245	26,54	3,44	ACB 80	82,41	28,58	2,88
A 85	85,61	26,54	3,23	ACB 85	85,86	28,58	3,00
A 90	91,98	26,54	3,47	ACB 90	80,96	28,58	2,83



FIG. 4.2 Densidade calculada do PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C.

Analisando a TAB. 4.2 e a FIG. 4.2 observa-se que o compósito de PEBD + Al₂O₃ apresenta uma pequena queda de valor nos percentuais de 75%p e 85%p, enquanto nos percentuais de 70%p, 80%p e 90%p as variações de densidade demonstram um aumento gradual. No compósito de PEBD + Al₂O₃ + B₄C os percentuais extremos (70%p e 90%p) exibem menores valores de densidade. Essa pequena variação de densidade entre os diversos percentuais cerâmicos pode ser atribuída ao fato de não serem considerados efetivamente todos os vazios existentes entre as partículas constituintes das amostras (SAMPAIO e SILVA, 2007). A diferença entre a densidade teórica e a densidade calculada foi observada na pesquisa de (VELEZ *et al.* 2018) que encontrou uma redução da densidade da matriz, à medida que a quantidade de fibras como material de reforço foi adicionado. Esse fato foi atribuído a formação de uma fraca interface entre as fases do compósito, que pode ter contribuído para criar vazios ou porosidades entre a matriz e o reforço.

4.2 POROSIDADE APARENTE

Para o cálculo da porosidade aparente foram usados os valores da Norma (ASTM D792, 2013) como pode ser verificado na Eq. 4.4. A TAB. 4.3 exibe os valores da porosidade aparente e a FIG. 4.3 apresenta os gráficos da porosidade aparente.

$$pa\left(\frac{mu-ms}{me \ liquido \ x \ va}\right) x \ 100 \ (\%) \tag{4.3}$$

Onde

pa - porosidade aparente (%)
mu – massa saturada (g)
ms – massa seca (g)
me – massa específica (g/cm³)
va – volume aparente (cm³)

Obs. A massa específica adotada foi a da água.

Amostra	Porosidade Aparente (%)	Amostra	Porosidade Aparente (%)
A 70	2,30	ACB 70	1,28
A 75	2,11	ACB 75	2,06
A 80	0,98	ACB 80	0,61
A 85	1,24	ACB 85	2,95
A 90	7,27	ACB 90	10,7

TAB. 4.3 Porosidade aparente do PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C



FIG. 4.3 Porosidade aparente do PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C

Na determinação da porosidade aparente é possível observar que tanto nos compósitos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C ocorre um valor mínimo em 80%p, e que a partir desse valor, a porosidade aparente volta a crescer até 90%p. Essa influência por grandes cargas de reforço especificamente em função do aumento da área superficial das partículas cerâmicas de B₄C e aglomerações, também foi observado na pesquisa de (KARAKOÇ *et al.* 2018).

Comparando os gráficos da FIG. 4.3, observa-se que até 80%p o grupo com carbeto de boro possui valor de porosidade menor, e que a partir desse valor a porosidade apresenta valores superiores ao grupo de compósitos sem carbeto de boro.

4.3 ABSORÇÃO

Para o cálculo da absorção por líquido saturante (água) foram usados os termos especificados na Norma (ASTM D792, 2013) como pode ser verificado na Eq. 4.5. A Tabela 4.4 e a FIG. 4.4 exibem os valores e os gráficos da absorção.

$$a = \left(\frac{mu - ms}{ms}\right) x \ 100 \ (\%) \tag{4.4}$$

Onde

a – absorção pelo líquido saturante (%)

mu – massa saturada (g)

ms – massa seca (g)

Amostra	Absorção (%)	Amostra	Absorção (%)
A 70	1,21	ACB 70	0,67
A 75	1,14	ACB 75	1,16
A 80	0,57	ACB 80	0,35
A 85	0,72	ACB 85	1,79
A 90	4,98	ACB 90	7,54

TAB. 4.4 Absorção do	PEBD + Al ₂ O3 e	PEBD + A	$I_2O_3 + B_4C$
----------------------	-----------------------------	----------	-----------------



FIG. 4.4 Absorção do PEBD + Al2O3 e PEBD + Al₂O₃ + B₄C

A absorção de água exibe menores valores em ambos os grupos nos compósitos com 80%p, acima desse percentual os compósitos têm maior capacidade de absorção de água no percentual de 90%p. Comparando os dois conjuntos, o compósito de PEBD + Al_2O_3 com 70%p e 80%p possui uma maior absorção de água, enquanto que os percentuais de 75%p, 85%p e 90%p demonstram menor absorção de água que os compósitos de PEBD + Al_2O_3 + B_4C . O que corroborou com a porosidade das amostras com carbeto de boro.

4.4 DUREZA

A TAB. 4.5 mostra os valores médios das 10 medições realizadas da dureza Shore D no PEBD sem adição de cargas e nos compósitos de PEBD com diferentes teores alumina. A FIG. 4.5 apresenta o gráfico de barras.



TAB 4.5 Resultado do ensaio de dureza Shore D no compósito de PEBD puro e com adição de percentuais de AI_2O_3



FIG. 4.5 Dureza Shore D no PEBD puro e nos compósitos de PEBD e alumina

A TAB. 4.6 mostra os valores médios da dureza Shore D no PEBD sem adição de cargas e nos compósito de PEBD com alumina e 1% de carbeto de boro. A FIG. 4.6 apresenta o gráfico de barras.

TAB 4.6 Resultado do ensaio de dureza Shore D no compósito de PEBD puro e com percentuais de alumina e 1% de carbeto de boro

PEBD	ACB70	ACB75	ACB80	ACB85	ACB90
41	39	46	44	38	33
3,9	4,6	5,6	4,3	5,9	7,5



FIG. 4.6 Dureza Shore D no compósito de PEBD com alumina e carbeto de boro

O valor de dureza Shore D encontrado nessa pesquisa para o PEBD em cargas de 40,5 é inferior ao obtido por (GUZMAN e MURILLO, 2014), que foi de 47,20. Em relação aos compósitos, normalmente as cargas aumentam a dureza (KHANAM e ALMAADEED, 2015), porém com base nos resultados é possível observar que ao se elevar o percentual de alumina nas amostras de PEBD ocorre um aumento na dureza até o ponto máximo de 70 %. Nos corpos de provas de PEBD, alumina e carbeto de boro, esse máximo é atingido em 75%. Após esses picos ocorre uma queda gradual na dureza até o percentual de 90%. Esse desempenho é similar ao trabalho de (DULEBOVÁ et al. 2017), em que a adição de nanotubos de halloysite no PEBD reduziu a dureza do polímero puro. A pesquisa de (CHANG, 2015), que analisou o PEBD e o PEBD com anidrido maleico / montmorilonita com 5%p, verificou um acréscimo na dureza do compósito até o valor de 3%, e acima desse percentual ocorreu uma queda da dureza. É possível fazer uma analogia supondo que a afinidade e compatibilidade entre os materiais cerâmicos e o PEBD não é plausível e que ao atingir os percentuais de pico (70 e 75%), a adição de material cerâmico reduz a dureza.

Em percentuais de 70% e 85% de alumina no PEBD, obteve-se medições superiores ao PEBD com mesmos percentuais de alumina, acrescido de carbeto de boro. Os valores da dureza Shore D no PEBD da literatura variam entre 40 e 50 (COUTINHO *et al.* 2003; HANDBOOK, 2000 e OMNEXUS, 2019).

Neste trabalho, a média aritmética entre todos os grupos variou entre 31,3 e 45,6, porém a menor dureza foi medida nos compósitos com 90% de alumina. Este fato pode ser atribuído ao elevado teor de cargas aumentando a porosidade e reduzindo a massa polimérica. As planilhas 7.7 e 7.8 do apêndice 7.1 exibem todas as medições efetuadas.

4.5 FLAMABILIDADE

Entre as amostras ensaiadas, o grupo com PEBD puro atingiu a menor média (2,4s) como pode ser verificado nas FIG. 4.7 e 4.8. Esse valor foi provocado por um processo de combustão muito rápida, demonstrando que o material não é auto extinguível. Essa observação confirma o que foi obtido por (ALI *et al.* 2018). Essa característica também é corroborada na literatura, onde é possivel verificar que o polietileno faz parte de uma classe de polímeros altamente inflamáveis que possui um difícil controle de chamas. Sua decomposição é extremamente rápida, com formação de elevadas quantidades de material combustível. (HANDBOOK, 2000).

Nas FIGs. 4.7 e 4.8 é possível observar que os compósitos com cargas conseguiram tempos de flamabilidade superiores, evidenciando uma maior capacidade em reter as chamas. Seja qual for o tipo de reforço inorgânico, mesmo que inerte, a capacidade de modificar a resposta dos polímeros, quando submetidos ao fogo, é atribuída à redução da quantidade de produtos combustíveis, alteração da viscosidade e capacidade do material em conduzir o calor, além de modificação nas propriedades termo físicas (LAOUTID *et al.* 2009).

89



FIG. 4.7 Flamabilidade do PEBD e os compósitos de PEBD + Al₂O₃

Nos compósitos de PEBD + Al₂O₃, o percentual de 75% de alumina foi o que apresentou uma maior média no tempo de propagação das chamas (8,4s). Os percentuais com 80%p e 85%p apontaram como média uma redução do tempo de queima de 5,9s e 4,2s, respectivamente. Com 90%, duas peças não conseguiram produzir combustão do compósito, enquanto que as demais amostras demoraram em média 0,33s para extinção total das chamas.



FIG. 4.8 Flamabilidade do PEBD e os compósitos de PEBD + Al₂O₃+ B₄C

Os compósitos de PEBD + Al₂O₃ + B₄C com 70%, 75% e 80% demonstraram um aumento no tempo de combustão de 4,9 s, 6,2 s e 13,8 s, respectivamente. Em 85% e 90% ocorreu um decréscimo na retenção das chamas com os tempos de 6,3s e 2,6s. Comparando os grupos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃+ B₄C, é possível observar que até 75% os compósitos do primeiro grupo obtiveram tempos maiores de combustão, e que partir de 80% ocorreu uma redução no tempo de retardo das chamas. Esse fato pode ser atribuido às partículas nanométricas de carbeto de boro, que se bem dispersas dentro de uma matriz polimérica, podem alcançar melhores propriedades em resistir ao fogo, em função da maior área interfacial entre o polímero e as nanopartículas (LAOUTID *et al.* 2009). A escala nanométrica auxilia o processo de retenção de chamas, pois possui menor possibilidade a flamabilidade, além de reduzir o calor total liberado (COSTA *et al.* 2007). As TAB 7.3 e 7.4 do apêndice 7.2 exibem todas as medições realizadas.

4.6 IMPACTO

Os resultados obtidos pelo ensaio de impacto demonstraram a capacidade, tanto do PEBD puro como dos compósitos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD

+ Al₂O₃ + B₄C, em absorver energia e possibilitaram compreender de um modo mais aproximado a real resposta desses materiais quando submetidos a elevadas taxas de deformação. Na TAB 4.7 é possível observar a média dos dados referentes ao ensaio do PEBD puro e do compósito de PEBD + Al₂O₃. A FIG. 4.9 exibe o gráfico desses materiais.

Amostra	Energia (J)
PEBD	10,1
A70	14,6
A75	11,1
A80	8,7
A85	4,8
A90	2,2

TAB. 4.7 Energia de impacto do compósito PEBD + Al₂O₃



FIG. 4.9 Ensaio de impacto no compósito PEBD + Al₂O₃

Analisando-se a TAB. 4.7 e a FIG. 4.9, verifica-se que o PEBD puro apresenta um valor de energia (10,1 J) situado entre o percentual com 75%p de alumina (11,1 J) e o valor de 80%p (8,7 J). Considerando-se apenas os compósitos de PEBD + Al₂O₃ é possível comprovar um comportamento homogêneo, pois à medida que o percentual de alumina é gradualmente elevado, a capacidade de absorver energia é relativamente reduzida. Pode-se observar que entre 70%p e 90%p, a energia de impacto sofre uma redução de aproximadamente 85%. A deformação plástica é o método fundamental da absorção de energia e pode ser reduzida à medida que a proporção de reforços cerâmicos são incorporados à matriz polimérica (CHEE et al. 2012). Esse comportamento de maior fragilidade dos compósitos é corroborado no trabalho de (KHANAM e ALMAADEED, 2015; KARAKOÇ, et al. 2018). LINS et al., (2018) descrevem que essa redução ocorre em função das partículas cerâmicas restringirem o movimento das cadeias poliméricas reduzindo a ductilidade, provocando uma menor resistência a impacto. Esse desempenho também é confirmado em (AVRRAM e SANJAY, 2011) demonstrando que a baixa adesão interfacial entre o material polimérico e os reforços são responsáveis por uma redução em algumas propriedades mecânicas, como por exemplo a ductilidade, a tensão de ruptura e principalmente a resistência ao impacto.

A TAB. 4.8 e a FIG. 4.10 exibem os dados referentes aos PEBD puro e aos compósitos de PEBD + AI_2O_3 + B_4C .

Amostra	Energia (J)
PEBD	10,1
ACB 70	4,3
ACB 75	10,3
ACB 80	4,8
ACB 85	4,6
ACB 90	2,2

TAB. 4.8 Energia de impacto do compósito PEBD + Al₂O₃ + B₄C



FIG. 4.10 Ensaio de impacto no compósito PEBD + Al₂O₃ + B₄C

Examinando a TAB 4.8 e a FIG. 4.10, verifica-se que o PEBD puro expressa uma energia de 10,1 J, muito próxima ao maior valor encontrado entre os compósitos de PEBD + Al_2O_3 + B_4C (10,3 J). Esse comportamento como verificado em (ANOUR *et al.*,2018), pode ser atribuído ao grande alongamento demonstrado do PEBD antes de quebrar. Analisando apenas os materiais com carga desse grupo é possível observar que até o percentual de 75%p ocorre um aumento na energia de impacto, e que a partir desse valor, essa energia é gradativamente reduzida.

Comparando os dois diferentes grupos, observa-se que quase todos compósitos de PEBD + Al₂O₃ apresentam maior valor de energia de impacto do que os compósitos de PEBD + Al₂O₃ + B₄C. Em 70%p (14,6 J e 4,3 J) respectivamente a diferença entre as duas amostras é de 71%, e apenas no percentual de 90%p essa energia é igual (2,2 J). Essas desiguladades podem ser atribuídas ao que se observa em (ZHANG *et al.* 2011), onde pequenas partículas cerâmicas (micrométricas) usualmente demonstram melhor eficiência na resistência ao impacto que as partículas nanométricas, pois partículas com essas dimensões tendem a formar agregados em função da sua alta superfície e possibilidade de deteriorar a resistência ao impacto, ou ainda como observado por (KRIMSKY *et al.* 2019), a possibilidade de que trincas pré-existentes nas

cerâmicas avançadas influenciem de maneira negativa na resposta ao ensaio. As TABs. 7.5 E 7.6 do apêndice 7.3 demonstram todas as medições realizadas.

4.7 RADIOGRAFIA

Os ensaios radiográficos constituem um dos procedimentos de teste mais utilizados (LOCKARD, 2015) e seus resultados nesta tese foram realizados com a finalidade de possibilitar inferir a real compactação do PEBD puro e das partículas cerâmicas nos compósitos de PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C. Como descrito por (DWIDEVI et al. 2018), a função da radiografia e da gamagrafia são idênticas, embora os raios gama sejam usados em menor escala, principalmente em função da sua grande desvantagem, que é a probabilidade de danos à saúde do usuário em função da manipulação dos materiais durante o ensaio. Entretanto a capacidade de revelar os detalhes internos dos ensaios com Irídio demonstraram eficiência inferior em comparação com os testes produzidos com raios X. Esse comportamento não é corroborado pela literatura, pois em (GHOLIZADEH, 2016) observa-se que a gamagrafia é adequada a peças espessas, em função do comprimentos de onda dos raios gama ser mais curto, enquanto que as imagens radiográficas tradicionais são mais vantajosas quando os detalhes analisados não são grosseiros nem muito finos. A FIG. 4.11 permite comprovar a diferença de qualidade entre as duas imagens. A FIG. 4.12 exibe o resultado da radiografia com raios X de dois protótipos de polietileno puro sem reforços cerâmicos. Através da comparação entre as imagens é possível perceber que a amostra (a) possui uma grande quantidade defeitos, como vazios ou porosidades internas, em relação à amostra (b). Embora os dois corpos de prova tenham sido moldados com o material na

forma de pó, é possível atribuir essas falhas a alguma irregularidade no processamento do material. Já as imagens radiográficas e de gamagrafia de todos os materiais processados nesse trabalho são encontradas no apêndice 7.4.



FIG. 4.11 Radiografias das amostras (a) A70 com Irídio, (b) A70 com raios X



a) b) FIG. 4.12 Ensaio da amostra A00 a) com Irídio e b) com raios X

4.8 ULTRASSOM

As velocidades do ultrassom no PEBD puro e no PEBD com diferentes percentuais cerâmicos foram verificadas em função do tempo percorrido pela onda ultrassônica ao longo da espessura das peças. A FIG. 4.13 apresenta um exemplo de leitura realizada na tela de equipamento. É possível observar, nos detalhes marcados em vermelho, um resultado de medição de 5706 m/s para a velocidade do pulso sônico de uma amostra com 15 mm de espessura. Todos os valores de velocidade medidos devem ser divididos por dois, pois a leitura foi realizada utilizando-se a frente da onda do segundo pulso refletido. Esse procedimento teve como finalidade obter uma melhor precisão de leitura, eliminando os ruídos provocados pela grande impedância acústica proveniente da dispersão das partículas cerâmicas.



FIG 4.13 Exemplo da tela de medição do pulso ultrassônico

A TAB. 4.9 compara os dados encontrados na literatura como observado na TAB.2.6 com a média das medições do PEBD puro. Através da análise dos resultados é possível observar que o valor medido demonstrou ser compatível com as referências bibliográficas. A velocidade da média das medições 2705 m/s está um pouco superior ao maior valor encontrado na literatura 2670 m/s. Este resultado, de acordo com (ZHU *et al.* 2015) pode ser atribuído a uma pequena atenuação da energia sônica do material. A análise das imagens radiográficas da FIG. 4.12, confirmam a existência de diversas descontinuidades, algumas com dimensões relativamente grandes. É presumível que esses defeitos reduziram a espessura nos pontos de medição e influenciaram no resultado final.

PEBD	Velocidade ultrassônica (m/s)
Dados da literatura	1950-2080-2100-2210-2400-
	2210-2460-2670
Média das medições	2705

TAB. 4.9 Velocidades ultrassônicas do PEBD

Analisando os valores da TAB. 4.10 e a FIG. 4.14, observa-se a existência de um comportamento não homogêneo na resposta ultrassônica dos materiais. O PEBD sem cargas cerâmicas possui velocidade relativamente inferior ao composto com 90%p de alumina e valores de velocidades superiores em aproximadamente 10% em comparação aos compósitos com 70%p, 75%p e 85% de Al₂O₃ e 5% em relação a proporção de 80%p de Al₂O₃. Essa heterogeneidade pode ser explicada em função dos materiais compósitos geralmente serem constituídos de espaços vazios, poros, trincas ou texturas oriundas do processo de fabricação, considerando que o tamanho e as escalas de textura sejam comparativamente pequenos em relação ao comprimento de onda, a atenuação sonora, pode ser compreendida como um processo de difusão anisotrópica (BASTE,1999). Ou seja, é possível supor que essa falta de homogeneidade na velocidade ultrassônica entre os diversos percentuais cerâmicos tenha relação ao processamento por compressão dos compósitos.

Amostra	Velocidade do pulso (m/s)	Desv. Pad
PEBD	2705	± 146,4
A70	2399	±114,6
A75	2529	±161,5
A80	2694	±208.7
A85	2500	±161
A90	2781	±168,6

TAB. 4.10 Velocidades ultrassônicas do PEBD e dos compósitos PEBD + Al₂O₃



FIG. 4.14 Velocidades ultrassônicas do PEBD e dos compósitos PEBD + Al₂O₃

Confrontando a resposta ultrassônica TAB. 4.10 e a densidade calculada TAB. 4.2 entre os compósitos com PEBD + Al₂O₃, observa-se uma correspondência entre os resultados obtidos nos dois ensaios. As amostras A 90 e A80 possuem os maiores valores de densidade calculada e respectivamente as maiores velocidades ultrassônicas. Esse resultado é compatível com o descrito em (SWAB, 2005), onde variações na densidade do material provocam alterações correspondentes nas velocidades das ondas longitudinais.

Como observado por (HOCHE *et al.* 2013), esse desempenho pode ser atribuído à existência de um coeficiente de reflexão, que habitualmente considera a propagação das ondas através de uma interface, pois a medida que cada meio possui características intrínsecas, como por exemplo a velocidade do som, a densidade e atenuação sonora, qualquer redução de energia durante o caminho da onda através de um meio é atribuído a essa atenuação. A TAB. 4.11 e a FIG. 4.15 apresentam os dados referentes ao ensaio ultrassônico do PEBD sem reforços cerâmicos e do PEBD + Al₂O₃ + B₄C.

Amostra	Velocidade do pulso (m/s)	Desv. Pad.
PEBD	2705	± 146,4
ACB70	2088	±174
ACB75	2368	±130
ACB80	2616	±81
ACB85	2641	±123
ACB90	2596	±116

TAB. 4.11 Velocidades ultrassônicas do PEBD e PEBD + Al₂O₃ + B₄C



FIG. 4.15 Velocidades ultrassônicas do PEBD e dos compósitos PEBD + $AI_2O_3+B_4C$

Analisando os valores da TAB. 4.11, percebe-se que a amostra do PEBD sem cargas cerâmicas possui uma velocidade ultrassônica superior as demais amostras com reforços. Essa performance está relacionada ao fato do material puro ser mais homogêneo que os compósitos, que apresentam um grande número de interfaces de reflexão pelas superfícies das partículas (cargas) que compõe o material. A velocidade da onda sonora é alterada de acordo com as propriedades elásticas e a densidade do meio através do qual essas ondas atravessam (OLYMPUS, 2019).

Comparando todos os compósitos de PEBD + Al₂O₃ + B₄C observa-se um comportamento em que a adição de material cerâmico eleva a velocidade ultrassônica, e que somente em 85% pesse aumento não ocorre. Correlacionado

a densidade calculada TAB. 4.2 e as velocidades ultrassônicas TAB. 4.11, não é possível encontar uma homogeneidade no resultado final. Essa oscilação na resposta provavelmente está associada ao fato desses compósitos serem constituídos de partículas micrométricas e nanométricas, pois de acordo com (SWAB, 2005) variações nas dimensões das partículas induzem uma dispersão causada pela dependência da atenuação do ultrassom. As TAB 7.7 e 7.8 do apêndice 7.5 exibem todas as medições realizadas.

4.9 IMPEDÂNCIA ACÚSTICA

A impedância acústica do PEBD de 2,87 gcm²/s verificada na TAB. 4.2 é superior ao valor de 1,79 gcm²/s encontrado em no sitio NDT.net. Analisando os compósitos de PEBD+Al₂O₃ e PEBD+Al₂O₃+B₄C, verifica-se que as partículas cerâmicas aumentaram consideravelmente a impedância acústica. Esse comportamento pode ser atribuído a interface matriz cerâmica, onde a onda sonora não é totalmente transmitida ou refletida, sendo governada pela impedância acústica do meio (HOCHE *et al.* 2013). Nas amostras com 70%, 80% e 90% de alumina, a impedância foi maior que os compósitos com carbeto de boro, enquanto nos outros percentuais, foi menor. Essa performance não corresponde ao observado em (KAUFMANN, 2003) onde a impedância do carbeto de boro deveria ser a mais alta, fato que torna nestes termos esse material como a cerâmica mais vantajosa em blindagens balísticas (FISHER, 2011). A cerâmica deve possuir uma alta velocidade sônica, para que associada a impedância acústica, consiga fragmentar os projéteis de forma eficaz. A TAB 4.12 exibe todos os valores da impedância acústica.

101

Impedância Acústica (gcm²/s)			
A 00	2,87		
A70	7,55		
A75	6,25		
A80	8,57		
A 85	7,11		
A 90	9,12		
ACB 70	4,90		
ACB 75	6,89		
ACB 80	7,53		
ACB 85	7,92		
ACB 90	7,34		

TAB. 4.12 Impedância acústica do PEBD, PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃+B₄C

4.10 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A FIG. 4.16 apresenta as curvas da análise por calorimetria de varredura diferencial (DSC) para o 1° e 2° aquecimentos e resfriamento do PEBD.



FIG. 4.16 1° e 2° aquecimento e resfriamento do PEBD

As TABs. 4.13 e 4.14 e a FIG. 4.17 mostram os valores obtidos na análise térmica de DSC do primeiro e segundo aquecimento do PEBD e PEBD +Al₂O₃.

Amostra	T. Onset (°C)	T. Peak (°C)	Entalpia J/g	Cristalinidade (%)
PEBD	118,3	132,9	100,8	34,4%
A70	120,2	130,2	22,7	25,8%
A75	121,2	130,5	27,9	38,1%
A80	121,4	130,0	24,4	41,6%
A85	119,8	128,4	21,2	48,3%
A90	116,6	125,4	12,5	42,6%

TAB. 4.13 1° aquecimento do PEBD e PEBD +Al₂O₃

TAB. 4.14 2°	aquecimento	do PEBD	e PEBD	+Al ₂ O ₃
--------------	-------------	---------	--------	---------------------------------

Amostra	T. Onset (°C)	T. Peak (°C)	Entalpia J/g	Cristalinidade (%)
PEBD	122,8	132,4	98,8	33,7%
A70	121,2	129,8	22,9	26,1%
A75	120,6	130,1	28,3	38,6%
A80	121,6	128,9	24,3	41,5%
A85	121,6	128,5	20,1	45,6%
A90	120,0	126,7	12,1	41,2%

Analisando os valores dos dois aquecimentos, observa-se que as temperaturas de início de fusão nos compósitos variaram em torno de 4% no primeiro aquecimento e 2% no segundo aquecimento. Em relação às temperaturas de pico, o PEBD sem cargas apresentou variação entre 132,9 e 132,4 °C. Esses dados são superiores à temperatura de 94°C encontrada por (LI *et al.* 2019). As duas pesquisas utilizaram o mesmo valor teórico de entalpia do PEBD 100% cristalino (293 J/g). Alguns pesquisadores como (JIN *et al.* 2012, e ALBANO *et al.* 2007) também trabalharam com valores próximos a 293 J/g. A temperatura de fusão do PEBD encontrada por (GUZMÁN e MURILLO, 2014) de 114,1°C também é inferior ao valor obtido nessa tese. Entre os compósitos, a diferença na temperatura de fusão variou aproximadamente 4% no primeiro aquecimento e 3% no segundo aquecimento. Esse desempenho sugere que o

aumento nas cargas de alumina influenciou sutilmente a temperatura de fusão dos compósitos.

A comparação entre as entalpias de fusão do primeiro e do segundo aquecimento nas TAB. 4.13 e 4.14 demonstram um comportamento similar. O PEBD puro possui a mais alta entalpia de fusão com valores variando entre 100,8 e 98.8 J/g. Esses dados são inferiores ao valor encontrado por (LI *et al.* 2019) de 113,5 J/g. Embora usando PEAD, esse desempenho é similar ao obtido por (MOHAMMAD *et al.* 2012) e atribuído à redução da fração volumétrica do material polimérico na matriz, além da menor capacidade específica de calor das partículas de alumina. Essa resposta é inversa à encontrada em (GUZMÁN e MURILLO, 2014), onde a entalpia de fusão do PEBD sem reforços foi inferior às amostras com cargas.



FIG.4.17 1° e 2° aquecimento e resfriamento do PEBD

Entre os compósitos, a amostra A75 possui o maior valor de entalpia e a partir dessa composição existe uma redução até o corpo de provas com 90% de alumina. Com relação a cristalinidade na FIG. 4.18, também é possível verificar um desempenho homogêneo entre os aquecimentos. O PEBD sem reforços apresentou cristalinidades de 34,4 e 33,7%, respectivamente. Essa cristalinidade é relativamente inferior a 38,73%, valor encontrado por (LI *et al.,* 2019). Nos

compósitos até a amostra A85, a cristalinidade é elevada gradualmente e decai com 90% de alumina. Comparando as TABs. 4.13 e 4.14 e as TABs. 4.7 4.8 observa-se que o aumento na cristalinidade reduz a resistência ao impacto.

Esse resultado possui respaldo na literatura, pois como verificado em (LINS *et al.* 2018) o aumento na cristalinidade e a adição de cerâmicas rígidas reduzem a resistência ao impacto em função dessas partículas restringirem a mobilidade das cadeias poliméricas.



FIG. 4.18 Cristalinidade do PEBD + PEBD+Al₂O₃

As TABs. 4.15 e 4.16 e a FIG. 4.19 mostram os valores obtidos na análise térmica de DSC do primeiro e segundo aquecimento do PEBD e PEBD +Al₂O₃ + B₄C. As temperaturas de início de fusão dos materiais com alumina e carbeto de boro variaram em torno de 6% no primeiro aquecimento e 2% no segundo aquecimento. O aumento nos teores das cerâmicas reduziu a temperatura inicial (TONSET) das amostras. Esse comportamento ocorre em função dos materiais inorgânicos apresentarem uma capacidade de impedir que o calor se propague rapidamente. Essa influência dos nanocompósitos também foi observada por (NGU *et al.* 2011).

Amostra	T. Onset	T. Peak	Entalpia J/g	Cristalinidade (%)
	(°C)	(°C)		
A00	118,3	132,9	100,8	34,4%
ACB70	122,2	129,6	26,7	30,7%
ACB75	119,6	128,6	27,8	38,3%
ACB80	119,5	127,5	20,5	35,3%
ACB85	119,7	128,3	17,8	40,8%
ACB90	115,1	124,1	11,4	39,2%

TAB. 4.15 1° aquecimento do PEBD e PEBD +AI₂O₃ + B₄C

TAB. 4.16 2° aquecimento do PEBD e PEBD +AI₂O₃ + B₄C

Amostra	T. Onset (°C)	T. Peak (°C)	Entalpia J/g	Cristalinidade (%)
A00	122,8	132,4	98,8	33,7%
ACB70	122,3	129,6	27,9	32,0%
ACB75	120,9	128,6	25,6	35,2%
ACB80	120,6	128,0	19,2	33,0%
ACB85	122,0	129,4	16,2	37,3%
ACB90	119,5	126,0	10,4	35,9%

Analisando a temperatura de pico entre nos compósitos, observa-se que a variação foi de aproximadamente 4% no primeiro aquecimento e 3% no segundo aquecimento. Esse comportamento pressupõe que o aumento nas cargas de alumina e carbeto de boro não influenciaram de modo significativo a temperatura de fusão dos compósitos. Comparando as entalpias de fusão do primeiro e do segundo aquecimento na FIG. 4.19, nota-se um comportamento similar.



FIG. 4.19 (a) entalpia do primeiro e segundo aquecimento do PEBD e PEBD + $AI_2O_3 + B_4C$

Com relação à cristalinidade na FIG. 4.20, também é possível verificar um desempenho homogêneo entre os aquecimentos. O aumento no percentual das cargas cerâmicas é acompanhado do crescimento na cristalinidade, porém na amostra A80 ocorreu uma queda na cristalinidade. Esse resultado encontra respaldo na literatura, pois em (KHANAM e ALMAADEED, 2015) verificou-se que as cargas ou reforços agem como agentes nucleantes aumentando o percentual de cristalinidade dos compósitos, muito embora reduzam a mobilidade dessas regiões cristalinas e o tamanho dos cristalitos.

O resultado obtido na amostra ACB 80 pode ser associado à pesquisa de (NGU *et al.* 2011), onde o aumento do percentual de nanopartículas de alumina reduziram a cristalinidade do PEBD, demonstrando que a presença das cerâmicas em dimensões nanométricas perturbaram a configuração da matriz e reduziram a mobilidade das cadeias poliméricas ao longo da cristalização.



FIG.4.20 (a) cristalinidade do primeiro e do segundo aquecimento do PEBD e PEBD + $AI_2O_3 + B_4C$

4.11 ENSAIOS BALÍSTICOS

4.11.1 ENSAIOS COM PROJÉTEIS .22LR

Os projéteis do calibre .22LR de acordo com a norma NIJ 0101.04 fornecem um nível de proteção mínima que qualquer usuário deve utilizar e são classificados no Tipo I.

Nos ensaios balísticos, foram observadas duas respostas dos materiais ao impacto dos projéteis: profundidade de penetração (DOP), como pode ser observado na FIG. 3.19; e indentação (ID), quando o projétil não penetra totalmente a amostra, produzindo uma pequena mossa no material de apoio, no caso dessa tese uma placa de fibra de média densidade (MDF). A média dos
dados de quatro baterias de testes balísticos realizados com projéteis calibre .22LR são exibidos na TAB. 4.17. A linha "BRANCO" da tabela é utilizada como referência para as outras medições em função do MDF, sofrer diretamente, sem auxílio das amostras, o impacto do projetil.

Amostra	M P (g)	VI (m/s)	EI (J)	DOP (mm)
BRANCO	3,33	230,42	92,47	22,49
PEBD	3,25	267,13	116,47	12,30
A70	3,24	273,40	120,99	4,24
A75	3,25	282,72	129,52	2,36
A80	3,17	278,73	122,65	0,11
A85	3,29	285,69	129,53	0,31
A90	3,26	282,08	129,49	4,74

TAB. 4.17 Profundidade de penetração no PEBD e PEBD + Al₂O₃

Onde MP = massa do projétil; VI = velocidade de impacto; EI = energia de impacto; DOP = profundidade de penetração.

A FIG. 4.21 exibe um gráfico com a profundidade de penetração do PEBD e dos compósitos de PEBD + Al₂O₃. Comparando os resultados, percebe-se que os reforços cerâmicos apresentaram desempenhos mais satisfatórios, comprovando a capacidade desses materiais em reter os projéteis. A amostra A80 (0,11 mm) foi a que conseguiu o melhor resultado. As amostras A70 (4,24 mm e A90 (4,74 mm) obtiveram resultados próximos. A amostra A00 obteve uma DOP média de 12,30mm. Quando os valores encontrados neste estudo são comparados com os dados obtidos por (FIGUEIREDO *et al.* 2018) em ensaio balístico similar, os mesmos são menores, 12,30 mm contra 19,83mm, entretanto é necessário considerar que nesta tese o valor de espessura das amostras foi de 15mm, enquanto que em (FIGUEIREDO *et al.* 2018) o material utilizado foi o polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) com espessura de 5mm.



FIG. 4.21 Profundidade de penetração do PEBD e PEBD + Al₂O₃

No ensaio sem corpo de prova na frente do MDF, a DOP foi de 22,49mm. Somando-se o valor da DOP da amostra com o PEBD (12,30mm) e a espessura da amostra (15mm) verifica-se que o PEBD demonstrou capacidade de interferir na penetração do projétil menor que o MDF.

A amostra de 15mm de espessura de PEBD deste trabalho reduziu a DOP de 22,49mm para 12,30mm, com uma redução de 0,68mm para cada mm na espessura do corpo de prova PEBD.

A amostra A80 conseguiu reduzir a DOP de 22,49mm para 0,11mm. Uma redução de 22,38mm com um corpo de prova de 15mm de espessura da amostra A80. Dividindo esta redução de DOP pela espessura da amostra, atribui-se uma redução de 1,49 mm para cada mm na espessura do corpo de prova A80.

A amostra de UHMWPE com 5mm de espessura de (FIGUEIREDO *et al.* 2018), a DOP foi de 19,83mm, o que comparando com os 22,49mm de MDF puro deste trabalho, qualitativamente, representa uma redução de 0,53mm para cada mm na espessura do corpo de prova de UHMWPE. Tal comportamento era esperado, pois conforme constatado por (MOHAGHGHIAN *et al.* 2015) o PEBD apresenta menores energias de deformação quando comparado com o UHMWPE, para um projetil ogival, similar ao utilizado nesta pesquisa.

Analisando as diferentes porosidades dos compósitos de PEBD + Al₂O₃ exibidos na TAB. 4.3, observa-se que os materiais com maiores percentuais de porosidade demonstraram menor desempenho balístico. Esse comportamento onde a porosidade desempenha um papel considerável nos resultados também pode ser observado em (HOGAN *et al.* 2017).

Os dados da média de quatro baterias de ensaios balísticos de PEBD e compósitos de PEBD + AI_2O_3 + B_4C são apresentados na FIG. 4.22 e consolidados na TAB. 4.18.



FIG. 4.22 Indentação nos compósitos de PEBD + Al₂O₃ + B₄C

Material	M P (g)	VI (m/s)	EI (J)	ID (mm)
PEBD	3,25	267,13	116,47	12,30
ACB70	3,30	247,13	101,29	1,50
ACB75	3,26	253,64	105,19	1,44
ACB80	3,23	250,05	101,63	0,73
ACB85	3,40	235,79	95,68	0,48
ACB90	3,28	273,23	122,43	2,84 (DOP)
- · · -				

	TAB. 4.18 Inc	lentação no	PEBD e	PEBD + /	$AI_2O_3 +$	B ₄ C
--	---------------	-------------	--------	----------	-------------	------------------

Onde ID - indentação.

Através de uma análise dos dados é possível inferir, excluída a amostra ACB 90, que o aumento percentual das cerâmicas resultou na maior capacidade de frear os projéteis. A FIG. 4.23 compara a deformação dos projéteis após impacto nos compósitos ACB 80 e ACB85.



FIG.4.23 Deformação nos projéteis após impacto balístico nas amostras ACB 80 e ACB 85, respectivamente

Como afirma (WROBÉL, 2017) materiais cerâmicos com tamanho de grãos menores usualmente apresentam melhor performance que cerâmicas com grãos de dimensões maiores. Embora os compósitos de PEBD + Al₂O₃ + B₄C tenham demonstrado desempenho superior quando comparados com os compostos de PEBD + Al₂O₃ e essa superioridade possa ser confirmada pelo fato desses materiais não produzirem DOP e sim indentações, essa maior capacidade dos compósitos com nanomaterias de carbeto de boro pode ser associada ao verificado na pesquisa de (KRELL e STRASSBURGER, 2014). Nele determinadas dimensões e formas de fragmentos podem levar a uma melhor erosão do projétil e dissipação da eneriga. Porém, como afirma (MEDVEDOVISKI, 2010), não é possível afirmar que essa seja a solução definitiva, pois outros fatores como custo e disponibilidade de aquisição das cerâmicas também devem ser levados em consideração.

Comparando a dureza da TAB. 4.6, com os resultados balísticos observase que as amostras ACB80, ACB70 e ACB 90, aparecem em 2°, 4° e 5° lugares, respectivamente. Essa correlação é corroborada em CROUCH, (2019) pois a dureza da face de impacto na cerâmica usualmente controla o desempenho balístico.

112

4.11.2 ENSAIOS BALÍSTICOS COM PROJÉTEIS 7,62 X 51mm

Após os disparos, os projéteis 7,62mm atravessam completamente as amostras, provocando os seguintes danos: um pequeno furo de penetração nas aramidas; fratura e fragmentação dos compósitos; e nas placas de alumínio um furo com grandes dimensões, com um comportamento dúctil com o mecanismo de falha no formato de pétalas. A FIG. 4.24 exibe os danos provocados pelo projétil.



FIG. 4.24 (a) Furo na aramida; (b) fragmentação do compósito e falha dúctil no alumínio no formato de pétala

Como descrito por (CARLUCCI e JACOBSON, 2008) a falha em formato de pétalas ocorre quando a velocidade de impacto do projétil aproxima-se do limite balístico do material e as tensões radiais e circunferenciais são elevadas. Testes semelhantes com projéteis 7,62 mm em alumínio e carbeto de boro foram realizados por (KARAKOÇ *et al.* 2018) e demonstraram desempenho similar. O carbeto de boro ao sofrer impactos de alta velocidade experimenta uma elevada taxa deformação, significantes fragmentações e tem um comportamento semelhante ao vidro (CROUCH, 2019, XIE, 2017).

A pesquisa de (UBELY *et al.*2011) obteve resultados idênticos, com a diferença que a camada cerâmica de alumina sinterizada, como era esperado, foi fragmentada, enquanto que os materiais dessa pesquisa foram penetrados porém mantiveram parcialmente sua integridade. Essa alta capacidade de penetração no material, como explicado em (CROUCH,2019) não ocorre em função do calibre, como seria plausível supor, mas pode ser atribuída a duas

propriedades: núcleo do projétil e geometria da ponta, fatores que comandam o comportamento e a capacidade de penetração do projétil, respectivamente.

4.12 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras foram fraturadas após serem imersas em nitrogênio líquido por um período de duas horas. As imagens capturadas com os microscópios de bancada HITACHI, e QUANTA FEG foram usadas com o intuito de demonstrar a morfologia do PEBD, a resposta da interação dos projéteis como os materiais cerâmicos nos compósitos.

4.12.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO PEBD

A FIG. 4.25 apresenta imagens das amostras do PEBD com Aumento de 50 X e 100 X. A morfologia indicada na letra a exibe destacado em vermelho diversos vazios.



FIG. 4.25 Microscopia do PEBD a) Aumento de 50 X e b) Aumento de 100 X

Essas descontinuidades podem ser atribuídas ao processamento do material e também são verificadas em radiografia constante do apêndice 7.4. Na letra b, a imagem apresenta uma estrutura lamelar das cadeias macromoleculares, mostrando a natureza semicristalina do PEBD. Esse aspecto é similar ao encontrado em (ELHANAS et al. 2018) a aparência morfológica da superfície de fratura é lisa, suave, sem trincas e defeitos, indicando uma fratura frágil, comportamento esse também observado em (SURECH et al. 2011, CHEE et al. 2012 e LIN et al. 2015). Como pode ser verificado em (MATZINOS et al. 2002), as características morfológicas do polímero dependem de algumas de suas propriedades, como energia interfacial, viscosidade, fração volumétrica além dos parâmetros usados durante o processamento.

4.12.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DOS COMPÓSITOS

As FIGs. 4.26 e 4.27 exibem as imagens dos compósitos de PEBD+ Al₂O₃ e PEBD+ Al₂O₃+B₄C, respectivamente. Através de uma comparação com a mesma Aumento (200 X), é possível identificar um aumento da quantidade de partículas cerâmicas.



(a)

(b)



(c)

2019/05/09 15:53 AL D7.1

(d)





(a)

2019/11/05 16:07 AL D11,9 x200 500 um (b)



FIG. 4.27 Microscopia do PEBD com Al₂O₃ e B₄C. (a) PEBD+ 70% Al₂O₃+ B₄C. Magnificação 200X. (b) PEBD+ 75% Al₂O₃+ B₄C. Aumento 200X. (c) PEBD+ 80% Al₂O₃ + B₄C. Aumento 200X. (d) PEBD+ 85% Al₂O₃+ B₄C. Aumento 200X

Em se tratando de misturas com polímeros, o componente principal forma a fase contínua, enquanto que o outro componente forma a fase dispersa. Nesta tese a fase contínua é o PEBD e as fases dispersas são os materiais cerâmicos. A morfologia do compósito é governada por diferentes fatores como a natureza do polímero, viscosidade, energia interfacial, condições de fusão do material, constituição da mistura além de depender em grande parte dos parâmetros de processamento (MATZINOS *et al.* 2002, CLEMONS, 2010). A estrutura final acaba respondendo a uma equiparação entre os eventos de deformação, desintegração de um lado e coalescência de outro. Entre todas as características que regem a morfologia, possivelmente a que possui maior destaque é o estado da interface. Em misturas imiscíveis usualmente são utilizados compatibilizantes para aprimorar a compatibilidade do sistema, contudo neste trabalho não foi realizado nenhum tratamento com esta finalidade (MATZINOS *et al.* 2002).

4.12.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DOS COMPÓSITOS APÓS O IMPACTO BALÍSTICO.

A FIG. 4.28 exibem as imagens das amostras A 80 e ACB 80, após o impacto balístico. Após uma minuciosa análise percebe-se pontos brancos assinalados com as setas em vermelho. Novas imagens especificas desses pontos foram realizadas e são mostradas na FIG. 4.29. Utilizando a técnica de espectroscopia dispersiva de energia foi comprovado que o material analisado corresponde a chumbo, oriundo de fragmentos do projétil. A amostra ACB 80 exibe uma maior quantidade de pontos, corroborando o melhor desempenho balístico obtido pelos compósito com carbeto de boro.

117



2019/05/09 15:35 AL D6,7 x40 2 mm

a)



FIG.4.28 a) Amostra A 80 após impacto balístico. Aumento 40X. b) amostra ACB 80 após impacto balístico. Aumento 40X



2019/11/05 18:51 AL D8,4 x5,0k 20 um a)



b)

FIG. 4.29 a) fragmentos de chumbo na amostra A 80. Aumento 5000 X. b) fragmentos de chumbo na amostra ACB 80. Aumento 4000 X

A FIG 4.30 exibe imagens do compósito ACB 90 antes do ensaio balístico com projétil 7,62mm.



FIG. 4.30 Amostras ACB 90 antes do ensaio balístico. Aumento 50X

Analisando as imagens percebe-se uma alta aglomeração das partículas de alumina e uma baixa concentração de polietileno. Como observado por (FIGUEIREDO *et al.* 2018) a geometria irregular das partículas cerâmicas possibilita uma melhor consistência dos compósitos, em função da baixa densidade dos aglomerados formados por essas partículas e dos vazios que podem ser ocupados pelo polímero, porém também é possível notar que a interface polímero cerâmica é bem definida, não indicando que a matriz polimérica tenha sido capaz de envolver completamente a cerâmica. Uma forte interação desses materiais, auxilia numa maior performance do compósito.

A FIG. 4.31 exibe as micrografias do compósito ACB 90 após o ensaio balístico. Analisando as imagens é possível observar as crateras geradas. A imagem da esquerda corresponde ao ponto de entrada do projétil, enquanto que a da direita reflete o dano provocado após o impacto balístico. As setas em amarelo indicam a ductilidade do polímero, enquanto que as setas em vermelho demonstram as trincas geradas após a passagem do projétil 7,62mm. Comparando os resultados obtidos ao trabalho de (FIGUEIREDO *et al.* 2018) é presumível supor que a fratura transgranular tenha sido o mecanismo de fragmentação do compósito



FIG. 4.31 Micrografia após o ensaio balístico com projéteis 7,62mm. Aumento 25

4.13 ESPECTROSCOPIA DISPERSIVA DE ENERGIA (EDS)

Após o ensaio balístico os compósitos foram analisados por MEV e exibiram regiões distintas, uma matriz de coloração escura, regiões de coloração cinza claro e pequenos pontos brancos. A FIG. 4.32 exibe uma amostra assinalando essas três regiões e a caracterização obtida pela técnica de EDS. Em todos as amostras, os resultados foram similares para as três regiões.



FIG. 4.32 Resultado de EDS da amostra A80

A caracterização possibilitou encontrar, oxigênio, carbono, alumínio e chumbo. Possibilitando aferir que o carbono é relativo ao polietileno, o alumínio, à alumina e o chumbo proveniente da fragmentação do projétil.

Comparando as imagens de microscopia com os diferentes percentuais de cargas percebe-se um aumento significativo dos fragmentos. Isto comprova que o incremento percentual dos reforços cerâmicos aumentou a eficiência da blindagem balística. Essa performance com maior eficiência em dissipar energia dos projéteis, como afirma (MEDVEDOVSKI, 2010) é atribuída a microestrutura ou constituição das fases presentes. Além disso, com base em (HOGAN *et al.* 2017), a geometria e a dimensão dos fragmentos estão associadas a direção e

ao espaçamento dos defeitos, assim como um controle da distância entre os defeitos possibilita regular a menor dimensão e a extensão dos fragmentos.

4.14 ENSAIO DE TRAÇÃO

A TAB. 4.19 apresenta os valores obtidos no ensaio de tração para os grupos de PEBD e PEBD+Al₂O₃ e PEBD+Al₂O₃₊B₄C. A amostra A90 e as amostras com carbeto de boro acima de 70%p não demostraram bons resultados no ensaio de tração.

Grupo	σ máx (MPa)	εMáx (%)	Tenacidade J/cm ³
A00	23,5 ± 1,4	854,9 ± 0,1	75,1 ± 21, 5
A70	$1,4 \pm 0,6$	30,1 ± 4,2	0,2 ± 0,1
A75	2,3 ± 0,1	24,4 ± 1,3	0,9 ±0,1
A80	$2,2 \pm 0,2$	22,7 ± 1,2	0,1 ± 0,1
A85	2,2 ± 0,1	17,0 ± 1,7	0,1 ± 0,1
ACB70	4,7 ± 0,1	18,8 ± 0,9	0,1 ± 0,1

TAB. 4.19 Resultados da média dos ensaios de tração do PEBD e PEBD+Al₂O₃

Como observado na TAB. 3.1, o fabricante RESINPÓ forneceu o valor de deformação máxima de 1000%, esse número é relativamente superior à média de 854% MPa da TAB.4.19 e também a 800% dado verificado em (COUTINHO *et al.* 2003). A resistência a tração de 23 MPa é superior a 16 MPa, 10,5 do polietileno altamente ramificado e compatível a 24 MPa dos filmes de PEBD, dados retirados de (COUTINHO *et al.* 2003). Um dos grandes problemas enfrentados no ensaio de tração é que a deformação plástica de um material polimérico com características semi-cristalinas é extremamente complexa, principalmente em função desse tipo de material possuir regiões cristalinas e amorfas que participam no processo dependendo da extensão da deformação.

Analisando os compósitos, observa-se que o aumento do percentual de partículas de alumina reduziu a deformação máxima de maneira decrescente. Essa perda de ductilidade ocorre em função da gradativa queda na quantidade de polímero. Como observado no trabalho de (DINESH e HATTI, 2018) a perda de ductilidade de um compósito é atribuída a natureza dura e rígida das cargas cerâmicas.

A deformação plástica na matriz polimérica é o mecanismo preponderante na absorção de energia e é reduzido com o acréscimo dos reforços. Nos materiais poliméricos preenchidos com cargas o principal processo de deformação é o descolamento na interface matriz/ reforço, que proporciona aumentar o volume do material durante a deformação, pois uma parcela das partículas descoladas acaba gerando vazios dentro da matriz. (KRÁSNY, *et al.* 2014, CHEE et al. 2012).

Confrontando a amostra A00 (PEBD) com os compósitos, observa-se uma diminuição significativa na tensão máxima. Essa redução pode ser atribuída ao fato da alumina agir como um defeito ou descontinuidade. Outro fator possível seria a fraca ligação interfacial entre a alumina e o polietileno (ELHANAS *et al.* 2018). A FIG. 7.34 do apêndice 7.7 exibe imagens dos gráficos dos ensaios de tração realizados com a amostra A00, os gráficos das outras amostras com partículas cerâmicas não apresentaram curvas satisfatórias.

4.15 ENSAIO DE COMPRESSÃO

As TABs. 4.20 e 4.21 apresentam os resultados da média da tensão máxima e a deformação dos compósitos de PEBD+Al₂O₃ e PEBD+Al₂O₃ + B₄C obtidos no ensaio de compressão. O apêndice 7.8 exibe os gráficos com os CPs ensaiados.

Grupo	σMáx (Mpa)	εMáx (%)
A70	$55,4 \pm 2,7$	79,3 ± 1,2
A75	11,8 ± 2,3	39,3 ± 5,6
A80	10,6 ± 1,1	55,4 ± 1,1
A85	$1,6 \pm 0,4$	32,7 ± 4,3
A90	$1,4 \pm 0,4$	42,5 ± 4,9

TAB. 4.20 Resultados da média dos ensaios de compressão do PEBD e PEBD+Al₂O₃

Grupo	σMáx (Mpa)	εMáx (%)
ACB70	9,3±1,6	44,2 ± 0,3
ACB75	$8,6 \pm 0,6$	40.8 ± 0.8
ACB80	$6,9 \pm 1,4$	41,4 ± 3,2
ACB85	$2,2 \pm 0,8$	22,9 ± 2,9
ACB90	$1,4 \pm 0,8$	22,5 ± 1,3

TAB. 4.21 Resultados da média dos ensaios de compressão do PEBD e PEBD+Al₂O₃ + B_4C

Analisando as TABs 4.20 e 4.21, percebe-se que ao se elevar a quantidade de alumina nas amostras com 70%p, 80%p e 90%p, a deformação máxima foi reduzida gradativamente, as amostras com 75%p e 85%p obtiveram os menores valores de deformação. Nos compósitos com carbeto de boro o aumento no percentual cerâmico reduziu a deformação progressivamente, somente a amostra com 75% não apresentou esse comportamento. Esse performance é corroborada na literatura, pois como afirma (KHANAM e ALMAADEED, 2015) a adição de partículas tem como uma de suas funções reduzir a ductilidade da matriz.

Os compósitos com alumina demonstraram maiores valores de deformação quando comparados aos compósitos com alumina e carbeto de boro com os mesmos percentuais. Essa pior performance na adição de materiais nanométricos pode ser atribuída ao observado em (CHEE *et al.* 2012) onde a inclusão de material de ordem nanométrica possibilita formar aglomerados que tendem a reduzir a área superficial das nanopartículas, restringindo a mobilidade e interferindo no resultado final do material.

O maior percentual de materiais cerâmicos nos compósitos induz a um aumento na resistência a compressão em função da maior resistência da alumina e do carbeto de boro. Esse comportamento também foi verificado na pesquisa de (AWAD *et al.* 2019) onde os compósitos do mesmo modo apresentaram maior resistência a compressão que o polietileno sem cargas. As imagens do apêndice 7.8 exibem o resultado dos ensaios de compressão.

125

4.16 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Os difratogramas do PEBD e dos compósitos de PEBD+Al₂O₃ e PEBD+Al₂O_{3 +} B₄C são exibidos na FIG. 4.34 e 4.35, respectivamente.



FIG. 4.33 Difratograma do PEBD+Al₂O₃



FIG. 4.34 Difratograma do PEBD+Al₂O₃ + B₄C

A indexação foi realizada utilizando a ficha COD 00-053-1859, obtida através do software HighScore Plus®, confirmando o principal material como PEBD, pela semelhança do ângulo de difração nos picos difratados. O PEBD é um polímero semicristalino (ELHANAS *et al.* 2018), verificando-se na difração das amostras picos cristalinos e halo amorfo.

Os três picos difratados mais significativos correspondem aos planos cristalográficos (110) com ângulo de difração $2\theta = 25,2^{\circ}$, (220) $2\theta = 28,0^{\circ}$ e (020) $2\theta = 42,5^{\circ}$. Trata-se de uma célula unitária ortorrômbica de polietileno e os parâmetros de rede observados na ficha são: a=0,740nm, b=0,493nm e c= 0,254nm.

Os materiais poliméricos são constituídos de cadeias moleculares usualmente dispostas de modo aleatório. Algumas dessas cadeias podem ser organizadas em regiões ordenadas conhecidas como cristalitos. Alguns polímeros, como o polietileno, são parcialmente cristalinos e possuem cristalitos dispersos em um matriz amorfa (SURYANARAYANA, 1998). A TAB 4.22 exibe os tamanhos de cristalito de cada uma das amostras analisadas, bem como os ângulos de difração com as intensidades dos picos.

127

Plano	(110)	(200)	(020)	L (nm)
Amostra	20	2 0	2 0	
A00	24,97	27,71	42,29	18,51
A70	24,63	27,38	41,96	22,06
A75	25,05	27,83	42,37	64,40
A80	24,80	27,55	42,14	20,91
A85	24,93	27,70	42,30	34,26
A90	25,09	27,86	42,44	18,72
ACB70	24,85	27,62	42,16	13,09
ACB75	24,88	27,64	42,16	41,28
ACB80	25,01	27,77	42,31	14,77
ACB85	24,98	27,74	42,33	10,59
ACB90	25,01	27,74	42,30	10,52

TAB. 4.22 Tamanho dos Cristalitos

Comparando o tamanho dos cristalitos do PEBD e dos compósitos de PEBD+Al₂O₃ e PEBD+Al₂O₃ + B₄C, é perceptível que as partículas cerâmicas provocaram modificações na estrutura cristalina. Os grupos com alumina obtiveram maiores valores de cristalito enquanto que os compósitos com carbeto de boro alcançaram menores tamanhos de cristalito. Esse comportamento pode ser atribuído a adição das cargas de reforço ao polietileno que provocam uma redução da mobilidade em determinadas regiões poliméricas, diminuindo o tamanho dos cristalitos, consequentemente os compósitos tendem a possuir cristais menos perfeitos (KHANAM e ALMAADEED, 2015, ELHANAS *et al.,* 2018). A difração de raios X na pesquisa de (MAHMOUD *et al.* 2018) com PEAD e óxido de chumpo (PbO) sugere a existência de uma alteração na cristalinidade e tamanho do cristalito em amostras com valores superiores a 50% em peso.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

1) Com relação a densidade calculada, os compósitos de PEBD + Al₂O₃ tiveram valores superiores à densidade dos compósitos de PEBD + Al₂O₃ + B₄C. É possível presumir que a diferença entre os dois grupos compósitos tem como causa os vazios existentes entre as partículas constituintes das amostras. Essa performance também pode ser atribuída à fraca interface entre as fases do compósito, o que podem ter auxiliado na formação dos vazios ou porosidades entre a matriz polimérica e os reforços cerâmicos de alumina e carbeto de boro.

2) A porosidade aparente dos compósitos com carbeto de boro foi inferior à dos compósitos com alumina até 80%p e a partir desse percentual foram superiores. Infere-se que o maior percentual de alumina possibilitou a existência de aglomerados de carbeto de boro, que contribuíram para o aumento da porosidade.

3) A absorção de água, como era possível prever, aumentou com o aumento da porosidade do compósito.

4) Com relação à dureza, o desempenho dos dois grupos compósitos, com e sem carbeto de boro, foi similar, apresentando uma curva ascendente com o percentual de alumina até 75% e 70%, respectivamente, com uma queda a partir destes percentuais até 90%. Esse comportamento demonstra que os elevados percentuais de carga cerâmica não proporcionam à matriz polimérica aglutinar satisfatoriamente as partículas de alumina, gerando vazios nos contatos diretos entre estas partículas, o que prejudica as propriedades mecânicas.

5) O ensaio de flamabilidade comprovou que as cargas cerâmicas responderam com eficiência no retardo das chamas, aumentando o tempo de queima até 75% para os compósitos sem B₄C e 80% para os compósitos com B₄C. A partir destes percentuais ambos grupos de compósitos apresentaram uma curva descendente. Há de se supor que a redução do material polimérico a ser queimado em função dos grandes percentuais de carga cerâmica, também não proporcionou uma boa adesão entre as partículas, criando vazios ou porosidades que resultam nessa queda de performance ao reter as chamas.

129

6) A resistência ao impacto teve comportamento que acompanhou a dureza Shore dos compósitos, com mesmos percentuais de máxima dureza para 70% e 75%, respectivamente, sem e com carbeto de boro, decaindo a partir destes percentuais até 90%. O grupo com alumina teve maior energia de deformação que o grupo com carbeto de boro. Esse desempenho pode ser atribuído ao tamanho micrométrico da alumina em comparação às dimensões nanométricas do carbeto de boro, que tende a criar aglomerados, devido a sua elevada área superficial, interferindo na resistência ao impacto.

7) As imagens radiográficas comprovaram que o uso do Irídio não é capaz de obter maior nitidez de detalhes do que o raio X, porém o uso desse ensaio nesta tese auxiliou a verificar a qualidade do processamento realizado.

8) O ensaio por ultrassom possibilitou verificar o comportamento da onda sônica. Nos compósitos com alumina o desempenho foi irregular enquanto que o grupo com carbeto de boro teve uma performance mais homogênea com aumento gradual da velocidade em função do acréscimo no percentual cerâmico. Esse desempenho pode ser atribuído às interfaces mais uniformes entre a matriz polimérica e o material cerâmico. Através do ensaio por ultrassom também foi possível obter a impedância acústica de todos os materiais utilizados sem uma prevalência de comportamento dos materiais.

9) Com relação aos ensaio de DSC, as maiores cristalinidades foram obtidas em ambos grupos de compósitos com e sem B₄C, com maior percentual de carga cerâmica, sendo em 85%p a maior cristalinidade, enquanto que a entalpia de fusão foi menor. É aceitável supor que esse comportamento é influenciado por uma maior dificuldade do aquecimento dos compósitos com maior carga polimérica.

10) Os ensaios balísticos com projéteis .22LR demonstraram a eficiência dos compósitos testados em suportar os impactos balísticos, comprovando que o aumento das cargas cerâmicas foi eficiente. Nos dois grupos (com e sem carbeto de boro), o percentual de 90%p apresentou o pior desempenho. Esse resultado pode ser atribuído à baixa quantidade de material polimérico influindo na fraca interação entre as partículas. Comparando os dois grupos o PEBD + Al₂O₃ e o PEBD + Al₂O₃ + B₄C, os compósitos com carbeto de boro conseguiram obter maior performance balística. Neste grupo o percentual de 85%p obteve o melhor

130

desempenho, resultando uma indentação de 0,48mm. A literatura corrobora esse resultado, pois em baixa energia de impacto, o carbeto de boro é uma das cerâmicas mais eficientes.

11) Os ensaios balísticos com projéteis 7,62mm não demonstraram capacidade dos materiais testados em suportar os impactos provenientes dessa munição. Esse comportamento também é amparado na literatura, pois em altas velocidades de impacto, um material de base polimérica tem baixo desempenho contra munições com alto poder de penetração.

12) Em função das altas cargas cerâmicas, os ensaios de tração não foram capazes de produzir um resultado satisfatório, o que de certa forma já era esperado, pois a baixa ductilidade dos compósitos induz aos resultados obtidos de baixa resistência à tração.

13) O ensaio de compressão com carbeto de boro demonstrou uma queda da deformação máxima a medida que a quantidade de carga cerâmica foi incorporada, porém esse comportamento não foi homogêneo nas amostras com alumina quando comparadas às amostras com carbeto de boro. É plausível supor que esse desempenho tenha sido influenciado pelas descontinuidades provocadas pelo tamanho micrométrico das partículas de alumina em comparação às descontinuidades produzidas pelas dimensões nanométricas do carbeto de boro.

5.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Avaliar o comportamento balístico e de propriedades mecânicas de compósitos fabricados por extrusão com mistura combinada de polímeros e cargas cerâmicas.

Avaliar o desempenho balístico dos compósitos produzidos nesta tese em blindagens para munições 9 mm.

Analisar e comparar a eficiência balística de um compósito com PEBD + Al₂O₃ + B₄C, na face posterior de uma cerâmica de alumina sinterizada, como camada de retenção de fragmentos.

Estudar o comportamento balístico e de propriedades mecânicas do PEBD + Al₂O₃ e PEBD + Al₂O₃ + B₄C com cargas de fibra de vidro.

Avaliar a influência de compatibilizantes na adesão entre as cargas cerâmicas de alumina e carbeto de boro com a matriz polimérica de Polietileno de baixa densidade.

6 **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ABDELGHANI L. Polyméthacrylate de méthyle (PMMA) : Développement de nouveaux systèmes retardateurs de flamme à base de nanocharges minérales. Recherche de synergies avec des montmorillonites et des composés phosphorés. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2005. Français. NNT : 2005 METZ012S, 2018.

ADANUR, S. W. Sears handbook of industrial textiles, Technomic Publishing Company Inc. 1995.

ALBANO C., PERERA R., SÁNCHES Y., KARAM A., SILVA P., **Comparative study of different initiation methods in the functionalization of low-density polyethylene with diethyl maleate: Gamma radiation and ultrasound**. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 265. Pp. 208–212, 2007.

ALBERT S.A.V., BRUNEY P.F., **Development of a Ballistic Impact Detection System.** 22. Symposium on "Combat Casualty Care in Ground Based Tactical 22 p.2004.

ALI R., SAWALHA S., JIBREENI S., FANOUN S., AL-KHATIB A., Effects of Flame Retardants Additives on the Properties of LowDensity Polyethylene. INTERNATIONAL JOURNAL OF ENGINEERING TECHNOLOGY AND SCIENCES (IJETS) ISSN: 2289-697X (Print); ISSN: 2462-1269 (Online) Vol.5 (3) 2018.

ALVES A. L.S, NASCIMENTO L.F.C, SUARES J.C.M.. **Comportamento Balístico de Compósito de Polietileno de Altíssimo Peso Molecular: Efeito da Radiação Gama**. Vol.14, n.2, pp.105-111. Departamento de Engenharia Mecânica e de Materiais, IME. 2004.

ANDREUCCI R. Ensaio por ultra-som. ABENDE.Ed julho/2003.

ANOUR S, ABDALAH K, RABEA E, SHALH A, HASSAN E. et al., **The Influence of LDPE Content on the Mechanical Properties of HDPE/ LDPE Blends**. Res Dev Material Sci. 7(5). RDMS.000670. DOI: 10.31031/RDMS.2018.07.000672, 2018.

ANUÁRIO BRASILEIRO DE SEGURANÇA PÚBLICA. **Fórum Brasileiro de Segurança Pública**. Brasil. 2018. 90 p.

ARRAKHIZ F.Z., ACHABY M. EL., KAKOU A.C., VAUDREUIL S., BENMOUSSA K., BOUHFID R., FASSI-FEHRI O., QAISS A., **Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: impact of chemical treatments**. Materials and Design 37. pp 379–383. 2012.

ASENOV ST., LAKOV L., TONCHEVA KR., **Promising ceramic materials for ballistic protection.** Journal of Chemical Technology and Metallurgy, 48, 2, 190-195. 2013.

ASTM D635 – 18 Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position, 2018.

ASTM 638-14 Standard Test For Tensile Properties of Plastics, 2014.

AVRAAM I, SANJAY P. **Encyclopedia of polymer blends**. Processing, John Wiley and Son, Germany, 2: 1-528, 2011.

AWAD A.H., ABDELLATIF M. H., Assessment of mechanical and physical properties of LDPE reinforced with marble dust. Composites Part B 173. PP 106948. 2019.

D695 – 15 Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics, 2015.

ASTM D 792. Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement, 2013.

ASTM D3418. Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry, 2015.

ASTM D6110 – 18 Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics, 2018.

ÁVILA A F., OLIVEIRA A. M., LEÃO S.G., MARINA G. M. Aramid fabric/nano-size dual phase shear thickening fluid composites response to ballistic impact. Composites Part A 112. 468–474. 2018.

BASTE S. **Determination of elastic properties by an ultrasonic technique**. Université Bordeaux 1, Laboratoire de Mécanique Physique, CNRS UPRES A 5469 351, Cours de la Libération, 33405-TALENCE Cedex, France, 1999.

BLAGA L. Considerations on DOP (depth of penetration) test for evaluation of ceramics materials used in ballistic protection. Acta Uiversitatis Cibiniensis – Technical Series. Vol. LXIX. University of Sibiu. Romania, 2017.

BROWN, T. L., LEMAY H. E., BURSTEN, B. E. **Química a Ciência Central**. Ed. Pearson Prentice Hall, São Paulo S. P., 2005.

CARLUCCI D.E, JACOBSON SS. Ballistics: Theory and Design of Guns and Ammunition. Boca Raton: CRC; 496 p, 2008.

CEGLA M. HABAJ W. PODGÓRZAK P., **Development of lightweight buletproof vest inserts with increased protection capability**. pp 23-34. Military Institute of Armament Technology, Poland, 2014

CHANG M. K. Mechanical properties and thermal stability of low-density polyethylene grafted maleic anhydride/montmorillonite nanocomposites. Journal of Industrial and Engineering Chemistry 27 pp. 96–101, 2015.

CHEE C.Y., SONG N.L., ABDULLAH L.C., CHOONG T.S.Y., CHANTARA T.R. Characterization of Mechanical Properties: Low-Density Polyethylene Nanocomposite Using Nanoalumina Particle as Filler. Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials Volume 2012, Article ID 215978, 6 pages doi:10.1155/2012/215978, 2012.

CLEMONS C., Elastomer modified polypropylene–polyethylene blends as matrices for wood flour–plastic composites. Composites: Part A 41. pp. 1559–1569, 2010.

COLOMBO P., ZORDAN F., MEDVEDOVSKI E., Ceramic-polymer composites for ballistic protection. Institute of Materials Minerals and Mining. Advances in Applied Ceramics. Vol. 105. No 2. pp 78-83, 2006.

COOPER G., GOTTS P. **Ballistic Protection**. In: Mahoney P.F., Ryan J.M., Brooks A.J., William Schwab C. (eds) Ballistic Trauma. Springer, London, 2005.

COSTA H. M., RAMOS V.D., ANDRADE M.C., NUNES P.S.R.Q., Análise térmica e propriedades mecânicas de resíduos de polietileno de alta densidade (PEAD). Polímeros, 26 (número especial), pp 75-81, 2016.

COSTA F.R., WAGENKNECHT U., HEINRICH G., LDPE/MgeAl layered double hydroxide nanocomposite: Thermal and flammability properties. Polymer Degradation and Stability 92. pp. 1813e1823, 2007.

COUTINHO, F. M., MELLO, I. L., e SANTA MARIA, L. C.. **Polietileno: Principais Tipos, Propriedades e Aplicações**. Polímeros: Ciência e Tecnologia , vol. 13, n° 1, pp 1-13, 2003.

CROUCH IG, **Body armour e New materials, new systems, Defence Technology**, https://doi.org/10.1016/j.dt.2019.02.002. 2019.

DIAMONDAGE. Disponível em: https://diamondage.org/2018/05/15/ceramic-armor/ acesso em 03.11.19 19:29.

DINESH K. R., HATTI G. Study of the Effect of TiO2, **CaCO3 and Al2 O3 on Mechanical Properties of LDPE Polymer Composites Fabricated by Injection Moulding Technique**. Material Science Research India. ISSN: 0973-3469, Vol.15. Pg.159-164, 2018.

DULEBOVÁ L., KISKA B., DULEBOVÁ M. Influence of hnt nano-additives on the hardness of thermoplastic composites. Transfer inovácií 36, 2017.

DWIVEDI S.K., VISHWAKARMA M., SONI A., **Advances and Researches on Non Destructive Testing: A Review.** Materials Today: Proceedings 5. pp.3690–3698. 2018.

ELHANAS H.H., ABDOU S.M., EL-ZAHED H., ABDELDAYM A., Structural, morphological and mechanical properties of gamma irradiated low density polyethylene/paraffin wax blends. Radiation Physics and Chemistry 151. pp. 217–224, 2018.

FAN J., XU S., Aluminium oxide particles/silicone carbide whisker's synergistic effect on termal conductivity of high-density polyethylene composites. 27. pp 339-347. Iranian Polymer Journal. 2018.

FIGUEIREDO et al., A.B.S. et al.; **Response to Ballistic Impact of Alumina-UHMWPE**. Composites. Materials Research. 2018.

FISHER, J.T., Validation of a simple go/no-go damage detection system for personal ceramic body armor using pressure sensitive film. Graduate Theses and Dissertations. Iowa State University, 2011.

FLEISHER N., GENUT N., GORODNOV A. **Shock Wave Protection Materials.** American Ceramic Society Bulletin, Vol 85, N°3. PG.27-28, 2006.

GENOV B.G., Why ballistic testing methods of body armor do not give us accurate information. Proceedings of the 15 BL 22 th Int. AMME Conference, 29-31 May, 2012.

GHOLIZADEH S., **A Review of non-destructive testing methods of composite materials**. Procedia Structural Integrity1 pp. 050-057, 2016.

GINZEL E. et al., Acoustic Properties of the Elastomeric Materials Aqualene[™] and ACE[™]. The e-Journal of Nondestructive Testing. Vol. N° 2, 2015.

GUZMÁN M., GIRALDO D., MURILLO E., Hyperbranched polyester polyol plasticized tapioca starch/low density polyethylene blends. Polímeros, 27(1), 1-7, 2017.

GUZMÁN M., MURILLO E., Funcionalización de Polietileno de Baja Densidad con Anhídrido Maleico en Estado Fundido. <u>http://dx.doi.org/10.4322/polimeros.034</u>, 2014.

HANDBOOK. Vol. 8. Mechanical Testing and Evaluation. ASM international, 2000.

HARO E.E, AKINDELE G.O. SZPUNAR K.G., **The energy absorption behavior of hybrid composite laminates containing nano-fillers under ballistic impact**. pp. 54-65. Composites: Part A 87. 2016.

HAZELL P.J., **Advances in ceramic armor**. pp 118-126. Military Technology. MILTECH. 2009.

HOCHE S., HUSSEIN M.A., BECKER T., **Ultrasound-based density determination via buffer rod techniques: a review.** J. Sens. Sens. Syst., 2, 103–125, www.j-sens-sens-syst.net/2/103/2013/ doi:10.5194/jsss-2-103, 2013.

HOGAN J.D., FARBANIEC L., MALLICK D., DOMNICH V., KUWELKAR K., SANO T., McCAULEY J.W. RAMESH K.T. Fragmentation of an advanced ceramic under ballistic impact: Mechanisms and microstructure. International Journal of Impact Engineering 102 pp 47 – 54, 2017.

HU H. et al, Stretchable ultrasonic transducer arrays for three-dimensional imaging on complex surfaces. Sci. Adv. 2018;4: eaar3979 23, 2018.

JIN H., GUTIERREZA J., OBLAK P., ZUPANCIC B., EMRI I., **The Effect of extensive mechanical recycling on the properties of low density polyethylene**. Polymer Degradation and Stability 97. pp 2262e2272, 2012.

KARAHAN M. Comparison of Ballistic Performance and Energy Absorption. Capabilities of Woven and Unidirectional Aramid Fabrics. Textile Research Journal Vol 78(8): 718–730 DOI: 10.1177/0040517508090487. 2008.

KARAKOÇ H., KARABULUT S., CITAK R. **Study on mechanical and ballistic** performances of boron carbide reinforced Al 6061 aluminum alloy produced by powder metallurgy. Composites Part B 148. Pp 68–80. 2018.

KAUFMANN C., et al., **Influence of material properties on the ballistic performance of ceramics for personal body armour**., Shock and Vibration 10. pp. 51–58., 2003.

KHALAF M. N., **Mechanical properties of filled high density polyethylene.** Journal of Saudi Chemical Society.19. pp 88-91. 2015.

KHANAM P. N., ALMAADEED M. A.A. (2015) **Processing and characterization of polyethylene-based composites, Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science**, 1:2, 63-79, DOI: 10.1179/2055035915Y.0000000002, 2015

KOHLHAUSER C., HELLMICH C., Ultrasonic contact pulse transmission for elastic wave velocity and stiffness determination: Influence of specimen geometry and porosity. Engineering Structures 47. pp 115–133, 2013.

KRÁSNY I., et al., **The effect of low temperature air plasma treatment on physicochemical properties of kaolinite/polyethylene composites**. Composites: Part B 59. pp. 293–299, 2014.

KRELL A., STRASSBURGER E., Order of influences on the ballistic resistance of armor ceramics and single crystals. Materials Science & Engineering A 597. pp. 422–430. 2014.

KRIMSKY E., RAMESH K.T, BRATCHERC M., FOSTER M., HOGAN J.D. Quantification of damage and its effects on the compressive strength of an advanced ceramic. Engineering Fracture Mechanics 208 pp 107–118, 2019.

LAOUTID F., BONNAUD L., ALEXANDRE M., CUESTA J. DUBOIS. **New prospects in flame retardant polymer materials: From fundamentals to nanocomposites**. Materials Science and Engineering R 63. 100–125, 2009.

LAUFER N., HANSMANN H., KOCH M., BOSS C., OFE S., DUNGEN M. Influence of interparticle interaction effects on the rheological properties of low density polyethylene filled with glass beads. Polymer Testing 62 pp. 440e446, 2017.

LÉO S., TALLON C., STONE N., FRANKS G.V. Near-Net-Shaping Methods for Ceramic Elements of (Body) Armor Systems. Journal American Ceramic Society. [10] pp 3013–3033. 2014.

LI D., ZHOU L., WANG X., HE L., YANG X. Effect of Crystallinity of Polyethylene with Different Densities on Breakdown Strength and Conductance Property. Materials, 12, 1746; doi:10.3390/ma12111746, 2019.

LIMA JUNIOR E.P., **Compósito de polietileno de ultra-alto peso molecular reforçado por nanopartículas de carbeto de boro para proteção balística.** Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.

LIN J.H. et al, **Preparation and Compatibility Evaluation of Polypropylene/High Density Polyethylene Polyblends**. Materials , 8, 8850–8859; doi:10.3390/ma8125496, 2015.

LINS S.A.B., ROCHA M. C. G., D´ÁLMEIDA J.R. **Mechanical and thermal properties** of high-density polyethylene/alumina/glass fiber hybrid composites. Journal of Thermoplastic Composite Materials. pp. 1-16. 2018.

LOCKARD, C.D., Anomaly detection in radiographic images of composite materials via crosshatch regression (1586713 M.A.) Mills College Ann Arbor. Retrieved from ProQuest Dissertations & Theses Global database., 2015.

MAHMOUD M., et.al., Fabrication, characterization and gamma rays shielding properties of nano and micro lead oxide-dispersed-high density polyethylene composites. Radiation Physics and Chemistry 145. pp. 160–173, 2018.

MANO E.B., MENDES L.C. Introdução a Polímeros. Editora Edgard Blucher LTDA. 2004.

MAPELLI C, A. MANES, M. GIGLIO, D. MOMBELLI. **Structural Effect Evaluation of Ballistic Impact on a Shaft by Crystallography.** Tech Science Press SDHM, vol.9, no.2, pp.181-199, 2013.

MATZINOS P., TSERKI V., GIANIKOURIS C., PAVLIDOU E., PANAYIOTOU. **Processing and characterization of LDPE/starch/PCL blends**. European Polymer Journal 38. pp. 1713–1720, 2002.

MEDVEDOVSKI, E. Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. Part 1. Ceramics International 36. pp 2117-2127. 2010.

MOHAGHEGHIAN I., MCSHANE G.J., STRONGE W.J, **Impact perforation of monolithic polyethylene plates: Projectile nose shape dependence**. International Journal of Impact Engineering 80. pp. 162e176, 2015.

MOHAMMAD Taghi Hamed Mosavian , Alireza Bakhtiari & Samaneh Sahebian. Influence of Alumina Particles on Thermal Behavior of High Density Polyethylene (HDPE), Polymer-Plastics Technology and Engineering, 51:2, 214-219, DOI: 10.1080/03602559.2011.557820, 2012.

MONTEIRO S.N., LOURO L.H.L., GOMES A.V. CHAGAS F.M., CALDEIRA A.B. LIMA JR. E.P., **How effecive is a convex Al2O3-Nb2O5 ceramic armor?.** Ceramics International 42. pp7844-7847, 2016.

MORREL R., Carbon/Carbon, Cement, and Ceramic Matrix Composites. 2000.

MUNARO M., **Desenvolvimento de blendas de polietileno com desempenho aperfeiçoado para utilização no setor elétrico**. Tese de Doutorado Universidade Federal do Paraná, Paraná, 2007.

MUSTAFA N.S. Effect of kaolin on the mechanical properties of polypropylene/ polyethylene composite material. Diyala Journal of Engineering Sciences. Vol. 05, n°. 02, pp. 162-178, December, 2012.

NAGHAVI M. **Global Mortality From Firearms.** 1990-2016. JAMA. 2018;320 (8):792–814. doi:10.1001/jama.2018.10060. 2016.

NGU J. NOSHIDA I., AKMIL M., CHUAH A., THEVY R.C. **Thermal properties of lowdensity polyethylene/ALPHAalumina nanocomposites**. Journal of Thermoplastic Composite Materials 25(4) 415–426. 2011.

NIJ Standard 0101.04. **Ballistic Resistance of Personal Body Armor**. U.S. Department of Justice/Office of Justice Programs - National Institute of Justice, 2000.

NIJ Standard 0101.06. **Ballistic Resistance of Personal Body Armor**. U.S. Department of Justice/Office of Justice Programs - National Institute of Justice, 2008.

NIJ Standard 0108.01 **Ballistic Resistance of Personal Body Armor**. U.S. Department of Justice/Office of Justice Programs - National Institute of Justice, 1985.

OBIDIEGWU M.U., OGBOBE O., Mechanical aand flammability properties of low density polyethylene/kola nitida wood fibre composites. Academic Research International. Vol. 2, No. 3, 2012.

ODANOVIC Z., BOBIC B., **Ballistic protection efficiency of composite ceramics/metal armours**. Scientific-Technical Review,vol.LIII,n°.3, 2003.

ODUOLA K., OZIOKO F., Enhancement of High-Density Polyethylene Properties by Impregnation with Inorganic Alumina Filler. American Journal of Chemical Engineering. pp. 49-54. 2017.

OLYMPUS disponível em https://www.olympus-ims.com/en/ndt-tutorials/flawdetection/general/ acesso em 27.09.2019. OMAR M.F., JAYA H. AKIL H.MD., AHMAD Z.A., NORIMAN N.Z., **Mechanical properties of high density polyethylene (HDPE)/ Sawdust composite under wide range of strain rate**. Applied Mechanics and Materials Vols. 754-755 (2015) pp 83-88. 2015

OMNEXUS. Disponível em https:// omnexus.specialchem.com/polymerproperties/properties/hardness-shore-d. Acesso em 12.09.2019.

PICKERING E.G., O'MASTA M.R., WADLEY H.N.G., DESHPANDE V.S. Effect of confinement on the static and dynamic indentation response of model ceramic and cermet materials International Journal of Impact Engineering 110 123-137. 2016.

PORABKA A., JURKOWSKI K., LASKA J. Fly ash used as a reinforcing and flameretardant filler in low-density polyethylene. POLIMERY 2015, 60, nr 4, 2015.

POTTER AW, GONZALEZ JA, KARIS AJ, XU X. **Biophysical Assessment and Predicted Thermophysiologic Effects of Body Armor.** PloS ONE 10(7): e0132698. doi:10.1371/journal. pone.0132698. 2015.

PRAT, N., RONGIERAS, F., SARRON, J. C. **Contemporary body armor: technical data, injuries, and limits**. Eur J Trauma Emerg Surg. 38: 95. https://doi.org/10.1007/s00068-012-0175-0, 2012.

RAHBEK D.B., SIMONS J.W., JOHNSEN B.B, KOBAYASHI T., **Effect of composite on ballistic fracture damage development in ceramic plates**. International Journal of Impact Engineering 99. pp 58-68. 2017.

RAMKUMAR. R. C., SUGUMARAN P. Investigation on Dielectric Properties of HDPE with Alumina Nano Fillers. 2016.

Ramos F.J.H.T.V., Mendes L.C. **Recycled HDPE/GYPSUM composites: valuation of microscopic thermal, flammability and mechanical properties.** Green Chemistry Letters and Reviews. 2015.

RAY S.S., OKAMOTO M. **Polymer/layered silicate nanocomposite: a review from preparation to processing**. Prog. Polym. Sci. xx, 2003.

REPORTLINKER. **The Global Body Armor and Personal Protection Market** 2017–2027 https://www.prnewswire.com/news-releases/the-global-body-armor-and-personal-protection-market-2018-2028-300703321.html.2018.(acesso em 09 Set. 2019).

ROSTEK, E., Biernat, K., Thermogravimetry as a Research Method in the Transformation Processes of Waste Rubber and Plastic Products for Energy Carriers (WtE and WtL Processes), J. sustain. dev. energy water environ. syst., 1(2), pp 163-171, DOI: http://dx.doi.org/10.13044/j.sdewes.2013.01.0012, 2013.

SABET M., SOLEIMANI H. Inclusion of graphene on LDPE properties. Hellyon 5 Heliyon 5, e02053, 2019.

SAMPAIO, J. A.; SILVA, F. A. N. G.. Determinação das densidades de sólidos e de polpa. IN: Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, p. 37-51, 2007.

SAVIO S.G., MADHU V., Ballistic performance evaluation of ceramic tiles with respect to projectile velocity against hard steel projectile using DOP test. International Journal of Impact Engineering 113. pp 161-167. 2018.

SCOTT, R. A. Textiles for Protection, Woodhead Publishing. Cambridge, 2005.

SHAH V. Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis. Third Edition. Wileyinterscience A John Wiley & Sonns, INC., Pubication. 2007.

SHAHRAJABIAN H., SADEGHIAN F., **The investigation of alumina nanoparticles' efects on the mechanical and thermal properties of HDPE/rPET/MAPE blends**. International Nano Letters 9:213–219 https://doi.org/10.1007/s40089-019-0273-7, 2019.

SHAKTIVESH, N.S. NAIR, Ch.V. SESHA KUMAR, N.K. NAIK. **Ballistic impact** performance of composite targets. Materials and Design 51. 833–846.2013.

SHEN L., LI J., LI R., LIN H., CHEN J., LIAO B., **A new strategy to produce low-density polyethylene (LDPE)-based composites simultaneously with high flame retardancy and high mechanical properties.** Applied Surface Science 437, 75–81, 2018.

SILVA M.V., D. STAINER, H. A. AI-QURESHI, O. R. K. MONTEDO, and D. HOTZA. Alumina-Based Ceramics for Armor Application: Mechanical Characterization and Ballistic Testing. Journal of Ceramics. pp 1-6. 2014.

SURESH B., MARUTHAMUTHU S., KANNAM M., CHANDRAMOHAN A., **Mechanical** and surface properties of low-density polyethylene film modified by photooxidation. Polymer Journal 43, 398–406 & The Society of Polymer Science, Japan (SPSJ) 2011.

SURYANARAYANA C, NORTON G., **Difração de Raios – X**. 273 pág. Editora Springer US 1998. DOI 10.1007 / 978-1-4899-0148-4, 1998.

SUTHERLAND. L.S. A review of impact testing on marine composite materials: Part I – Marine impacts on marine composites. Composite Structures 188 197–208, 2018.

SWAB J. J. **Proceeding of the 29th international conference on Advanced Ceramics and Composites**, Cocoa Beach, Florida, USA, 2005.

SZUSTAKIEWICZ K., CICHY B., GAZINSKA M., **Comparative study on flame, thermal, and mechanical properties of HDPE/clay nanocomposites with MPP or APP**. Journal of Reinforced Plastics and Composites 32(14) 1005–1017, 2013.

UBEYLI M., Ballistic impact performance of an armor material consisting of alumina and dual phase steel layers. Materials and Design 32. pp. 1565–1570, 2011.

VELEZ M. F. M., SALAZAR M.A.H., HERNANDEZ J.H., Effect of content and surface modification of Fique fibers on the properties of low-density polyethylene (LDPE)-Al/Fique Composite. Polymers, 2018.

WANG L., S KANESALINGAM S., R NAYAK R. and PADHYE R., **Recent Trends in Ballistic Protection**. Textiles and Light Industrial Science and Technology (TLIST) Volume 3, 2014.

WANG N., XIANG D., MO P., LU Y., Flame retardant low density polyethylene with aluminium hydroxide/ commercial fire retardants FR01 synergistic system. Advanced Materials Research Vols. 652-654, pp. 485-489 doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.652-654.485, 2013. WICKRAMAARACHCHI W.V.W.H., WALPALAGE S., EGODAGE S.M. Identification of he Polyethylene Grade Most Suitable for Natural Rubber-Polyethylene Blends used for Roofing Applications. ENGINEER - Vol. XLIX, N°. 04, pp. [9-14], ENGINEER - Vol. XLIX, N°. 04, pp. , 2016

WIŚNIEWSKI A. **Nanotechnology for increase of body protection capability**. Military Institute of Armament Technology. 2008.

WROBÉL I. L.C. **Contemporary Personal Ballistic Protection (PBP),** Textiles for Advanced Applications, Bipin Kumar and Suman Thakur, IntechOpen, DOI: 10.5772/intechopen.69085. Available from: https://www.intechopen.com/books/textiles-for-advanced applications/contemporary-personal-ballistic-protection-pbp. 2017.

XIE K., et al., **Microstructural characterization of boron-rich boron carbide**. Acta Materialia 136. pp. 202e214, 2017.

YASIN T., KHAN M. N., **High density polyethylene/boron carbide composites for neutron shieldind.** E-polymers, n°059 ISSN 1618-7229, 2008.

YUNGWIRTH C.J., O'CONNOR J., ZAKRAYSEK A., DESHPANDE S. V. WADLWY H N.G., **Explorations of Hybrid Sandwich Panel Concepts for Projectile Impact Mitigation**. Journal American Ceramic Society, 94 [S1] S62-S75. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2011.04501.x, 2011.

ZHANG Y., BEN JARP-Y,T. NGUYEN K. C., LE L.H., **Characterization of ductile damage in polyethylene plate using ultrasonic testing**. Polymer Testing 62. pp. 51e60, 2017.

ZHANG S., CAO X.Y., MA Y.A., KE Y.C., ZHANG J.K., WANG F.S., **The effects of** particle size and content on the thermal conductivity and mechanical properties of Al2O3/high density polyethylene (HDPE) composites. EXPRESS Polymer Letters Vol.5, N°.7 581–590 Available online at www.expresspolymlett.com DOI: 10.3144/expresspolymlett.2011.57, 2011.

ZHU J., COLLINS R.P., BOXALL J.B., MILLS R.S., **Non-Destructive In-Situ Condition Assessment of Plastic Pipe Using Ultrasound**. Procedia Engineering 119. pp 148 – 157, 2015.

ZURAIMI R., SULAIMAN M.A., MOHAMAD E., GHANI J.A. **Tensile strehgh analysis** of high density polyethylene for injection moulded parts. pp 151-164, 2017.

7 APÊNDICES

.

7.1 APÊNDICE 1: DADOS DO ENSAIO DE DUREZA

		1				
	1	2	3	4	5	6
	A00	A70	A75	A80	A85	A90
1	39	41	51	43	39	41
2	49	41	41	41	41	31
3	39	41	41	41	41	41
4	41	33	41	49	41	21
5	39	41	41	39	31	31
6	41	49	35	39	39	41
7	35	49	41	41	39	29
8	39	41	41	39	49	21
9	41	41	41	41	41	31
10	41	41	41	39	31	19
11	42	56	45	31	39	29
12	39	51	41	45	45	29
13	41	30	35	43	41	41
14	49	41	44	40	41	31
15	39	49	44	43	41	31
16	31	43	39	47	38	35
17	42	37	51	40	39	31
18	41	45	43	35	51	36
19	41	41	32	36	41	31
20	41	31	37	36	41	26
Média	40,5	42,1	41,3	40,4	40,5	31,3
Desv. Pad.	3,9	6,5	4,6	4,1	4,6	6,6

TAB 7.1 Medições de dureza Shore D PEBD e PEBD + AI_2O_3 .

	A00	ACB70	ACB 75	ACB 80	ACB 85	ACB 90
1	39	41	49	39	35	31
2	49	40	49	48	41	39
3	39	41	43	45	40	24
4	41	33	47	41	47	21
5	39	33	46	43	29	42
6	41	31	41	49	29	41
7	35	32	48	39	39	20
8	39	41	48	44	25	31
9	41	43	41	34	46	29
10	41	41	51	41	37	33
11	42	40	39	49	35	25
12	39	39	29	45	41	24
13	41	41	56	41	45	31
14	49	30	50	45	41	39
15	39	38	47	49	45	41
16	31	41	41	50	39	30
17	42	49	49	40	39	40
18	41	40	45	49	39	41
19	41	41	47	46	34	39
20	41	38	45	44	41	41
Média	40,5	38,6	45,6	44,1	38,4	33,1
Desv. Pad.	3,9	4,6	5,6	4,3	5,9	7,5

TAB 7.2 Medições de dureza Shore D PEBD e PEBD + $AI_2O_{3+}B_4C$.

7.2 APÊNDICE 2: DADOS DO ENSAIO DE FLAMABILIDADE

Amostras	A00	A 70	A 75	A 80	A 85	A 90
1	2,58	5,5	8,15	6,45	6,35	0,39
2	2,36	5,38	8,5	6,37	0,19	0,29
3	2,43	7,3	7,52	6,37	4,55	0,31
4	2,3	7	10,21	4,13	4,5	-
5	2,24	7,02	7,47	6,18	5,52	-
Média	2,4	6,4	8,4	5,9	4,2	0,3
Des. Pad.	0,1	0,9	1,1	1,0	2,4	0,1

TAB 7.3 PEBD e PEBD + Al₂O₃.

TAB 7.4 PEBD e PEBD + Al₂O₃.

Amostras	A 00	ACB 70	ACB 75	ACB 80	ACB 85	ACB 90
1	2,6	4,4	8,3	13,6	6,2	1,4
2	2,4	6,2	5,3	14,7	7,6	1,5
3	2,4	5,4	5,4	13,7	7,5	7
4	2,3	4,1	4,5	14,4	6,4	1,1
5	2,3	4,5	7,3	12,5	4	2,3
Média	2,4	4,9	6,2	13,8	6,3	2,6
Des.Pad.	0,1	0,9	1,6	0,9	1,4	2,5
7.3 APÊNDICE 3: DADOS DO ENSAIO DE IMPACTO.

	Amostras	Amostras							
(L) me	A00	A 70	A 75	A 80	A 85	A 90			
	10,0	18,0	12,0	10,0	1,0	2,0			
ia	10,0	16,0	8,0	10,0	3,0	1,0			
Energ	10,5	16,0	13,0	10,5	8,0	2,0			
	10,0	7,0	11,0	8,0	5,0	1,0			
	10,0	16,0	11,5	5,0	7,0	5,0			
Média	10,1	14,6	11,1	8,7	4,8	2,2			
Des.Pad.	0,2	4,3	1,9	2,3	2,9	1,6			

TAB 7.5 Ensaio de impacto do PEBD e dos compósitos de PEBD + Al₂O₃.

TAB 7.6 Ensaio de impacto do PEBD e dos compósitos de PEBD + AI_2O_3 + B_4C .

	Amostras	Amostras						
Î Î	۸.00	ACB	ACB	ACB	ACB	ACB		
gia em (,	A00	70	75	80	85	90		
	10,0	6,0	8,0	6,0	5,0	2,0		
	10,0	6,0	13,0	3,0	4,0	2,0		
Jer	10,5	3,0	10,0	4,0	5,0	2,0		
Ш Ш	10,0	2,0	10,0	6,0	6,0	3,0		
	10,0	-	-	5,0	3,0	2,0		
Média	10,1	4,3	10,3	4,8	4,6	2,2		
Des. Pad.	0,2	2,1	2,1	1,3	1,1	0,4		

7.4 APÊNDICE 4: ENSAIOS RADIOGRÁFICOS COM IRÍDIO E RAIOS X.



FIG. 7.1 (a) imagem do ensaio da amostra A00 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A 00 com raios X.



FIG. 7.2 (a) imagem do ensaio da amostra A70 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A 70 com raios X.



FIG. 7.3 (a) imagem do ensaio da amostra A75 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A 75 com raios X.



FIG. 7.4 (a) imagem do ensaio da amostra A80 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A80 com raios X.



Fig.7.5 (a) imagem do ensaio da amostra A85 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A85 com raios X.



FIG. 7.6 (a) imagem do ensaio da amostra A90 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra A90 com raios X.



FIG. 7.7 (a) imagem do ensaio da amostra ACB70 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra ACB70 com raios X.



FIG.7.8 (a) imagem do ensaio da amostra ACB75 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra ACB75 com raios X.



FIG. 7.9 (a) imagem do ensaio do da amostra ACB80 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra ACB80 com raios X.



FIG.7.10 (a) imagem do ensaio da amostra ACB85 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra ACB85 com raios X.



FIG. 7.11 (a) imagem do ensaio da amostra ACB90 com Irídio (b) imagem do ensaio da amostra ACB90 com raios X

•

7.5 APÊNDICE 5: MÉDIA DAS MEDIÇÕES ULTRASSÔNICAS

Tabela I - Resultados das Medições												
N°	A00 A70		70	A75 A80			A85		A90			
	Velocidade do Pulso (mm/s)											
1	5482	2741	4552	2276	5343	2672	4905	2453	4400	2200	5063	2532
2	5511	2756	4270	2135	5298	2649	4910	2455	4530	2265	5040	2520
3	5517	2759	4892	2446	5313	2657	4940	2470	4750	2375	5230	2615
4	5508	2754	4690	2345	5314	2657	4897	2449	4561	2281	5046	2523
5	5493	2747	4695	2348	5319	2660	4908	2454	4563	2282	5062	2531
6	5506	2753	4249	2125	5314	2657	4914	2457	4562	2281	5076	2538
7	5514	2757	4706	2353	5274	2637	4913	2457	4577	2289	5063	2532
8	5504	2752	4267	2134	5334	2667	4912	2456	4563	2282	5063	2532
9	5467	2734	4261	2131	5530	2765	4914	2457	4574	2287	5075	2538
10	5480	2740	4258	2129	5327	2664	4901	2451	4565	2283	5040	2520
11	5498	2749	4593	2297	5327	2664	5939	2970	5057	2529	5635	2818
12	5496	2748	4934	2467	5312	2656	5922	2961	5040	2520	5901	2951
13	5484	2742	4937	2469	5313	2657	5917	2959	5249	2625	5607	2804
14	5691	2846	4939	2470	5279	2640	5879	2940	5068	2534	5849	2925
15	5480	2740	4920	2460	5294	2647	5914	2957	5049	2525	5875	2938
16	5697	2849	4931	2466	5560	2780	5653	2827	5291	2646	5845	2923
17	5439	2720	4720	2360	5313	2657	5903	2952	5030	2515	5911	2956
18	5680	2840	4923	2462	5317	2659	5910	2955	5039	2520	5829	2915
19	5451	2726	4941	2471	5325	2663	5895	2948	5807	2904	5849	2925
20	5446	2723	4920	2460	5340	2670	5910	2955	5027	2514	5858	2929
21	5486	2743	4919	2460	4763	2382	5715	2858	5327	2664	5916	2958
22	5718	2859	4938	2469	4748	2374	5673	2837	5308	2654	5905	2953
23	5495	2748	4934	2467	4737	2369	5715	2858	5304	2652	5862	2931
24	5700	2850	4908	2454	4744	2372	5719	2860	5271	2636	5904	2952
25	5719	2860	4716	2358	4733	2367	5707	2854	5305	2653	5915	2958
26	5765	2883	4912	2456	4759	2380	5688	2844	5393	2697	5892	2946
27	5697	2849	4942	2471	4790	2395	5692	2846	5366	2683	5904	2952
28	5735	2868	4894	2447	4763	2382	5704	2852	5347	2674	5881	2941
29	5697	2849	4924	2462	4741	2371	5673	2837	5351	2676	5923	2962
30	5704	2852	4897	2449	4733	2367	5658	2829	5370	2685	5889	2945
31	4945	2473	4934	2467	4568	2284	5087	2544	5092	2546	5663	2832
32	4934	2467	4949	2475	4809	2405	5080	2540	5073	2537	5431	2716
33	4942	2471	4930	2465	5076	2538	5051	2526	5088	2544	5410	2705
34	4923	2462	4919	2460	4777	2389	5062	2531	4899	2450	5421	2711
35	4938	2469	4950	2475	4777	2389	5051	2526	4860	2430	5450	2725
36	4930	2465	4934	2467	4770	2385	5058	2529	4870	2435	5432	2716
37	4949	2475	4923	2462	4579	2290	5062	2531	4856	2428	5424	2712
38	4942	2471	4912	2456	4584	2292	5058	2529	4852	2426	5439	2720
39	4934	2467	4934	2467	5523	2762	5065	2533	4870	2435	5446	2723
40	4942	2471	4919	2460	4561	2281	5062	2531	4874	2437	5453	2727
Média	5411	2705	4797	2399	5057	2529	5388	2694	4999	2500	5562	2781
d.pad	292,8	146,4	229,2	114,6	323	161,5	417,3	208,7	322,1	161	337,3	168,6

TAB 7.7 Medições ultrassônicas nas amostras de PEBD e	$PEBD + AI_2O_3$.
---	--------------------

NIQ	A CT	2 70								
1	4560	2200	AC	010 000	5200 2640 5		ACB 05		5206	0 90 2649
1	4500	2200	4504	2202	5299	2049,0	5299	2049,0	5290	2040
2	4545	2272,5	4049	2274,5	5320	2003	5200	2044	5215	2009
3	4572	2200	4007	2270,0	5299	2049,0	5265	2042	5224	2072,3
	4505	2291,5	4500	2204	5204	2042	5205	2032,5	5334	2007
5	4549	2214,5	4560	2290	5299	2049,5	5201	2030,5	5300	2050
7	4504	2202	4562	2202	5214	2055,5	5211	2042	5300	2030
8	4500	2230	4555	2270,3	5310	2655	5202	2000,0	5274	2072,5
9	4549	2274,5	4565	2282.5	5307	2653 5	5265	2632.5	5304	2652
10	4580	2274,0	4553	2276 5	5201	2645 5	5200	2638.5	5316	2658
11	3800	1900	5146	2573	4941	2045,5	4748	2030,3	4720	2360
12	3810	1909 5	5142	2573	4040	2474.5	4716	2358	4724	2362
12	3796	1898	5135	2567 5	4949	2474.5	4705	2352 5	4727	2363 5
14	3792	1896	5146	2573	4934	2467	4730	2365	4731	2365.5
15	3800	1900	5131	2565.5	4945	2472.5	4723	2361.5	4735	2367.5
16	3808	1904	5143	2571.5	4941	2470.5	4701	2350.5	4717	2358.5
17	3804	1902	5150	2575	4949	2474.5	4719	2359.5	4724	2362
18	3811	1905.5	5131	2565.5	4957	2478.5	4709	2354.5	4735	2367.5
19	3792	1896	5154	2577	4949	2474.5	4727	2363.5	4709	2354.5
20	3792	1896	5147	2573.5	4953	2476.5	4730	2365	4728	2364
21	3786	1893	3973	1986.5	5204	2602	5426	2713	5072	2536
22	3633	1816.5	4950	2475	5201	2600.5	5052	2526	5084	2542
23	3792	1896	4734	2367	5392	2696	5447	2723,5	5273	2636,5
24	3797	1898,5	4956	2478	5183	2591,5	5278	2639	5297	2648,5
25	3789	1894,5	4961	2480,5	5200	2600	5036	2518	5075	2537,5
26	3793	1896,5	4941	2470,5	5416	2708	5439	2719,5	5321	2660,5
27	3798	1899	4931	2465,5	5181	2590,5	5039	2519,5	5075	2537,5
28	3793	1896,5	4941	2470,5	5419	2709,5	5447	2723,5	5307	2653,5
29	3799	1899,5	4725	2362,5	5199	2599,5	5040	2520	5094	2547
30	3649	1824,5	4732	2366	5403	2701,5	5040	2520	5087	2543,5
31	3786	1893	4947	2473,5	5173	2586,5	5063	2531,5	5071	2535,5
32	3768	1884	4923	2461,5	5370	2685	5249	2624,5	5317	2658,5
33	3631	1815,5	4932	2466	5172	2586	5252	2626	5053	2526,5
34	3899	1949,5	4626	2313	5165	2582,5	5017	2508,5	5075	2537,5
35	3776	1888	4716	2358	5173	2586,5	5021	2510,5	5306	2653
36	3634	1817	4699	2349,5	4949	2474,5	5051	2525,5	5073	2536,5
37	3620	1810	4700	2350	4953	2476,5	5040	2520	5292	2646
38	3781	1890,5	4915	2457,5	5191	2595,5	5035	2517,5	5079	2539,5
39	3802	1901	4916	2458	5193	2596,5	5257	2628,5	5056	2528
40	3793	1896,5	4909	2454,5	5165	2582,5	5264	2632	5086	2543
Média	4176,5	2088	4737	2368	5232	2616	5282	2641	5191	2596
desv pad.		174	260	130	162	81	245	123	232	116

TAB 7.8 Medições ultrassônicas nas amostras de PEBD e PEBD + AI_2O_3 + B_4C

7.6 APÊNDICE 6: IMAGENS DE DSC

7.6.1 AMOSTRA A00



FIG. 7.12 AMOSTRA A00 1° Aquecimento.



FIG. 7.13 AMOSTRA A00 2° Aquecimento.

7.6.2 AMOSTRA A 70



FIG. 7.14 Amostra A70 1° Aquecimento



FIG. 7.15 Amostra A70 2° Aquecimento

7.6.3 AMOSTRA A75



FIG. 7.16 Amostra A75 1° Aquecimento



FIG. 7.17 Amostra A75 2° Aquecimento

7.6.4 AMOSTRA A80



FIG. 7.18 Amostra A80 1° Aquecimento



FIG. 7.19 Amostra A80 2° Aquecimento

7.6.5 AMOSTRA A85



FIG. 7.20 Amostra A85 1° Aquecimento



FIG. 7.21Amostra A85 2° Aquecimento

7.6.6 AMOSTRA A90



FIG. 7.22 Amostra A90 1° Aquecimento



FIG. 7.23 Amostra A90 2° Aquecimento

7.6.7 AMOSTRA ACB 70



FIG. 7.24 Amostra ACB70 1° Aquecimento



FIG. 7.25 Amostra ACB 70 2° Aquecimento

7.6.8 AMOSTRA ACB 75



FIG. 7.26 Amostra ACB75 1° Aquecimento



FIG. 7.27 Amostra ACB75 2° Aquecimento

7.6.9 AMOSTRA ACB 80



FIG. 7.28 Amostra ACB80 1° Aquecimento



FIG. 7.29 Amostra ACB80 2° Aquecimento

7.6.10 AMOSTRA ACB 85



FIG. 7.30 Amostra ACB85 1° Aquecimento



FIG. 7.31Amostra ACB85 2° Aquecimento

7.6.11 AMOSTRA ACB 90



FIG. 7.32 Amostra ACB 90 1° Aquecimento



FIG. 7.33 Amostra ACB 90 2° Aquecimento

7.7 APÊNDICE 7: GRÁFICOS ENSAIO DE TRAÇÃO

7.7.1 Amostra A00



FIG. 7.34 Ensaio de tração das Amostras A00

Amostra A00 - 1 120,0 100,0 80,0 Tesnão (MPa) 60,0 40,0 20,0 0,0 0,1 0,2 0,5 0,9 0,4 0,6 0,7 0,8 Ó 0,3 -20,0 Deformação mm/mm







FIG. 7.35 Ensaio de compressão das Amostras A00

7.8.2 Amostras A70







FIG. 7.36 Ensaio de compressão das Amostras A70

7.8.3 Amostras A75







FIG. 7.37 Ensaio de Compressão das Amostras A75

7.8.4 Amostras A80







FIG. 7.38 Ensaio de Compressão das Amostras A80

7.8.5 Amostras A85







FIG. 7.39 Ensaio de Compressão das Amostras A85

7.8.6 Amostras ACB 70







FIG. 7.40 Ensaio de Compressão das Amostras ACB70

7.8.7 Amostras ACB 75







FIG. 7.41Ensaio de Compressão das Amostras ACB75

7.8.8 Amostras A80







FIG. 7.42 Ensaio de Compressão das Amostras ACB 80

7.8.9. Amostras ACB 85







