

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CONSTRUÇÃO CIVIL**

**ESTUDO EXPLORATÓRIO DE UM SENSOR DE DEFORMAÇÃO  
UTILIZANDO NANOTUBOS DE CARBONO PARA MATERIAIS  
CIMENTÍCIOS**

Autor: Lucas Freitas de Pinho Tavares

Orientador: José Marcio Fonseca Calixto

Co-orientador: Luiz Orlando Ladeira

Belo Horizonte

Maio/2020

Lucas Freitas de Pinho Tavares

**ESTUDO EXPLORATÓRIO DE UM SENSOR DE DEFORMAÇÃO  
UTILIZANDO NANOTUBOS DE CARBONO PARA MATERIAIS  
CIMENTÍCIOS**

Dissertação apresentada a Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Construção Civil. Área de concentração: Tecnologia na Construção Civil. Linha de pesquisa: Materiais de Construção Civil.

Orientador: José Marcio Fonseca Calixto  
Co-orientador: Luiz Orlando Ladeira

Belo Horizonte

Escola de Engenharia da UFMG

2020

T231e	<p>Tavares, Lucas Freitas de Pinho. Estudo exploratório de um sensor de deformação utilizando nanotubos de carbono para materiais cimentícios [recurso eletrônico] / Lucas Freitas de Pinho Tavares. - 2020. 1 recurso online (xviii,151 f. : il., color.) : pdf.</p> <p>Orientador: José Márcio Fonseca Calixto. Coorientador: Luiz Orlando Ladeira.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Apêndices: f. 135-151.</p> <p>Bibliografia: f. 129-134.</p> <p>1. Construção civil - Teses. 2. Nanotubos de carbono - Teses. 3. Argamassa - Teses. 4. Deformações (Mecânica) - Teses. I. Calixto, José Márcio Fonseca, 1957-. II. Ladeira, Luiz Orlando. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU: 691 (043)</p>
-------	---

LUCAS FREITAS DE PINHO TAVARES

**"ESTUDO EXPLORATÓRIO DUM SENSOR DE DEFORMAÇÃO  
UTILIZANDO NANOTUBOS DE CARBONO PARA MATERIAIS  
CIMENTÍCIOS"**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Construção Civil e aprovada em sua forma final pelo Mestrado em Construção Civil do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

Belo Horizonte, 06 de maio de 2020.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. José Márcio Fonseca Calixto  
(Orientador)  
DEEs - UFMG

Prof. Dr. Luiz Orlando Ladeira  
(Coorientador)  
FÍSICA - UFMG

Prof. Dr. Roberto Braga Figueiredo  
DEMET - UFMG

Dr. Thiago Henrique Rodrigues da Cunha  
CTNANO - UFMG

**Eduardo  
Chahud**  Assinado de forma  
digital por Eduardo  
Chahud  
Dados: 2021.09.06  
09:56:02 -03'00'

---

**Eduardo Chahud / Maria Teresa Paulino Aguilar**  
Coordenação do Curso de Mestrado em Construção Civil

Os referidos membros e o aluno participaram da defesa por meio de videoconferência.

## Janela do Bandeirante

O Bandeirante foi o primeiro avião  
Turbo hélice de 15 a 20 passageiros  
Concepção projeto e fabricação nacionais  
Sonho de todos os meninos  
Que como eu viram os filmes  
Sobre a segunda grande Guerra  
E com os braços abertos  
Abriam o voo nos quintais, correndo no chão  
Ou pendurados aos galhos da mangueira.  
Muitos deles fizeram desse sonho realidade  
E eu pude vê-los no ITA no CTA e na Embraer  
Admirar sua dedicação estudar e lecionar  
Para os seus sucessores:  
Teoria da fadiga (falha progressiva) e desgaste.  
Pois os materiais como nós trabalham, envelhecem e falham  
Depois de muitos ciclos.  
Isto amei ensinar e deve agora orientar  
A minha velhice que chega!

José A.R. Frota, engenheiro e poeta

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha mãe e pai, Thaís e Ari, por terem me presenteado com a vida e a possibilidade de ser filho deles e por terem me ensinado o valor da compaixão, da empatia e do respeito. Jamais poderei retribuir todo o afeto e apoio que vocês me dão.

À minha querida companheira, amiga, aliada, confrade, cara-metade, brother, correligionária, parceira e agora esposa Mariana.

Ao professor Dr. José Márcio Calixto por ter acreditado no meu potencial, por ter aberto a porta da academia para mim e pela orientação durante esta caminhada. Obrigado pela atenção e dedicação.

Ao professor Dr. Luiz Orlando Ladeira, pela coorientação deste trabalho, pelas ideias sempre certas e pelas palavras de incentivo.

Ao engenheiro e futuro doutor Tarcizo da Cruz por toda ajuda na construção deste trabalho, com apoio tanto técnico e científico quanto emocional.

À equipe do Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno – CTNano/UFMG. Sem a estrutura desta instituição, este trabalho não poderia ter sido realizado. Agradeço a todos os supervisores e técnicos pela disponibilidade e boa vontade.

Em especial aos integrantes e ex-integrantes da frente de cimento, que através do seu companheirismo e conhecimento contribuíram no enriquecimento deste trabalho. Aos engenheiros, mestres e novos amigos Leonardo e Paloma, meus “veteranos”, pelos momentos de descontração e por compartilharem comigo sua experiência. Às mestrandas Lais, Anna, Lu e Luiza pela amizade e apoio mútuo neste percurso do mestrado.

Aos alunos de I.C. e futuros engenheiros pela grande contribuição neste trabalho: Vinicius Hipólito pelo cuidado e zelo na fabricação dos corpos de prova, Guilherme pela curiosidade e pela construção do artigo do IBRACON, Carlos pelo interesse, Ana pela disponibilidade, Alexandra, Danilo, Marcos, Victor e Eliana pela amizade. Ao técnico do laboratório de cimento Afonso pela ajuda

com sua grande experiência, pela amizade e pelo maravilhoso mel que ele produz.

Aos amigos que também fazem parte da equipe do CTNano e que contribuíram com este trabalho, Jesus, Renata, Karla, Luiza, Raquel, Carlos, Leice, Pedro, Luiz, Tiago e Neuma. Um agradecimento especial ao doutorando Cláudio pela disponibilidade e pelo conhecimento transmitido e aos supervisores Thiago Cunha e Vinicius Gomides pelo apoio técnico.

À InterCement pelo patrocínio do projeto e por acreditar na relação empresa/universidade.

À Petrobrás, pelo incentivo a pesquisa aplicada.

Ao BNDES, pela parceria com o CTNano/UFMG.

Ao técnico do Centro de Microscopia da UFMG, Henrique Limborço.

Um agradecimento especial a algumas pessoas que fazem a vida brilhar de verdade. Minhas almas gêmeas Mirela e Phillipe. Amigxs do peito Rafa, Gustavo, Ritinha, Julia, Gibran, Lucas Veloso e Mikael. Ao ramo da minha família que está em Parati no momento: meu querido irmão e cunhada Pedro e Janis e ao meu sobrinho favorito Aron. Ao ramo da minha família que foi agregado quando conheci minha esposa: Dona Lúcia, Sérgio, Guiomar, Ricardo, Gastão, Antônio, Pedro, Sofia e a querida Haydée, sogra, que para mim é sinônimo de admiração. Aos amigos da música que fazem milagres acontecer: integrantes da Iconili por terem “salvado” a minha vida e pela tentativa de construir um mundo mais bacana. Aos companheiros do Babadan, pelos ensinamentos e pelo trabalho em prol da cultura preta.

Finalmente, gostaria de homenagear dois Josés, que em suas passagens por aqui, determinaram para mim grandes exemplos de vida: José Frota, engenheiro e poeta e ao meu avô Jose de Freitas, médico e querido por todos, que seria a primeira pessoa que gostaria de mostrar este trabalho.

## RESUMO

O monitoramento de estruturas é um importante campo de estudo da engenharia, se tornando uma ferramenta essencial para a garantia dos requisitos de segurança e de desempenho de uma edificação. No Brasil é comum a deterioração precoce de estruturas, ou a permanência do serviço mesmo após o final da vida útil prevista em projeto. Um sistema de monitoramento pode contribuir para que a infraestrutura do país possa cumprir seu papel com segurança. Dentro de um sistema de monitoramento, os sensores possuem a função de fornecer informações sobre a deformabilidade dos elementos que compõem a estrutura. Este trabalho propõe a elaboração de um sensor de deformação utilizando nanotubos de carbono (NTC), material que apresenta propriedade piezo-resistiva, que significa que há uma relação entre a resistência elétrica do material e o estado de deformação a que ele está submetido. Para isso foram utilizados corpos de prova de argamassa prismáticos com o sensor de NTC aplicado em uma das faces e um extensômetro elétrico na face oposta. Esforços cíclicos de compressão foram aplicados nos corpos de prova e a deformabilidade destes foram monitoradas pelo sensor de NTC e o extensômetro elétrico e registrados por um sistema de aquisição de dados comercial. Com os resultados foi possível obter a relação entre o sinal piezo-resistivo do sensor de NTC e a deformação aplicada no corpo de prova, medida pelo extensômetro elétrico. A relação obtida é exponencial e se provou reproduzível. O método de fabricação do sensor de NTC foi considerado viável; porém, ainda há necessidade de aprimoramentos.

Palavras-chave: nanotubos de carbono, sistema de monitoramento, sensor de deformação, piezo-resistividade, argamassa

## ABSTRACT

To guarantee the safety of any building structure, a Structural Health Monitoring (SHM) system is essential. In Brazil, a common situation is the deterioration of infrastructure and/or continuous use of it after the end of the life span. A Structural Health Monitoring system can help the country's infrastructure fulfill its expected performance with safety. In an SHM system, a sensor has the purpose of providing information on the deformations of an element that is part of the structure. This study aims to explore a strain gage using carbon nanotubes (CNT). This fact is based on the CNT piezoresistivity property: the CNT electrical resistance is related to its current strain state. Mechanical tests were performed using prismatic mortar specimens, applying the CNT sensor at one face and an electrical strain gage on the opposite face. Cyclic compressive stresses were applied to the specimens and their corresponding strains monitored by the CNT strain gage as well as by the electrical strain gage. These strains were acquired by a commercial data acquisition system. With the results, it was possible to establish a relationship between the strain measured by the strain gauge and the piezoresistive response of the CNT sensor. This relation was exponential, and it was proved reproducible. The method used to manufacture the CNT sensor was considered viable, but it still requires improvements.

Keywords: carbon nanotubes, structural health monitoring, strain gage, piezoresistivity, mortar.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Colapso em viaduto da Marginal Pinheiros, São Paulo.....	2
Figura 3.1: Representação de um nanotubo de carbono de parede simples (NTCPS).....	8
Figura 3.2: Representação de um nanotubo de carbono de paredes múltiplas (NTCPM).....	8
Figura 3.3: Morfologia do tipo Bambu-Herringbone. Microscopia por transmissão de elétrons .....	9
Figura 3.4: Morfologia do tipo Bambu concêntrico. Microscopia por transmissão de elétrons.....	9
Figura 3.5: Parâmetros que quantificam o grau de perfeição de folhas de grafeno .....	10
Figura 3.6: Defeitos 5-7 na superfície de um nanotubo devido ao surgimento de pentágonos e heptágonos .....	10
Figura 3.7: Avaliação da resistência à tração de um NTCPM. ....	12
Figura 3.8: Aplicações de sensoriamento (Cor vermelha) em um componente estrutural .....	18
Figura 3.9: Extensômetro elétrico linear ( <i>Strain Gage</i> ) .....	20
Figura 3.10: Relação linear entre deformação e mudança de diferença de potencial elétrico .....	22
Figura 3.11: Nanotubos de carbono dispersos em uma matriz formando uma rede de percolação.....	23
Figura 3.12: Fenômenos de mudança da rede de nanotubos que provocam o efeito piezo-resistivo.....	25
Figura 3.13: Influência da concentração de nanotubos de carbono na sensibilidade do sensor piezo-resistivo .....	26
Figura 3.14: Respostas não lineares e anti-simétricas para um sensor com diversas concentrações de NTC (1 a 10 wt.%) .....	30
Figura 3.15: Sensibilidade de filmes com diversas concentrações de NTC. ....	31
Figura 3.16: Queda de resistência elétrica em função do aumento de temperatura no ambiente .....	33

Figura 3.17: Conexão dos fios do sistema de aquisição com o sensor através de tinta de prata condutora.....	35
Figura 3.18: Ponte de Wheatstone.....	38
Figura 3.19: Gradiente de velocidade de um fluido ao ser cisalhado por uma placa.....	39
Figura 3.20: Efeito da partícula nas linhas de fluxo do líquido .....	40
Figura 3.21: Modelos reológicos usuais .....	41
Figura 4.1: Imagens de (a) MEV e (b) MET dos nanotubos de carbono funcionalizados.....	45
Figura 4.2: Figura 4.2: Resultado de TG no eixo vertical à esquerda e DTG no eixo vertical à direita.....	46
Figura 4.3: Cuba de aço utilizada na produção de argamassa. ....	49
Figura 4.4: Corpos de prova em processo de cura. ....	50
Figura 4.5: Dispersor do tipo Turrax.....	52
Figura 4.6: Consistência da tinta piezo-resistiva .....	53
Figura 4.7: Configuração do sensor .....	54
Figura 4.8: Abertura de fendas sobre o corpo de prova .....	55
Figura 4.9: Fixação dos fios de cobre sobre as fendas .....	56
Figura 4.10: Máscara para aplicação do filme.....	56
Figura 4.11: Emenda dos fios do sistema de aquisição com os fios de cobre .....	57
Figura 4.12: Aerógrafo para a aplicação da tinta piezo-resistiva.....	58
Figura 4.13: Aquecimento da superfície do corpo de prova através de um soprador industrial.....	59
Figura 4.14: Monitoramento da resistência elétrica do sensor através da leitura em um multímetro .....	60
Figura 4.15: Extensômetro vinculado ao corpo de prova na face oposta ao sensor de NTC .....	62
Figura 4.16: (a) Sensor ao final da pintura. (b) aplicação de fita adesiva para proteção da superfície do sensor .....	62
Figura 4.17: Configuração de um quarto de ponte para o extensômetro .....	65
Figura 4.18: Configuração em meia ponte para o sensor de NTC .....	66
Figura 4.19: Acoplamento da resistência $R_c$ para calibração do sistema.....	67

Figura 4.20: Reta que converte o sinal do sensor em medida de engenharia .....	69
Figura 4.21: A – Reômetro. B – Geometria de cone-placa.....	71
Figura 4.22: Máquina universal para aplicação de esforço de compressão no corpo de prova .....	73
Figura 4.23: Primeira sequência de carga.....	75
Figura 4.24: Segunda sequência de carga.....	75
Figura 4.25: Terceira sequência de carga .....	76
Figura 4.26: Conexão do sensor em meia ponte de Wheatstone com a placa de aquisição de dados .....	77
Figura 4.27: Conexão do sensor ao SAD através de um protoboard .....	78
Figura 4.28: Microscópio eletrônico de varredura - Quanta FED 3D FEI .....	80
Figura 5.1: Resultado do ensaio de reologia rotacional, média das 5 amostras .....	82
Figura 5.2: Organização dos nanotubos de carbono pela aplicação de cisalhamento .....	83
Figura 5.3: Resultado ensaio de compressão .....	84
Figura 5.4: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP01 .....	86
Figura 5.5: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP02 .....	86
Figura 5.6: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP03 .....	87
Figura 5.7: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP04 .....	87
Figura 5.8: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP05 .....	88
Figura 5.9: Segunda sequência de aplicação de carga.....	90
Figura 5.10: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP01.....	91
Figura 5.11: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP02.....	91
Figura 5.12: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP03.....	92
Figura 5.13: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP04.....	92
Figura 5.14: Histerese mecânica observada pela medida do extensômetro, para o primeiro ciclo do corpo de prova TP02.....	94
Figura 5.15: Determinação da carga correspondente a deformação de 1 ‰ .....	95
Figura 5.16: Terceira sequência de aplicação de carga. A seta vermelha aponta o início do quinto ciclo de carga .....	96
Figura 5.17: Resultado terceira sequência de aplicação de carga: TP01 ....	97

Figura 5.18: Resultado terceira sequência de aplicação de carga: TP02 ....	97
Figura 5.19: Resultado terceira sequência de aplicação de carga: TP03 ....	98
Figura 5.20: Resultado terceira sequência de aplicação de carga: TP04 ....	98
Figura 5.21: Resultado terceira sequência de aplicação de carga, corpos de prova TP01, TP02 e TP04 .....	100
Figura 5.22: Retas ascendentes em amarelo serão utilizadas para a próxima análise .....	101
Figura 5.23: Resposta do extensômetro em função da carga aplicada: TP01 .....	101
Figura 5.24: Resposta do extensômetro em função da carga aplicada: TP02 .....	102
Figura 5.25: Resposta do extensômetro em função da carga aplicada: TP04 .....	102
Figura 5.26: Resposta do sensor de NTC em função da carga aplicada: TP01 .....	103
Figura 5.27: Resposta do sensor de NTC em função da carga aplicada: TP02 .....	104
Figura 5.28: Resposta do sensor de NTC em função da carga aplicada: TP04 .....	104
Figura 5.29: Relação entre a deformação medida pelo extensômetro elétrico (eixo vertical) e sinal do sensor de NTC (eixo horizontal): TP01 .....	105
Figura 5.30: Relação entre a deformação medida pelo extensômetro elétrico (eixo vertical) e sinal do sensor de NTC (eixo horizontal): TP02.....	106
Figura 5.31: Relação entre a deformação medida pelo extensômetro elétrico (eixo vertical) e sinal do sensor de NTC (eixo horizontal): TP04.....	107
Figura 5.32: Ajuste da função exponencial, TP01 .....	110
Figura 5.33: Ajuste da função exponencial, TP02 .....	111
Figura 5.34: Ajuste da função exponencial, TP04 .....	112
Figura 5.35: Comparativo dos ajustes da função exponencial .....	114
Figura 5.36: <i>Gauge factor</i> da amostra TP01.....	115
Figura 5.37: <i>Gauge factor</i> da amostra TP02.....	116
Figura 5.38: <i>Gauge factor</i> da amostra TP04.....	117
Figura 5.39: Imagem obtida por MEV: Morfologia da tinta piezo-resistiva ...	118
Figura 5.40: Detalhe dos nanotubos de carbono aglomerados .....	119

Figura 5.41: Presença de microcelulose .....	120
Figura 5.42: Carboximetil-celulose ligando os NTC .....	121
Figura 5.43: Interface tinta/argamassa, vista de cima .....	122
Figura 5.44: Interface tinta/argamassa, vista de lado.....	122
Figura 5.45: Microfissuras na superfície da tinta piezo-resistiva .....	123
Figura 5.46: Espessura da camada de tinta piezo-resistiva .....	124
Figura 6.1: Configuração de meia ponte de Wheatstone para compensação de temperatura, umidade e fluxo de elétrons no caso de corpos de prova condutores de elétrons.....	127
Figura A.1: Primeira configuração do sensor .....	136
Figura A.2: Filme aplicado sobre fitas de cobre (primeira configuração).....	136
Figura A.3: Resposta do sensor de NTC (primeira configuração).....	137
Figura A.4: Utilização de tinta de prata condutiva para aprimorar contato filme-fita de cobre (segunda configuração) .....	138
Figura A.5: Resposta Sensor NTC (segunda configuração) .....	139

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 3.1: Estudos sobre sensor de NTC em formato de filme .....	36
Tabela 4.1: Nomenclatura das amostras.....	79
Tabela 5.1: Resistência à compressão da argamassa.....	84
Tabela 5.2: Parâmetros do ajuste da função exponencial.....	112

**LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas
- AFM – microscópio de força atômica (*Atomic Force Microscope*)
- CTNano/UFMG – Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da  
Universidade Federal de Minas Gerais
- DTG – termogravimetria diferencial
- EPI – Equipamento de Proteção Individual
- MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão
- MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura
- MWNT - Nanotubo de Carbono de Paredes Múltiplas (Multi Wall Nanotube)
- NBR – Norma Brasileira
- NTC – Nanotubo(s) de Carbono
- NTCPM – Nanotubo de Carbono de Paredes Múltiplas
- NTCPS – Nanotubo de Carbono de Parede Simples
- PEO – Polietilenoglicol
- PIB – Produto Interno Bruto
- PMMA – Acrílico
- RPM – Rotações Por Minuto
- SAD – Sistema de Aquisição de Dados
- SAMCO – *Structure assesment, monitoring and controlling* (Europa)
- SEBS – Estireno-Etileno/Buteno-Estireno
- SHM – *Structural health monitoring*
- SINAENCO – Sindicato Nacional das Empresas de Arquitetura e Engenharia  
Consultiva
- TG – Termogravimetria

**LISTA DE SÍMBOLOS**

$A$  – Área da seção transversal

$^{\circ}\text{C}$  – graus celsius

$C$  – carbono

$C_3A$  - aluminato tricálcico

$G$  – giga

$g$  – grama

$\text{H}_2\text{SO}_4$  – ácido sulfúrico

$\text{HNO}_3$  – ácido nítrico

$k$  – quilo

$K$  – Gauge Factor

$L_0$  – Comprimento

$L$  – Litro

$M$  – mega

$m$  – mili

$n$  – nano

$N$  – Newton

$\text{Pa}$  – pascal

$R$  – Resistência elétrica

$s$  – segundos

$V$  – Volts

$\Omega$  – ohm

$\frac{\Delta L}{L}$  – Variação de comprimento em relação ao inicial

$\frac{\Delta R}{R}$  – Variação de Resistência elétrica em relação à inicial

$e_o$  – tensão de saída do sistema de aquisição de dados

‰ – Por mil

$\dot{\gamma}$  – taxa de cisalhamento

$\varepsilon$  – Deformação

$\eta$  – viscosidade

$\mu$  – micro

$\pi$  – pi

$\rho$  – Resistividade elétrica

$\sigma$  – sigma

$\tau$  – tensão de cisalhamento

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.1	Considerações Iniciais .....	1
1.2	Justificativa.....	3
1.3	Estrutura da Dissertação.....	4
2	OBJETIVOS.....	6
2.1	Objetivo Geral.....	6
2.2	Objetivos Específicos .....	6
3	REVISÃO DA LITERATURA.....	7
3.1	Nanotubos de Carbono .....	7
3.1.1	Propriedades elétricas .....	11
3.1.2	Propriedades mecânicas .....	12
3.1.3	Dispersão .....	13
3.2	Auto Monitoramento.....	14
3.2.1	Materiais inteligentes .....	15
3.2.2	Sistemas auto monitorados .....	16
3.2.3	Sensoriamento em estruturas auto monitoradas .....	17
3.3	Sensores de Deformação.....	18
3.3.1	Extensômetros.....	19
3.3.2	Sensores piezo-resistivos com nanotubos de carbono.....	21
3.3.3	Sensor piezo-resistivo com NTC – Filmes.....	27
3.3.4	Medidas de propriedades elétricas.....	37
3.3	Reologia .....	38
3.4.1	Soluções de nanotubos de carbono. ....	43
4	MATERIAIS E MÉTODOS .....	44
4.1	Materiais.....	45
4.1.1	<i>Tinta piezo-resistiva</i> .....	45
4.1.2	Argamassa .....	47
4.1.3	Extensômetro .....	47
4.2	Métodos .....	48
4.2.1	<i>Preparação dos corpos de prova de argamassa</i> .....	48
4.2.2	<i>Preparação da tinta piezo-resistiva</i> .....	51
4.3	Configuração do sensor de NTC .....	53
4.4	Fabricação do sensor.....	54

4.5	Vinculação do extensômetro ao corpo de prova .....	61
4.6	Sistema de aquisição de dados - SAD .....	63
4.7	Ensaio .....	70
4.7.1	Reologia .....	71
4.7.2	Ensaio de ruído.....	72
4.7.3	Ensaio mecânicos.....	72
4.7.4	Microscopia eletrônica de Varredura .....	79
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	81
5.1	Reologia da tinta piezo-resistiva .....	81
5.2	Resistência à Compressão da Argamassa .....	83
5.3	Resultados dos Ensaio de Ruído .....	85
5.4	Ensaio Piezo-Resistivos .....	89
5.4.1	Primeira sequência de aplicação de carga (5 KN).....	89
5.4.2	Segunda sequência de aplicação de carga (até aproximadamente 30% da resistência a compressão).....	90
5.4.3	Terceira sequência aplicação de carga (Deformação de 1 ‰)....	95
5.5	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	118
6	CONCLUSÕES.....	125
7	SUGESTÕES DE ESTUDOS FUTUROS .....	126
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	129
APÊNDICE A: HISTÓRICO DE DESENVOLVIMENTO DO SENSOR DE DEFORMAÇÃO UTILIZANDO NTC .....		135
A.1	Primeira configuração do sensor .....	135
A.2	Segunda configuração do sensor de NTC .....	138
APÊNDICE B.....		140
B.1	Scripts dos ensaios mecânicos .....	140
B.1.1	Ensaio de resistência a compressão .....	140
B.1.2	Ensaio piezo-resistivos.....	141
B.1.2.1	Primeira sequência de ciclos .....	141
B.1.2.2	Segunda sequência de ciclos .....	145
B.1.2.3	Terceira sequência de ciclos.....	148

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Considerações Iniciais

No Brasil e no resto do mundo, o setor da construção civil lida com a deterioração da infraestrutura dos países, principalmente estruturas antigas ainda em serviço mesmo após o fim de sua vida útil de projeto. Dados fornecidos pelo SINAENCO (Sindicato Nacional das Empresas de Arquitetura e Engenharia Consultiva) mostram que, em 2007, a cidade de São Paulo contava com 240 pontes e viadutos, 75 passarelas e 700 pontilhões, com valor total estimado em 7,8 bilhões de reais. O total de despesas em manutenção por ano dessas estruturas era equivalente a 30 milhões, representando 0,38% do patrimônio de obras de arte da cidade. O relatório da SINAENCO (2007) chama a atenção de que estudos internacionais apontam que deve ser investido pelo menos 2% do PIB para a manutenção. Este fato revela um cenário complexo para um país cujas principais obras federais datam da década de 1960, de acordo com a instituição. No Brasil há vários exemplos de obras degradadas com a ação do tempo e do uso como consequência da inexistência de políticas de manutenção periódica.

Um caso notório ocorreu em 15 de novembro de 2018 num viaduto da Marginal Pinheiros em São Paulo, que cedeu cerca de dois metros, como mostra a figura 1.1. O viaduto foi interditado por quatro meses, prejudicando o sistema viário da região e gerando prejuízos incalculáveis para a cidade. Este acidente motivou a execução de vistorias emergenciais em 33 edificações, das quais 16 foram identificadas em níveis alarmantes de degradação, de acordo com informações fornecidas pela prefeitura de São Paulo (2019).



Figura 1.1: Colapso em viaduto da Marginal Pinheiros, São Paulo. Fonte: Revista Veja, notícia de 16/11/2018.

Esses acontecimentos indicam que a lição não foi aprendida, pois ainda é recorrente a interdição de estruturas nas cidades brasileiras. Outro exemplo desta realidade é a Ponte dos Remédios em São Paulo que teve acesso bloqueado em junho de 1997 devido ao surgimento de uma fissura com abertura de 15 cm, de acordo com Assis (2007). Em novembro de 2001 a mesma estrutura foi interditada, dessa vez por conta do desabamento da mureta de proteção da ponte.

Neste contexto, o monitoramento de estruturas se torna ferramenta essencial para garantir os requisitos de serviço e segurança de uma edificação. Em oposição à equivocada política de remediação de problemas, um programa de monitoramento fornece informações para a detecção e prevenção de possíveis patologias de uma edificação. O investimento em monitoramento se justifica pelo alto custo financeiro e social envolvido na recuperação de estruturas após a deflagração de problemas mais graves como fissuras, trincas, deformações excessivas e até mesmo colapso.

Um sistema de monitoramento é composto por sensores, equipamentos de aquisição e armazenamento de dados e um sistema de análise de dados. Este conjunto será capaz de fornecer informações com confiabilidade suficiente, identificando anomalias no comportamento de uma estrutura. A partir das informações fornecidas pelo sistema de monitoramento, pode-se tomar decisões em tempo hábil para a recuperação e reforço estrutural no local em que foram identificados danos. Os dados fornecidos podem identificar também situações alarmantes, permitindo a evacuação de pessoas e equipamentos, evitando a perda de valores e vidas.

Os sensores que compõem o sistema de monitoramento cumprem um papel fundamental para a apuração do comportamento de uma edificação. Este instrumento faz a leitura de uma ou mais características de interesse de um elemento da estrutura, como por exemplo temperatura, dimensões geométricas, movimentos relativos, estado de deformação e carga e ocorrência de vibrações. Os dados fornecidos pelo agrupamento de sensores são convertidos em medidas físicas, possibilitando um parecer sobre o desempenho da estrutura.

## **1.2 Justificativa**

Levando em consideração a importância de um sensor para um sistema de monitoramento, este trabalho propõe o desenvolvimento de um sensor de deformação utilizando nanotubos de carbono, visando sua aplicação em sistemas de estruturas auto monitoradas. Esta tecnologia promete entregar um sensor mais sensível e versátil, comparado aos extensômetros elétricos, convencionalmente utilizados para a medida de deformações em engenharia.

A nanotecnologia se tornou um eminente campo de atuação nas últimas décadas em função das propriedades excepcionais encontradas em nanomateriais, permitindo o desenvolvimento de tecnologias inovadoras. A utilização de nanotubos de carbono (NTC) como sensor apresenta grande potencial e o desenvolvimento de pesquisas com esta temática são fundamentais para a consolidação do conhecimento.

### **1.3 Estrutura da Dissertação**

Este trabalho é organizado em capítulos que seguem uma sequência lógica de forma a construir todo o conhecimento necessário para o assunto abordado. Os conteúdos apresentados em cada capítulo são:

- Capítulo 2: Objetivos da pesquisa, divididos em objetivos gerais e específicos.
- Capítulo 3: Revisão da literatura relevante ao assunto do trabalho. Aborda as propriedades elétricas, mecânicas e de dispersão dos nanotubos de carbono. Trata sobre sistemas de monitoramento e o conceito de materiais inteligentes. Apresenta uma revisão sobre sensores de deformação e a literatura relativa a sensores de deformação utilizando nanotubos de carbono (NTC) no formato de filme. Aborda também os conceitos por trás dos ensaios de caracterização empregados.
- Capítulo 4: Apresenta a metodologia desenvolvida, com informações sobre os materiais utilizados, processos de produção de corpos de prova e fabricação do sensor de NTC. Apresenta informações sobre o sistema de aquisição de dados e os procedimentos experimentais aplicados.

- Capítulo 5: Exibe os resultados obtidos juntamente com uma discussão sobre as informações produzidas, remetendo aos conceitos apresentados na revisão bibliográfica do capítulo 3.
- Capítulo 6: Organiza as conclusões obtidas a partir da interpretação dos resultados.
- Capítulo 7: Sugestões para estudos futuros
- Capítulo 8: Bibliografia utilizada no estudo.
- Apêndice A: Histórico de desenvolvimento do sensor de nanotubos de carbono. Apresenta a experiência obtida ao longo das propostas de protótipo.
- Apêndice B: Dados brutos obtidos e os scripts utilizados nos ensaios mecânicos.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

O objetivo deste trabalho é desenvolver um sensor de deformação utilizando nanotubos de carbono para sistemas de monitoramento. A aplicação deste sensor ocorre superficialmente sobre um componente de interesse da estrutura, tal qual uma tinta, com propriedades piezo-resistivas.

### **2.2 Objetivos Específicos**

Obter as seguintes caracterizações do sensor de nanotubos de carbono:

- a) Reologia da tinta piezo-resistiva;
- b) Comportamento piezo-resistivo do sensor a partir de ensaios mecânicos de compressão cíclicos em corpos de prova argamassa, comparando a resposta do sensor com um extensômetro elétrico convencional;
- c) Qualificação do ruído observado no sensor através de ensaios em repouso e voltametria cíclica com a tinta piezo-resistiva e os componentes que a constituem;
- d) Morfologia da tinta aplicada como sensor através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1 Nanotubos de Carbono

A invenção dos nanotubos de carbono por Iijima (1991) no final do sec. XX revelou à comunidade científica um novo material com características excepcionais e que apresenta potencial para promover grandes revoluções em diversas áreas da tecnologia de materiais, como exposto por Siddique e Mehta (2014). O crescimento das atividades comerciais relacionadas a este material ocorreu de forma substancial na última década. De 2006 a 2011, a capacidade de produção mundial de nanotubos de carbono aumentou pelo menos dez vezes. No final deste período, o número de publicações anuais relacionadas à nanotubos de carbono foi superior a 24 mil e se estimou uma produção de nanomateriais baseados em carbono acima de 4000 toneladas por ano, de acordo com Volder (2013). No contexto internacional, várias companhias estão investindo em nanotecnologia para diversas aplicações inovadoras, como condutores transparentes, interfaces térmicas, tecidos antibalísticos e hélices para turbinas eólicas.

Nanotubo de carbono pode ser considerado como uma ou mais folhas de grafeno (camada monoatômica e poliaromática de átomos de carbono posicionados em hexágonos) torcidas na forma de um cilindro, como demonstrado na figura 3.1. Este material pode ser classificado como nanotubo de carbono de parede simples (NTCPS) se for constituído por somente uma parede ou como nanotubo de carbono de paredes múltiplas (NTCPM) caso seja formado por mais de uma folha de grafeno, conforme mostra a figura 3.2. É importante entender a diferença entre os tipos de nanotubo, para que se possa compreender suas diferentes propriedades.

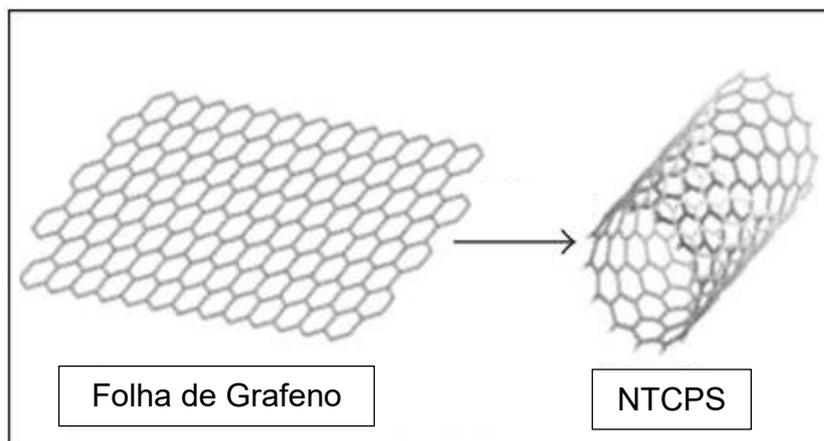


Figura 3.1: Representação de um nanotubo de carbono de parede simples (NTCPS).

Fonte: Adaptado de Parveen (2013).

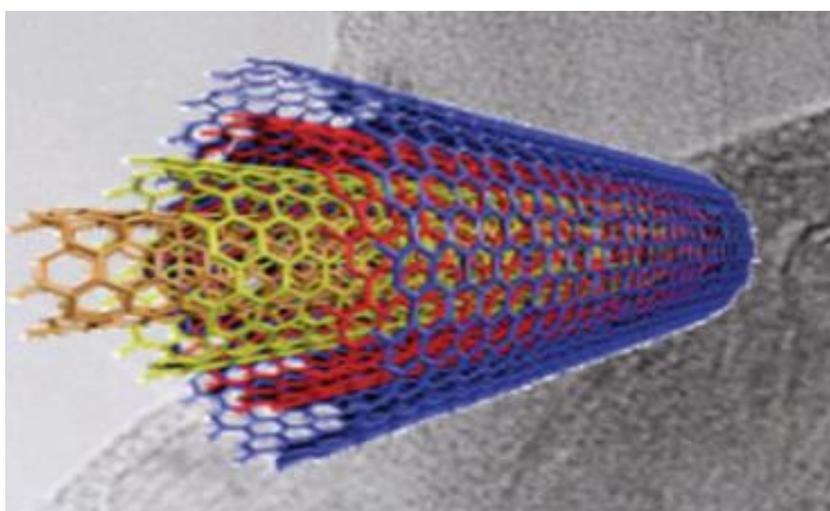


Figura 3.2: Representação de um nanotubo de carbono de paredes múltiplas (NTCPM).

Fonte: Parveen (2013).

O diâmetro de um nanotubo é da ordem de alguns nanômetros ( $10^{-9}\text{m}$ ) e seu comprimento longitudinal na faixa de micrômetros ( $10^{-6}\text{m}$ ), o que confere a este material uma combinação de propriedades moleculares com propriedades de substratos sólidos, conforme Souza (2015). O vínculo existente entre os átomos de carbono que constituem uma parede é devido a ligações covalentes, enquanto a interação entre nanotubos de carbono individuais ou dentro da estrutura de NTCPM ocorre por forças de van der Waals. O espaçamento entre as paredes de um nanotubo de carbono varia entre 0,34 e 0,39 nm, dependendo do diâmetro total. O diâmetro mínimo teórico que um NTC pode apresentar é na ordem de 0,4 nm, pois com valores menores a curvatura da parede de grafeno

não permite uma estabilidade termodinâmica, de acordo com Sinnott e Andrews (2001).

As propriedades de um NTCPM dependem mais da orientação e do grau de perfeição das folhas de grafeno que o constituem do que outros fatores (como a quiralidade das folhas), conforme Sinnott e Andrews (2001) e Bhushan (2003). Segundo Bhushan, a orientação das folhas pode ser tratada como uma questão de “textura”, que se relaciona com a descontinuidade do eixo longitudinal do tubo. Este desvio pode ser nulo no caso de paredes completamente concêntricas. Caso seja diferente de zero, há a formação de texturas do tipo espinha de peixe (*herring-bone*) e do tipo bambu (*bamboo*), conforme mostram as figuras 3.3 e 3.4. Ainda segundo o autor, o grau de perfeição ou a “nanotextura” do grafeno, pode ser quantificada por microscopia por transmissão de elétrons, de acordo com o esquema da figura 3.5. Textura e nanotextura dependem das condições de síntese do nanotubo. Enquanto a textura é uma característica permanente e que só pode ser alterada por tratamentos severos de degradação, a nanotextura pode ser modificada e até revertida por tratamentos em temperaturas elevadas (2000 °C) ou tratamentos químicos com condições leves de oxidação, conforme Bhushan (2003).

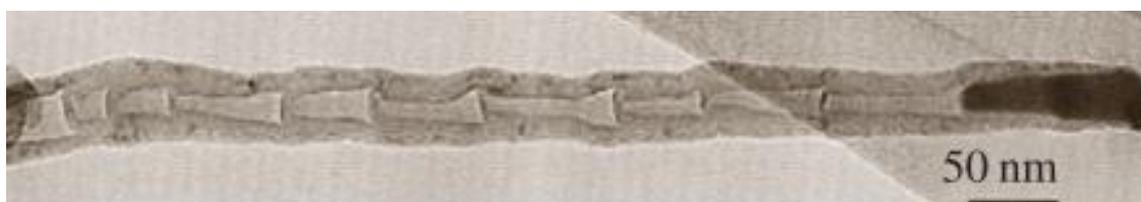


Figura 3.3: Morfologia do tipo Bambu-Herringbone. Microscopia por transmissão de elétrons. Fonte: Bhushan (2003).

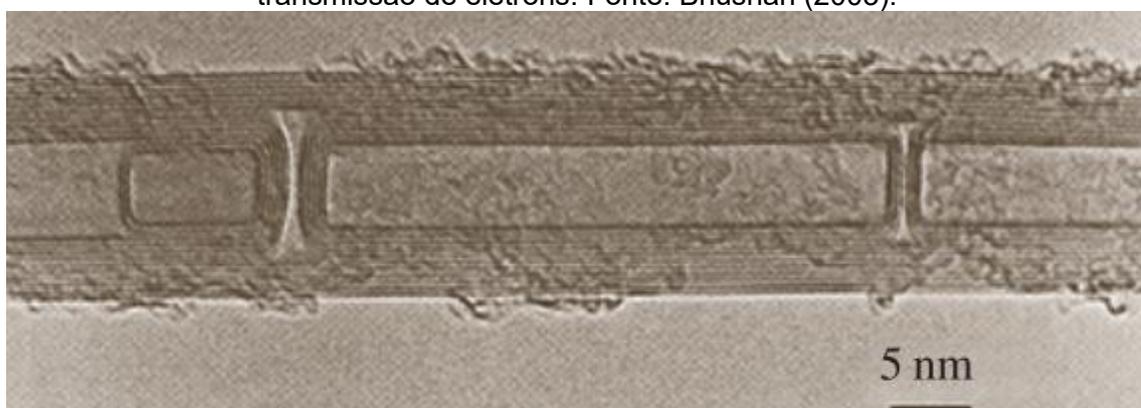
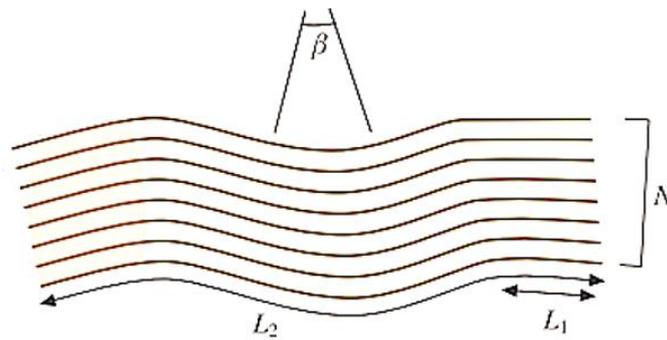


Figura 3.4: Morfologia do tipo Bambu concêntrico. Microscopia por transmissão de elétrons. Fonte: Bhushan (2003).



$L_1$  – Comprimento sem distorção

$L_2$  – Comprimento distorcido

$N$  – Número de folhas de grafeno empilhadas no comprimento sem distorção

$\beta$  - Ângulo de distorção

Figura 3.5: Parâmetros que quantificam o grau de perfeição de folhas de grafeno.

Fonte: adaptado de Bhushan (2003).

Dependendo do processo de síntese, é comum encontrar imperfeições e variações estruturais nos nanotubos. Vários tipos de defeitos podem ser observados ao se analisar as junções e as pontas do NTC e existe uma influência dessas imperfeições nas propriedades mecânicas e de transporte elétrico, de acordo com Pan *et al.* (2000). Falhas e desvios na superfície dos NTC serão responsáveis pelo surgimento de vínculos entre nanotubos individuais, característica importante em aplicações elétricas. Um dos defeitos possíveis é o surgimento de anéis aromáticos em formato de pentágono e heptágono, também chamado de defeitos 5-7, exemplificado na figura 3.6.

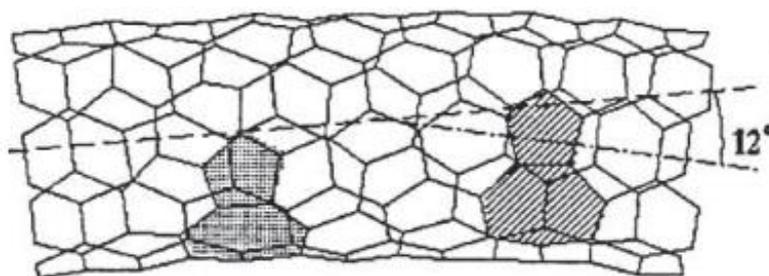


Figura 3.6: Defeitos 5-7 na superfície de um nanotubo devido ao surgimento de pentágonos e heptágonos. Fonte: Pan *et al.* (2000).

### 3.1.1 Propriedades elétricas

Pode-se dizer que a estrutura eletrônica de um NTCPM depende tanto da orientação quanto do raio de curvatura imposto às camadas de grafeno que o compõem, de acordo com o exposto no item anterior. Esta relação existe, pois, o caminho pelo qual ocorre o transporte de elétrons está sujeito às características morfológicas do nanotubo de carbono.

Segundo trabalho de Wang *et al.* (2017), cada carbono presente no grafeno possui três ligações tipo  $\sigma$  originadas de orbitais híbridos  $sp^2$ . O orbital p restante de cada átomo de carbono é perpendicular ao plano e forma uma ligação tipo  $\pi$  ao longo de todo o grafeno. Os elétrons  $\pi$  possuem mobilidade e podem se movimentar no plano, o que torna o grafeno um condutor com ótimas propriedades elétricas. Ao formar um nanotubo, ocorre uma superposição de nuvens de elétrons, gerando sub-bandas unidimensionais. Dependendo das condições de contorno (quiralidade, curvatura da parede), o nanotubo terá comportamento metálico ou de semiconductor com gap inversamente proporcional ao diâmetro, como demonstrado por Sinnott e Andrews (2001), Bhushan (2003) e Wang e Bao (2015). Isso significa que dentre os NTCPM existem grandes variações da capacidade de condução, a medida em que a curvatura das paredes diminui quando se aumenta a quantidade de camadas. Outro fator relevante é a variação das propriedades elétricas como consequência de deformações aplicadas ao nanotubo, uma vez que ocorrem mudanças no posicionamento das superposições de nuvens de elétrons, de acordo com Bhushan (2003). Este fenômeno promove uma piezo-resistividade intrínseca nos nanotubos. Estudo de Tomblor *et al.* (2000) apresenta as propriedades eletromecânicas de um NTC sob aplicação de esforço transversal ao seu comprimento através da ponta de um microscópio de força atômica (*Atomic Force Microscope* – AFM). A deformação sofrida pelo NTC promove a distorção de alguns vínculos  $sp^2$  em suas paredes, os tornando do tipo  $sp^3$ . Este fenômeno diminui a densidade de elétrons  $\pi$ , reduzindo a condutividade do nanotubo de carbono.

### 3.1.2 Propriedades mecânicas

A hibridização  $sp^2$  dos orbitais atômicos do grafeno em um estado curvo oferece uma grande estabilidade à deformação para os nanotubos de carbono. Os vínculos existentes são mais fortes do que no diamante, evidenciado pela diferença entre os comprimentos das ligações C-C nos dois materiais (0,142 nm contra 0,154 nm para o grafeno e diamante respectivamente), conforme Bhushan (2003). A resistência à tração de NTCPs pode ser até vinte vezes maior que a do aço e alguns estudos apontam valores acima de 100GPa, de acordo com Parveen (2013) e Siddique e Mehta (2014). Se espera que NTCPM sem defeitos também apresentem valores altos de resistência à tração, uma vez que a combinação de tubos concêntricos não deve prejudicar o comportamento mecânico, desde que as pontas dos nanotubos estejam fechadas, evitando o deslocamento relativo entre as paredes. O trabalho de Yu *et al.* (2000) mostrou resistências de até 63 GPa, avaliando tensões aplicadas a um NTCPM em microscópio de varredura de elétrons, como demonstrado na figura 3.7. Por outro lado, ensaios com NTCPM defeituosos apresentaram resistência a tração inferior, conforme trabalho de Gao *et al.* (2000).

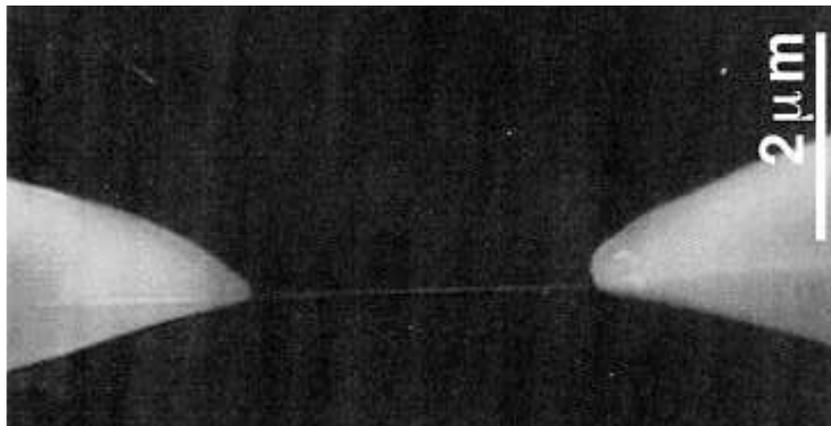


Figura 3.7: Avaliação da resistência à tração de um NTCPM.  
Fonte: adaptado de Yu *et al.* (2000).

### 3.1.3 Dispersão

Para a grande maioria dos processos de integração ou fabricação de nanocompostos, há a necessidade de se obter uma suspensão de nanotubos de carbono homogeneamente dispersa. Contudo, uma dispersão eficiente se torna uma tarefa complicada para este material, uma vez que ocorre uma forte interação atrativa entre os nanotubos de carbono, pelas forças de van der Waals, como exposto por Huang *et al.* (2006) e Piao *et al.* (2017). Estas forças de atração promovem uma tendência à aglomeração que pode reduzir drasticamente a capacidade dos nanocompósitos.

Para atingir uma boa dispersão de nanotubos de carbono em uma suspensão, alguns processos vêm sendo utilizados. Os métodos de mistura física promovem uma dispersão através da aplicação de forças mecânicas externas, como ultrasonicação e moagem, que reduzem o tamanho dos aglomerados. De forma complementar, os métodos químicos induzem modificações nas propriedades da superfície do nanotubo, seja pela inclusão de grupos químicos ou pela alteração da carga superficial por adsorção de moléculas, de acordo com Piao *et al.* (2017).

Um dos grandes potenciais de aplicação dos nanotubos de carbono é através de sua incorporação em materiais usuais de engenharia, adquirindo novas funcionalidades. Este novo nanocomposto pode possuir uma ou mais propriedades acentuadas em comparação com o material original. As áreas de aplicação incluem nanocompósitos poliméricos e cimentícios e aplicações biológicas e eletrônicas.

### 3.2 Auto Monitoramento

Uma estrutura possui vários requisitos de segurança, durabilidade e de desempenho que devem ser efetivamente assegurados por um prazo extenso. Ao longo do tempo, uma edificação pode se deteriorar, prejudicando seu desempenho e durabilidade, ou sofrer danos severos por acidentes de serviço, cargas não previstas e ações naturais como vento, chuvas e terremotos. A tecnologia de auto monitoramento fornece maneiras para se avaliar o estado de uma estrutura no decorrer de sua vida útil, para que se garanta o cumprimento de suas expectativas de serviço e a sustentabilidade do projeto, conforme Jinping e Hui (2010). Em se tratando de estruturas de grandes dimensões, um colapso pode significar perdas de recurso financeiro e até mesmo de vidas, o que justifica o monitoramento em tempo real das condições estruturais.

Estruturas e materiais inteligentes fazem parte do campo da tecnologia em que se integra aplicações usuais com novas capacidades de sensoriamento e de controle. Materiais inteligentes possuem uma ou mais propriedades que se alteram conforme ações externas como temperatura, umidade, pH, esforço mecânico, campos elétricos ou magnéticos. Ao serem adotados em um sistema auto monitorado, possuem a habilidade de “sentir” seu ambiente, atuando de forma semelhante a um organismo vivo, como sugere Mohamed (2017). Surge, portanto, a oportunidade de empregar materiais inteligentes em infraestruturas da construção civil. Se trata de um campo de estudo emergente com diversas possibilidades de aplicações que incluem monitoramento de patologias construtivas, controle estrutural, verificação de dano e integridade. Entre os potenciais benefícios dessa tecnologia pode-se citar o ganho de confiabilidade, durabilidade e desempenho de estruturas e redução dos custos e operações que envolvem o ciclo de vida de uma construção, com conseqüente redução de emissões poluentes ao meio ambiente, conforme Han *et al.* (2015).

De acordo com Assis (2007), o uso da monitoração desde a fase construtiva também é recomendável, pois permite a identificação de problemas ou danos estruturais em estágios iniciais, o que garante a adoção de soluções em tempo hábil. Dessa forma se aumenta consideravelmente a vida útil da edificação, o que justifica o investimento em um sistema de monitoramento.

### 3.2.1 *Materiais inteligentes*

Considera-se um material inteligente aquele que a partir de uma configuração inicial, se altera conforme um estímulo específico, produzindo um sinal. Pode-se distinguir um material inteligente de um convencional através de algumas características fundamentais, de acordo com Mohamed (2017):

- Reação imediata: resposta em tempo real;
- Comportamento transiente: resposta em mais de um estado;
- Auto atuação: resposta interna ao material;
- Seletividade: resposta discreta e previsível;
- Reação local: resposta ocorre no local do estímulo externo.

Um material adquire sua “inteligência” através de métodos como alterações de composição, processamentos especiais, introdução de defeitos e modificações de microestrutura. Podem ser classificados em ativos, com capacidade de converter um estímulo em força mecânica (pode ser utilizado como atuador ou transdutor) ou passivos, sem a capacidade de transdução de energia (pode ser utilizado somente como sensor). Através da alteração das propriedades por estímulos externos, cria-se mecanismos de sensoriamento, atuação e controle no qual o material percebe o estímulo, reage de maneira previsível e retorna a um estado conhecido assim que o estímulo é removido. Entre as funcionalidades exibidas por materiais inteligentes, estão os fenômenos de piezo-resistividade

(variação de resistência elétrica em função de deformação mecânica), piezoeletricidade (geração de diferença de potencial elétrico devido a um esforço mecânico aplicado e vice-versa), sensibilidade térmica, sensibilidade a pH e cromogênia (mudança de coloração em função de alterações elétricas, óticas e térmicas), de acordo com Kamila (2013).

### 3.2.2 *Sistemas auto monitorados*

Na última década, o desenvolvimento de estruturas monitoradas (*Structural health monitoring – SHM*) aplicadas a construção civil atraiu interesse de cientistas e engenheiros, com projetos bem-sucedidos apresentados na literatura. O emprego desta tecnologia visou em sua grande maioria, edificações de grande porte tais como estádios, túneis, torres e pontes. Patrocinada pela união europeia, a instituição SAMCO (*Structure assesment, monitoring and controlling*) publicou em 2006 um guia para estruturas auto monitoradas (*Guideline for Structural Health Monitoring*), com objetivo de divulgar e promover esta tecnologia. Nesta especificação, se definem os principais tópicos para o estabelecimento de um programa de monitoramento: procedimentos preliminares, condições e equipamentos de medição, características de sensores, parâmetros de desempenho e valores limites, aquisição/análise de sinais e tratamento dos dados. Outras normas e especificações podem ser consultadas com instituições científicas internacionais, como exposto por Li *et al.* (2016).

Um sistema auto monitorado é composto por sensores, equipamentos de aquisição e transmissão de dados, uma base de dados e um sistema de diagnóstico. A efetividade de um programa de monitoramento está na capacidade de revelar em tempo hábil uma anomalia existente na estrutura. A grande quantidade de dados coletados pelo sistema permite estimar o nível de segurança e localizar o dano. A implementação de um sistema SHM visa normalmente um ou mais objetivos, de acordo com Li *et al.* (2016):

- Detectar cargas externas para predizer a segurança de uma estrutura;
- Adquirir evidências para o planejamento, inspeção, reabilitação, manutenção e reparos, assim como avaliar a efetividade dessas atividades.
- Adquirir dados *in-situ* para estudos posteriores de engenharia.

Ao se conceber um projeto de monitoramento, deve-se entender quais são os parâmetros de interesse a serem medidos, questão que irá definir o dimensionamento geral: quantidade, tipo e layout dos sensores. O sistema deve alcançar todas as estruturas sensíveis com o dispositivo adequado, para garantir um monitoramento correto. Outro fator essencial é a estratégia de análise, estabelecendo a qualidade dos dados medidos: amplitude de resolução, taxa de aquisição e ruído, por exemplo. É importante também prever a duração do trabalho de monitoramento, o que reflete nos procedimentos de armazenamento de dados, de acordo com Cigada *et al.* (2010).

### 3.2.3 Sensoriamento em estruturas auto monitoradas

Segundo Han *et al.* (2015), um sensor de deformação pode ser aplicado em uma estrutura de diversas maneiras, conforme mostra a figura 3.8:

- Incorporado (*Bulk*): O componente inteiro atua como sensor;
- Revestido (*Coating*): O sensor reveste superficialmente a área de análise;
- Sanduíche (*Sandwich*): O componente é revestido em seu topo e fundo;
- Vinculado (*Bonded*): O sensor se une ao componente por um outro elemento;
- Embutido (*Embedded*): O sensor atua penetrado no componente.

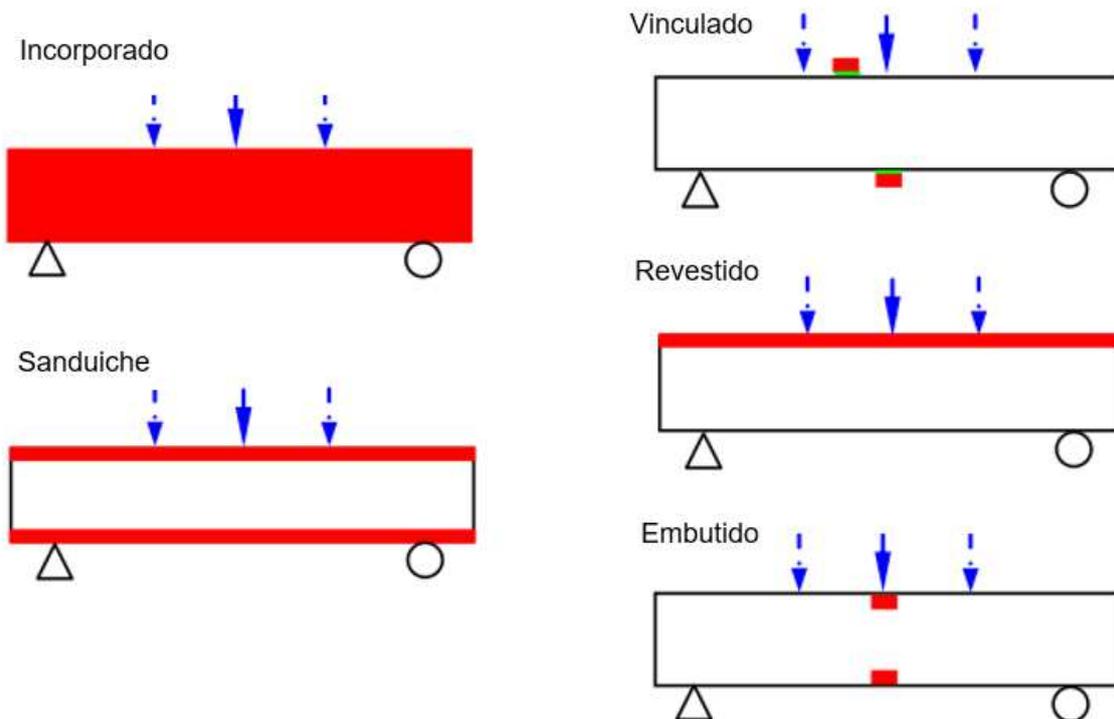


Figura 3.8: Aplicações de sensoriamento (Cor vermelha) em um componente estrutural.

Fonte: adaptado de Han *et al.* (2015).

### 3.3 Sensores de Deformação

A engenharia trabalha com modelos matemáticos que buscam descrever o comportamento de estruturas, materiais e diversos sistemas mecânicos complexos. Para que se possa validar uma teoria de engenharia é necessário realizar análises experimentais em busca de confirmações sobre as hipóteses propostas, garantindo segurança, bom desempenho e confiabilidade. A medição de deslocamentos e deformações se torna, portanto, uma ferramenta essencial para a engenharia. Experiência e experimentação irão auxiliar a procura por simplificações em modelos, para que se leve em consideração somente os parâmetros relevantes, de acordo com Freddi *et al.* (2015).

### 3.3.1 Extensômetros

Para a determinação experimental do estado de deformação de um componente mecânico, alguns parâmetros são normalmente medidos: deslocamentos lineares, deslocamentos angulares, deformações, temperaturas, e forças provocadas por uma sollicitação mecânica. Em particular, para a medição de deformações são utilizados sensores chamados de extensômetros, cujo funcionamento pode ser baseado em diversos tipos de princípios. Um extensômetro mede deformações relativas ( $\varepsilon$ ):

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \quad (1)$$

A deformação ( $\varepsilon$ ) corresponde a variação de comprimento ( $\Delta L$ ) em relação ao inicial ( $L$ ). Para corpos anisotrópicos ou sob esforços complexos, a deformação medida pelo extensômetro pode não representar o campo de deformações presente no corpo. Por outro lado, caso haja uma distribuição de deformações constante ou linear, a deformação real será próxima da medida, de acordo com Oliveira Filho *et al.* (1980). Dentre os extensômetros, pode-se destacar os elétricos como os mais utilizados, e entre os mais usuais estão também os extensômetros mecânicos, óticos, acústicos e os pneumáticos.

Um extensômetro elétrico (*strain gage*) é um resistor elétrico composto por um material condutor depositado sobre um isolante. O sensor é afixado sobre a superfície a ser medida e qualquer deformação sofrida pelo objeto de análise será observada através da variação da resistência elétrica do extensômetro. Esse tipo sensor se baseia na propriedade piezo-resistiva de um material, que significa a variação da resistência elétrica quando se aplica um esforço mecânico. Para o caso de um fio condutor, a resistência elétrica  $R$  será função de seu comprimento  $L$ , da área da seção transversal  $A$  e da resistividade elétrica  $\rho$  do seu material:

$$R = \frac{L \cdot \rho}{A} \quad (2)$$

A resistência elétrica de um *strain gage* é normalmente formada por uma malha de fios metálicos dispostos na direção em que ocorre a deformação a ser medida, conforme mostra a figura 3.9.

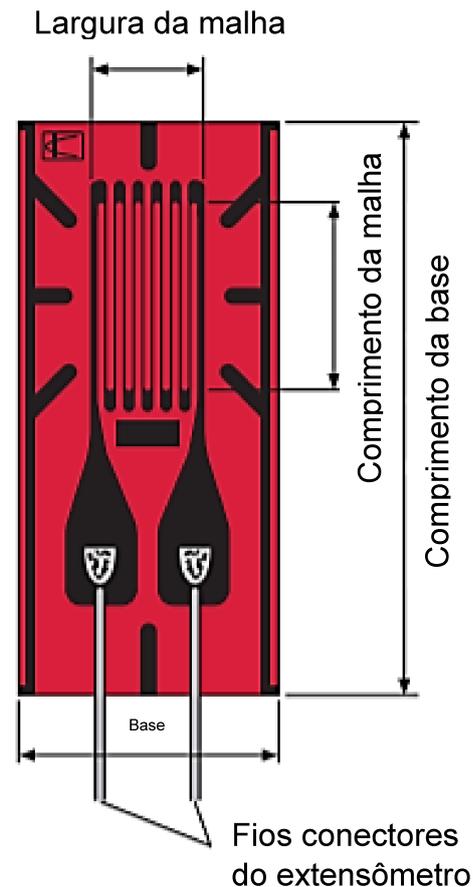


Figura 3.9: Extensômetro elétrico linear (*Strain Gage*).  
 Fonte: Adaptado de catálogo KYOWA (Strain Gages for General Stress Measurement). Site shamatec.com (acesso em 2019).

Ao ser submetido a um esforço mecânico, ocorrerão variações dimensionais em seu comprimento e em sua seção transversal. Levando em consideração a malha de fios condutores, pode-se supor um incremento finito de resistência elétrica, obtendo uma relação linear com a deformação do extensômetro:

$$\frac{\Delta R}{R} = K * \varepsilon \quad (3)$$

$K$  é a sensibilidade do extensômetro (*gauge factor*) que para este tipo de sensor é influenciada pela geometria da malha, a resistividade e o coeficiente de Poisson do material do condutor. Este valor pode ser encontrado através de medições em equipamentos de calibração, trabalhando-se com materiais com comportamento conhecido. Os fabricantes de extensômetros possuem um controle rigoroso de produção e fornecem o *gauge factor*, sendo 2 um valor comum de sensibilidade.

As dimensões usuais deste tipo de sensor possibilitam apenas análises pontuais, uma vez que componentes da construção civil possuem tamanho algumas ordens de grandeza acima de extensômetros convencionais. Para avaliar a extensão da distribuição de deformação de uma estrutura, se torna necessário a utilização de vários extensômetros, o que pode dificultar um projeto de monitoramento por questões práticas e de custos.

### 3.3.2 Sensores piezo-resistivos com nanotubos de carbono

O princípio da piezo-resistividade, utilizado na extensometria de maneira geral, pode ser aplicado também com outros materiais, não metálicos, em especial nanoestruturas de carbono, que se beneficiam de suas características elétricas e mecânicas avançadas. Com a evolução acelerada da nanotecnologia, novos materiais surgem com a promessa do desenvolvimento de diversos tipos de sensores eletromecânicos, de acordo com Avilés *et al.* (2018). O trabalho apresentado no 3º Workshop Internacional em Monitoramento Estrutural por Peng *et al.* (2000) introduz os nanotubos de carbono como um material com grande potencial para utilização em sensores mecânicos e de gases.

Aproximadamente uma década após a invenção dos nanotubos de carbono, estudo de Li *et al.* (2004) investigou a aplicação de NTCPM como sensor de deformação. A primeira abordagem foi avaliar a variação de bandas na espectroscopia Raman em função de cargas aplicadas a um filme de nanotubos de carbono fixado em um corpo de prova. O estudo concluiu que existe uma relação entre a deformação aplicada e o deslocamento de picos no espectrograma Raman. Como a utilização de espectroscopia Raman em campo não é prática, os autores propuseram realizar medições de diferença de potencial elétrico no corpo de prova. O estudo mostrou que existe, também, uma relação linear entre a deformação aplicada e a variação de diferença de potencial (d. d. p.) medida, como exposto na figura 3.10.

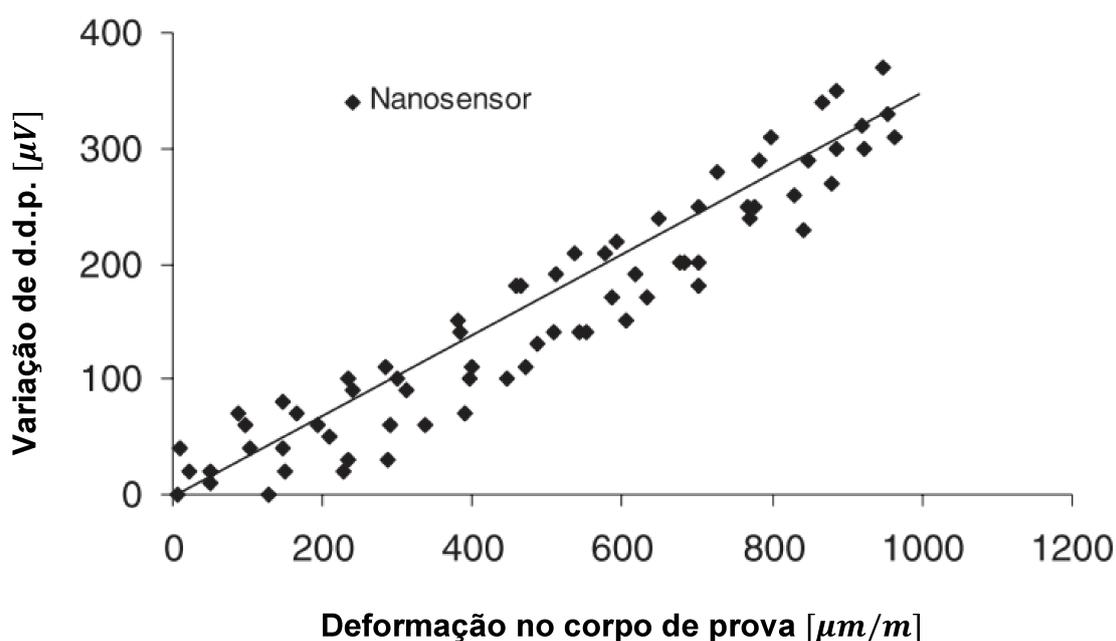


Figura 3.10: Relação linear entre deformação e mudança de diferença de potencial elétrico. Fonte: Adaptado de Li *et al.* (2004).

Apesar de sensores de nanotubos de carbono utilizarem o princípio da piezo-resistividade, o seu mecanismo de funcionamento é diferente dos extensômetros metálicos, uma vez que o material condutor não percorre o sensor de forma contínua. No caso dos NTC, ocorre a soma de vários elementos discretos,

gerando uma rede contínua capaz de conduzir elétrons, como exemplificado pela figura 3.11. Com o aumento da quantidade de NTC, existe a possibilidade de que o agrupamento de nanotubos (*cluster*) intercepte fronteiras opostas, permitindo o transporte de elétrons entre estes limites, conforme Balberg e Binenbaum (1985). Este fenômeno de transporte é denominado percolação elétrica, e a concentração de nanotubos em que este comportamento se inicia é o limite de percolação. Uma vez que o limite de percolação é atingido, o nanocomposto se torna condutivo e as mudanças de resistência elétrica podem ser monitoradas para avaliar o estado de deformação e de dano de um corpo de prova, conforme trabalho de Avilés *et al.* (2018). A maioria das aplicações de sensores nanoestruturados utiliza uma matriz não condutora, que serve como suporte para a sustentação da rede de nanotubos. Neste sentido, existe a possibilidade de materiais convencionais como polímeros e compostos cimentícios, como estudado por Fernandes (2016), se tornarem auto-monitorados, devido ao surgimento da propriedade piezo-resistiva fornecida pelos nanotubos de carbono.

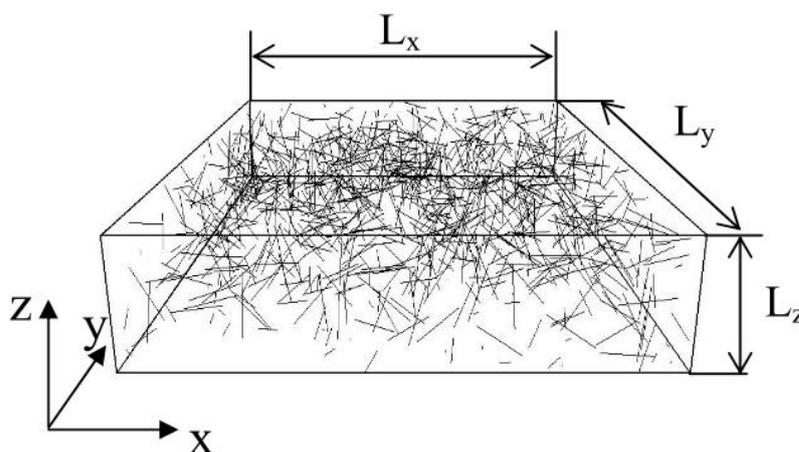


Figura 3.11: Nanotubos de carbono dispersos em uma matriz formando uma rede de percolação. Fonte: Hu *et al.* (2008).

Em se tratando de sensores que utilizam matrizes não condutivas, o mecanismo de piezo-resistividade funciona principalmente através da reconfiguração da rede de nanotubos, provocada pela aplicação de cargas mecânicas. Portanto, o efeito piezo-resistivo neste caso não é devido à piezo-resistividade intrínseca do NTC, mas uma consequência das alterações da rede condutiva. Pode-se

classificar estas alterações em três fenômenos, de acordo com Avilés *et al.* (2018):

- Interrupções e criações de novos caminhos de condução de elétrons;
- Mudanças na resistência de contato entre nanotubos de carbono;
- Mudanças na distância entre nanotubos de carbono.

A figura 3.12 demonstra a ocorrência dos três tipos de mudanças na estrutura da rede de nanotubos, quando o sensor sofre uma deformação. Sob esforço mecânico, novos caminhos condutivos podem ser formados e outros interrompidos, influenciando a resistência macroscópica do sensor. O contato entre NTC também é alterado pois há uma mudança no número de pontos de contato, assim como a área de contato entre nanotubos. A distância entre os nanotubos também se torna um fator importante para a piezo-resistividade em matrizes nanoestruturadas, pelo fenômeno do tunelamento quântico, em que um elétron é capaz de saltar pequenas barreiras físicas. A resistência elétrica de salto por tunelamento aumenta exponencialmente em função da distância entre nanotubos, de acordo com a equação 4, segundo Hu *et al.* (2008).

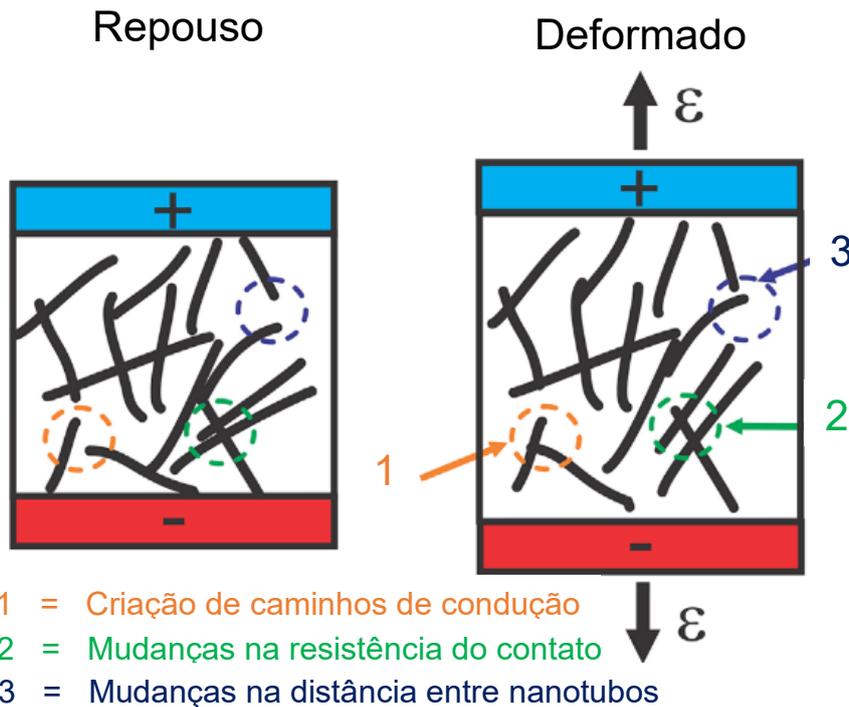


Figura 3.12: Fenômenos de mudança da rede de nanotubos que provocam o efeito piezo-resistivo. Fonte: Adaptado de Avilés *et al.* (2018).

$$R_{Tunelamento} = \frac{h^2 d}{Ae^2 \sqrt{2m\lambda}} \exp\left(\frac{4\pi d}{h} \sqrt{2m\lambda}\right) \quad (4)$$

Em que:

- $h$  - Constante de Planck
- $d$  - Distância entre nanotubos de carbono
- $A$  - Área da seção transversal do túnel
- $e$  - Carga de um elétron
- $m$  - Massa do elétron
- $\lambda$  - Altura da barreira

Em baixas concentrações de NTC, pode-se observar relações não lineares entre deformação e variação de resistência elétrica, indicando o papel dominante do efeito de tunelamento nestas situações, de acordo com Hu *et al.* (2008). Contudo, a condutividade total do sensor depende da quantidade de nanotubos de carbono, pois em concentrações elevadas ocorre um aumento do número de

pontos de contato, diminuindo a resistência elétrica, conforme Pham *et al.* (2008).

Fatores como o limite percolação, propriedades da matriz, grau de dispersão e morfologia dos nanotubos são essenciais para o desenvolvimento de um sensor nanoestruturado. Alguns estudos indicam que a sensibilidade do sensor aumenta quando a concentração de nanotubos está próxima do limite de percolação, de acordo com trabalhos de Pham *et al.* (2008), Hu *et al.* (2008), Avilés *et al.* (2018) e Avilés *et al.* (2019). Isso ocorre devido a quantidade menor de caminhos prováveis para a condução de elétrons. Como consequência, qualquer perturbação na estrutura irá promover grandes alterações no transporte elétrico. A figura 3.13 ilustra este efeito: na situação “A”, somente um caminho é possível para o transporte de elétrons e uma interrupção provocará uma mudança brusca de condutividade. Na situação “B”, ao deformar, algumas linhas de fluxo podem se interromper, mas outras permanecerão e a variação de resistência elétrica será menor. Na situação “C”, existem tantos caminhos de fluxo de elétrons que alterações na estrutura não provocam uma mudança significativa na condutividade. A partir deste raciocínio, existe a possibilidade de ajustar a sensibilidade do sensor a partir da concentração de NTC, conforme estudo de Pham *et al.* (2008).

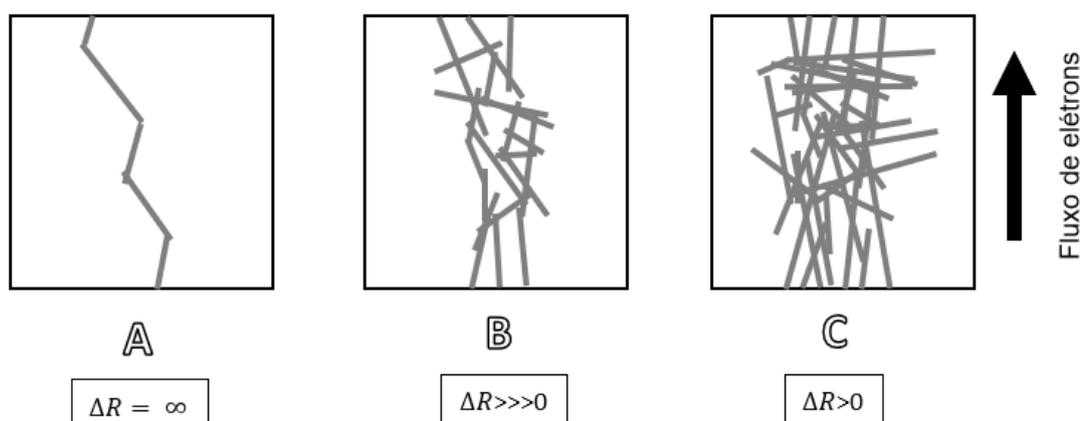


Figura 3.13: Influência da concentração de nanotubos de carbono na sensibilidade do sensor piezo-resistivo.

Notadamente, sensores com nanotubos de carbono podem apresentar um *gauge factor* superior aos extensômetros convencionais, de acordo com os trabalhos dos autores citados no parágrafo anterior. Este tipo de sensor também apresenta uma grande vantagem pela pequena concentração de NTC necessária para o surgimento do efeito piezo-resistivo, menor que 1% em massa, enquanto outros sensores piezo-resistivos que utilizam *fillers* condutores necessitam de concentrações maiores, como por exemplo o *Carbon-Black*, que requer 20% de concentração em massa, de acordo com Bautista-Quijano *et al.* (2013).

Este tipo de sensor pode ser capaz de perceber danos instantâneos ou acumulados com respostas não lineares, refletindo fenômenos como fluência e fissuração. O surgimento de histerese em curvas cíclicas pode ser acompanhado pela resposta piezo-resistiva do sensor. Segundo uma revisão da literatura realizada por Avilés *et al.* (2018), a maioria dos estudos publicados nesta área são sobre compósitos de NTCPM integrados em epóxi, além de um grande número de trabalhos utilizando matrizes termoplásticas e elastômeros, tais como poliuretanos termoplásticos.

### 3.3.3 Sensor piezo-resistivo com NTC – Filmes

Uma das possibilidades de aplicação para sensores utilizando nanotubos de carbono é através da produção de filmes piezo-resistivos que podem ser vinculados (*bonded*) a uma estrutura ou material de interesse para o monitoramento de deformações. Considera-se como filme uma camada com espessura algumas ordens de grandeza inferior às outras dimensões. Este tipo de sensor será na maioria das vezes vinculado à superfície de análise através de um outro elemento colante, como por exemplo cianoacrilato (Super Bonder). A necessidade de vinculação pode se tornar um problema pois caso não haja uma adesão perfeita entre o sensor e a superfície de análise, as medidas obtidas

não corresponderão ao comportamento do corpo de prova, de acordo com trabalho de Bautista-Quijanoa *et al.* (2010).

Na literatura científica há uma grande variedade de sensores de NTC em filmes produzidos para a medição de deformações e não há, portanto, um padrão para o design, nem para a fabricação deste tipo de sensor. Esta situação pode ser justificada pelo fato do nanotubo de carbono ser um material recém inventado. Os NTC utilizados nos diversos estudos são na maioria das vezes produzidos industrialmente e comercializados por diferentes empresas, resultando em nanotubos com morfologias (fator de aspecto) e tratamentos químicos diferentes, o que também diversifica as propriedades coletadas nestes estudos. Com isto em mente, será feita a seguir uma revisão sobre os parâmetros e resultados obtidos para sensores baseados em nanotubos de carbono produzidos em filme, objeto de estudo deste trabalho.

A fabricação de sensores de NTC em filme pode ser feita através da filtragem de uma solução dispersa de NTC por membranas e da descamação do filme depositado após secagem, como demonstrado por estudos de Dharap *et al.* (2004), Rein *et al.* (2011) e Slobodian *et al.* (2012). Outros processos de fabricação incluem a deposição da mistura NTC/polímero em moldes ou através de deposição por *Layer-by-layer*, exemplificado por Loh *et al.* (2008), ou por meio de aplicação por técnicas *sprays* com utilização de ar comprimido, como demonstrado por Gonçalves *et al.* (2016) e Choi *et al.* (2016), além de técnicas de deposição de solução por jato de tinta em impressoras industriais, de acordo com Michelis *et al.* (2014). Alguns processos subsequentes podem ser realizados para aprimorar a capacidade do sensor: secagens em vácuo ou aplicação de campo de elétrico para promover alinhamento dos NTC, como demonstrado por Oliva-Avilés *et al.* (2011). As espessuras obtidas para os filmes variam em uma ordem de grandeza. Pode-se citar os estudos de Dharap *et al.* (2004) com filme de espessura  $10 \mu m$ , Kang *et al.* (2007) com  $300 \mu m$ , Bautista-Quijanoa *et al.* (2010) com  $150 \mu m$ , Slobodian *et al.* (2012) com  $35 \mu m$  e Lozano-Pérez *et al.* (2017) com  $130 \mu m$ .

Entre os polímeros utilizados como matriz para a produção de sensores estão o PMMA (acrílico) - Kang *et al.* (2007), PEO (Polietilenoglicol) - Park *et al.* (2008), epóxi - Yin *et al.* (2011) e Meeuw *et al.* (2016), Polisulfona - Oliva-Avilés *et al.* (2011), Poliuretano - Bautista-Quijano *et al.* (2013). Recentemente foi relatado o uso de polímeros elastômeros-termoplásticos capazes de suportar grande deformações, como o Estireno-Etileno/Buteno-Estireno (*SEBS*), um copolímero obtido pela hidrogenação de copolímeros Estireno-Buteno-Estireno (*SBS*) que se torna biocompatível através deste processo, possibilitando a aplicação em biomedicina, de acordo com Gonçalves *et al.* (2016).

Outro aspecto importante que alguns estudos apontam, é a diferença de resposta em relação a solicitações de tração ou compressão. De acordo com estudo de Yin *et al.* (2011), quando submetido a tração, um sensor de NTC possui maior sensibilidade do que quando sob esforço de compressão, conforme figura 3.14. Nesta figura pode-se tirar outra conclusão importante: sob ação crescente de um esforço de compressão, a resposta do sensor atinge um patamar constante. Isso ocorre pois existe um limite inferior para a distância entre os nanotubos de carbono, uma vez que após certo nível de compressão, os NTC se compactam. Por outro lado, sob esforço de tração contínuo não há limite superior para o aumento da distância entre NTC, fazendo com que a resposta do sensor seja ascendente.

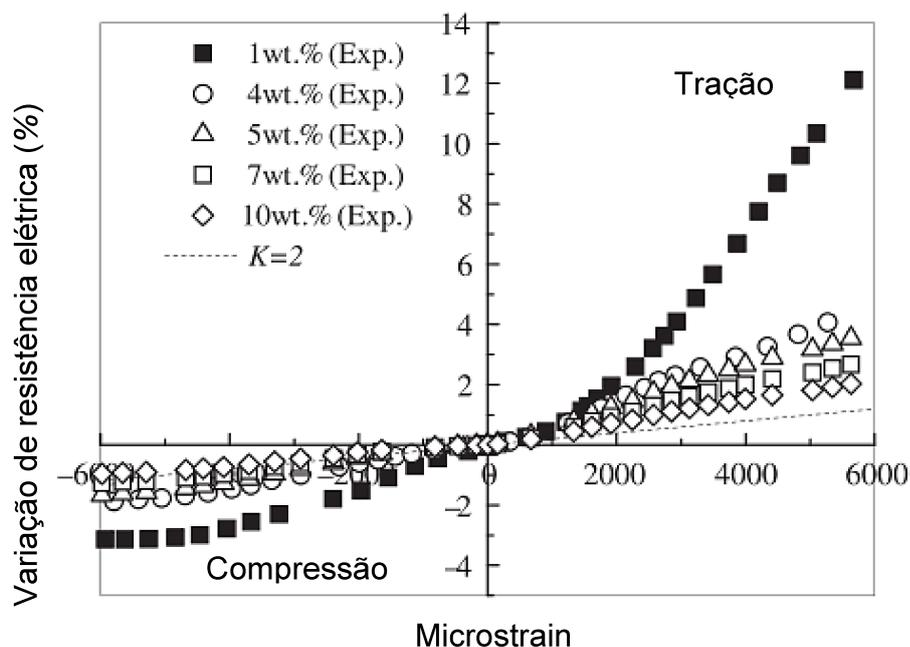


Figura 3.14: Respostas não lineares e anti-simétricas para um sensor com diversas concentrações de NTC (1 a 10 wt.%). Fonte: Adaptado de Yin *et al.* (2011).

A resposta aos esforços mecânicos aplicados ao sensor possui, entre outros fatores, uma grande dependência da quantidade de NTC presente no sistema. Esta resposta pode ser linear ou não linear em função da concentração de NTC. Trabalho de Park *et al.* (2008) conclui que para obter uma resposta linear, deve-se utilizar uma concentração de NTC acima do limite de percolação, ao passo que em uma concentração próxima ao limite de percolação surgirá uma resposta não linear. Os autores argumentam que este fenômeno é devido ao fato de que em concentrações próximas ao limite de percolação, o efeito da resistência por tunelamento é mais pronunciado, de acordo com o exposto no item 3.3.2. Estudos de Pham *et al.* (2008), Gonçalves *et al.* (2016) e Bouhamed *et al.* (2017) obtiveram resultados semelhantes.

No que diz respeito à sensibilidade, a maioria dos estudos revela que existe uma relação inversamente proporcional à concentração de nanotubos de carbono, conforme explicado no item 3.3.2. Estudo de Pham *et al.* (2008) demonstra este fenômeno através de ensaios piezo-resistivo de amostras produzidas por dois

processos distintos (Solução, mistura seca) com diferentes concentrações de NTC (MWNT). Independente do processo de produção, todas as amostras apresentaram a mesma tendência: maior sensibilidade para sensores com menor concentração de NTC, de acordo com a figura 3.15. A mesma relação pode ser obtida para a condutividade elétrica inicial do sensor, uma vez que esta cresce quanto maior for a concentração de NTC, ou seja, para uma condutividade inicial maior, a sensibilidade do sensor de NTC será reduzida. Trabalhos de Bautista-Quijano *et al.* (2013) e Meeuw *et al.* (2016) apresentaram resultados semelhantes.

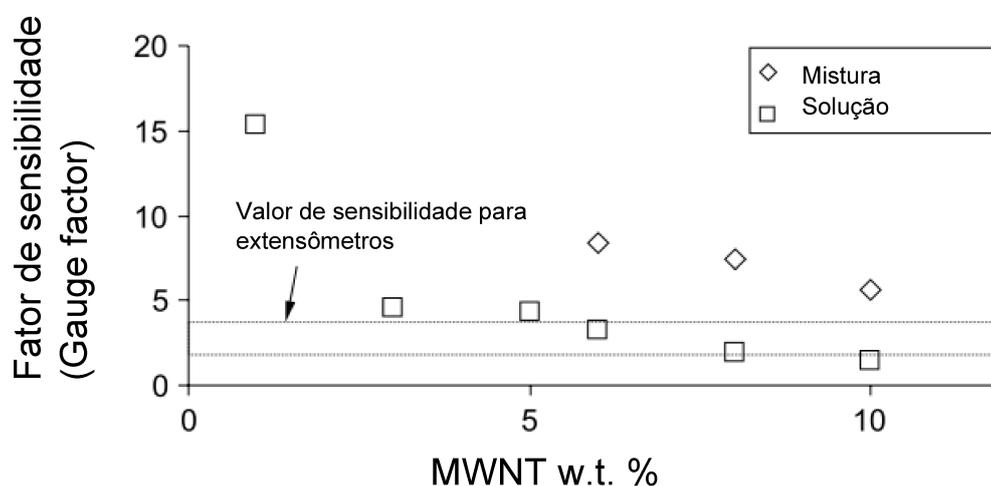


Figura 3.15: Sensibilidade de filmes com diversas concentrações de NTC.

Fonte: adaptado de Pham *et al.* (2008).

A realização de ensaios cíclicos demonstrou a ocorrência de histerese na resposta do sensor após o descarregamento do corpo de prova, mas de acordo com estudos de Slobodian *et al.* (2012), Bautista-Quijano *et al.* (2013), Zhang *et al.* (2013) e Gonçalves *et al.* (2016), após alguns ciclos a resposta do sensor se estabiliza. Estudo de Michelis *et al.* (2014) sugere que existe uma relação entre as propriedades mecânicas do sensor baseado em NTC e temperatura ambiente, propondo que esta relação pode ser utilizada para corrigir eventuais flutuações de sinais. Lozano-Pérez *et al.* (2016) sugerem que ao realizar ensaios cíclicos, os primeiros ciclos serão responsáveis pela reorganização da rede de

NTC por meio da quebra de elos existentes entre a matriz e os NTC. Esta organização se mantém aproximadamente coesa nos ciclos subsequentes, mesmo com o descarregamento do corpo de prova, demonstrando a grande influência dos vínculos formados entre matriz e NTC para o efeito de histerese na resposta do sensor. Os autores também indicam que pode haver uma relação entre histerese mecânica e histerese piezo-resistiva.

Em relação a fenômenos ambientais, apesar de poucos estudos abordarem esta temática, diversos autores relatam uma grande sensibilidade de sensores baseados em NTC aos efeitos de temperatura e umidade. Bouhamed *et al.* (2017) acompanharam a resposta de um sensor em filme de NTC em matriz de epóxi em função de variações de temperatura em um forno regulado eletronicamente. A figura 3.16 demonstra o resultado obtido em função de algumas concentrações de NTC, revelando que o aumento da temperatura provoca a queda da resistência elétrica do sensor. De acordo com o autor, este efeito pôde ser justificado pela diminuição da distância entre NTC, devido ao estreitamento nas cadeias do polímero, em função do aumento da temperatura. De forma semelhante, o aumento da umidade relativa no ambiente do sensor também levou à diminuição de sua resistência elétrica, que neste caso é justificada pela degradação do epóxi, por reações de hidrólise que provocam a cisão de cadeias poliméricas.

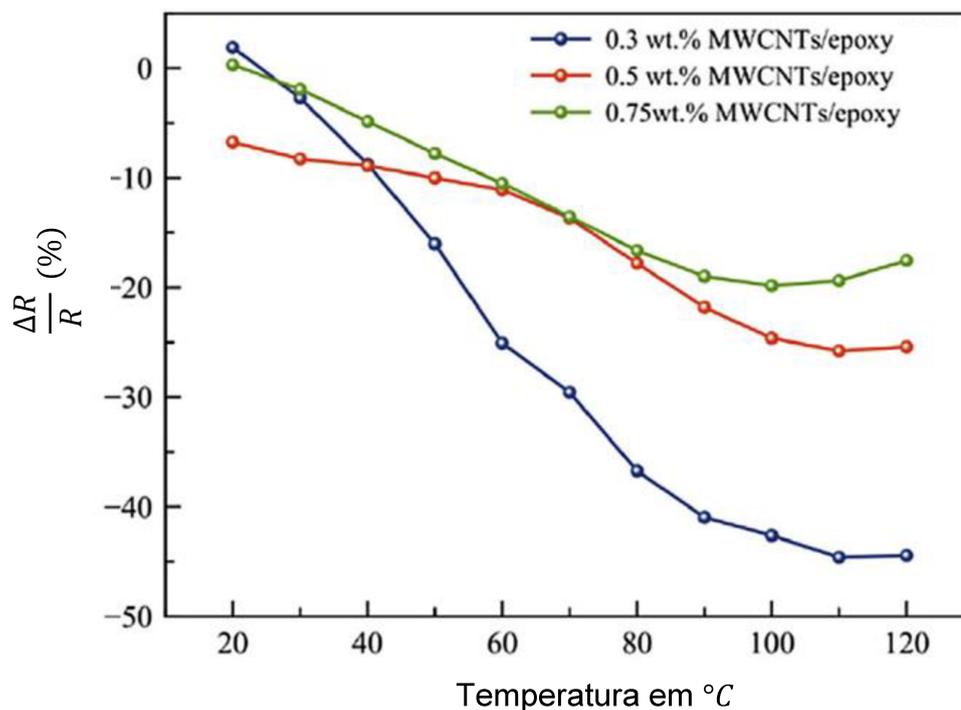


Figura 3.16: Queda de resistência elétrica em função do aumento de temperatura no ambiente. Fonte: Adaptado de Bouhamed *et al.* (2017)

Diversos autores apontam para o surgimento de um comportamento capacitivo em sensores de NTC quando submetidos a uma diferença de potencial. Este efeito pode ser capaz de gerar flutuações na resposta do sensor, mesmo quando descarregado mecanicamente. Kang *et al.* (2007) propuseram um modelo de circuito R-C (Resistivo-capacitivo) em paralelo que descrevesse este fenômeno de modo a corrigir eventuais flutuações na medida obtida pelo sensor. O trabalho de Loh *et al.* (2008) sugere utilizar um filtro passa-banda para equalizar a resposta do sensor ou estabelecer uma equação de correlação entre comportamento capacitivo e a deformação submetida ao sensor.

A obtenção de propriedades elétricas, para avaliação da piezo-resistividade do sensor ocorre através da aplicação de uma diferença de potencial entre dois polos e pela medida da corrente elétrica que surge entre dois pontos no sensor. Quando a aplicação da diferença de potencial e a obtenção de corrente elétrica são realizados nos mesmos pontos, a medida é obtida através de um método

em duas pontas. Alternativamente, pode-se medir a corrente elétrica em dois pontos distintos da aplicação de diferença de potencial, neste caso a medida é obtida por um método em quatro pontas. O método em quatro pontas apresenta uma grande vantagem, pois ao medir a corrente elétrica em pontos diferentes da aplicação de diferença de potencial, a resistência elétrica no contato das pontas com o sensor pode ser desprezada, não influenciando na medida obtida, de acordo com Giroto e Santos (2002) . Este método é recomendado quando se realiza medidas elétricas em situações em que o contato das pontas com o material de análise apresenta alta resistência elétrica. Na maioria dos estudos revisados nesse item, o método de duas pontas foi utilizado e alguns autores justificam essa escolha pelo fato da resistência elétrica do contato ser pequena o suficiente, como exemplificado por Zhang *et al.* (2007) e Loh *et al.* (2008).

O contato do sensor de NTC com o sistema de aquisição de dados foi feito em grande parte dos trabalhos revisados, através do uso de tinta de prata condutiva. Este material é utilizado comumente para tornar superfícies não condutoras em eletricamente condutoras. O contato é feito pela “cimentação” dos fios do aparato de aquisição diretamente sobre o sensor utilizando a tinta da prata, como pode ser exemplificado pela figura 3.17 retirada do trabalho de Yin *et al.* (2011). Apesar do uso generalizado deste material como contato, poucos autores discutem a influência do uso da tinta de prata no comportamento elétrico e mecânico do sensor de NTC.

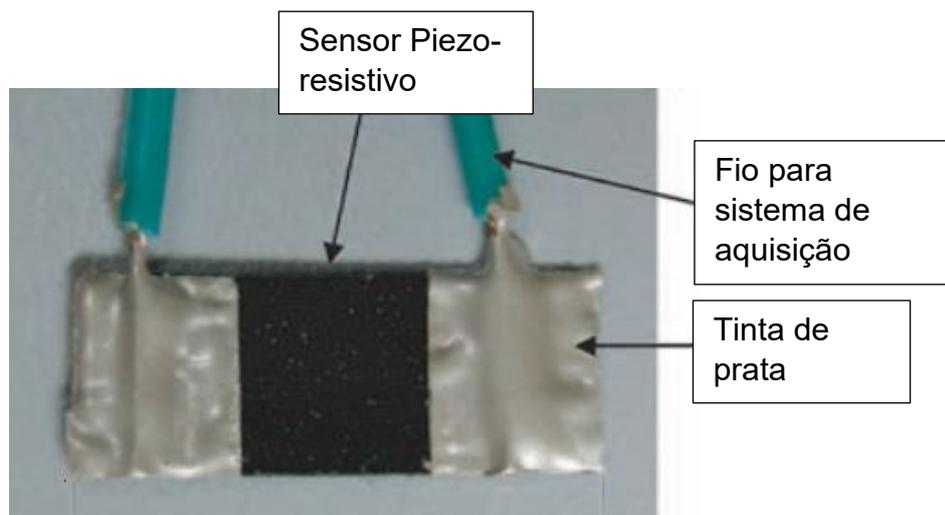


Figura 3.17: Conexão dos fios do sistema de aquisição com o sensor através de tinta de prata condutora. Fonte: Adaptado de Yin *et al.* (2011)

A tabela 3.1 apresenta os diversos estudos discutidos anteriormente em ordem cronológica. Os campos em branco indicam que a informação não foi fornecida pelos autores. Na coluna “Concentração NTC”, estão em **negrito** os valores que são fornecidos em termos de volume, ao invés de serem em termos de massa. Na coluna “Deformação máxima” estão expostos valores máximos de deformação aplicada e foi enfatizado em **negrito** os trabalhos em que este valor é calculado a partir do deslocamento do cabeçote da máquina de ensaios. Deve-se tomar cuidado com este procedimento, uma vez que o deslocamento do cabeçote não é necessariamente o mesmo deslocamento sofrido pelo corpo de prova.

Na coluna “Resposta”, pode-se observar que para alguns estudos a medida realizada pelo sensor é linear, enquanto para outros essa resposta é não-linear. Essa variação dos resultados pode ser atribuída principalmente à concentração de NTC utilizada para a formulação do sensor nos respectivos estudos, sendo que em concentrações próximas ao limite de percolação, a resposta do sensor tende a ser não-linear, enquanto em concentrações de NTC acima do limite de percolação, a resposta se aproxima de uma reta.

Tabela 3.1: Estudos sobre sensor de NTC em formato de filme.

Espessura filme ( $\mu\text{m}$ )	Resistência elétrica ( $\Omega$ )	Gauge Factor	Concentração NTC (Porcentagem em massa)	Deformação máxima	Resposta	Contato	Referência
10			-	400 a -300 $\mu\text{m}/\text{mm}$	Linear	4 pontos	Dharap <i>et al.</i> (2004)
300	-	5.5	10%	+ - 1500 $\mu\text{m}/\text{mm}$	Linear	2 pontos	Kang <i>et al.</i> (2007)
127	750	15.32	1%	0.6 mm/mm	Linear/não linear	2 pontos	Pham <i>et al.</i> (2008)
140	$(500 - 6) * 10^3$	50	1.44% (Volume)	0.07 mm/mm	Linear/não linear	2 pontos	Park <i>et al.</i> (2008)
0.5 - 1	$(1 - 100) * 10^3$	0.5 a 1.8	0.80 mg/mL	0.01 mm/mm	-	2 pontos	Loh <i>et al.</i> (2008)
150	$400 * 10^3$	0.73	1%	0.05 mm/mm (CABEÇOTE)	Linear/não linear	2 pontos	Bautista-Quijanoa <i>et al.</i> (2010)
70	$10^4$	0.8	8.9% (Volume)	0.006 mm/mm	Linear	4 pontos	Rein <i>et al.</i> (2011)
150	-	22.4 tração 7.1 compressão	1%	+ - 6000 $\mu\text{m}/\text{mm}$	Linear anti-simétrica (compressão-tração)	2 pontos	Yin <i>et al.</i> (2011)
35	170	69	0.30%	4 mm/mm	Não linear	2 pontos	Slobodian <i>et al.</i> (2012)
200	-	2.78	0.50%	0.035 mm/m	Linear/não linear	2 pontos	Oliva-Avilés <i>et al.</i> (2011)
190	-	22.4	1%	+ - 6000 $\mu\text{m}/\text{mm}$	Linear anti-simétrica (compressão-tração)	2 pontos	Hu <i>et al.</i> (2010)
300		3	10%	1 mm/mm (CABEÇOTE)	Não linear	2 pontos	Bautista-Quijano <i>et al.</i> (2013)

### 3.3.4 Medidas de propriedades elétricas.

Considerando as grandezas envolvidas na resistência dos materiais, pode-se observar que deformações são usualmente pequenas. Conseqüentemente a variação de resistência elétrica exibida por sensores piezo-resistivos será também menor, normalmente abaixo de 1%, gerando a necessidade de instrumentação com alta precisão. A ponte de Wheatstone é um circuito simples, preciso e econômico capaz de medir pequenas variações de resistência elétrica. Este tipo de circuito converte a variação de resistência  $\Delta R$  em variação de tensão  $\Delta E$  que pode ser medida nos terminais da ponte. O esquema básico da ponte de Wheatstone é apresentado na figura 3.18. O aparato é constituído por dois “braços” com dois resistores elétricos em cada,  $R_1$  e  $R_2$ ,  $R_4$  e  $R_3$  adjacentes entre si. Uma das resistências é substituída pelo sensor, cuja variação de resistência elétrica é apontada em termos de variação de diferença de potencial elétrico  $e_o$ , gerando um sinal que pode ser tratado e aqüisitado em um sistema computacional.

A razão entre duas resistências de um mesmo braço, ( $R_1$  e  $R_2$ ) é igual à razão entre as resistências do outro braço ( $R_4$  e  $R_3$ ). Com isso, se resistores posicionados em um mesmo braço são submetidos a uma mesma variação, a ponte não detectará nenhuma alteração. Esta característica pode ser aproveitada para compensar efeitos externos no sensor, como umidade e temperatura. Esta configuração pode ser feita conectando um sensor ativo (vinculado ao corpo em que serão realizadas medições) a  $R_1$  e um sensor inativo (em repouso) a  $R_2$ , conforme Oliveira Filho *et al.* (1980).

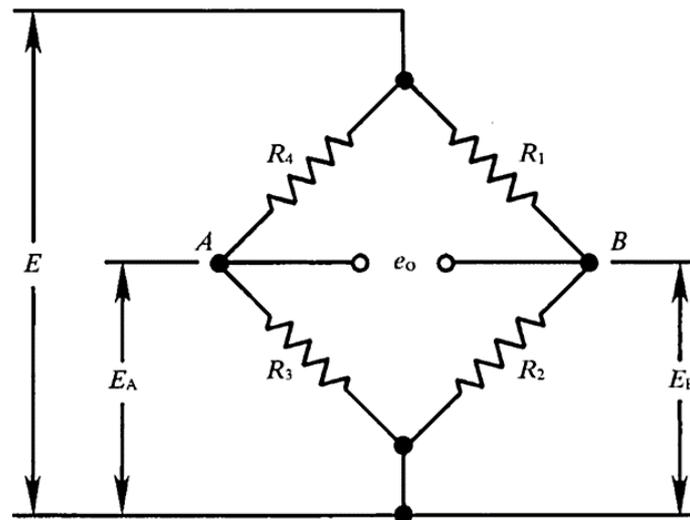


Figura 3.18: Ponte de Wheatstone.

Com uma tensão de excitação constante  $E$ , a tensão de saída será a diferença de tensão entre os pontos A e B:

$$E_A = E \left( 1 - \frac{R_4}{R_4 + R_3} \right) \quad (5)$$

$$E_B = E \left( 1 - \frac{R_1}{R_1 + R_2} \right) \quad (6)$$

A tensão de saída  $e_0$ , será, portanto:

$$e_0 = E_A - E_B = E \left( \frac{R_1}{R_1 + R_2} - \frac{R_4}{R_4 + R_3} \right) \quad (7)$$

### 3.3 Reologia

A reologia é a ciência que estuda o fluxo e deformação dos materiais ao serem solicitados mecanicamente, de acordo com Oliveira *et al.* (2000). Para fluidos, o comportamento reológico é usualmente descrito em termos de taxa de cisalhamento e tensão de cisalhamento, controlando um desses parâmetros e medindo o outro. Com os valores adquiridos é possível obter propriedades

reológicas do fluido, como viscosidade, tensão de escoamento, comportamento visco-elástico e dependência com o tempo.

Vem de Isaac Newton o primeiro modelo que descreve a taxa de deformação que um líquido sofre ao receber uma tensão externa. Newton propôs que o deslocamento pode ser descrito por um modelo de duas lâminas paralelas que contêm o líquido, afastadas de uma distância infinitesimal ( $dx$ ) e que se movimentam em velocidades diferentes, de acordo com a figura 3.19. A diferença de velocidade é mantida por uma força externa ( $F$ ) aplicada em uma das lâminas, que cisalha o fluido. O gradiente de velocidade do líquido contido entre as placas é chamado de taxa de cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) e descreve a taxa de deformação do fluido. A tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) é a força distribuída na área da placa, conforme Oliveira *et al.* (2000).

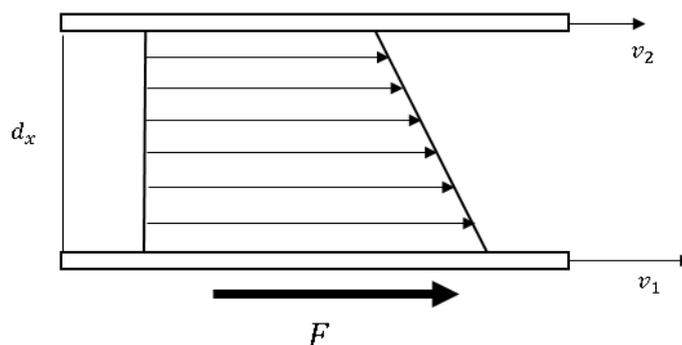


Figura 3.19: Gradiente de velocidade de um fluido ao ser cisalhado por uma placa.

Newton verificou que existem vários líquidos que apresentam uma relação linear entre a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento. Ao coeficiente de proporcionalidade foi dado o nome de viscosidade ( $\eta$ ), descrito pela equação 8. Os fluidos que apresentam este comportamento, conforme gráfico da figura 3.21, são denominados newtonianos. Pode-se considerar a viscosidade como um indicativo da coesão entre as moléculas que constituem o fluido. De modo geral, quanto mais viscoso o líquido, mais coeso será o estado interno do líquido, comparando a água ao mel por exemplo.

$$\tau = \frac{F}{a} = \eta * \frac{dv}{dx} = \eta * \dot{\gamma} \quad (8)$$

O comportamento linear newtoniano pode ser encontrado em fluidos homogêneos (água, acetona) e em suspensões bem diluídas sem agregados, conforme Stein (1985). A maioria dos líquidos usuais, porém, não apresenta este comportamento, exibindo relações mais complexas entre força aplicada e escoamento. Existe uma necessidade em se conhecer melhor as propriedades reológicas de suspensões, devido a utilização de diversos tipos de soluções heterogêneas em processos industriais e em nanotecnologia.

Uma suspensão pode ser definida como uma mistura do tipo sólido/líquido, em que as partículas (fase discreta) estão uniformemente distribuídas no fluido (fase contínua) sem que haja dissolução do material sólido num dado intervalo de tempo, conforme Oliveira *et al.* (2000). A adição de partículas em um líquido pode promover mudanças drásticas na resposta reológica da solução, uma vez que o sólido atua como uma barreira ao escoamento da fase contínua, que é obrigada a contornar a partícula, conforme o modelo da figura 3.20.

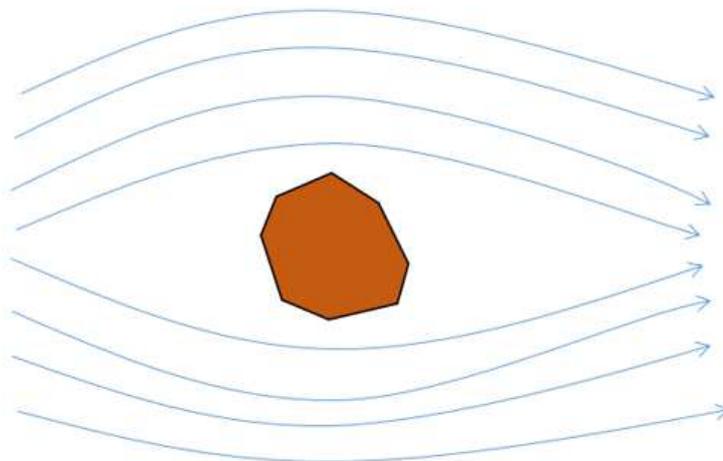


Figura 3.20: Efeito da partícula nas linhas de fluxo do líquido.

Para concentrações de sólidos acima de 5% do volume a frequência de colisões entre partículas é suficiente para que a viscosidade da solução aumente. Nesta situação a viscosidade passa a ser função não só da temperatura e das características do meio líquido, mas também das propriedades das partículas, como distribuição granulométrica, densidade, área superficial, rugosidade e carga eletrostática superficial.

Como resultado da adição de partículas em um fluido, muitas vezes se observa um comportamento reológico não linear e com isso, novos modelos surgem para explicar o fenômeno. Em termos reológicos, as suspensões concentradas podem ser classificadas como aquelas em que a viscosidade depende somente da taxa de cisalhamento e aquelas em que a viscosidade depende também do tempo. Dentre as suspensões cuja viscosidade depende da taxa de cisalhamento (ditas independentes do tempo) pode-se dividi-las, como mostra a figura 3.21, em:

- Pseudoplástica
- Dilatante
- Pseudoplástica com tensão de escoamento
- Dilatante com tensão de escoamento
- Bingham

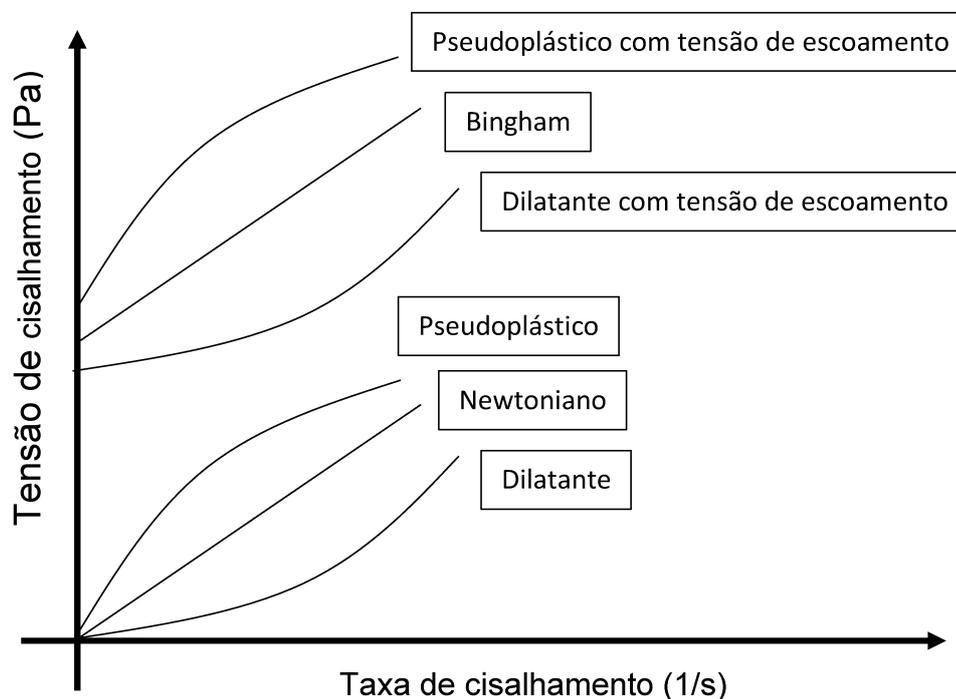


Figura 3.21: Modelos reológicos usuais.

A tensão de escoamento é o esforço mínimo necessário para que haja escoamento. Em tensões inferiores o líquido se comporta como sólido rígido.

Esta tensão mínima surge devido a formação de uma estrutura espacial rígida por toda a suspensão. A rede ocorre principalmente pela atração entre as partículas da suspensão e todos os fatores que contribuem neste aspecto (carga superficial, área superficial) influenciam o valor de tensão de escoamento, conforme Oliveira *et al.* (2000).

O comportamento pseudoplástico é caracterizado por uma grande resistência ao escoamento em baixas taxas de cisalhamento e pela sucessiva diminuição da viscosidade a medida em que se aplica taxas maiores. O surgimento deste comportamento é devido principalmente às interações existentes na suspensão quando em concentrações significativas (superiores a 5%). A variação de viscosidade em fluidos pseudoplásticos pode ser justificada pelo efeito da organização de partículas quando se aplica taxas de cisalhamento elevadas, reduzindo a viscosidade da solução, pois em taxas menores, prevalece a coesão estabelecida entre partículas, que se opõem ao fluxo do líquido. Por outro lado, o efeito dilatante observado em alguns tipos de líquidos ocorre devido à pequena distância entre partículas, ou partículas com acentuada rugosidade superficial. A altas taxas de cisalhamento, o deslocamento do fluido entre as partículas é dificultado, o que aumenta a viscosidade.

Para relações não lineares, a definição clássica de viscosidade proposta por Newton não pode ser mais adotada, uma vez que novas interações tornam o comportamento do fluido mais complexo. Para descrever a correspondência entre escoamento e tensão aplicada surgem novas expressões matemáticas. A viscosidade aparente ( $\eta_{ap}$ ), por exemplo, é calculada pela divisão simples entre tensão de cisalhamento e taxa de cisalhamento. Diversos modelos que descrevem os comportamentos reológicos também apresentam definições próprias de viscosidade.

### 3.4.1 Soluções de nanotubos de carbono.

A estabilidade de uma solução coloidal de nanotubos de carbono é influenciada pelas interações eletrostáticas existentes no sistema, principalmente por forças atrativas de van der Waals, acentuadas pela grande área superficial característica deste tipo de nanoestrutura. A viscosidade da solução apresenta uma correlação direta com a microestrutura formada pela interconexão de NTC, em função da distribuição espacial e a orientação dos nanotubos. Assim, o comportamento reológico é um indicativo da qualidade da dispersão da solução, que neste contexto significa a desaglomeração de NTC individuais ao longo do fluido. Soluções aquosas de nanotubos de carbono costumam apresentar um comportamento pseudoplástico que pode ser descrito pela lei de potência (*power law*) ou pelo modelo de Herschel-Bulkley e ambas contêm um índice de consistência ( $K$ ), que corresponde à viscosidade da solução, de acordo com Garg *et al.* (2009).

Estudo de Fan e Advani (2007) explorou cinco aspectos que influenciam a microestrutura de uma suspensão de nanotubos de carbono e suas consequências na reologia da solução: grau de dispersão, relação de aspecto, concentração, estrutura e orientação da rede. O efeito de dispersão comprovou que nanotubos individuais em estado desaglomerado são capazes de formar uma rede interconectada, aumentando a resistência ao escoamento. Comparando soluções com NTC de diferentes tamanhos, se observou que nanotubos longos são capazes de promover uma microestrutura mais rígida. Os resultados indicaram também a existência de um limite de concentração em que ocorre um salto na viscosidade da solução (similar ao limite de percolação para a condutividade elétrica) como consequência da precipitação de uma forte rede de interconexões entre NTC. Ensaio de fluxo contínuo promoveram o alinhamento dos NTC, enfraquecendo as interações e exibindo comportamento pseudoplástico. Os autores concluíram que suspensões com boa dispersão, fator de forma alto e concentração elevada promovem uma rede de nanotubos de carbono com fortes vínculos.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

O sensor é uma peça fundamental para um sistema de monitoramento e seu comportamento deve ser previsível para que se tenha uma descrição correta do estado estrutural do objeto monitorado. De modo a obter confiança na aplicação de um novo sensor, deve-se caracterizá-lo extensivamente, cobrindo os cenários e condições ambientais possíveis, uma vez que sua aplicabilidade depende de medições confiáveis para garantir a segurança de um material ou estrutura, com diferentes níveis de responsabilidade.

Considerando estas questões, se optou por testar o funcionamento do sensor de nanotubos em corpos de prova de argamassa, uma vez que os materiais cimentícios são os mais utilizados na construção civil, apresentando propriedades e desafios únicos em sua caracterização. Dessa forma serão realizados testes piezo-resistivos com os corpos de prova de argamassa em regime de compressão, ensaio habitual para materiais cimentícios. Na literatura existem poucos estudos sobre a resposta piezo-resistiva de sensores de em NTC sob regime de compressão e em formato de filme vinculados à corpos de prova cimentícios. Portanto, neste aspecto pode-se considerar este trabalho como inovador.

Este capítulo expõe os materiais e processos empregados na fabricação do sensor. São apresentados também os métodos utilizados para qualificação do protótipo, tendo em mente que nesta etapa de desenvolvimento do sensor deseja-se avaliar principalmente a viabilidade de emprego da tecnologia. Os resultados obtidos e a configuração final empregada serão discutidos no capítulo 5. A configuração do sensor empregada neste trabalho é discutida no item 4.2.3 e no Apêndice A é apresentado o histórico de desenvolvimento do sensor até a configuração final utilizada.

## 4.1 Materiais

Este item apresenta as características dos materiais utilizados na composição do sensor de nanotubos, da argamassa que compõem o corpo de prova e do extensômetro empregado para as medidas de deformação.

### 4.1.1 Tinta piezo-resistiva

A tinta piezo-resistiva é composta por uma solução aquosa de nanotubos de carbono, carboximetil-celulose e microcelulose. Os nanotubos de carbono utilizados foram produzidos pelo Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno – CTNano/UFMG com diâmetros na faixa de 19 nm, comprimento na ordem de 2  $\mu\text{m}$ , funcionalizados através de tratamento ácido com  $H_2SO_4 / HNO_3$  (3:1 em volume).

A imagem 4.1 apresenta imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET) dos nanotubos de carbono funcionalizados. As imagens de MEV foram obtidas em um microscópio Quanta 200 - FEG/FEI com canhão de emissão por efeito de campo e as imagens de MET em um microscópio FEI TECNAI G2.

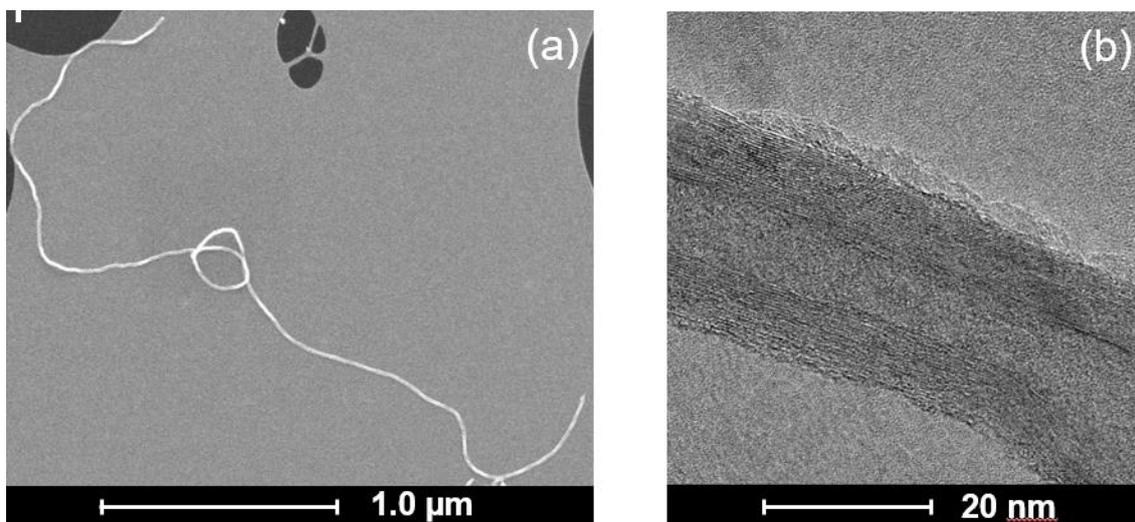


Figura 4.1: Imagens de (a) MEV e (b) MET dos nanotubos de carbono funcionalizados.

A análise termogravimétrica (TG) dos nanotubos de carbono funcionalizados revela um grau de funcionalização em 9,0% em massa para os nanotubos, avaliado entre 120°C e 400°C. A presença de óxidos metálicos é inferior a 3%, de acordo com o resíduo observado na curva em verde da figura 4.2. No mesmo gráfico observa-se também que o pico de máxima taxa de perda de massa ocorre em 583 °C, de acordo com a curva em azul, que representa o resultado de termogravimetria diferencial (DTG).

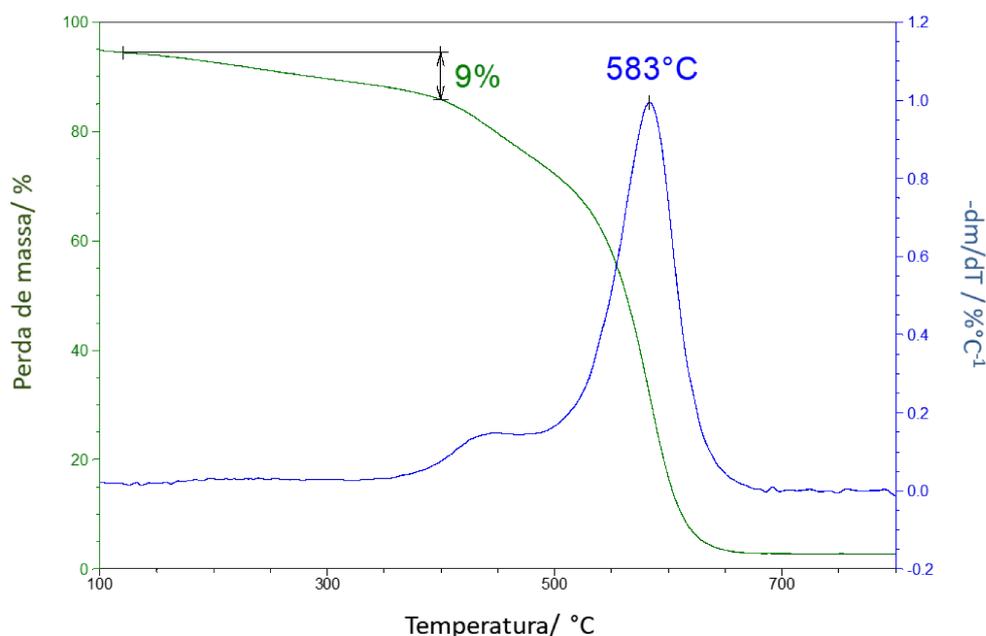


Figura 4.2: Resultado de TG no eixo vertical à esquerda e DTG no eixo vertical à direita.

A celulose é um polímero composto por monômeros de glicose, sendo um dos principais constituintes de paredes celulares das plantas e algas. É o polímero orgânico mais abundante no planeta Terra. A polpa de celulose pode ser obtida industrialmente dentro do processo de fabricação de papel. A microcelulose utilizada na produção do sensor foi cedida pela empresa Suzano, fabricante de papel e comerciante de celulose.

A carboximetil-celulose é um polímero derivado da celulose, hidrofílico, capaz de formar soluções ou géis estáveis. É utilizada como modificador de viscosidade, espessante e estabilizante de emulsões em diversos tipos de produtos, incluindo indústria alimentícia. A carboximetil-celulose utilizada neste trabalho foi fornecida pela empresa *Aldrich Chemistry*.

A água utilizada como solvente para a tinta é proveniente de processo de destilação por osmose reversa, executada no laboratório de química do CTNano/UFMG.

#### 4.1.2 Argamassa

Para a produção de corpos de prova padronizados, foram utilizados materiais de acordo com as recomendações da norma NBR 7215:1996 da ABNT. São eles: areia fina lavada e peneirada da empresa “Pura Sílica”, com granulometria abaixo de 4,8mm, seca em estufa a 100 °C por 24 horas. Cimento tipo CPIII da empresa Intercement. Água potável fornecida pela COPASA MG. Aditivo superplastificante MC-Powerflow 1108 fornecido pela empresa MC Bauchemie.

#### 4.1.3 Extensômetro

O extensômetro utilizado para a medição de deformação no corpo de prova é fabricado pela empresa KYOWA, modelo KFG-20-120, com comprimento de 20 mm. De acordo com o fabricante, o extensômetro possui *gauge factor* de  $2,10 \pm 1\%$  e resistência elétrica inicial de  $120,2 \pm 0,2 \Omega$ .

## 4.2 Métodos

Este item descreve os métodos utilizados para a preparação dos corpos de prova de argamassa e da tinta piezo-resistiva, utilizada para a fabricação do sensor utilizando nanotubos de carbono.

### 4.2.1 *Preparação dos corpos de prova de argamassa*

Os corpos de prova de argamassa padronizados foram produzidos com um fator água/cimento de 0.55 e relação cimento/areia de 1:3. A quantidade utilizada de material, para cada batelada foi:

- 624 g de cimento
- 1872 g de areia
- 350 g de água
- 6 g de aditivo superplastificante

Cada batelada foi executada em um misturador mecânico com cuba de aço, como ilustrado pela figura 4.3. Para a sequência de misturas dos materiais que compõem a argamassa, seguiu-se o procedimento fornecido pela norma NBR 7215:1996, com pequenas adaptações:



Figura 4.3: Cuba de aço utilizada na produção de argamassa.

- Mistura mecânica (adaptado da NBR 7215:1996):

Executar a mistura mecânica, colocando inicialmente na cuba toda a quantidade de água e adicionando o cimento. A mistura destes materiais deve ser feita com o misturador na velocidade baixa, durante 30 s. Após este tempo, e sem paralisar a operação de mistura, iniciar a colocação da areia, com o cuidado de que toda esta areia seja colocada gradualmente durante o tempo de 60 s. Imediatamente após o término da colocação da areia, mudar para a velocidade alta, misturando-se os materiais nesta velocidade durante 30 s. Após este tempo, desligar o misturador durante 105 s. Nos primeiros 15 s, retirar, com auxílio de uma espátula, a argamassa que ficou aderida às paredes da cuba e à pá e que não foi suficientemente misturada, colocando-a no interior da cuba. Durante o tempo restante (75 s), a argamassa deve ficar em repouso na cuba, coberta com pano limpo e úmido. Imediatamente após este intervalo, adicionar o aditivo superplastificante e ligar o misturador na velocidade alta, por mais 60 s.

A argamassa resultante foi compactada em moldes metálicos para a obtenção de corpos de prova prismáticos, com dimensões nominais de  $16 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ ; os corpos de prova foram curados nas primeiras 24 horas em câmara úmida seguido da retirada da forma. Os corpos de prova foram imersos então em água com cal, dando sequência ao processo de cura, como demonstrado na figura 4.4. Foram produzidos 8 corpos de prova de argamassa, 3 para caracterização da resistência a compressão do material e os 5 restantes foram utilizados em ensaios piezo-resistivos.



Figura 4.4: Corpos de prova em processo de cura.

A nomenclatura utilizada para denominação visa diferenciar os corpos de prova direcionados para a determinação da resistência a compressão, daqueles utilizados em ensaios piezo-resistivos. Dessa forma os corpos de prova CP01 a CP03 foram utilizados para a resistência a compressão da argamassa e os corpos de prova TP01 a TP05 (Teste Piezo-resistivo) foram utilizados nos ensaios piezo-resistivos.

#### *4.2.2 Preparação da tinta piezo-resistiva*

A solução utilizada na fabricação do sensor era composta por 1% de nanotubos de carbono em massa em relação a massa de solvente (água destilada), 0,1% em massa de carboximetil-celulose e 0,2% em massa de microcelulose. A microcelulose fornecida se apresenta em formato de pasta, constituindo somente 4% em massa da pasta, deve-se descontar a massa de água presente, portanto. A produção da tinta piezo-resistiva foi realizada em bateladas de 200g, cada uma com os seguintes quantitativos:

- 200 g de água destilada
- 10 g da pasta de microcelulose (0,4g de microcelulose)
- 0,2 g de carboximetil-celulose
- 2 g de nanotubos de carbono

A dispersão dos materiais foi realizada utilizando um dispersor do tipo Turrax, da empresa Ultra Stirrer (modelo D-500), mostrado na figura 4.5. Este equipamento promove a dispersão dos NTC, inicialmente em estado agregado, através de forças cisalhantes que desentrelaçam as partículas de NTC aglomeradas. O processo dispersão ocorre em dois intervalos de tempo: 5 minutos iniciais em velocidade “B” equivalente a 7150 RPM seguidos de 5 minutos em velocidade “D” equivalente a 14300 RPM

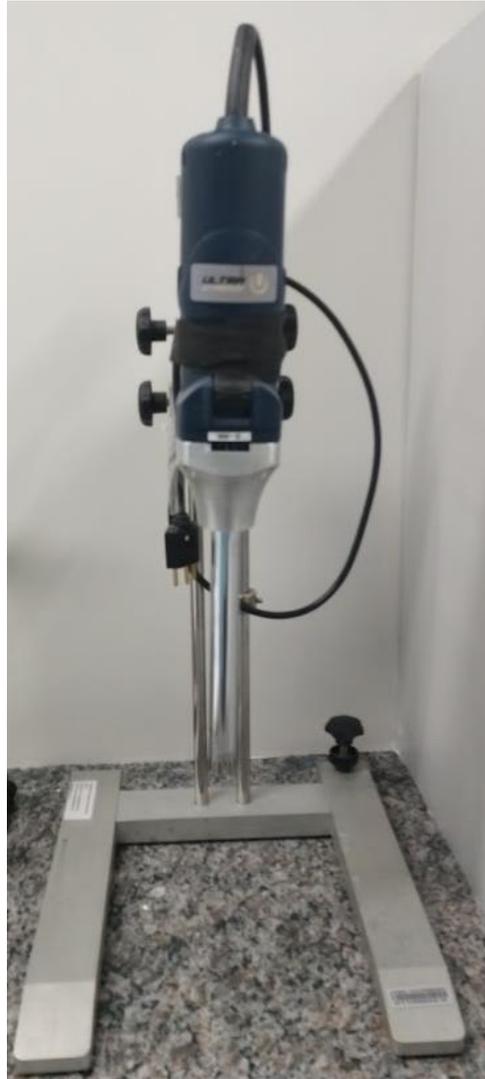


Figura 4.5: Dispersor do tipo Turrax.

No processo subsequente, a solução resultante é centrifugada, em uma centrífuga modelo Centrifuge 5702 fabricada pela empresa Eppendorf, por 50 minutos em 3000 RPM, seguido da remoção do material depositado no fundo; aplicação de mais 60 minutos em 4000 RPM e separação do sobrenadante para utilização como tinta piezo-resistiva. O princípio por trás da solução NTC-Polímero proposta é a possibilidade de aplicação sobre qualquer superfície, tal qual uma tinta. A figura 4.6 apresenta a consistência final do material.



Figura 4.6: Consistência da tinta piezo-resistiva.

### 4.3 Configuração do sensor de NTC

A configuração utilizada neste trabalho é formada por duas fendas que recebem os fios do sistema de aquisição e o filme é aplicado sobre este conjunto, diretamente sobre a superfície do corpo de prova. A figura 4.7 apresenta o esquema de montagem do sensor. Como o mecanismo de piezo-resistividade ocorre através da medida de resistência elétrica, o elemento monitorado deve ser isolante, caso contrário haverá fluxo de elétrons do filme para o corpo de prova, influenciando as medições.

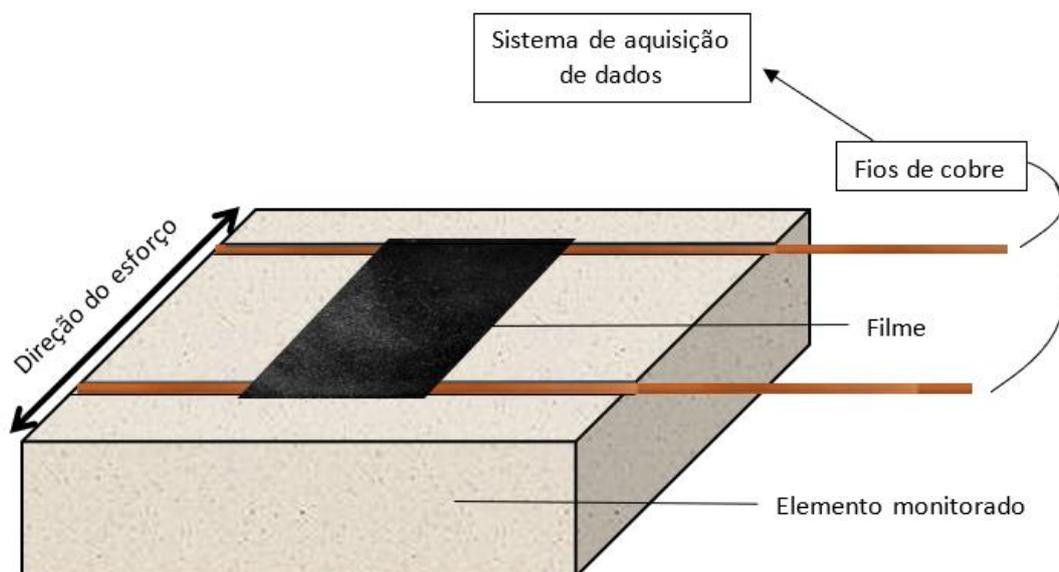


Figura 4.7: Configuração do sensor.

Ao aplicar o filme direto sobre o corpo de prova, espera-se que o sensor apresente medidas que descrevam com fidelidade o comportamento da superfície do material. O contato proposto através do embutimento dos fios de cobre sobre o corpo de prova visa proporcionar uma menor resistência elétrica no contato, promovendo uma medida mais estável, com menos ruído, de acordo com a experiência obtida durante o desenvolvimento do sensor, como o exposto no Apêndice A.

#### 4.4 Fabricação do sensor

As dimensões de área escolhida para o filme são de 3 cm x 2 cm, valores próximos de um extensômetro convencional para concreto, que possui em média 2,5 cm de comprimento e para que o efeito da deformação longitudinal seja preferencial, uma vez que o sensor cobrirá uma área com maior distribuição ao longo do eixo longitudinal do corpo de prova. Com isso espera-se que o efeito de Poisson tenha pouca influência na medida alvo do sensor, que são as deformações longitudinais.

As próximas figuras mostram a sequência da preparação do corpo de prova para o filme piezo-resistivo:

1. Lixamento da superfície do corpo de prova e abertura de fendas por uma serra circular com profundidade de 3mm aproximadamente, distanciadas em 3 cm na porção central do corpo de prova. (figura 4.8)
2. Compactação dos fios de cobre dentro das fendas com um martelo e fixação através da amarração do próprio fio por trás do corpo de prova. (Figura 4.9)
3. Aplicação de uma máscara com fita crepe de dimensões 3 cm x 2 cm, com a dimensão maior na direção longitudinal para a deposição do filme. (Figura 4.10)
4. Emenda dos fios do sistema de aquisição de dados com os fios de cobre. (Figura 4.11)

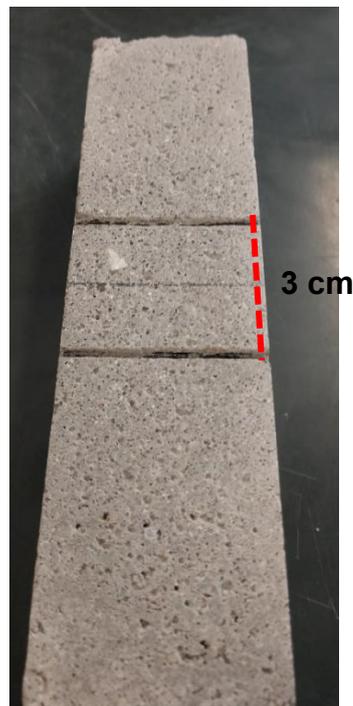


Figura 4.8: Abertura de fendas sobre o corpo de prova.

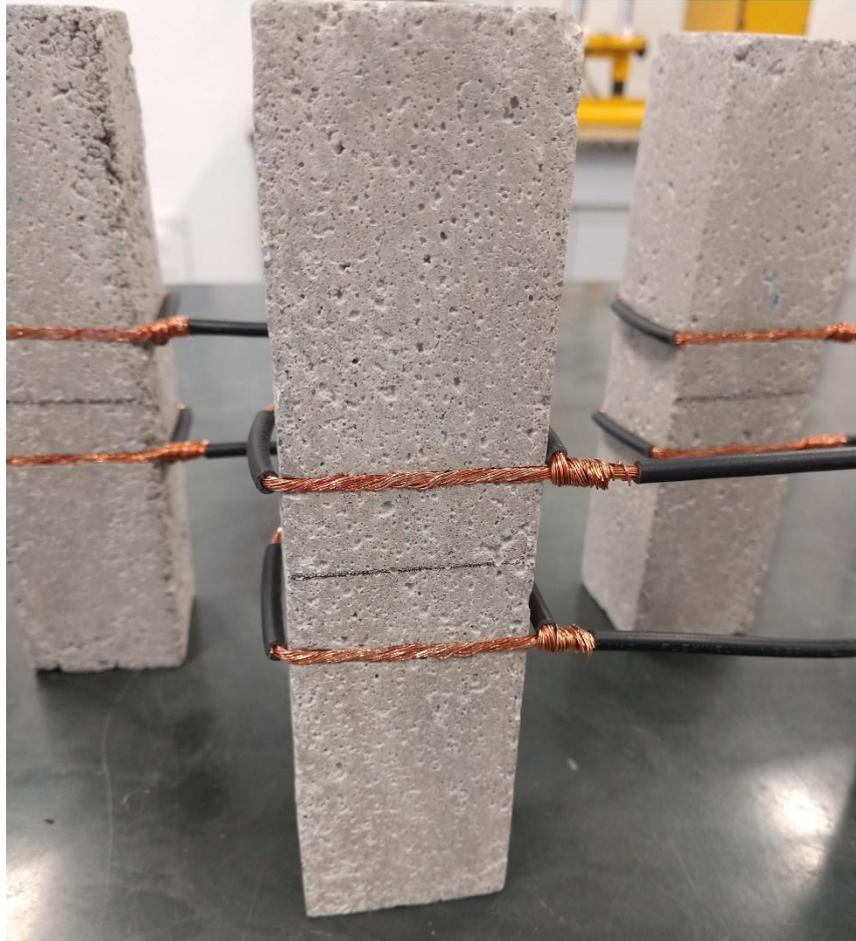


Figura 4.9: Fixação dos fios de cobre sobre as fendas.

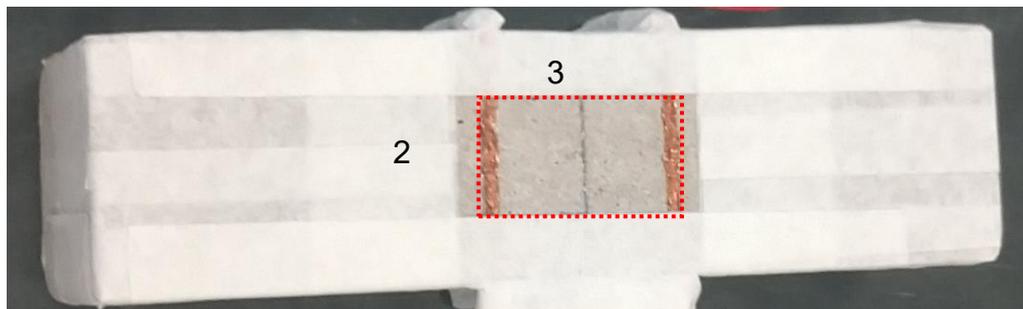


Figura 4.10: Máscara para aplicação do filme.

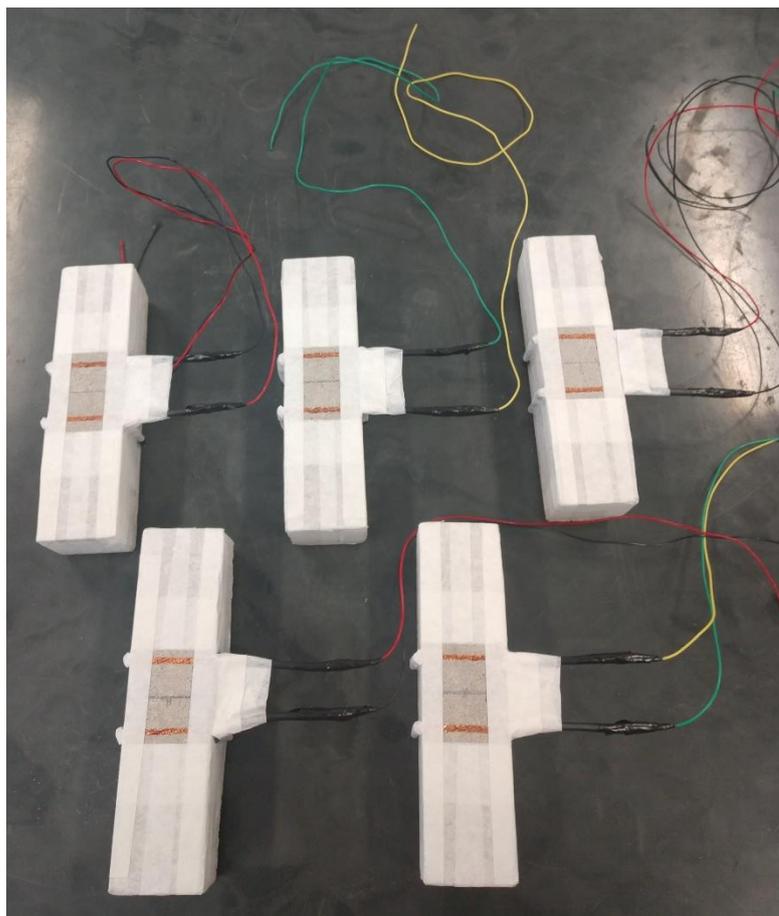


Figura 4.11: Emenda dos fios do sistema de aquisição com os fios de cobre.

O próximo passo para a fabricação do sensor é a aplicação do filme piezo-resistivo sobre o corpo de prova. A formulação proposta pode ser depositada através de técnicas de spray, como utilização de ar comprimido ou outros gases que por meio de pressão imponham uma velocidade no líquido de modo a possibilitar a adesão sobre a superfície. Outra possibilidade seria a utilização de impressoras, o que permite obter um controle maior sobre a aplicação. Neste estudo, a aplicação da tinta foi realizada por meio de um aerógrafo da empresa Western (modelo AER-3) utilizando ar comprimido a uma pressão de 300 KPa. A figura 4.12 apresenta o aerógrafo utilizado. A aplicação da tinta deve ser feita com o corpo de prova e aerógrafo dentro de uma estufa com exaustor e com utilização dos devidos EPIs, para evitar o contato com NTC suspensos no ar expelidos pelo aerógrafo.



Figura 4.12: Aerógrafo para a aplicação da tinta piezo-resistiva.

Como o solvente utilizado na solução é água, existe a necessidade de que se esquite o corpo de prova para que a água do sistema evapore ao tocar a sua superfície, favorecendo a precipitação do filme piezo-resistivo de NTC-polímero-microcelulose, com NTC dispersos. É importante que esta evaporação ocorra de forma quase instantânea, garantindo também que os NTC não se reaglomerem. O aquecimento do corpo de prova é garantido através da fixação de um soprador térmico industrial apontado para a superfície onde será aplicado o filme, de acordo com a figura 4.13. A temperatura da superfície do corpo de prova é monitorada por um termômetro infravermelho portátil.



Figura 4.13: Aquecimento da superfície do corpo de prova através de um soprador industrial.

A aplicação do filme se inicia com o corpo de prova aquecido a uma temperatura de  $100^{\circ} C$  e procura-se manter este valor com no máximo 20% de diferença ao longo da pintura. A aplicação da solução (que está em temperatura ambiente) resfria o corpo de prova, por isso deve-se aguardar um pequeno intervalo de tempo para que a superfície do corpo de prova reaqueça, após a aplicação de uma camada de tinta.

De acordo com a revisão feita no capítulo 3.3.3, a sensibilidade do sensor piezo-resistivo varia em função de sua resistência elétrica inicial, que é resultado da rede interconectada de nanotubos de carbono, que é capaz de percolar elétrons

entre os polos do sensor. Para que se possa controlar a reprodutibilidade no processo de fabricação dos sensores optou-se por fixar a resistência elétrica do sensor ao final do processo de pintura do corpo de prova. Para isso, a resistência elétrica foi monitorada através da conexão dos fios do sensor com um multímetro, como demonstrado na figura 4.14. De modo a padronizar a fabricação do sensor, a aplicação da tinta ocorre somente até o momento em que o sensor atinge uma resistência elétrica de  $400 \Omega$  a uma temperatura de  $100^{\circ}\text{C}$ . A escolha deste valor final de resistência elétrica tem dois motivos: para que se trabalhe dentro da capacidade de medição do sistema de aquisição de dados, como será visto nos próximos itens e para que a resposta do sensor se aproxime de uma função linear, de acordo com os trabalhos revisados no item 3.3.3.



Figura 4.14: Monitoramento da resistência elétrica do sensor através da leitura em um multímetro.

Recapitulando, a sequência para a aplicação da tinta sobre o corpo de prova é:

1. Redispersão da solução aquosa NTC-polímero-microcelulose por 10 min em banho de ultrassom;
2. Aquecimento da superfície do corpo de prova até  $100^{\circ}\text{C}$ ;
3. Início da aplicação da tinta por meio de aerógrafo com ar comprimido;
4. Monitoramento da temperatura, mantendo até 20% de diferença de  $100^{\circ}\text{C}$ ;
5. Monitoramento da resistência elétrica, aplicação da tinta até se obter uma resistência de  $400\ \Omega$  com o corpo de prova aquecido.

#### **4.5 Vinculação do extensômetro ao corpo de prova**

Para medir as deformações sofridas pelo corpo de prova, um extensômetro foi vinculado à superfície oposta à que contém o sensor de nanotubos de carbono, de acordo com a figura 4.15. Antes da vinculação do extensômetro, é aplicado uma fita adesiva sobre o sensor de NTC sem que haja contato da fita com a superfície do filme. Dois pedaços de fio próximos aos polos do sensor mantêm a fita afastada do filme, de acordo com a figura 4.16. Este procedimento visa proteger o sensor de NTC durante a vinculação do extensômetro no corpo de prova.

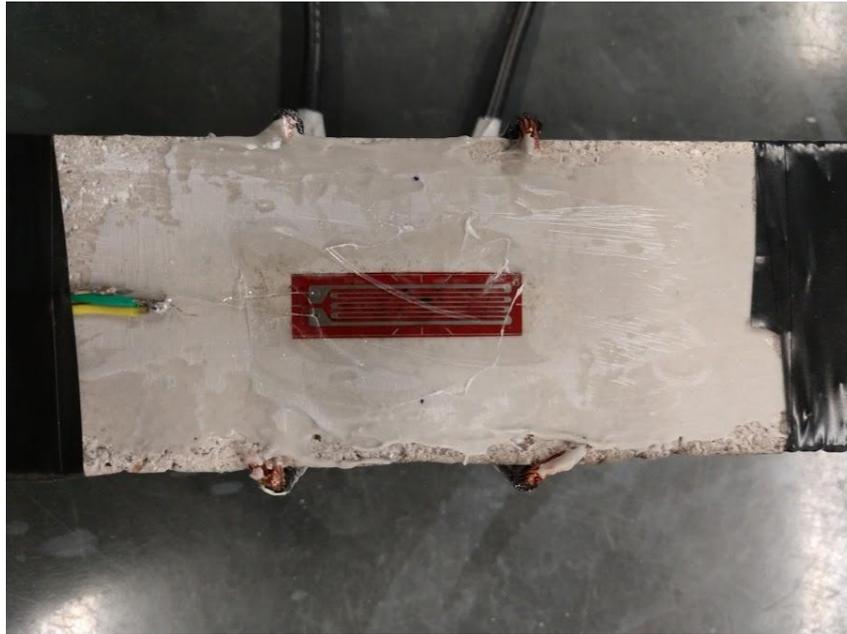


Figura 4.15: Extensômetro vinculado ao corpo de prova na face oposta ao sensor de NTC.

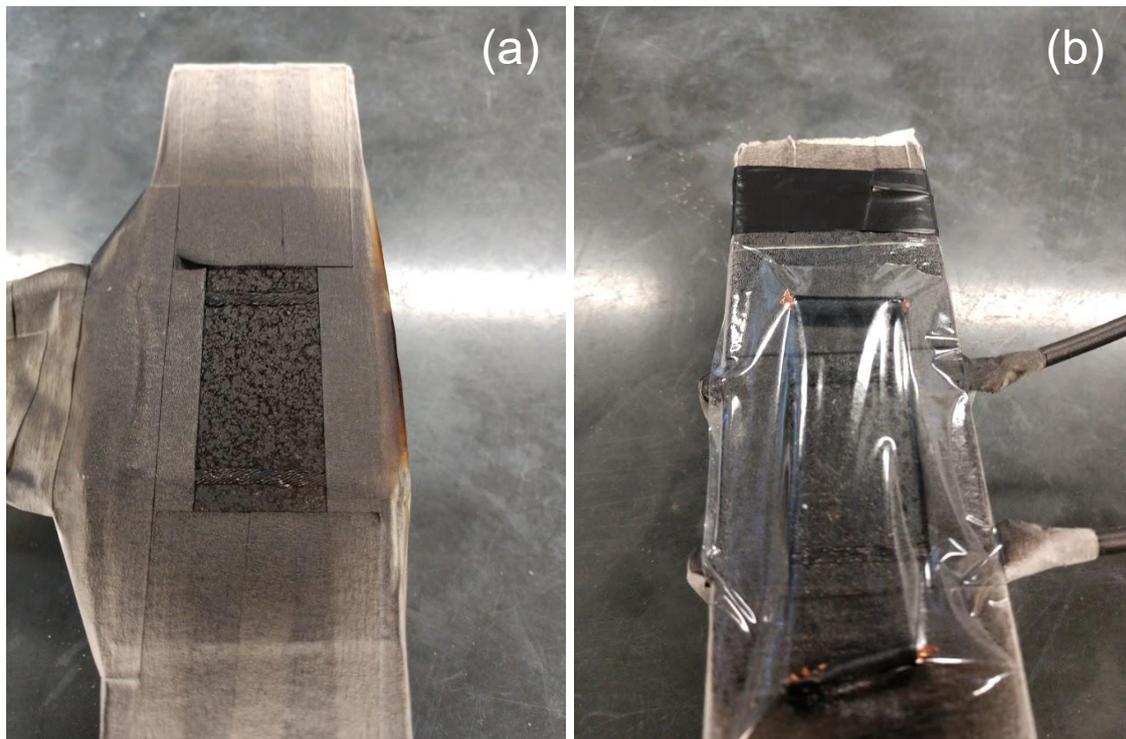


Figura 4.16: (a) Sensor ao final da pintura. (b) aplicação de fita adesiva para proteção da superfície do sensor.

O local de aplicação do extensômetro foi lixado com lixa nº 100 e a superfície foi regularizada através da utilização de massa plástica, lixada por uma sequência crescente de lixas, utilizadas alternadamente em direções perpendiculares: nºs 80, 120, 180, 220 e 500. O extensômetro foi vinculado ao corpo de prova por cola cianoacrilato (SuperBonder) na direção longitudinal do corpo de prova e os fios do extensômetro foram soldados em fios condutores para conexão ao sistema de aquisição de dados, como mostrado na figura 4.15 em que os fios amarelo e verde estão soldados aos polos do extensômetro.

#### **4.6 Sistema de aquisição de dados - SAD**

A aquisição dos sinais do extensômetro e do sensor de nanotubos foi realizada por um sistema de aquisição de dados (SAD) comercializado pela empresa brasileira LYNX, especializada neste tipo de equipamento. Por se tratar de um equipamento comercial, convencionalmente utilizado para testes de deformação em estruturas e materiais, se optou pela sua utilização para que se prove a facilidade de adesão ao uso da tecnologia proposta por este trabalho sem a necessidade de se desenvolver novos sistemas de aquisição de dados dedicados ao sensor de nanotubos.

O SAD é constituído por uma placa de aquisição (Condicionador de sinais ADS2000 com módulo AI-2161, Lynx Tecnologia Eletrônica Ltda.) e um computador. A placa de aquisição de dados contém 16 canais em que se pode conectar sensores a uma ponte de Wheatstone, mostrada na figura 3.18, captando a diferença de potencial  $e_o$  através de um sinal analógico que é posteriormente tratado e digitalizado.

A utilização deste equipamento traz algumas vantagens pois permite o monitoramento de diversos sensores simultaneamente, além de apresentar os dados digitais de forma organizada. Verificou-se também que este sistema apresenta uma boa sincronização com a medida de força realizada pela máquina

de carga. Obter uma boa sincronização dos dados é fundamental, uma vez que o SAD e a máquina de carga fornecem medições independentemente. Neste trabalho, a sincronização dos resultados foi feita a partir da medida de tempo individual de cada equipamento.

Por se tratar de um sistema preparado para trabalhar com extensômetros convencionais, com resistências iniciais de  $120\ \Omega$  ou  $350\ \Omega$  e variação de resistência elétrica menor do que 1%, alguns limites são impostos ao se utilizar um sensor piezo-resistivo não convencional neste sistema. Caso a tensão de saída do canal esteja fora do intervalo  $\pm 10\ V$ , haverá a saturação do sinal e o sistema perde a informação fornecida pelo sensor. Deve-se garantir, portanto, uma configuração de ponte de Wheatstone no canal, para que a tensão de saída  $e_o$  (figura 3.18) não ultrapasse o intervalo  $\pm 10\ V$  ao longo do ensaio.

Para os ensaios piezo-resistivos, foram utilizados dois canais do SAD: um para o extensômetro e outro para o sensor de NTC. O primeiro utiliza uma configuração em um quarto de ponte de Wheatstone, padrão do equipamento e o canal que recebe o sensor de NTC utiliza uma configuração em meia ponte de Wheatstone. As figuras 4.17 e 4.18 apresentam as duas configurações:

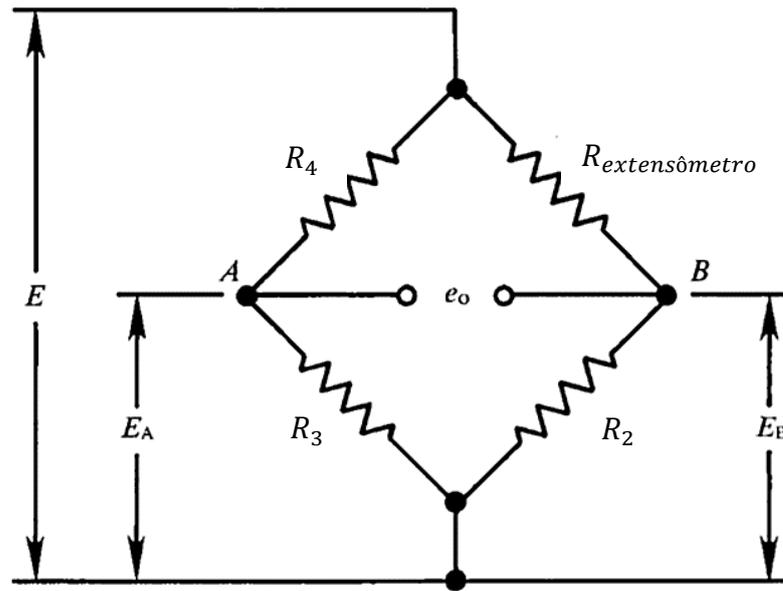


Figura 4.17: Configuração de um quarto de ponte para o extensômetro.

Sendo:

**Configuração extensômetro – Figura 4.17**

$R_1 = R_{\text{extensômetro}}$  Braço que contém o extensômetro elétrico

$$R_2 = 120 \, \Omega$$

$$R_3 = 120 \, \Omega$$

$$R_4 = 120 \, \Omega$$

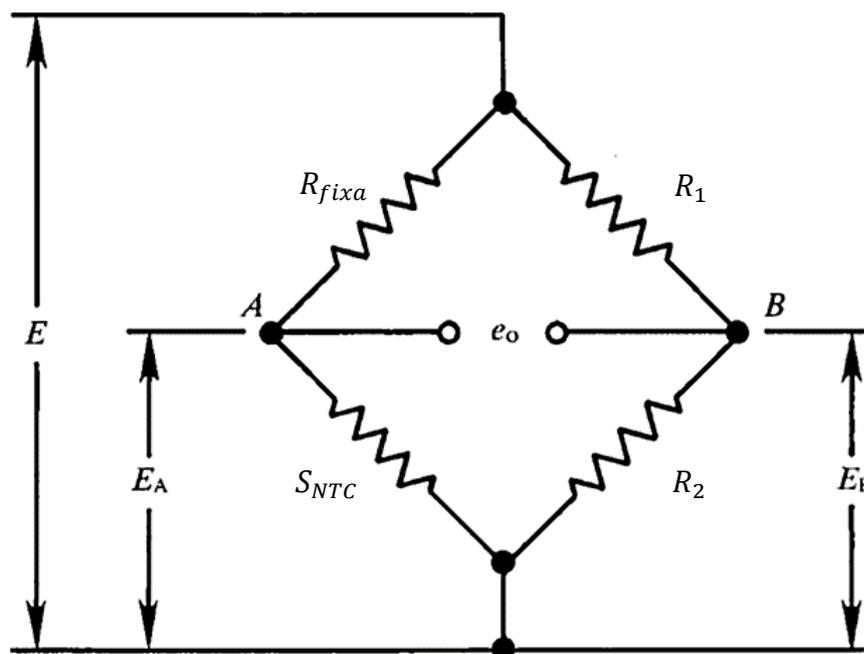


Figura 4.18: Configuração em meia ponte para o sensor de NTC.

Sendo:

**Configuração Sensor NTC – Figura 4.18**

$$R_1 = 120 \Omega$$

$$R_2 = 120 \Omega$$

$$R_3 = S_{NTC} \quad \text{Braço que contém o sensor de NTC}$$

$$R_4 = R_{fixa} \quad \text{Braço que contém a resistência fixa}$$

O extensômetro é posicionado em um quarto de ponte, com todos os outros braços apresentando uma resistência de valor inicial igual ao extensômetro:  $120 \Omega$ . Somente o extensômetro irá sofrer uma variação de resistência elétrica ao longo do ensaio, em função da carga mecânica aplicada ao corpo de prova. Para que se possa converter o sinal de saída  $e_o$  em medida de deformação (medida de engenharia), o sistema de aquisição de dados conta com um mecanismo de “calibração por acoplamento” ou *Shunt Calibration* (no software AqDados, utilizado para controle do sistema este mecanismo se apresenta como

*Shunt Cal.*). Este mecanismo realiza uma simulação de variação de resistência elétrica ao acoplar no local do extensômetro, uma resistência elétrica com valor conhecido ( $R_C$ ), de acordo com a figura 4.19:

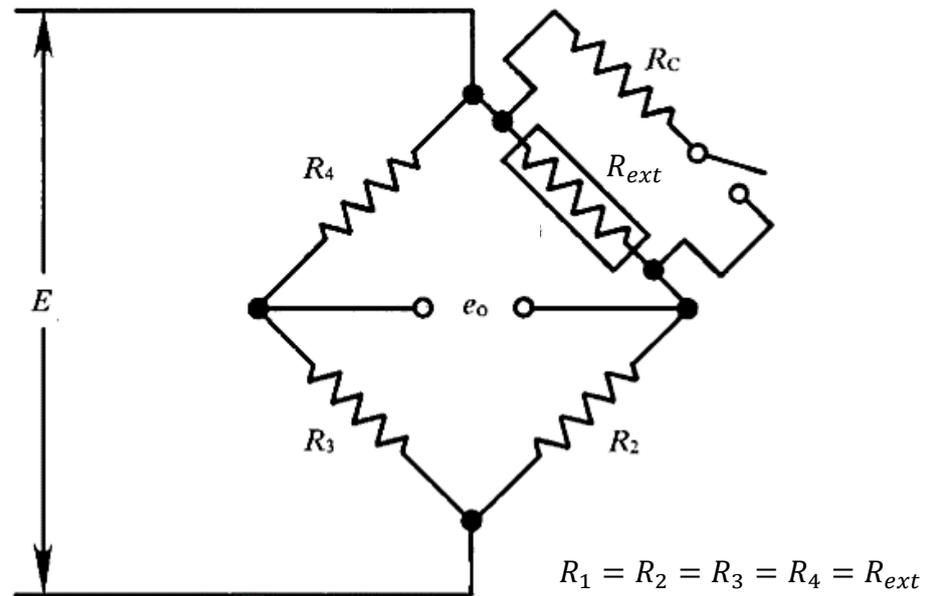


Figura 4.19: Acoplamento da resistência  $R_C$  para calibração do sistema.

Lembrando que  $R_{ext}$  é a resistência inicial do extensômetro, antes do início do ensaio. Quando o resistor  $R_C$  é acoplado à ponte de Wheatstone, a variação de resistência elétrica  $\Delta R$  observada neste braço será:

$$\Delta R = \frac{R_{ext} * R_C}{R_{ext} + R_C} - R_{ext} \quad (9)$$

ou

$$\frac{\Delta R}{R_{ext}} = \frac{-R_{ext}}{R_{ext} + R_C} \quad (10)$$

De acordo com a equação 3, o primeiro termo da equação 10 é igual à uma deformação  $\varepsilon_C$  (simulada pelo *shunt calibration*) multiplicada pelo *gauge factor*  $K$  do extensômetro, cujo valor é 2.10 de acordo com o fabricante:

$$\frac{\Delta R}{R_{ext}} = K * \varepsilon_C \quad (11)$$

Juntando as equações 11 e 10, temos:

$$\varepsilon_C = \frac{-R_{ext}}{K*(R_{ext}+R_C)} \quad (12)$$

A partir da deformação simulada  $\varepsilon_C$  obtêm-se a resposta que o extensômetro irá fornecer ao sistema de aquisição de dados, uma vez que a relação entre variação de resistência elétrica e deformação é linear, como pode ser visto na equação 3. De acordo com a empresa fabricante do sistema de aquisição de dados, o valor da resistência  $R_C$ , acoplada à ponte de Wheatstone é igual a 57494  $\Omega$ , o valor de deformação simulado é, portanto:

$$\varepsilon_C = \frac{-120 \Omega}{2.10*(120\Omega+57494)} = -992 * 10^{-6} \quad (13)$$

Com esta informação, o sistema de aquisição de dados é capaz de fornecer o valor de deformação real medida pelo extensômetro para qualquer variação de resistência elétrica ao longo de um ensaio mecânico, desde que a resposta do extensômetro seja linear. Para o valor obtido na equação 13, a relação entre a variação de resistência elétrica e a deformação mecânica é regida pela seguinte reta:

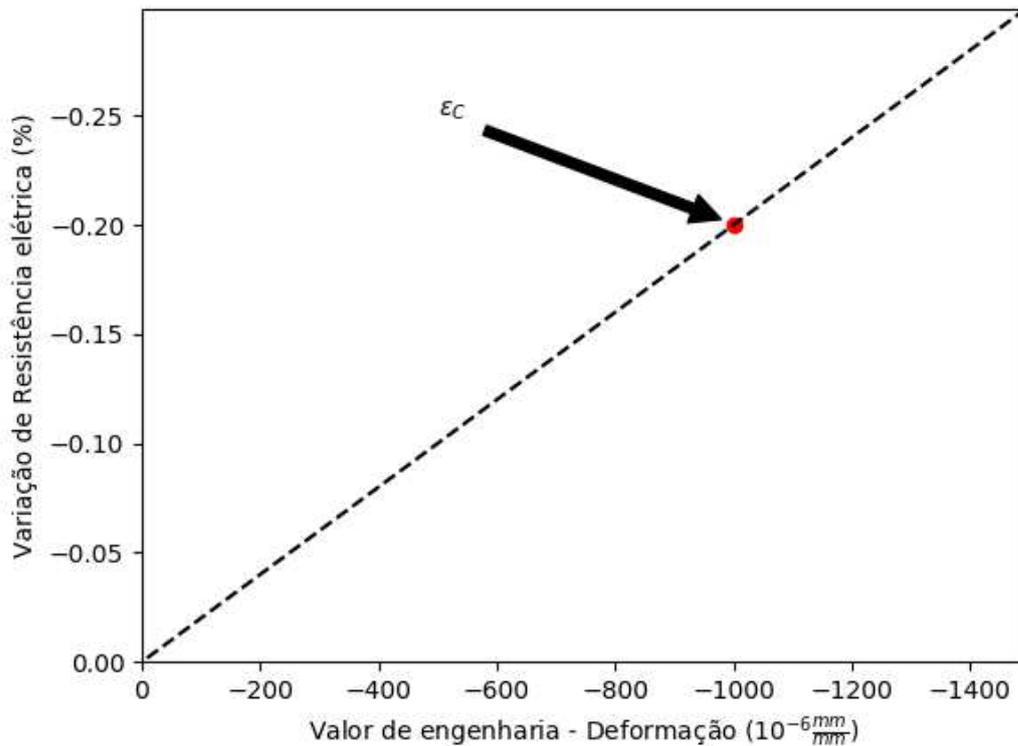


Figura 4.20: Reta que converte o sinal do sensor em medida de engenharia.

Para a configuração de ponte de Wheatstone utilizada com o sensor de NTC (figura 4.18), não é possível executar a calibração por *Shunt Calibration*, uma vez que a resposta deste sensor não é linear. Neste caso, para se obter a variação de resistência elétrica sofrida pelo sensor de NTC, deve-se extrair o valor da resistência elétrica  $S_{NTC}$  a partir das relações entre os resistores localizados nos braços da ponte. De acordo com a equação 7, substituindo os valores apresentados na figura 4.18, obtêm-se:

$$e_0 = E \left( \frac{120 \Omega}{120 \Omega + 120 \Omega} - \frac{R_{fixa}}{R_{fixa} + S_{NTC}} \right) \quad (14)$$

Desenvolvendo a equação 14 e isolando a resistência elétrica do sensor,  $S_{NTC}$ :

$$S_{NTC} = R_{fixa} * \frac{0.5 + e_0/E}{0.5 - e_0/E} \quad (15)$$

Finalmente, para se obter os valores de variação de resistência elétrica:

$$\frac{\Delta R}{R_o} = \frac{S_{NTC} - R_{fixa}}{R_{fixa}} = \frac{0.5 + e_0/E}{0.5 - e_0/E} - 1 \quad (16)$$

Para que a relação descrita pela equação 16 seja verdadeira, deve-se garantir que a resistência fixa  $R_{fixa}$  seja igual à resistência inicial  $S_{NTC}$  do sensor de NTC, antes do início do ensaio. A tensão de excitação da ponte foi fixada em  $E = 2.5 V$ , valor usual para testes de deformação com extensômetros e os valores de tensão de saída  $e_0$  são adquiridos pelo SAD durante o ensaio, em  $mV$ . O ganho deste canal foi mantido no menor valor possível, 1x, para diminuir a chance de ocorrência de saturação da resposta do sensor de NTC.

#### 4.7 Ensaios

Em uma etapa preliminar foram realizados testes reológicos com objetivo de se obter uma solução de nanotubos dispersa, maximizando assim a capacidade de percolação elétrica do nanocomposto. Para a caracterização piezo-resistiva do sensor serão executados ensaios mecânicos para monitorar o comportamento e desempenho do sensor utilizando nanotubos de carbono, comparando-o com um extensômetro elétrico convencional. Na última etapa, foram realizados ensaios de microscopia por elétrons (MEV) para a caracterização morfológica da tinta piezo-resistiva sobre o sensor de NTC.

#### 4.7.1 Reologia

A tinta piezo-resistiva foi ensaiada em um reômetro (Anton Paar MCR 502) com geometria de cone e placa (CP50-1) com diâmetro de 50 mm e ângulo de 1°. O controle do ensaio é feito pelo software Rheocompas. Para a amostra, se utilizou 1 mL de tinta, com distância entre placas paralelas (gap) de 0,102 mm. A figura 4.21 apresenta o equipamento e a geometria utilizada.

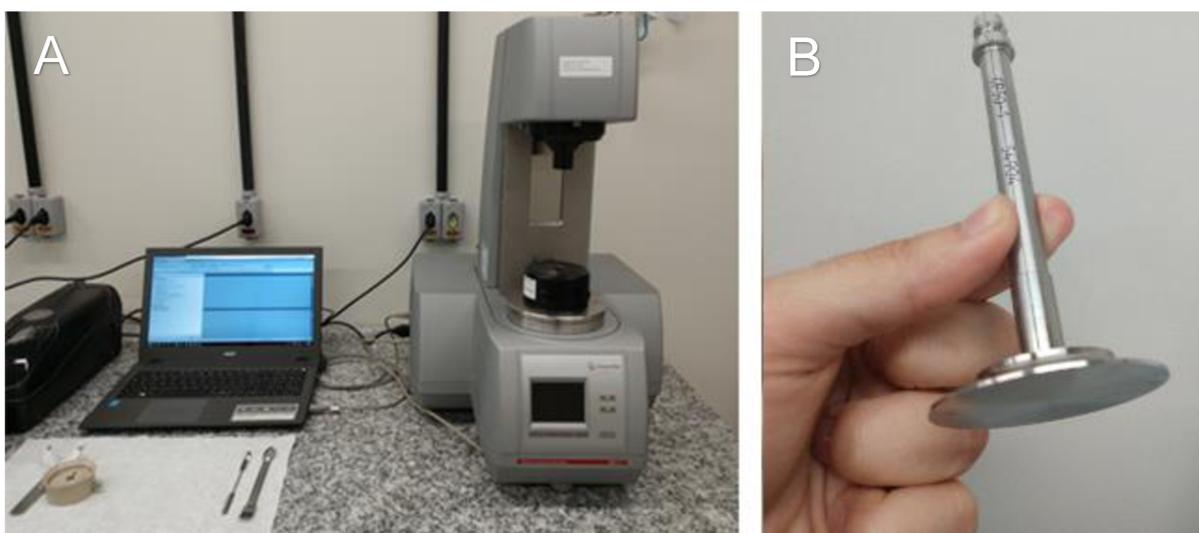


Figura 4.21: A – Reômetro. B – Geometria de cone-placa.

Realizou-se ensaio de fluxo contínuo, com controle por taxa de cisalhamento e sequência de valores de  $0,1 \frac{1}{s}$  até  $500 \frac{1}{s}$  e voltando a  $0,1 \frac{1}{s}$  com escala logarítma. Foram gerados 19 pontos para a sequência de ida e outros 19 pontos para a sequência de volta, com intervalo de 1 segundo entre cada ponto. A temperatura da amostra foi controlada por um sistema do tipo Peltier, sendo mantida em 25°C. Foram realizados ensaios em 5 amostras da mesma tinta piezo-resistiva utilizada na fabricação do sensor de NTC.

#### 4.7.2 *Ensaio de ruído*

Conforme a revisão feita no item 3.3.3, diversos trabalhos apresentam sensores piezo-resistivos de nanotubos de carbono com comportamento de capacitor, gerando flutuações de sinal, ao avaliar as propriedades elétricas do sensor. Existem também, relatos de influência da temperatura e umidade sobre a resposta do sensor. Os ensaios de ruído pretendem demonstrar se algum desses fatores pode provocar distúrbios nos ensaios piezo-resistivos.

Para tal, foi permitido que o sistema de aquisição de dados recebesse os sinais do sensor de NTC e do extensômetro com o corpo de prova em repouso, avaliando a ocorrência de efeitos que gerem ruído na medida de deformação. Esta avaliação ocorreu em um período de 20 minutos. A medida ocorreu nas mesmas condições ambientais em que foram feitos os ensaios piezo-resistivos, sob temperatura ambiente em local fechado

#### 4.7.3 *Ensaio mecânicos*

Para a aplicação da tinta piezo-resistiva como sensor de deformação foram utilizados corpos de prova de argamassa em regime de compressão. Os ensaios mecânicos foram feitos numa máquina universal servo-controlada (EMIC - DL 20000) em modo de compressão axial, como mostra a figura 4.23. Para a medição da força aplicada sobre o corpo de prova, se utilizou uma célula de carga de 200 *KN* da empresa EMIC, que permite trabalhar com cargas até 80% do valor máximo permitido pela célula de carga, ou seja, 160 *KN*.



Figura 4.22: Máquina universal para aplicação de esforço de compressão no corpo de prova.

Foram realizados ensaios monotônicos para identificar a resistência a compressão do material e ensaios cíclicos para estudar as características piezo-resistivas sobre o ponto de vista da repetitividade e reversibilidade do sensor ao compará-lo com extensômetros elétricos, convencionalmente utilizados para medidas de deformações. O software da máquina de ensaios permite a elaboração de scripts para a sequência de carga do ensaio, com opções de controle por força ou por deslocamento do cabeçote onde se localiza a célula de carga. Se optou por realizar o controle de força para os ensaios mecânicos, uma vez que o deslocamento do cabeçote não é o mesmo do corpo de prova.

Antes do início do ensaio, o corpo de prova foi totalmente apoiado entre as placas da máquina, com uma força de aproximadamente  $100\text{ N}$ , para que não

houvesse movimentos em falso durante a aplicação de carga no início do ensaio. A velocidade de carga foi a mesma para os ensaios monotônicos e para os cíclicos:  $\pm 50 \text{ N/s}$ .

A sequência de carga para os ensaios de caracterização da resistência a compressão do material ocorreu até a ruptura do corpo de prova, percebida como uma queda de carga instantânea maior do que 15% da carga atual aplicada. O ensaio foi finalizado alternativamente caso o limite de carga da célula de carga fosse atingido ou caso ocorresse o limite de curso do equipamento, estabelecido antes do início do ensaio. O script deste ensaio pode ser consultado no apêndice B. Todos os corpos de prova foram rompidos após 56 dias da moldagem.

De posse da resistência a compressão do material, foram realizados ensaios cíclicos para a caracterização piezo-resistiva do sensor. Os ensaios cíclicos consistiram de três sequências de ciclos para cada corpo de prova, para que possa se obter a estabilidade de resposta do sensor com NTC. A primeira sequência foi composta por quatorze ciclos com carga máxima de 5 KN, nesta etapa não foi realizada a aquisição de sinais, por se tratar de uma etapa de acomodação do sensor. Na segunda etapa, foram realizados sete ciclos com carga máxima equivalente a 30% da resistência à compressão do material e foi feita a aquisição do sinal do sensor com NTC e do extensômetro, vinculados ao corpo de prova.

A última sequência de ciclos consistiu em sete ciclos com uma carga máxima que produza uma deformação no corpo de prova equivalente a 1,0 ‰, também realizando a aquisição dos sinais. Procurou-se essa deformação por ser um valor típico de serviço para materiais cimentícios. As três sequências de ciclos podem ser visualizadas nas figuras 4.24 a 4.26. A máquina de ensaio permite a aplicação de no máximo sete ciclos sequenciais e para a primeira sequência foi

necessário, portanto, que se reiniciasse o ensaio após as sete primeiras cargas, como mostrado pela seta da figura 4.24. Os scripts utilizados para o controle dos ensaios podem ser consultados no apêndice B.

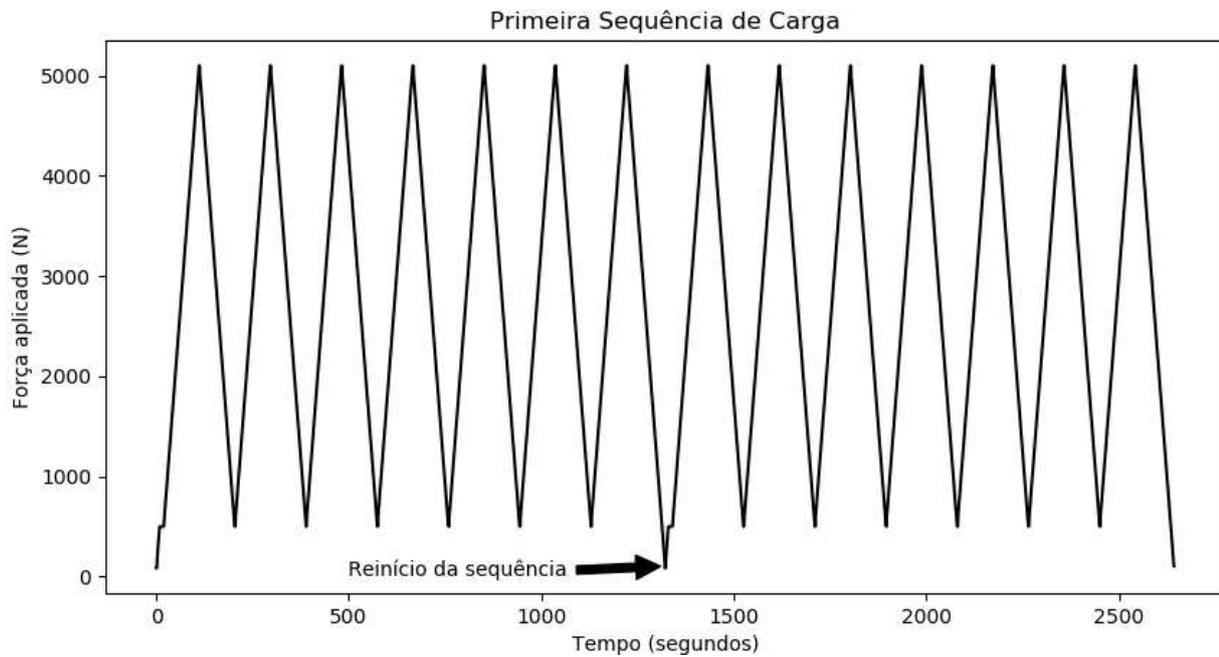


Figura 4.23: Primeira sequência de carga.

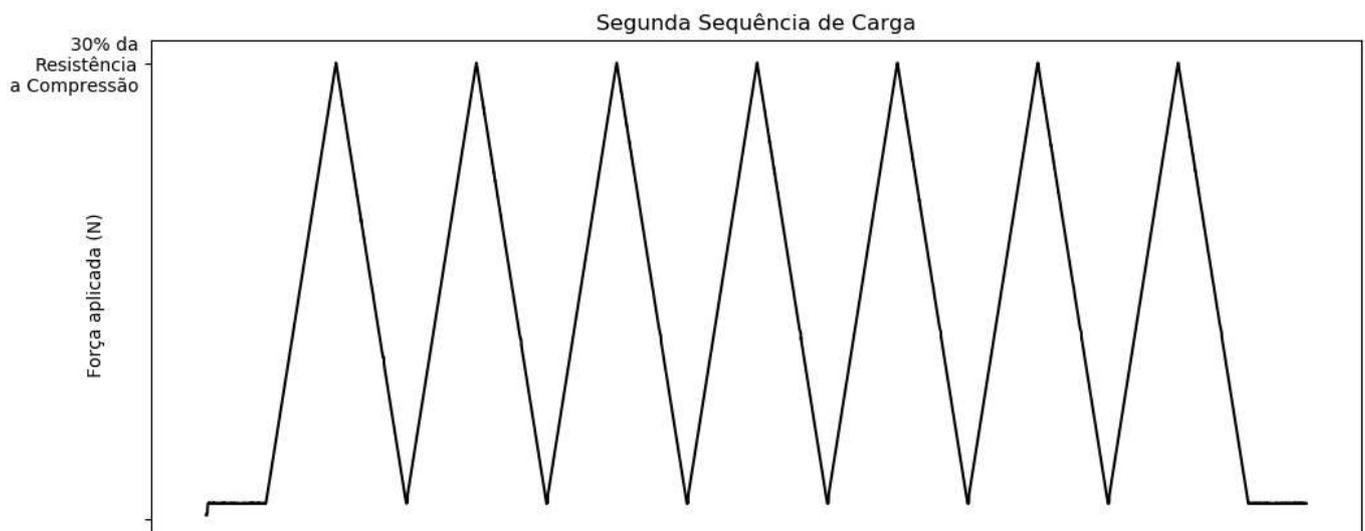


Figura 4.24: Segunda sequência de carga.

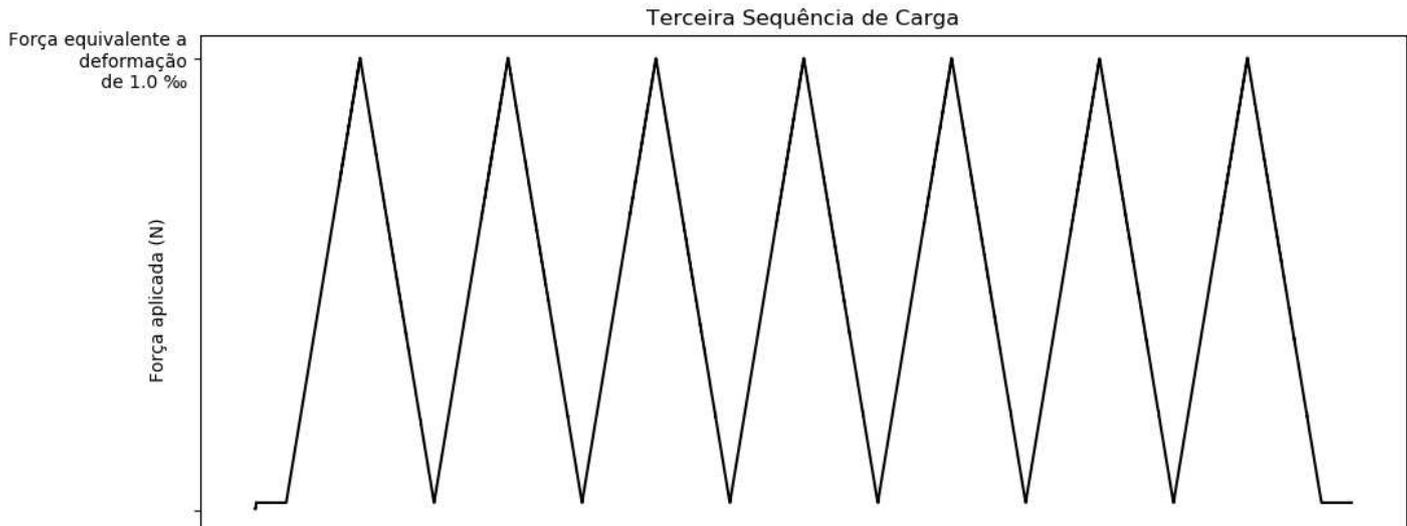


Figura 4.25: Terceira sequência de carga.

A aquisição dos sinais dos sensores foi realizada pelo sistema de aquisição de dados, de acordo com o que foi discutido no item 4.6. O sensor de NTC estava conectado em uma configuração de meia ponte, uma vez que sua resistência é maior que a de extensômetros comerciais, que apresentam resistência elétrica inicial de  $120 \Omega$  ou  $350 \Omega$ . Esta diferença não permitiu que a ponte se equilibrasse em uma montagem de um quarto de ponte, usualmente utilizada com extensômetros. A figura 4.27 demonstra um diagrama da conexão do sensor à placa de aquisição. Na montagem de meia ponte são conectados:

- Sensor afixado ao corpo de prova
- Resistência fixa com mesmo valor de resistência elétrica inicial do sensor.

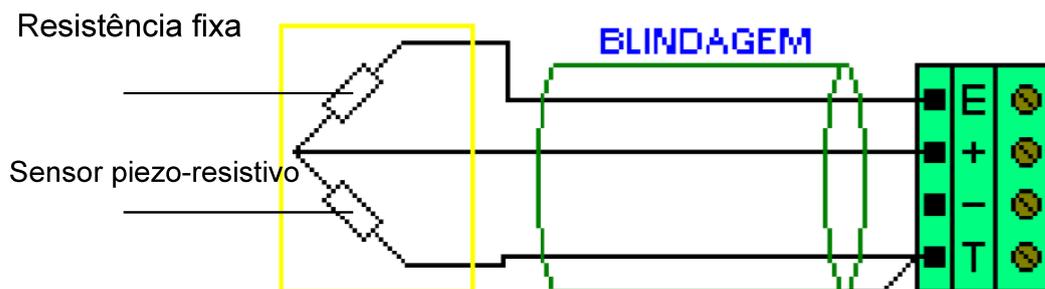


Figura 4.26: Conexão do sensor em meia ponte de Wheatstone com a placa de aquisição de dados.

Fonte: Manual de ajuda do módulo AI-2161 (LYNX)

Dessa forma a ponte se equilibrava, apresentando inicialmente um sinal nulo. A medida em que o corpo de prova se deformava, a variação de resistência elétrica do sensor com NTC era acusada por um sinal de diferença de potencial elétrico em milivolts, que era aquisitado e digitalizado pela placa e processado pelo computador.

O diagrama de conexão do sensor de NTC foi seguido através da utilização de um potenciômetro de  $1000 \Omega$  ligado em série com uma resistência de  $215 \Omega$  e a respectiva conexão dos polos dos sensores em uma protoboard, de acordo com a figura 4.28. O potenciômetro foi chaveado até que a resistência elétrica entre os terminais “+” e “E” fosse igual entre os terminais “+” e “T”, possibilitando o equilíbrio da ponte. Os ensaios mecânicos foram realizados pelo menos um dia após a fabricação do sensor, garantindo que houvesse equilíbrio térmico entre o sensor e o ambiente do laboratório, cuja temperatura é de  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ .

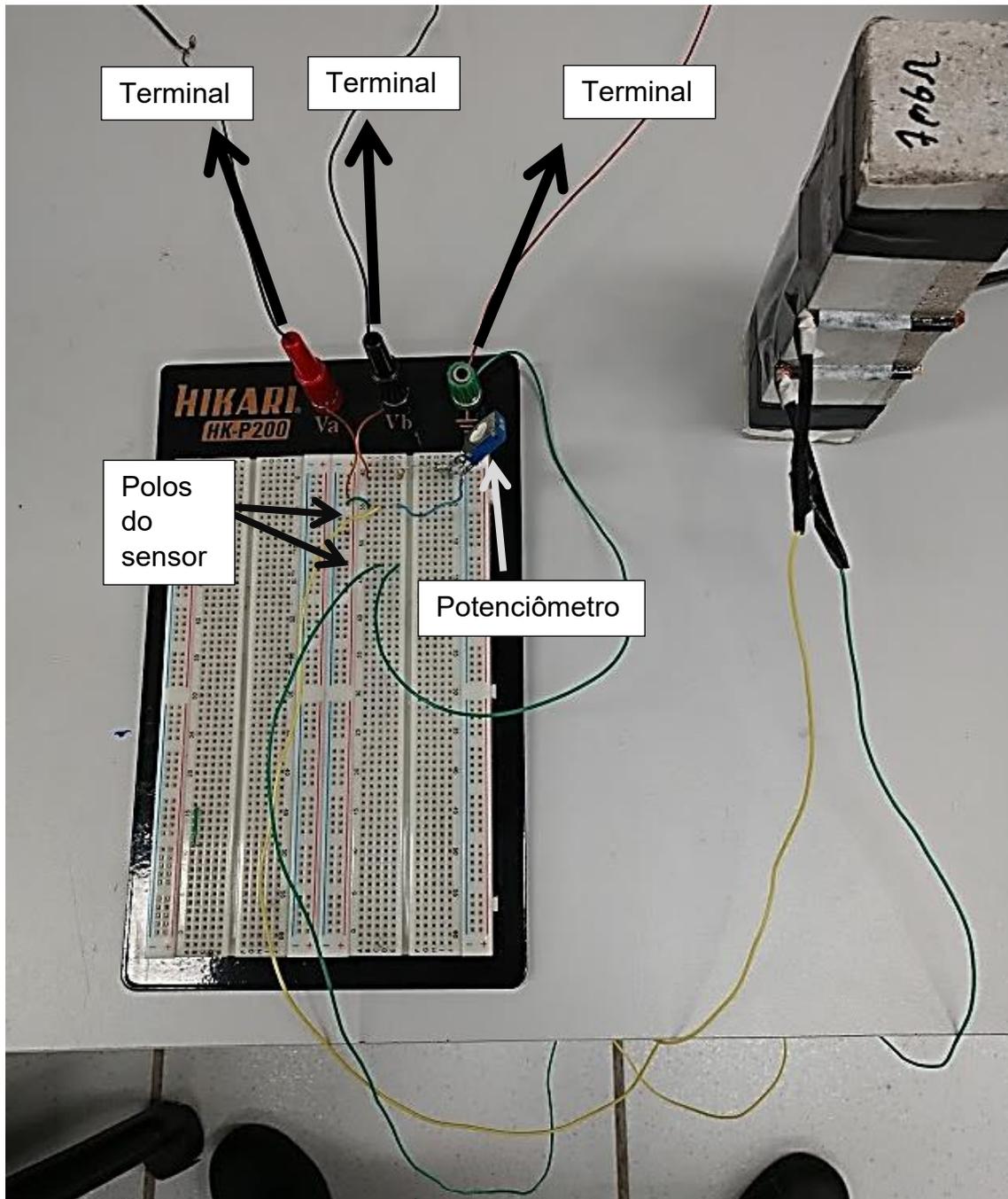


Figura 4.27: Conexão do sensor ao SAD através de um protoboard.

A tabela 4.1 apresenta a nomenclatura utilizada para a denominação das amostras para cada ensaio, substituindo o número da amostra pela letra 'X':

Tabela 4.1: Nomenclatura das amostras

<b>Nomenclatura da amostra</b>	<b>Ensaio</b>
<b>CPX</b>	Resistência a compressão
<b>TPXa</b>	Ensaio de ruído
<b>TPXb</b>	Ensaio piezo-resistivo, primeira sequência de carga
<b>TPXc</b>	Ensaio piezo-resistivo, segunda sequência de carga
<b>TPXd</b>	Ensaio piezo-resistivo, terceira sequência de carga

#### 4.7.4 Microscopia eletrônica de Varredura

As amostras foram preparadas a partir da escarificação da superfície da tinta piezo-resistiva depositada sobre o sensor. Os fragmentos foram, então, depositados em porta amostras (*stub*) e não houve necessidade de aplicação de camada condutora, uma vez que a tinta piezo-resistiva conduz elétrons.

Os ensaios foram realizados em um microscópio eletrônico de varredura Quanta FEG 3D FEI, como demonstrado na figura 4.29. Este equipamento é um microscópio dual com feixe iônico e eletrônico, canhão de elétrons de emissão por efeito de campo, resolução 0,8 nm para o feixe eletrônico e 10 nm para o feixe iônico, distância focal de 3 a 99 nm, aumento de 24x a 800.000x em alto e baixo vácuo. Opera com detectores de elétrons secundários e detector de elétrons retroespalhados. As imagens obtidas foram geradas a partir da detecção de elétrons secundários.

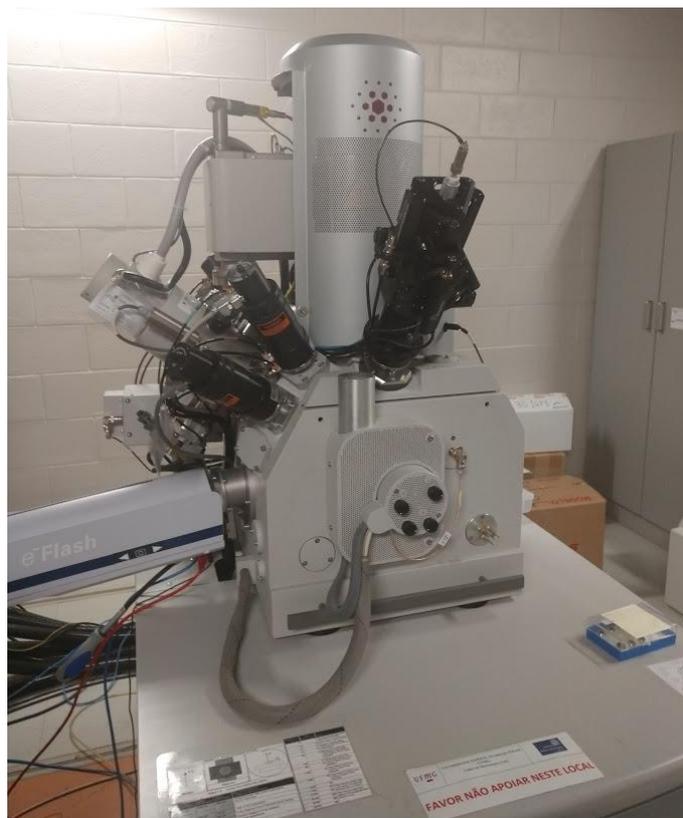


Figura 4.28: Microscópio eletrônico de varredura - Quanta FED 3D FEI.

## **5 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Este capítulo apresenta os resultados obtidos nos ensaios, com o auxílio de gráficos e tabelas. No mesmo texto discute-se o significado dos resultados e as consequências relevantes para o desenvolvimento do sensor de nanotubos de carbono.

### **5.1 Reologia da tinta piezo-resistiva**

Os valores obtidos no ensaio de reologia rotacional foram próximos para todas as 5 amostras da tinta piezo-resistiva. Foi calculada, então, a média das curvas reológicas, que pode ser visualizada na figura 5.1. Pode-se observar no gráfico que há histerese entre a curva de incremento (Ida) e de decréscimo (Volta) de taxa de cisalhamento, indicando que o cisalhamento aplicado na solução promoveu a quebra de interações físicas entre os nanotubos de carbono de forma irreversível, nas condições de ensaio. A curva de ida apresentou comportamento pseudoplástico seguido de um comportamento newtoniano a partir da taxa de cisalhamento de aproximadamente 60/s.

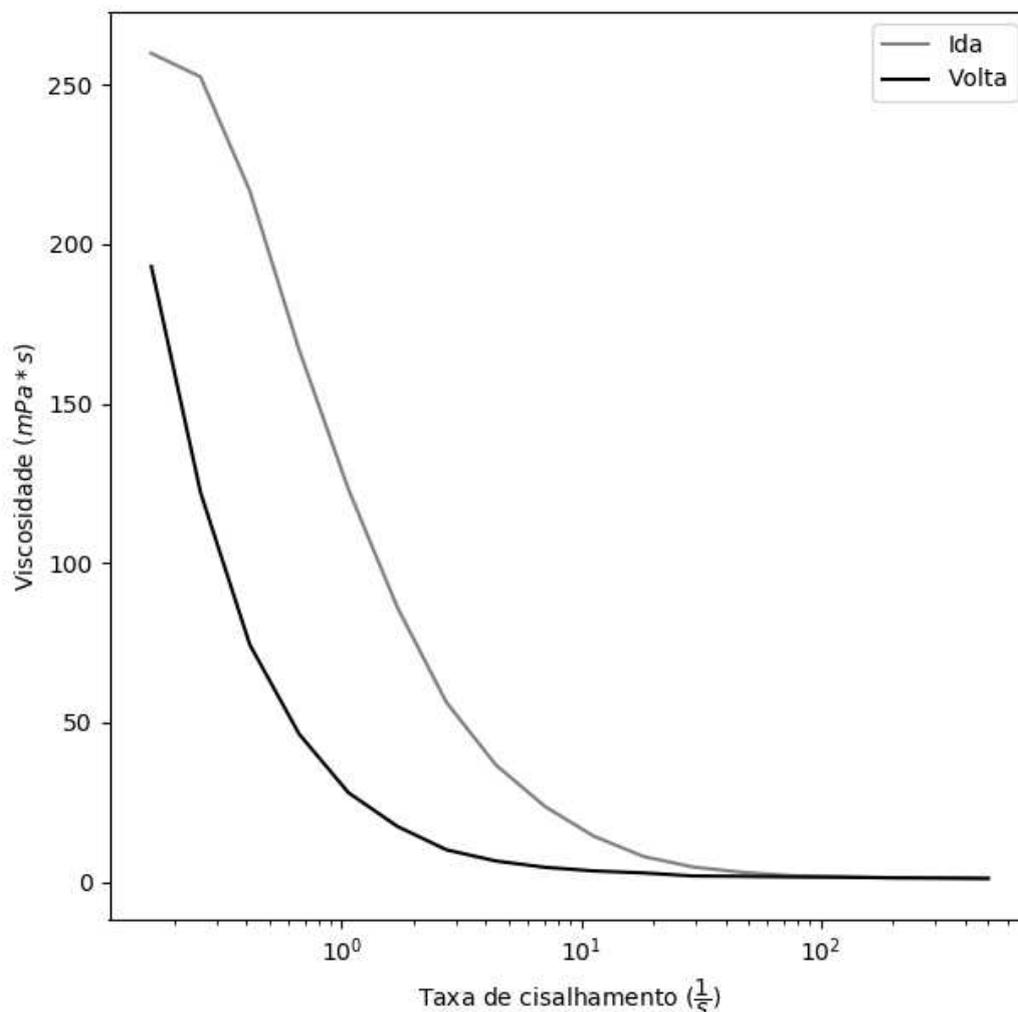


Figura 5.1: Resultado do ensaio de reologia rotacional, média das 5 amostras.

Para a curva de volta, a solução apresentou dois comportamentos no intervalo de taxa de cisalhamento aplicado. Para valores entre 500 e  $7/s$  de taxa de cisalhamento, a tinta piezo-resistiva apresenta um comportamento newtoniano, com a viscosidade permanecendo constante independente da taxa de cisalhamento. Este fenômeno pode ser explicado pela ruptura dos agrupamentos de nanotubos de carbono através da elevada taxa de cisalhamento, de forma que as interações entre NTC são mínimas e o comportamento reológico da solução se aproxima do solvente (água), que é newtoniano. Para valores inferiores a  $7/s$  de taxa de cisalhamento, a tinta piezo-resistiva apresenta comportamento pseudoplástico. De acordo com Garg *et al.* (2009), soluções

aquosas de nanotubos de carbono tendem a exibir este comportamento como consequência do alinhamento das partículas de NTC na direção do cisalhamento, resultando em um fluxo com menor arraste, o que reduz a viscosidade da solução. A figura 5.2 demonstra o efeito de organização dos nanotubos de carbono a partir da aplicação de cisalhamento no sistema, com as linhas de fluxo sendo representadas pelas setas pretas.

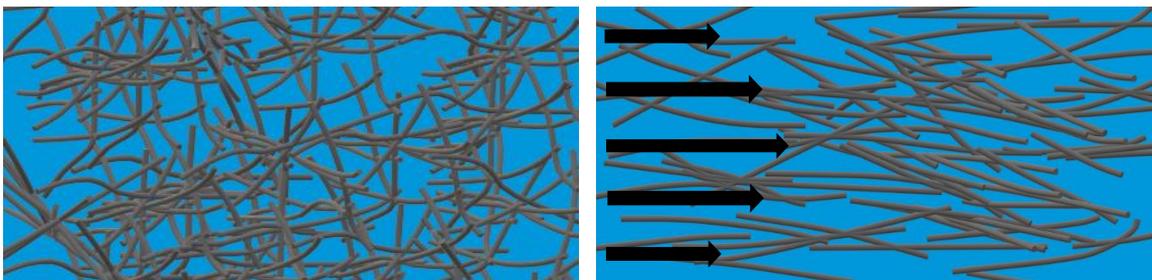


Figura 5.2: Organização dos nanotubos de carbono pela aplicação de cisalhamento.

Este resultado indica que ao se submeter a tinta a um cisalhamento, ocorrerá a organização das partículas presentes na solução, promovendo a quebra do estado aleatório da rede de nanotubos de carbono ao alinhar as partículas alongadas, que neste caso configuram os NTC em escala nanométrica e a microcelulose em escala micrométrica. Em função da propriedade piezo-resistiva da tinta, pode-se considerar como desejável que a rede de nanotubos permaneça íntegra durante a utilização do sensor. Estudos posteriores poderão definir melhor o efeito da organização dos nanotubos de carbono na propriedade piezo-resistiva do sensor.

## 5.2 Resistência à Compressão da Argamassa

Os resultados obtidos para o ensaio de resistência a compressão são mostrados na figura 5.3. Todos os corpos de prova foram levados ao colapso e a resistência máxima ( $R_{max}$ ) observada foi registrada, em  $KN$ . Os respectivos valores podem ser visualizados na legenda do gráfico. Para se obter a resistência à compressão da argamassa, deve-se calcular a tensão no momento da ruptura através da

carga máxima distribuída na área da seção transversal do corpo de prova, equivalente a 16 cm<sup>2</sup>. Os valores de resistência à compressão obtidos são mostrados na tabela 5.1.

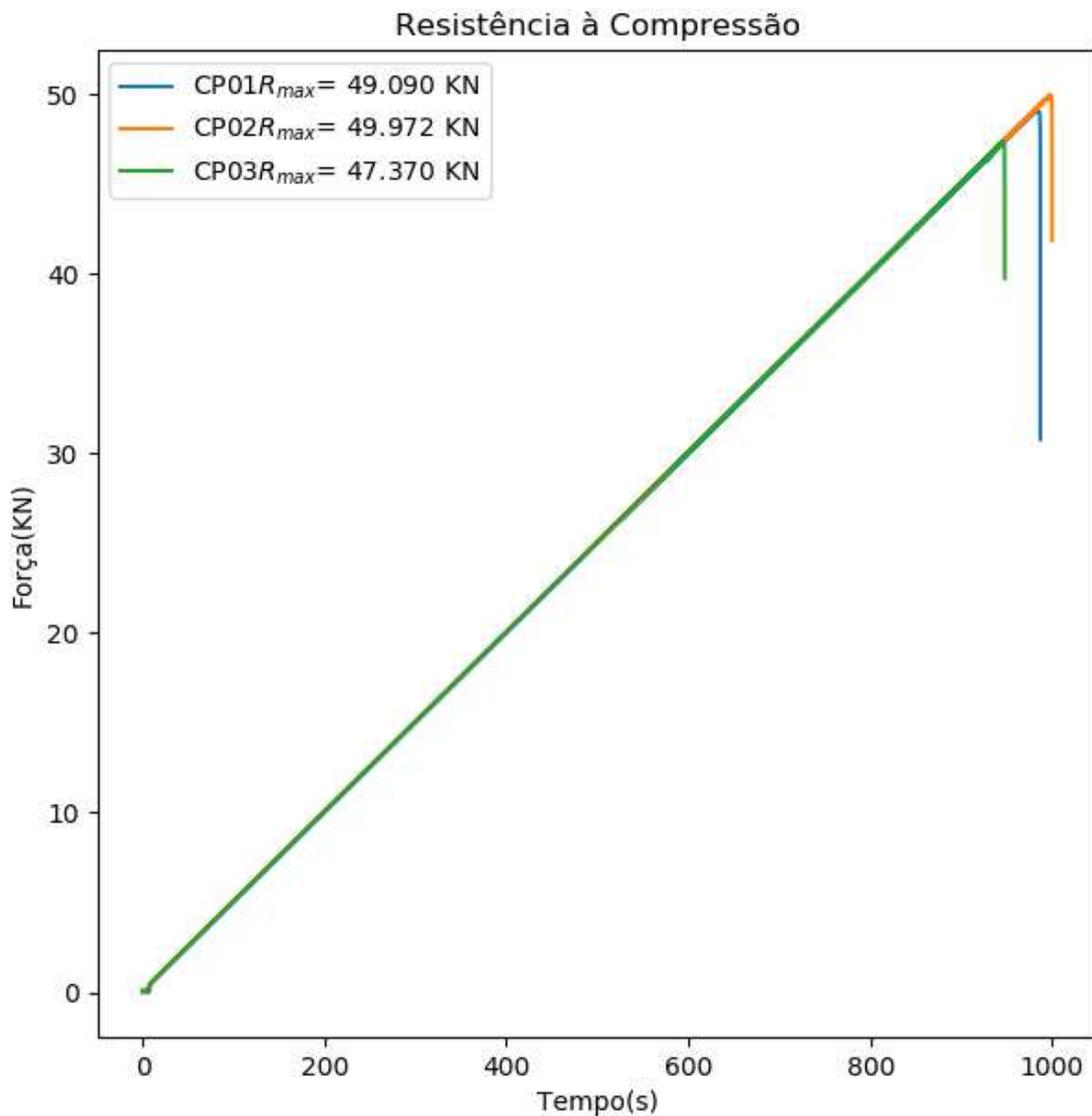


Figura 5.3: Resultado ensaio de compressão.

Tabela 5.1: Resistência à compressão da argamassa

Corpo de prova	Resistência à compressão (MPa)
CP01	30,7
CP02	31,2
CP03	29,6

Os corpos de prova apresentaram um comportamento de resistência a compressão em regiões próximas e pôde-se definir, portanto, a carga de resistência a compressão média ( $R_{med}$ ) para os corpos de prova de argamassa em 49 KN.

### 5.3 Resultados dos Ensaio de Ruído

Antes do início da aplicação de carga, o sistema de aquisição de dados captou as respostas do sensor de NTC e do extensômetro com o corpo de prova em repouso, por um período de 20 min. As medidas obtidas são comparadas em termos de variação de resistência elétrica ( $\frac{\Delta R}{R_0}$ ) que para o sensor de NTC é calculada conforme descrito no item 4.6. Para o extensômetro, a variação de resistência elétrica pode ser obtida a partir da equação 3, apresentada novamente a seguir:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = K * \varepsilon \quad (3)$$

A deformação  $\varepsilon$  é fornecida pelo Sistema de Aquisição de Dados (SAD) e o *gauge factor*  $K$  é informado pelo fabricante do extensômetro, igual a 2.10. Os resultados obtidos são mostrados nas figuras 5.4 a 5.8. Os gráficos apresentam os valores de variação de resistência elétrica para o sensor de NTC e para o extensômetro elétrico no eixo vertical em porcentagem.

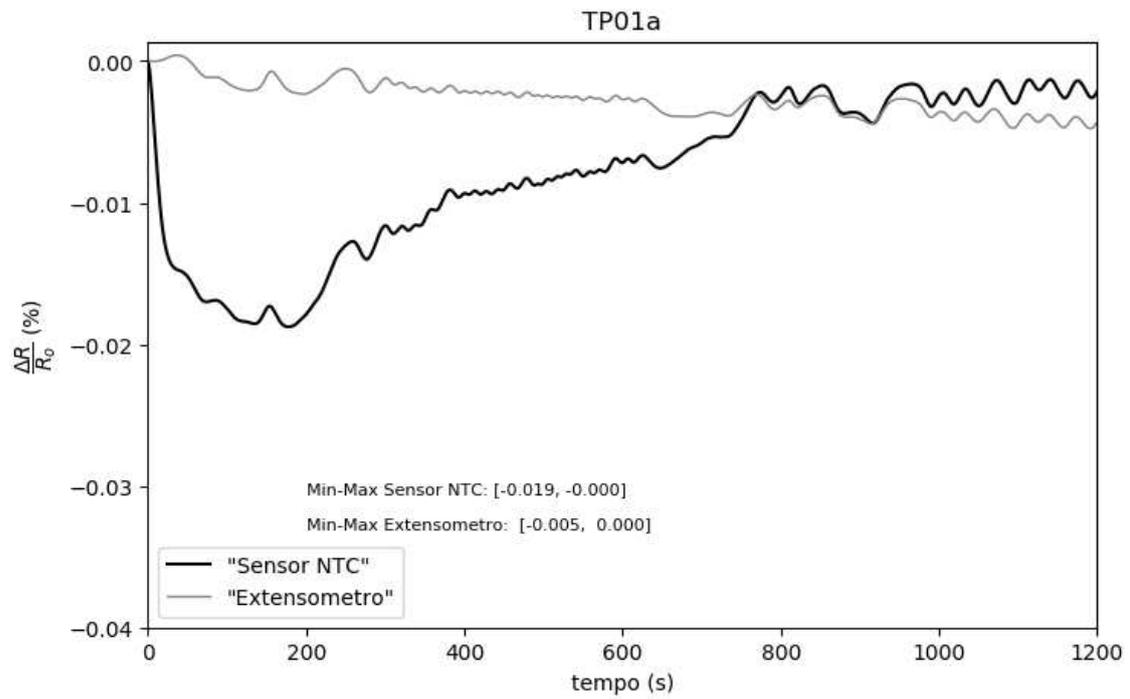


Figura 5.4: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP01.

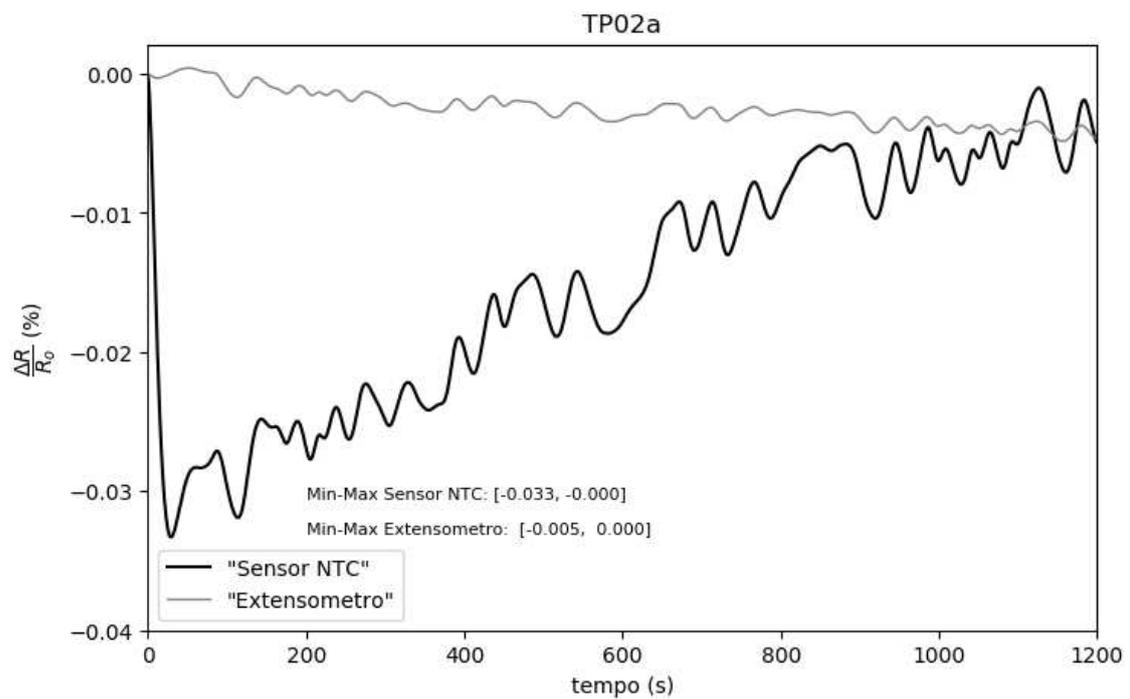


Figura 5.5: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP02.

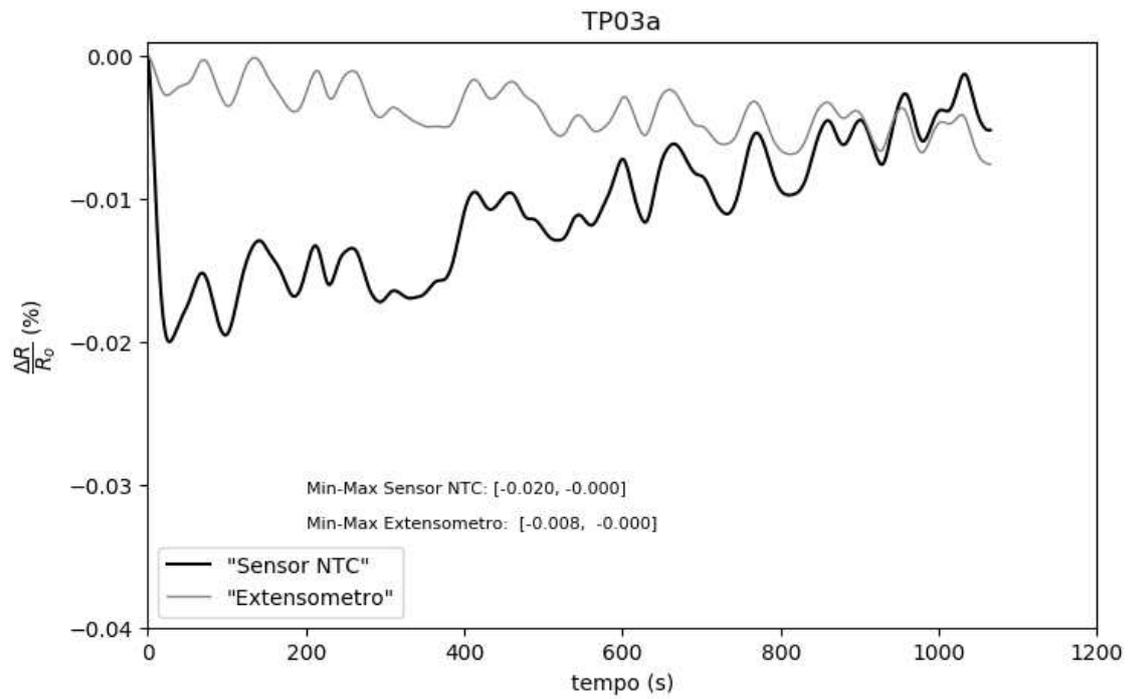


Figura 5.6: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP03.

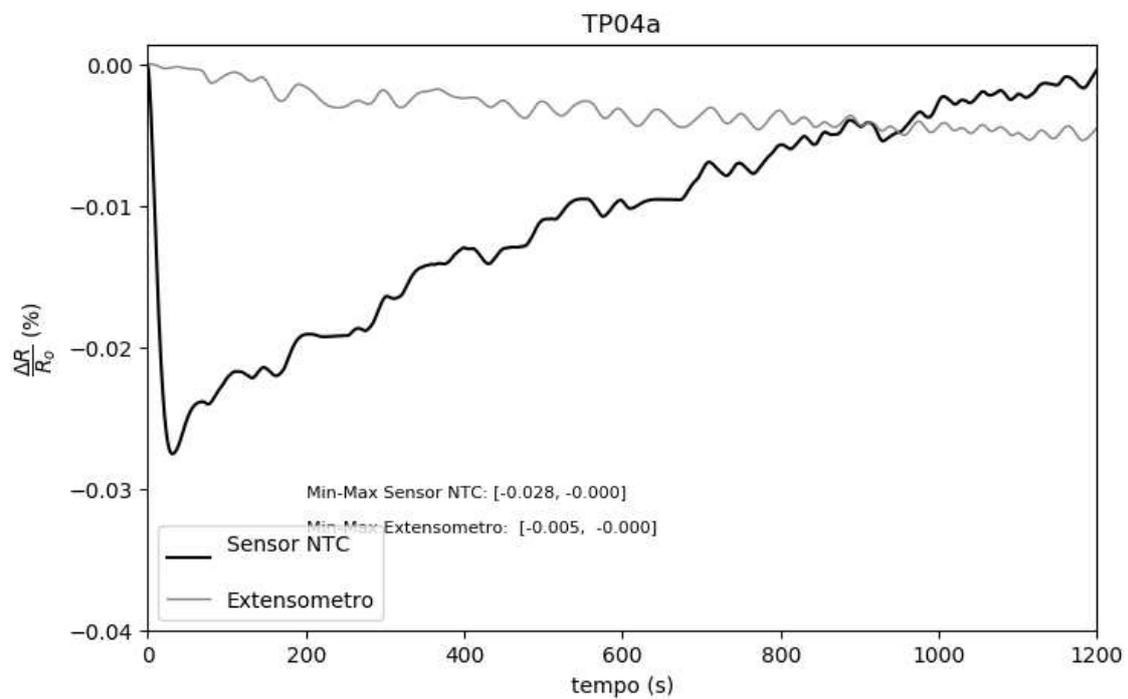


Figura 5.7: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP04.

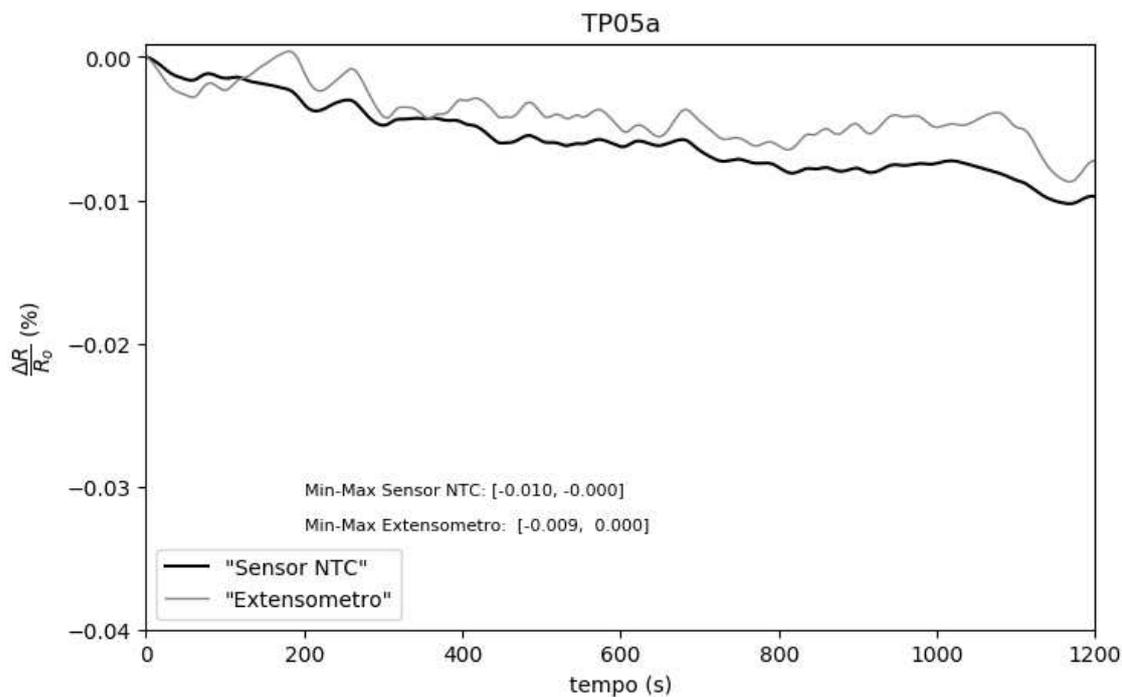


Figura 5.8: Resultado ensaio de ruído, corpo de prova TP05.

A partir dos gráficos, pode-se perceber que há ocorrência de flutuações de sinal, mesmo com o corpo de prova em repouso. Esse fenômeno pode estar relacionado a reações eletroquímicas, assim como a oxidação do cobre que compõem os fios que fazem o contato. Outra possibilidade seria flutuações de temperatura do ambiente, em função do ciclo de funcionamento ar-condicionado da sala em que os ensaios foram realizados.

Por se tratar de um material cimentício, há presença de umidade nos poros da argamassa que compõem o corpo de prova. Esta umidade contribui para a cinética das diversas reações eletroquímicas responsáveis pelas flutuações observadas nos resultados. Neste sentido, o processo de hidratação do cimento se torna um fator importante para o controle do ruído e a aplicação do sensor de NTC deve ser realizada em materiais cujo processo de hidratação já esteja avançado.

Caso haja necessidade da redução do ruído do sensor de NTC, pode-se diminuir a tensão de excitação aplicada ou realizar a troca dos fios de cobre por um componente com potencial de oxidação maior. Alternativamente pode-se utilizar uma tensão de excitação alternada, promovendo a redução de efeitos capacitivos no sensor de NTC ou através da utilização de uma configuração de meia ponte de Wheatstone, de acordo com o item 3.3.4.

Apesar da presença de ruído, as flutuações percebidas neste ensaio representam uma variação pequena, comparada à magnitude das medidas realizadas nos ensaios mecânicos. De forma semelhante, pode-se notar que as medições do extensômetro comercial, convencionalmente utilizado para medidas de deformação, apresentam também flutuações. Os gráficos anteriores apresentam as medidas máximas e mínimas da flutuação observada para o sensor de NTC e para o extensômetro, com o corpo de prova em repouso. Para as medidas realizadas pelo sensor de NTC, o ruído representou valores de 3,0% em relação aos valores máximos de sinais obtidos nas medidas piezo-resistivas, como será visto no item 5.5.3. Com estes resultados, pode-se considerar que o ruído existente no sensor de NTC não inviabiliza sua utilização como sensor de deformação nas condições apresentadas neste trabalho. O extensômetro elétrico também apresentou ruído com valores de 3,0% aproximadamente, em relação aos valores máximos medidos durante o ensaio piezo-resistivo, de acordo com o item 5.5.3.

## **5.4 Ensaio Piezo-Resistivos**

### *5.4.1 Primeira sequência de aplicação de carga (5 KN)*

A primeira sequência de carga foi aplicada ao corpo de prova, de acordo com o exposto em 4.7.4. Neste ensaio, os sinais não foram adquiridos.

#### 5.4.2 Segunda sequência de aplicação de carga (até aproximadamente 30% da resistência a compressão)

De acordo com a resistência a compressão obtida para o material que compõem o corpo de prova, foram realizados ensaios piezo-resistivos para a segunda sequência de carga, composta por sete ciclos com valor máximo correspondente a aproximadamente 30% da resistência a compressão da argamassa produzida (carga média  $R_{med}$ , igual a 49 KN). A figura 5.9 apresenta a sequência de carga aplicada nos corpos de provas.

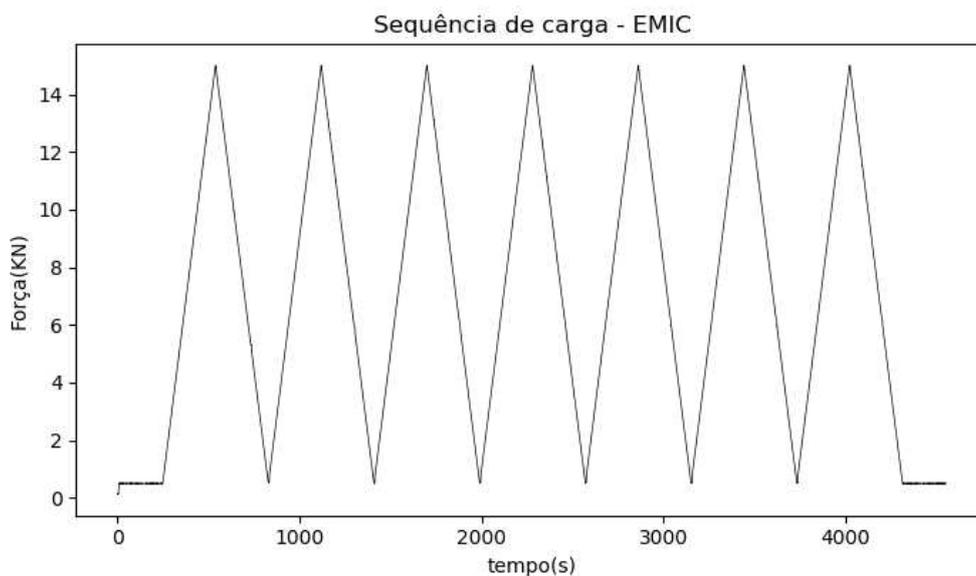


Figura 5.9: Segunda sequência de aplicação de carga.

As próximas figuras contêm as respostas obtidas pelo sensor de NTC e o extensômetro para todos os ciclos. Os dados foram sincronizados pela medida de tempo, uma vez que o início da aquisição do SAD e da máquina de ensaios é simultâneo. A variação de resistência elétrica ( $\frac{\Delta R}{R_0}$ ) do extensômetro e do sensor de NTC são apresentadas no eixo vertical em porcentagem.

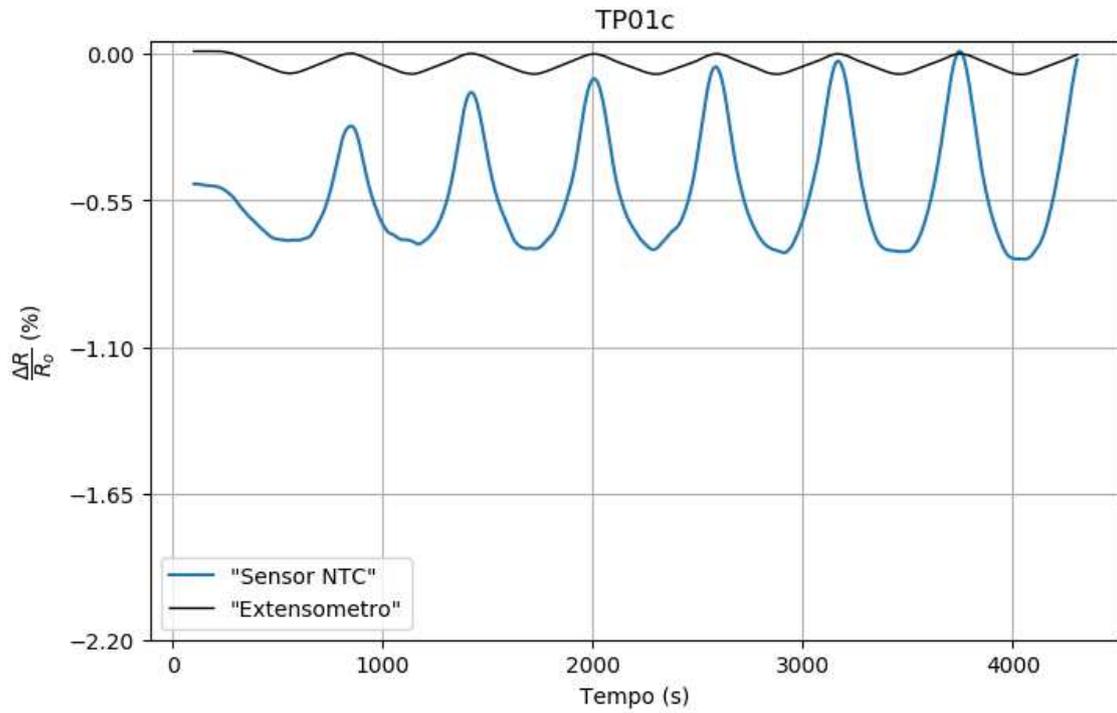


Figura 5.10: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP01.

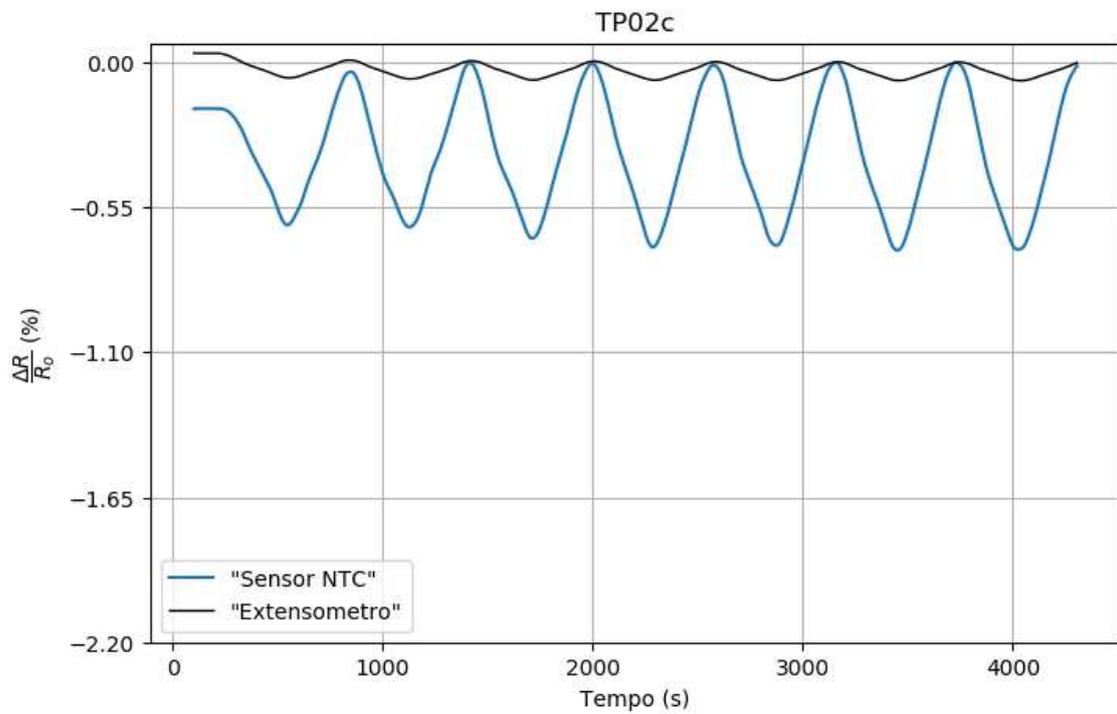


Figura 5.11: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP02.

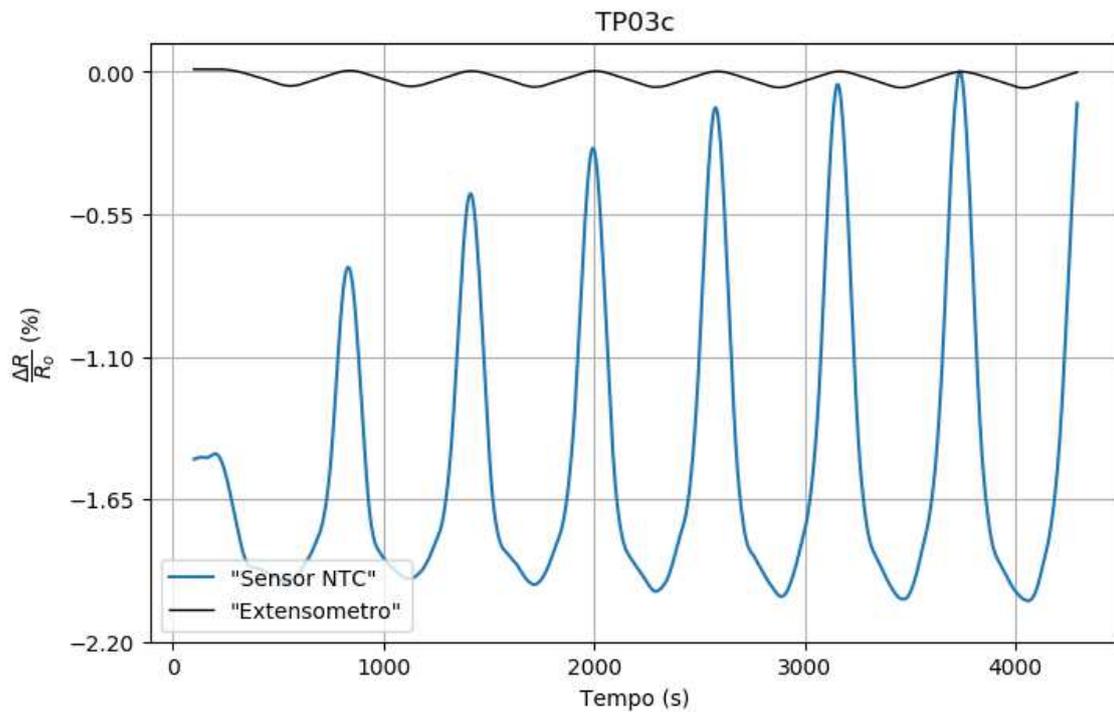


Figura 5.12: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP03.

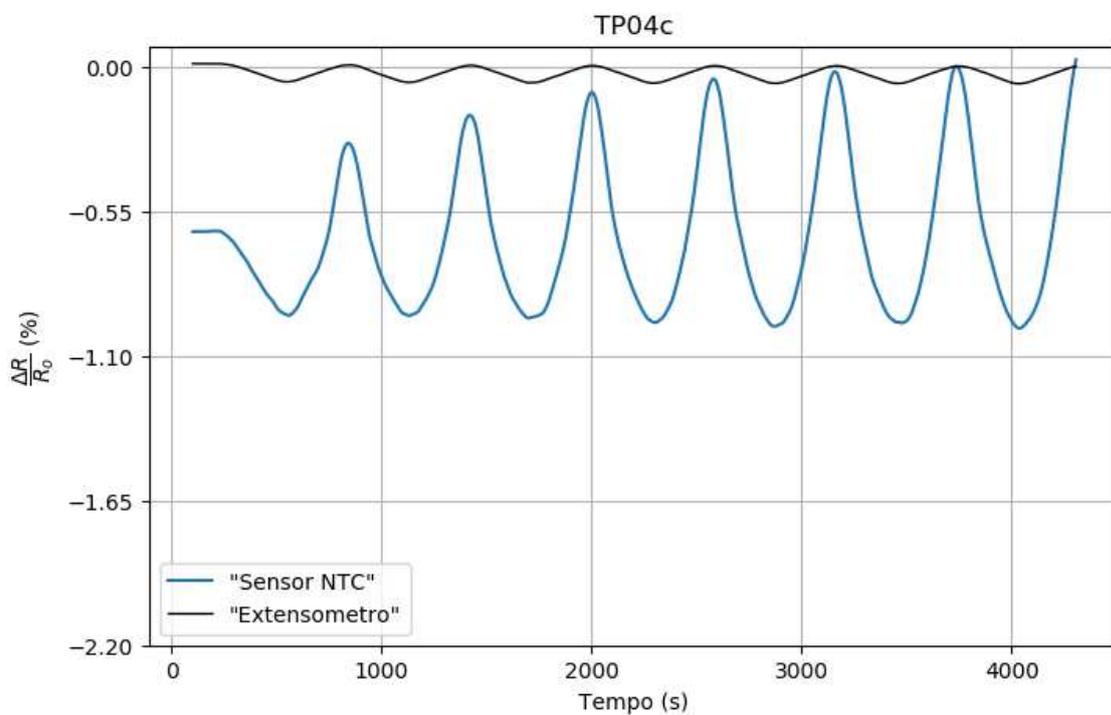


Figura 5.13: Resultado segunda sequência de aplicação carga: TP04.

O corpo de prova TP05 apresentou resultados discrepantes das demais amostras, uma vez que a resposta do extensômetro vinculado gerou valores positivos, indicando um esforço de tração no corpo de prova. Esta anomalia pode ter ocorrido devido a falhas no extensômetro, ou pela má adesão na interface da vinculação ou pelo surgimento de cisões no contato dos fios do SAD com o extensômetro. Por este fato, o corpo de prova TP05 foi eliminado da análise.

Observando o restante dos resultados demonstrados, há uma resposta piezo-resistiva proporcional aos esforços aplicados sobre o corpo de prova, uma vez que os picos de máxima e mínima deformação medidos no extensômetro são acompanhados por um máximo e mínimo correspondentes para o sinal do sensor de NTC em cada ciclo. A relação ruído/sinal permaneceu baixa, não apresentando dificuldades para a interpretação da resposta do sensor. Este comportamento pôde ser observado para todas as amostras.

Pode-se observar que nos picos máximos a resposta do sensor de NTC é instável nos primeiros ciclos, mas atinge um máximo constante, nos últimos 3 ou 4 ciclos da sequência de carga. Este fenômeno foi relatado em trabalhos de outros autores, como Slobodian *et al.* (2012), que atribui este efeito a alterações nos vínculos entre os nanotubos de carbono e a matriz polimérica, como delaminações, escorregamento e flambagem dos NTC. Zhao *et al.* (2013) por outro lado atribui a histerese da resposta do sensor de NTC a efeitos de reorganização da rede de nanotubos de carbono em função da deformação imposta, de forma análoga a um efeito pseudoplástico, como resultado do comportamento viscoelástico do filme.

A histerese observada na resposta do sensor de NTC pode estar relacionada à histerese mecânica, que pôde ser percebida na medida do extensômetro, como demonstrado na figura 5.14, para o primeiro ciclo de carga no corpo de prova TP02, com a seta vermelha indicando o início da sequência de carga. A histerese é o fenômeno em que o corpo de prova, ao ser descarregado, não apresenta a

mesma trajetória de deformação observada no carregamento, muitas vezes não sendo capaz de recuperar seu estado inicial. Este efeito é comumente relacionado ao surgimento de esforços não elásticos como deformações plásticas, microfissuras e dissipação de calor. Neste sentido, o sensor de NTC também foi capaz de monitorar esses fenômenos.

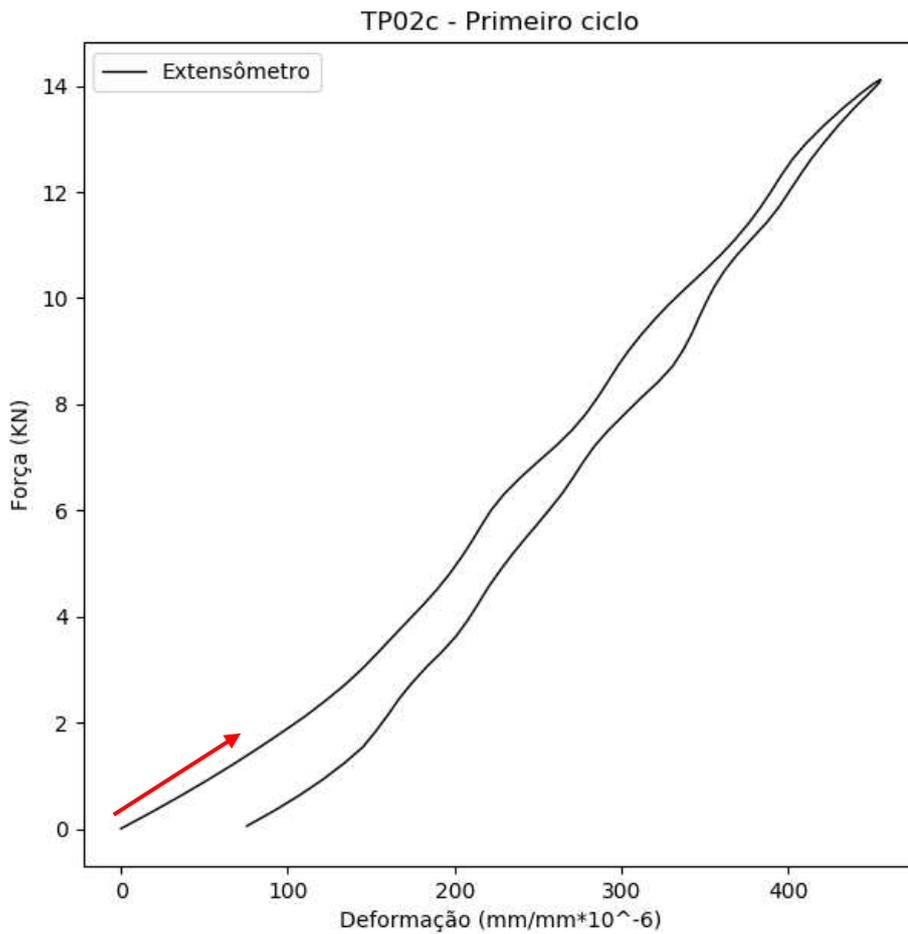


Figura 5.14: Histerese mecânica observada pela medida do extensômetro, para o primeiro ciclo do corpo de prova TP02.

### 5.4.3 Terceira sequência aplicação de carga (Deformação de 1 ‰)

Para a definição da carga correspondente a uma deformação de 1 ‰, foi realizado previamente um ensaio de compressão monotônico com a mesma velocidade de carga dos ensaios cíclicos, 50 N/s, com um corpo de prova de argamassa fabricado no mesmo padrão apresentado anteriormente. Os valores de deformação foram medidos por um extensômetro elétrico, vinculado ao corpo de prova. Como se desejava trabalhar em uma região de valores de deformação e não num valor exato, o que seria impossível devido à grande heterogeneidade dos materiais cimentícios, foi definido que um corpo de prova seria suficiente para avaliação da carga equivalente a esta faixa de deformação. A figura 5.15 apresenta o resultado obtido, demonstrando uma carga de 30 KN correspondente a uma deformação de 1 ‰. Este valor foi definido como a carga máxima para a terceira sequência de ciclos.

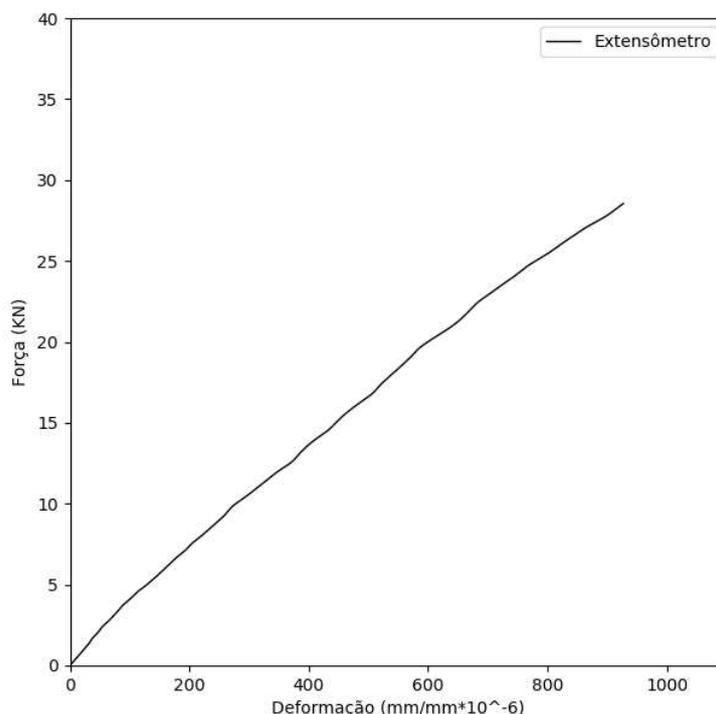


Figura 5.15: Determinação da carga correspondente a deformação de 1 ‰.

A figura 5.16 apresenta a terceira sequência de aplicação de carga. Nas próximas análises serão tomados somente os últimos três ciclos de carga de cada amostra, uma vez que a resposta do sensor de NTC se estabiliza após os quatro primeiros ciclos, como foi visto no item anterior. A seta vermelha na figura 5.16 aponta para o início do quinto ciclo.

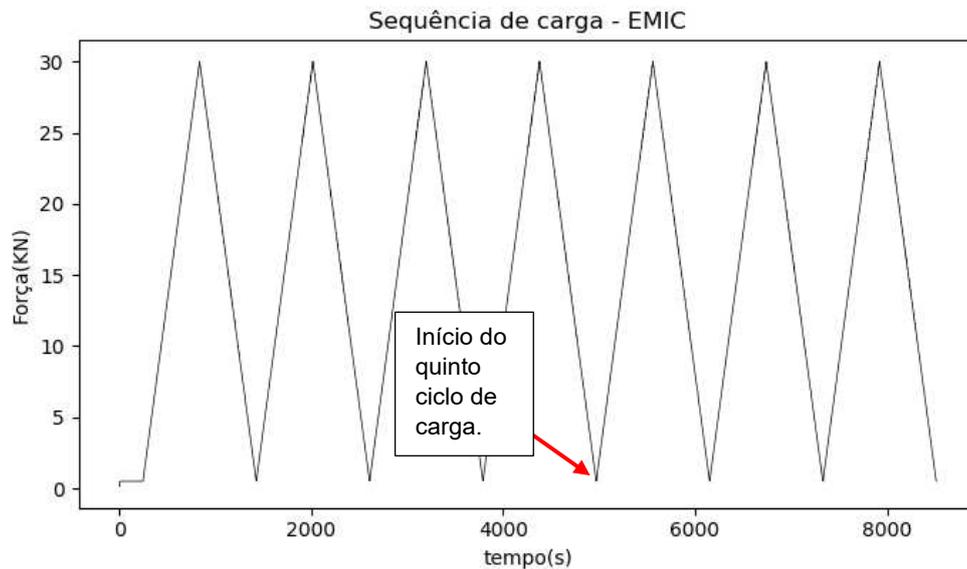


Figura 5.16: Terceira sequência de aplicação de carga. A seta vermelha aponta o início do quinto ciclo de carga.

As figuras seguintes apresentam os resultados obtidos para os últimos três ciclos de carga para as amostras TP01, TP02, TP03 e TP04. A linha cinza trastejada representa a variação de resistência elétrica nula.

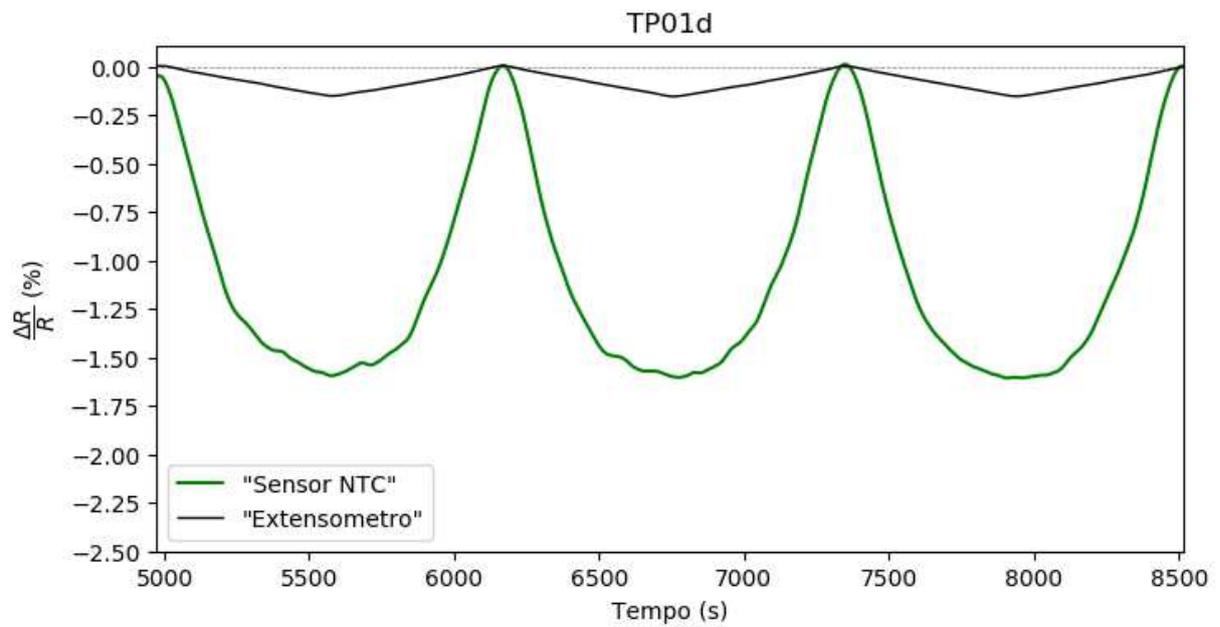


Figura 5.17: Resultado terceira seqüência de aplicação de carga: TP01.

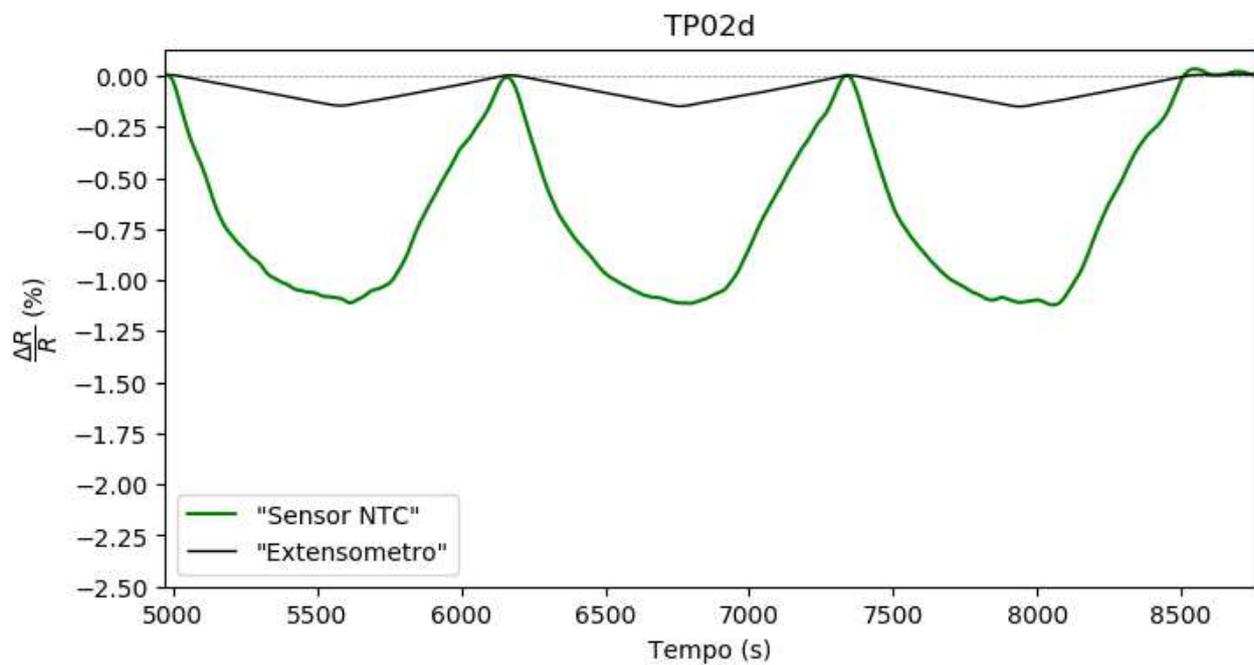


Figura 5.18: Resultado terceira seqüência de aplicação de carga: TP02.

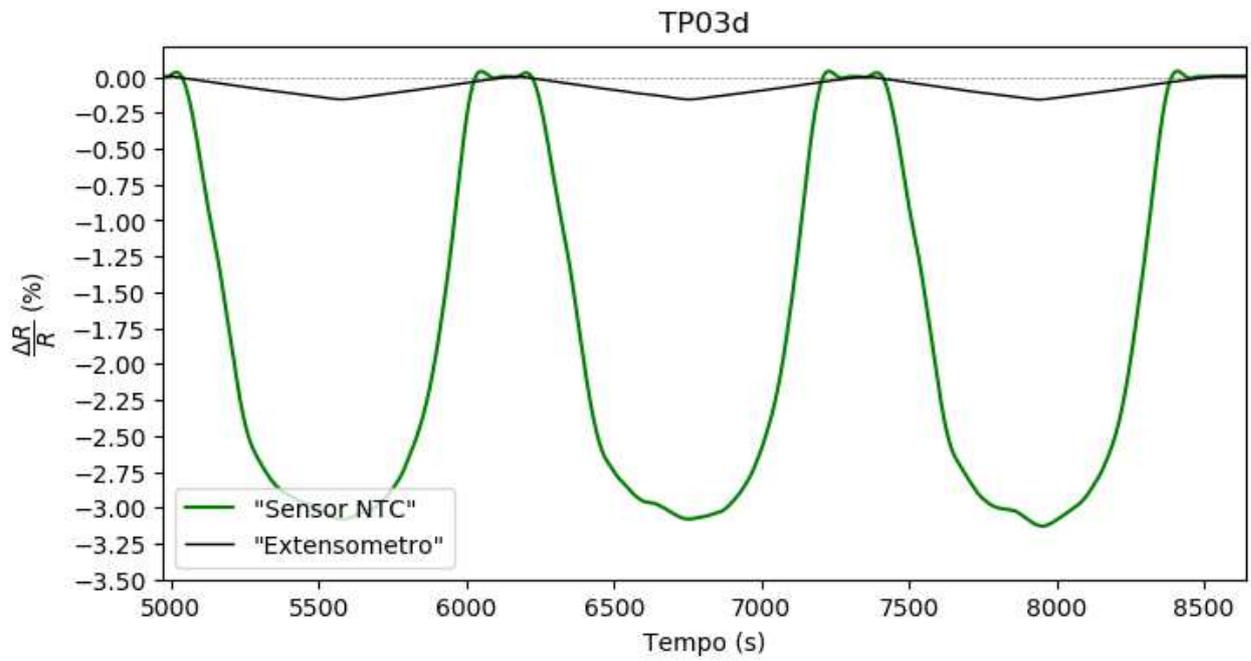


Figura 5.19: Resultado terceira seqüência de aplicação de carga: TP03.

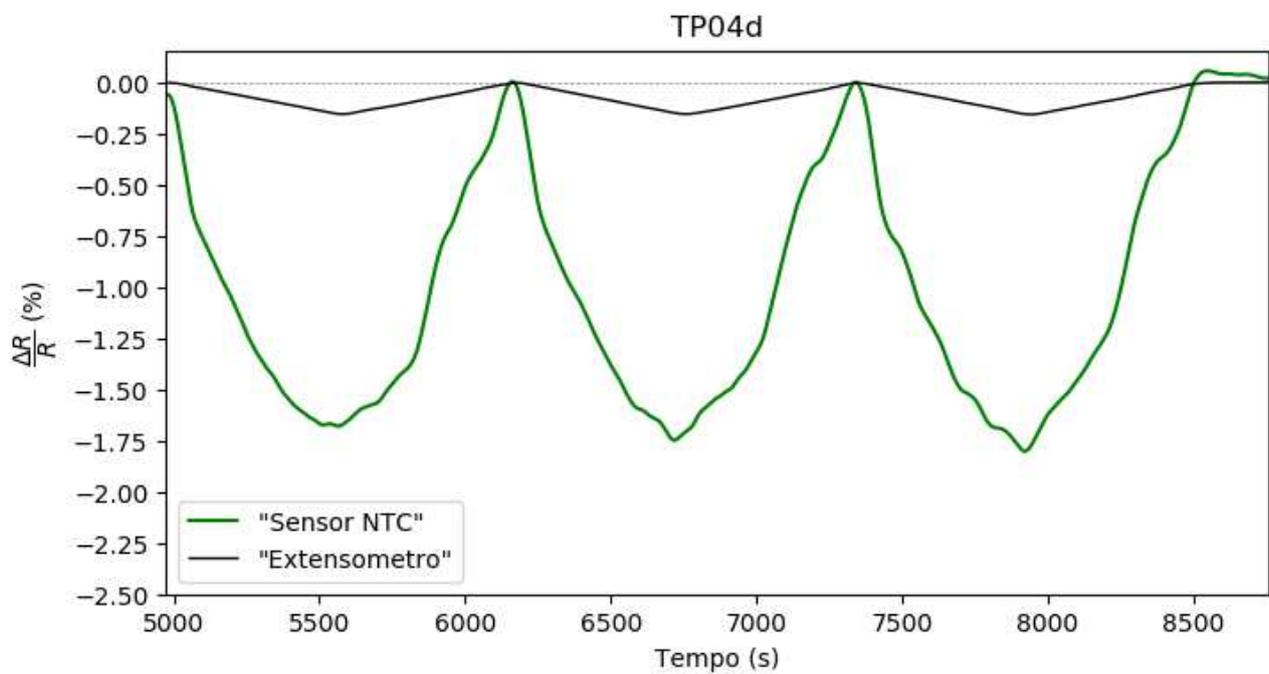


Figura 5.20: Resultado terceira seqüência de aplicação de carga: TP04.

O corpo de prova TP03 apresentou resultados discrepantes das demais amostras, com valores maiores de variação de resistência elétrica. Essa diferença fez com que o sinal da amostra saturasse, ao ultrapassar os limites de tensão de saída ( $e_0$ ) que o sistema de aquisição é capaz de ler. A saturação pode ser percebida pelo patamar de sinal existente quando o corpo de prova se aproxima do repouso (deformação nula). A diferença deste resultado pode ser atribuída ao processo de fabricação, cujo controle pode ainda ser melhorado de modo a reduzir essas variações de resistência elétrica do sensor. Por conta disso, o corpo de prova TP03 foi descartado para as próximas análises.

A partir dos gráficos, pode-se concluir que para o regime de carga proposto houve, novamente, uma resposta piezo-resistiva em função dos esforços aplicados sobre o corpo de prova. Em relação à histerese da resposta do sensor de NTC, de forma semelhante à segunda sequência de cargas, obteve-se a estabilidade da medida nos picos máximos de deformação a partir do quinto ciclo de carga. Com as sequências de cargas executadas em curto intervalo de tempo, a estabilidade da medida do sensor de NTC pôde ser controlada. Este resultado demonstra a viabilidade de emprego desta tecnologia para medidas de cargas em regime cíclico, tais como em ensaios de fadiga, para as condições de velocidade de carga propostas.

A figura 5.21 apresenta a resposta piezo-resistiva das amostras TP01, TP02 e TP04, que serão utilizadas na próxima etapa da análise, para a mesma sequência de aplicação de carga.

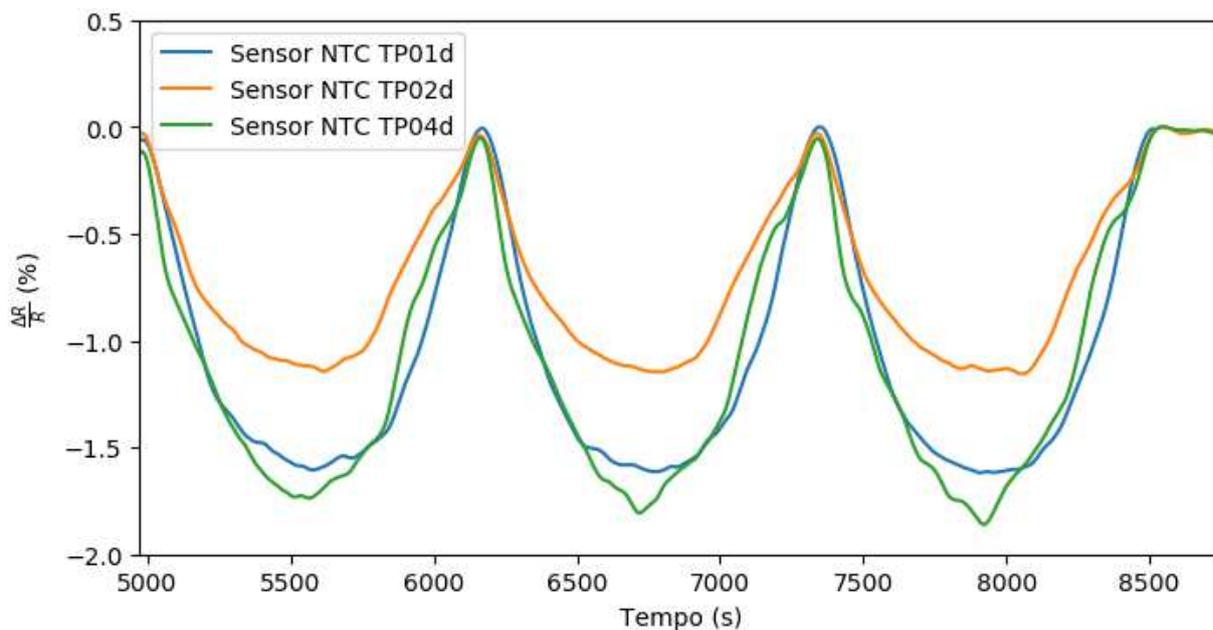


Figura 5.21: Resultado terceira sequência de aplicação de carga, corpos de prova TP01, TP02 e TP04.

Na próxima etapa do estudo, será avaliada a relação numérica entre a resposta do sensor e a medida de deformação obtida pelo extensômetro. Para esta análise, serão tomados os valores adquiridos pelo sensor de NTC e o extensômetro nos ramos ascendentes dos últimos três ciclos de carga, do ponto mínimo ao máximo, como exemplificado na figura 5.22. As retas em amarelo representam os trechos ascendentes que serão utilizados na próxima etapa.

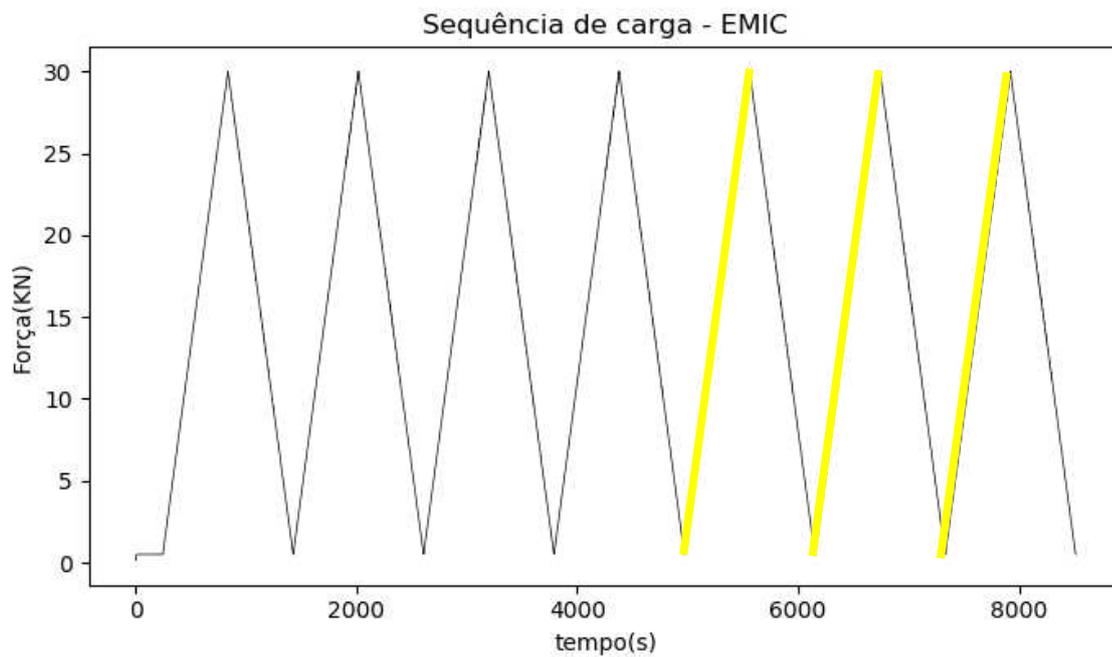


Figura 5.22: Retas ascendentes em amarelo serão utilizadas para a próxima análise.

As figuras 5.23 a 5.25 apresentam a resposta do extensômetro no ramo ascendente dos últimos três ciclos, em função da carga aplicada.

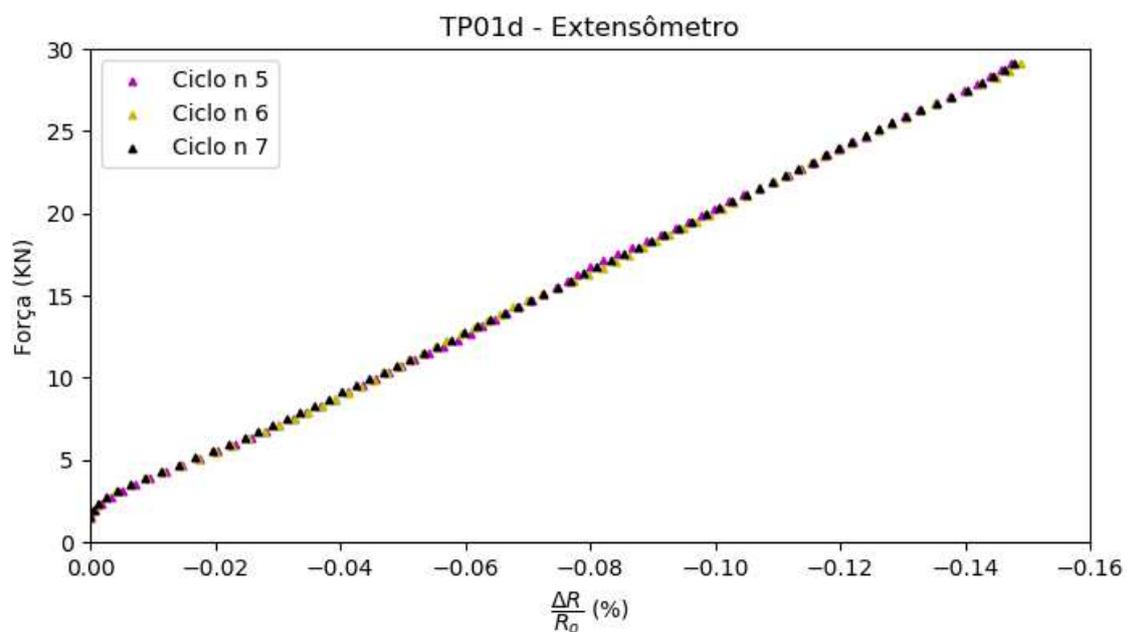


Figura 5.23: Resposta do extensômetro em função da carga aplicada: TP01.

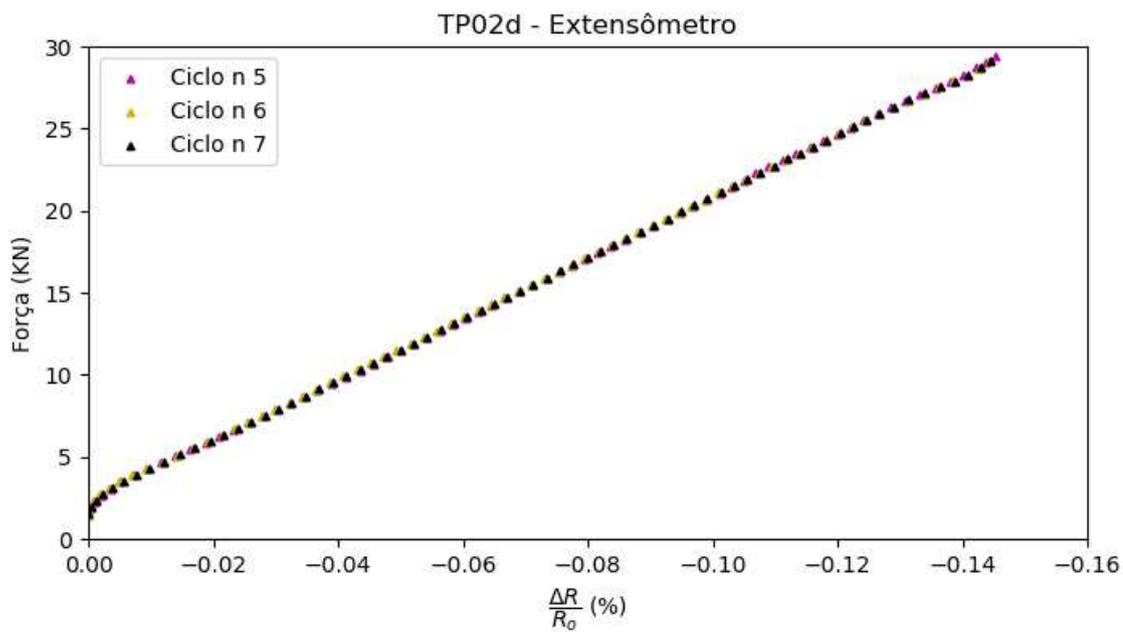


Figura 5.24: Resposta do extensômetro em função da carga aplicada: TP02.

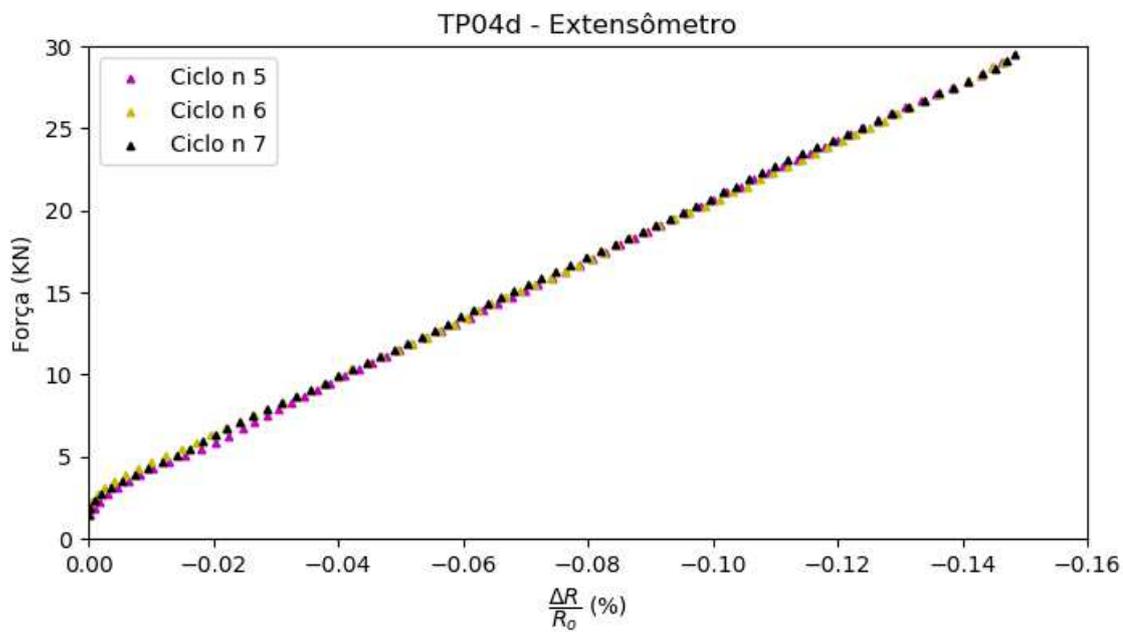


Figura 5.25: Resposta do extensômetro em função da carga aplicada: TP04.

Pode-se observar a partir dos gráficos que a medida realizada pelo extensômetro é linearmente proporcional à carga aplicada sobre o corpo de prova. Para o regime de carga proposto a variação de resistência elétrica é da ordem de -0,16%, sendo que o sinal negativo indica uma deformação compressiva. O extensômetro apresentou comportamento semelhante para todas as amostras.

As figuras 5.26 a 5.28 apresentam a medida do sensor de NTC no ramo ascendente dos últimos três ciclos, em função da carga aplicada.

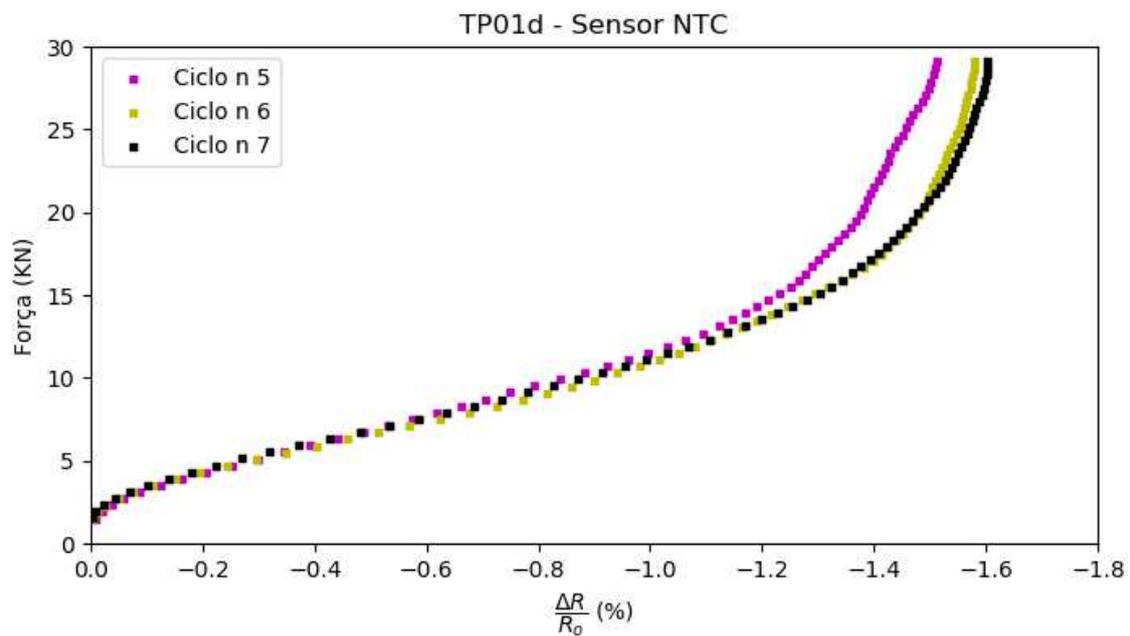


Figura 5.26: Resposta do sensor de NTC em função da carga aplicada: TP01.

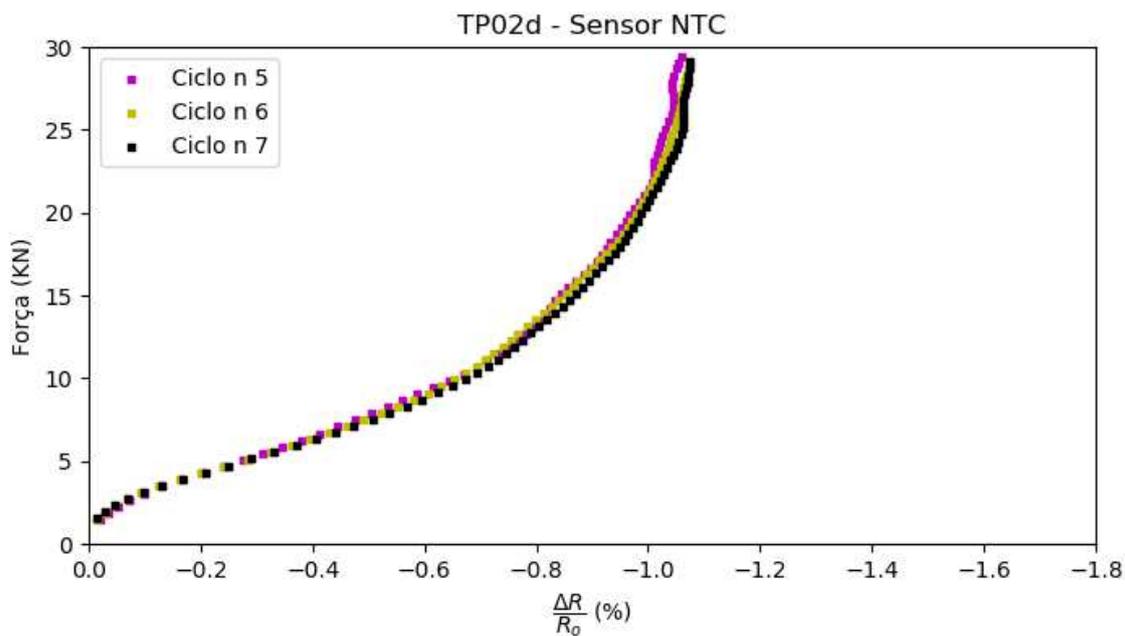


Figura 5.27: Resposta do sensor de NTC em função da carga aplicada: TP02.

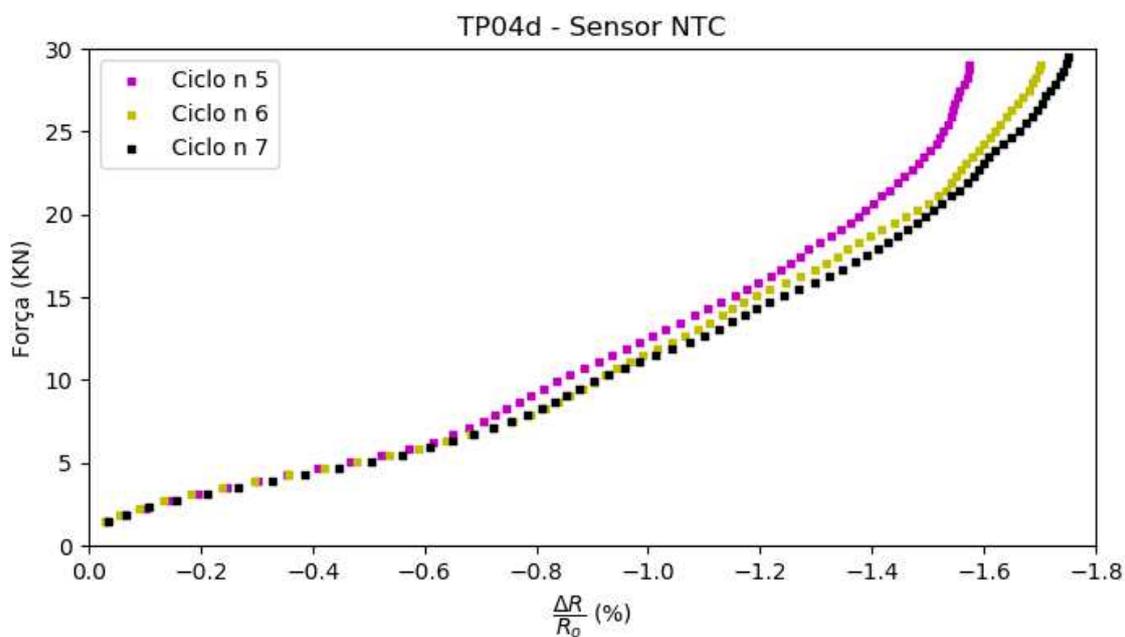


Figura 5.28: Resposta do sensor de NTC em função da carga aplicada: TP04.

Os resultados demonstram que a relação entre a carga aplicada e o sinal do sensor de NTC não é linear. A variação de resistência elétrica observada foi na ordem de -1,6%, uma ordem de grandeza acima do extensômetro. Isso significa

que para uma mesma carga aplicada sobre o corpo de prova, o sensor de NTC apresenta uma variação de resistência elétrica aproximadamente 10 vezes maior que o extensômetro elétrico.

As figuras 5.29 a 5.31 apresentam a relação entre a medida de deformação realizada pelo extensômetro elétrico, obtida pelo SAD e o sinal do sensor de NTC. A deformação é apresentada no eixo vertical em microns ( $10^{-6}$  mm/mm) e a resposta do sensor de NTC no eixo horizontal em porcentagem.

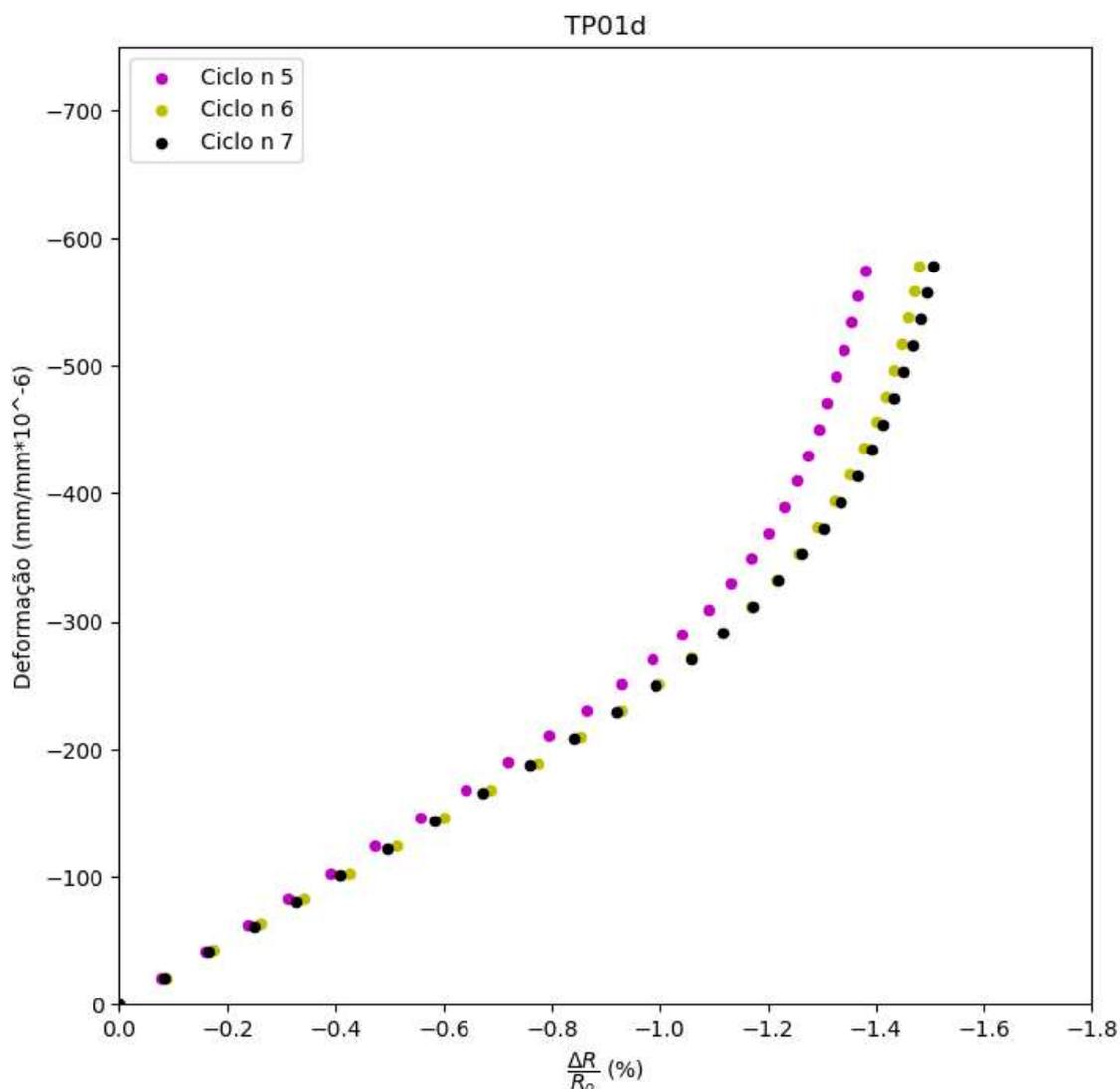


Figura 5.29: Relação entre a deformação medida pelo extensômetro elétrico (eixo vertical) e sinal do sensor de NTC (eixo horizontal): TP01.

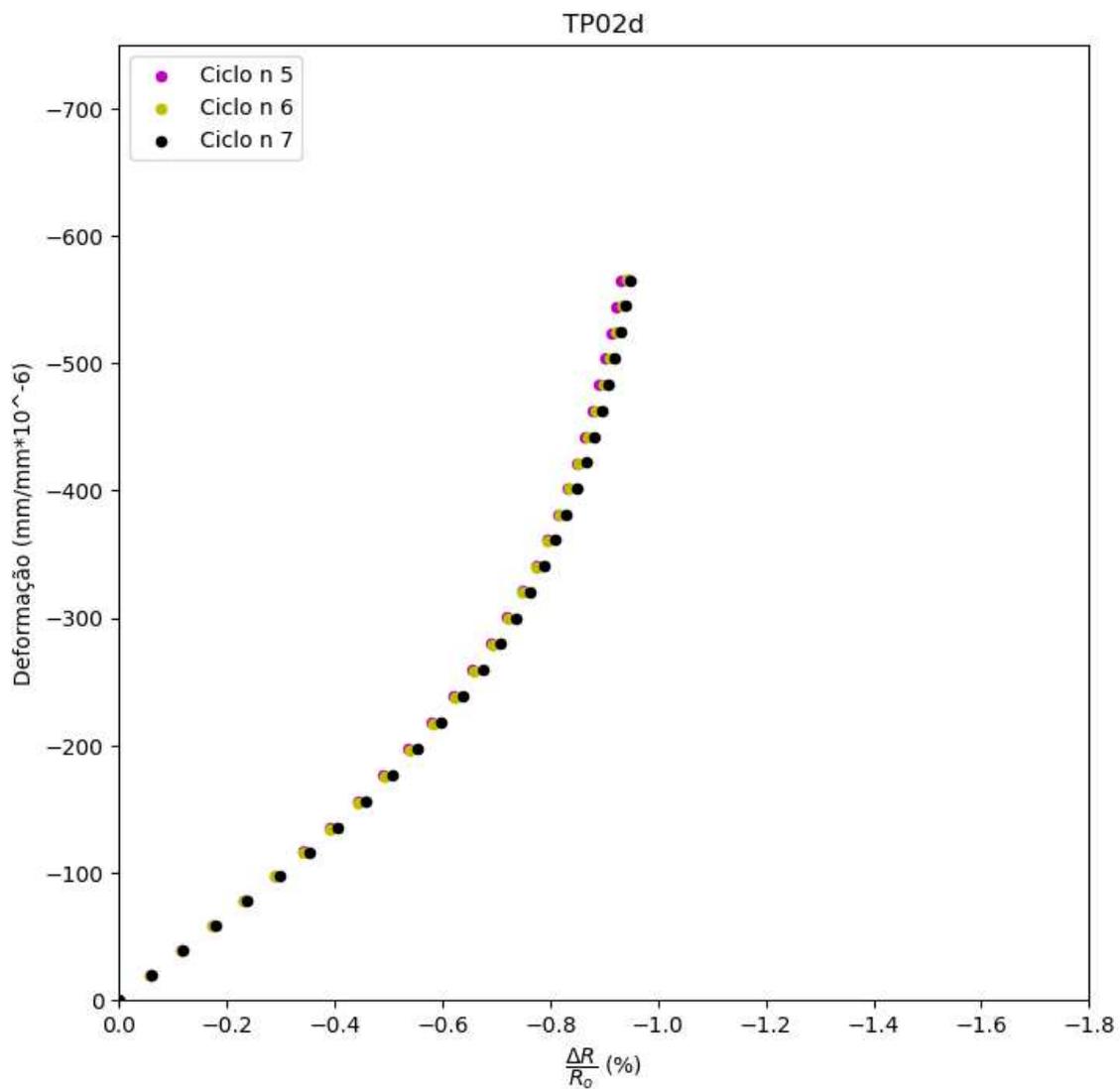


Figura 5.30: Relação entre a deformação medida pelo extensômetro elétrico (eixo vertical) e sinal do sensor de NTC (eixo horizontal): TP02.

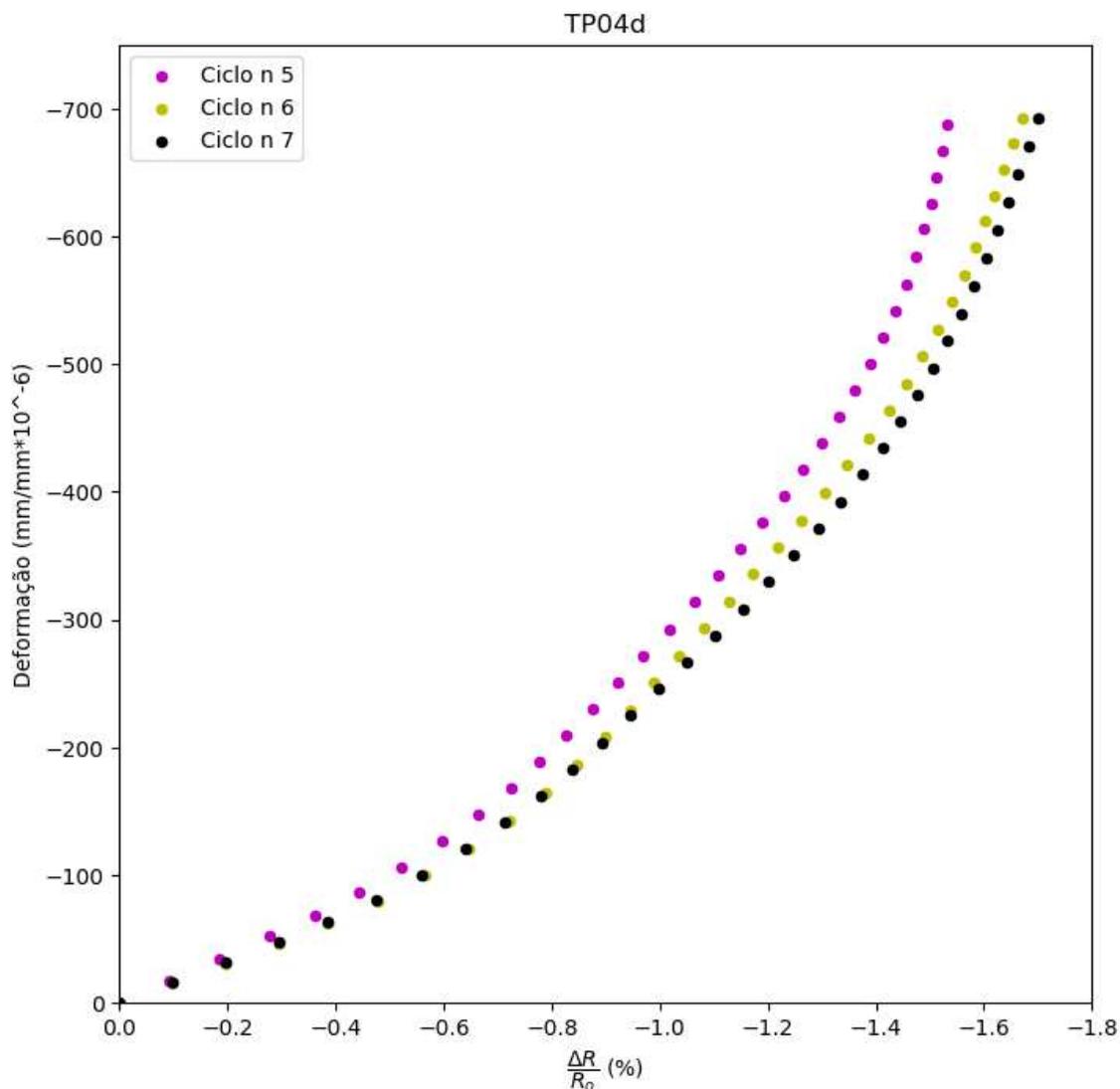


Figura 5.31: Relação entre a deformação medida pelo extensômetro elétrico (eixo vertical) e sinal do sensor de NTC (eixo horizontal): TP04.

Os resultados demonstram que a relação entre a deformação medida pelo extensômetro e o sinal do sensor de NTC não é linear e se assemelha a uma função exponencial. Este comportamento foi observado experimentalmente por Yin *et al.* (2011), que justifica este efeito em função da prevalência do efeito de tunelamento, cuja resistência elétrica obedece a uma função exponencial, de acordo com equação 4 apresentada no item 3.3.2. Hu *et al.* (2010) executaram uma simulação numérica da resposta piezo-resistiva de uma rede aleatória nanotubos de carbono em uma matriz polimérica, utilizando a mesma função de

resistência elétrica para o efeito de tunelamento apresentada na equação 4, obtendo comportamento semelhante aos demonstrados nos gráficos anteriores.

Sob regime de compressão, a deformação é inicialmente responsável por aproximar os nanotubos de carbono: o efeito piezo-resistivo neste momento é regido pelo mecanismo de tunelamento de elétrons. Após certo nível de deformação, os nanotubos de carbono se tocam e a condução de elétrons por efeito tunelamento cessa: neste momento a percolação elétrica ocorre somente através dos nanotubos de carbono. No limite do estado de compressão, a distância entre os nanotubos de carbono é mínima e a resposta piezo-resistiva do sensor permanece constante.

Caso a resposta piezo-resistiva do sensor de NTC seja não-linear, não haverá perdas da capacidade de medição. Deve-se somente obter a relação numérica que descreve as propriedades elétricas do sensor em função da deformação aplicada a ele. A utilização do sensor ocorre a partir de uma equação como a equação 3, porém neste caso o fator  $K$  não será uma constante e sim uma função.

Para se obter a relação numérica entre a medida do sensor de NTC e a deformação submetida ao corpo de prova, foram tomadas as três últimas curvas ascendentes de carga para cada amostra. Obteve-se então a média das curvas e foi feito o ajuste de uma função exponencial do tipo:

$$\varepsilon = A * e^{B * (\Delta R / R_0)} + C \quad (17)$$

Sendo:

$\varepsilon$  – Medida de deformação calculada a partir do ajuste

$A, B, C$  – Parâmetros a serem ajustados

$\Delta R/R_o$  – Variação de resistência elétrica, calculada conforme item 4.6

O ajuste proposto foi realizado computacionalmente utilizando a biblioteca *SciPy* da linguagem de programação *Python 3*, voltada para cálculos matemáticos em ciência e engenharia. Esta biblioteca aplica o método dos mínimos quadrados não lineares para a obtenção dos parâmetros  $A, B, C$  da função de ajuste da equação 17. O coeficiente de determinação  $R^2$ , medida do ajustamento de um modelo em relação aos valores observados foi calculado a partir de:

$$R^2 = 1 - \frac{SQ_{res}}{SQ_{tot}} \quad (18)$$

$$SQ_{tot} = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 \quad (19)$$

$$SQ_{res} = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (20)$$

Sendo:

$R^2$  – Coeficiente de determinação, varia entre 0 e 1.

$SQ_{tot}$  – Soma total dos quadrados

$SQ_{res}$  – Soma dos quadrados dos resíduos

$\bar{y}$  – Média das deformações medidas

$\hat{y}_i$  – Valor obtido pela função ajustada na equação 17

$y_i$  – Valor de deformação medido

O resultado do ajuste é apresentado nas figuras 5.32 a 5.34. Os parâmetros e o coeficiente de determinação  $R^2$  são expostos nos respectivos gráficos, assim como as curvas de carga ascendente dos três últimos ciclos e a curva de ajuste da função exponencial. A tabela 5.2 apresenta os valores numéricos obtidos em função da amostra.

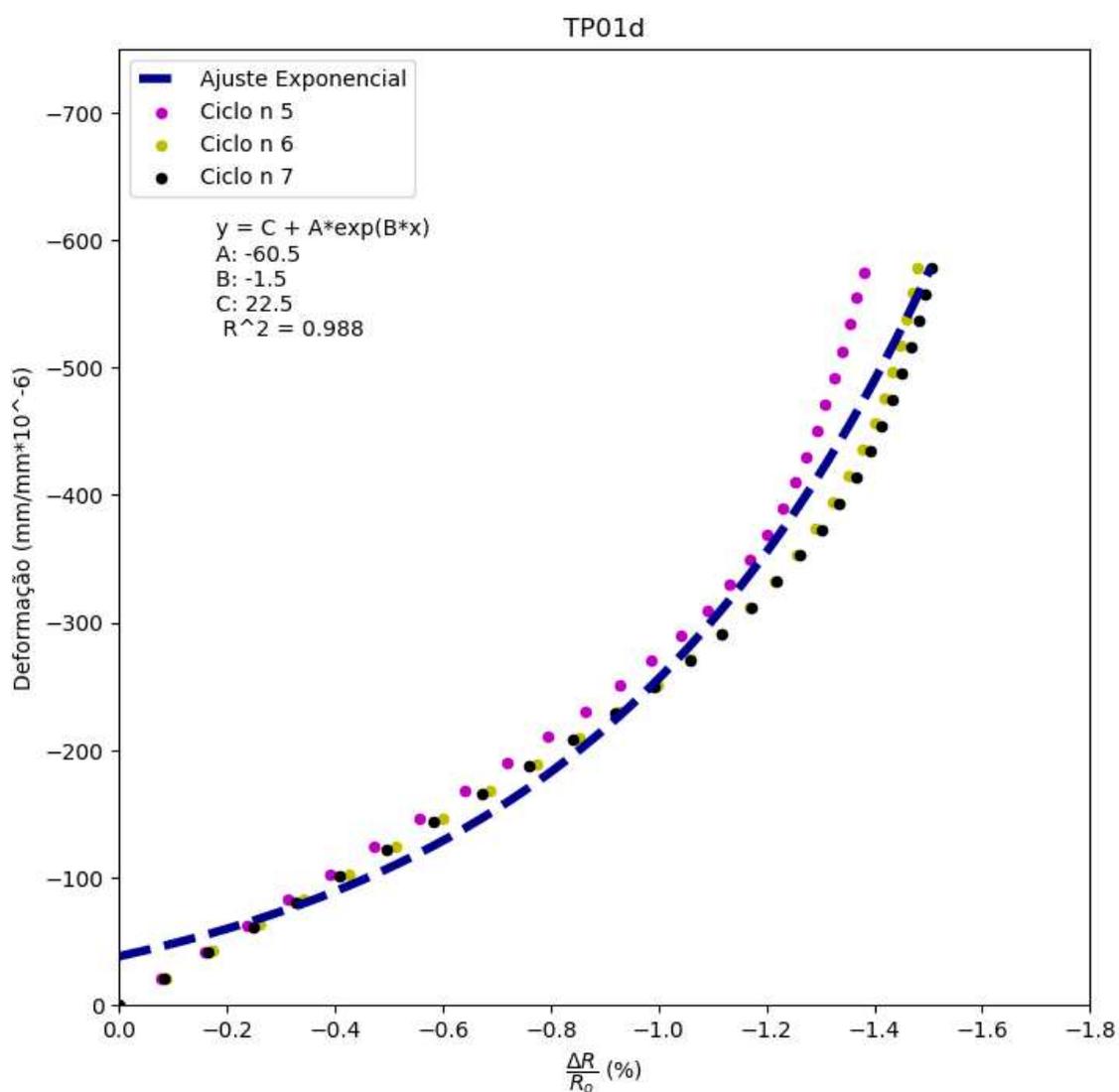


Figura 5.32: Ajuste da função exponencial, TP01.

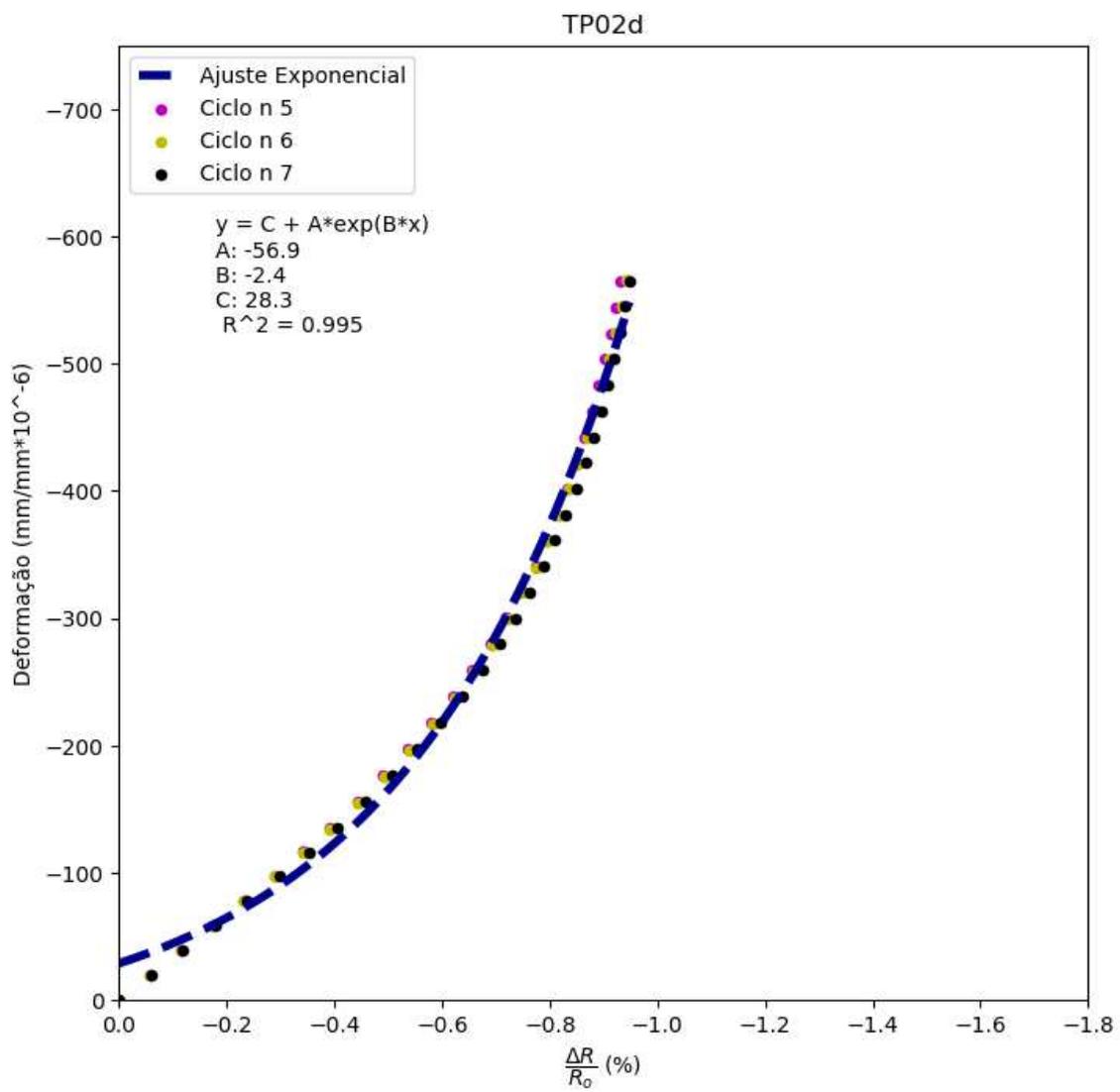


Figura 5.33: Ajuste da função exponencial, TP02.

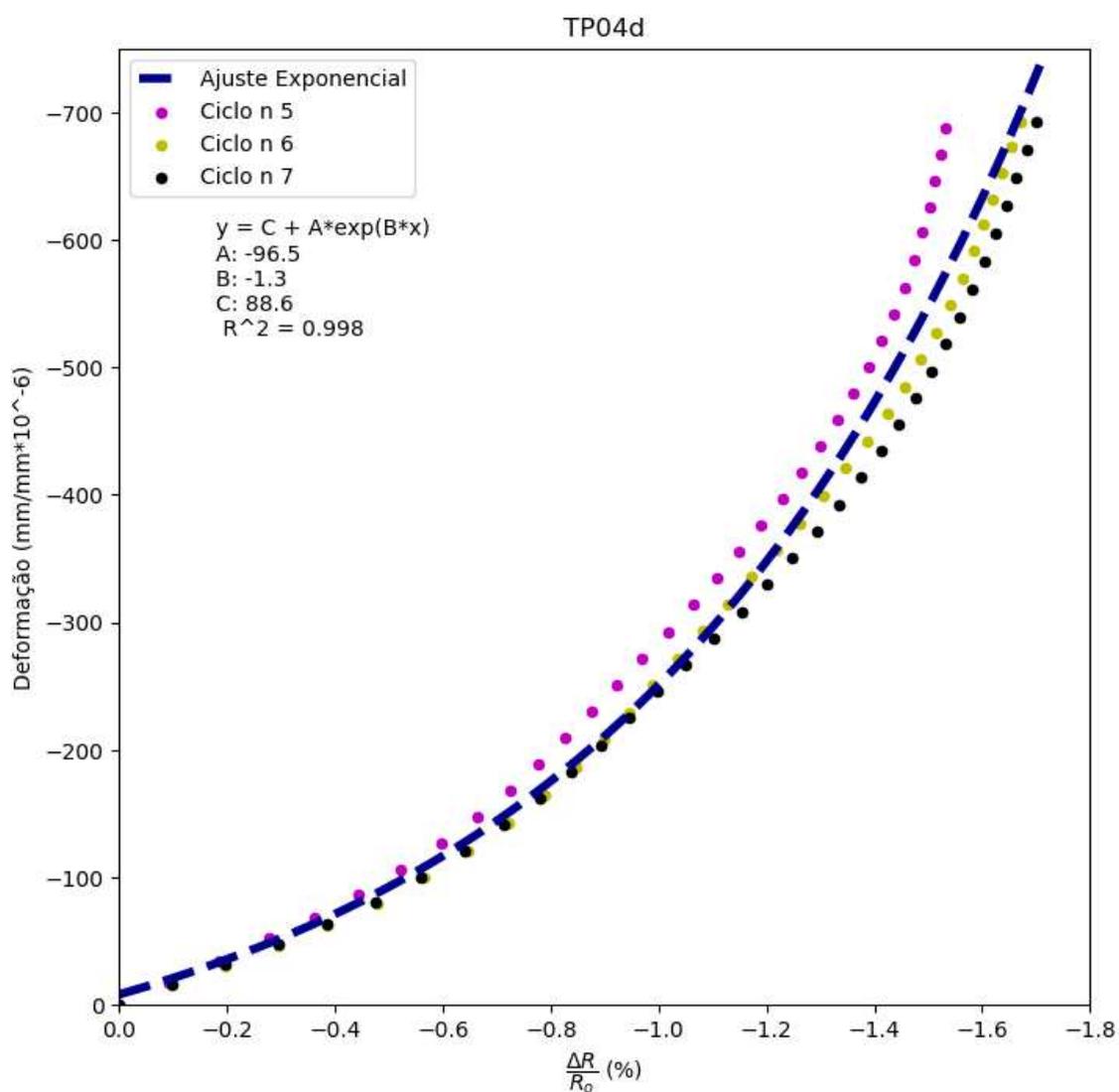


Figura 5.34: Ajuste da função exponencial, TP04.

Tabela 5.2: Parâmetros do ajuste da função exponencial

<b>Amostra</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
<b>TP01</b>	-60.3	-1.5	22.5	0.988
<b>TP02</b>	-56.9	-2.4	28.3	0.995
<b>TP04</b>	-96.5	-1.3	88.6	0.998

Os valores de coeficiente de determinação  $R^2$  mostram que as funções ajustadas apresentaram valores bem próximos das medidas observadas experimentalmente, comprovando o comportamento exponencial da resposta piezo-resistiva do sensor, sob o regime de deformação proposto neste trabalho. A possibilidade de se obter uma função que descreve a relação entre a resposta do sensor e o estado de deformação a que está sujeito é fundamental para a viabilidade de uso desta tecnologia para o monitoramento de deformações e neste aspecto, o sensor de nanotubos de carbono demonstrou previsibilidade de comportamento.

Em relação aos parâmetros  $A, B$  e  $C$ , houve uma variabilidade nos valores obtidos. Isso significa que não foi possível determinar uma função com parâmetros precisos que represente o comportamento do sensor de NTC proposto. Esse fato pode ser explicado pelo processo de fabricação empregado neste trabalho em que a deposição do filme sobre o corpo de prova é feita à mão com um aerógrafo. Naturalmente, a falta de controle ao se aplicar a tinta de forma manual gerará variabilidade na sensibilidade do sensor.

Apesar da diferença de resultados, os parâmetros obtidos para o ajuste da função exponencial foram próximos entre as amostras, como pode ser visualizado na figura 5.35, que apresenta os ajustes da função exponencial para os corpos de prova TP01, TP02 e TP04.

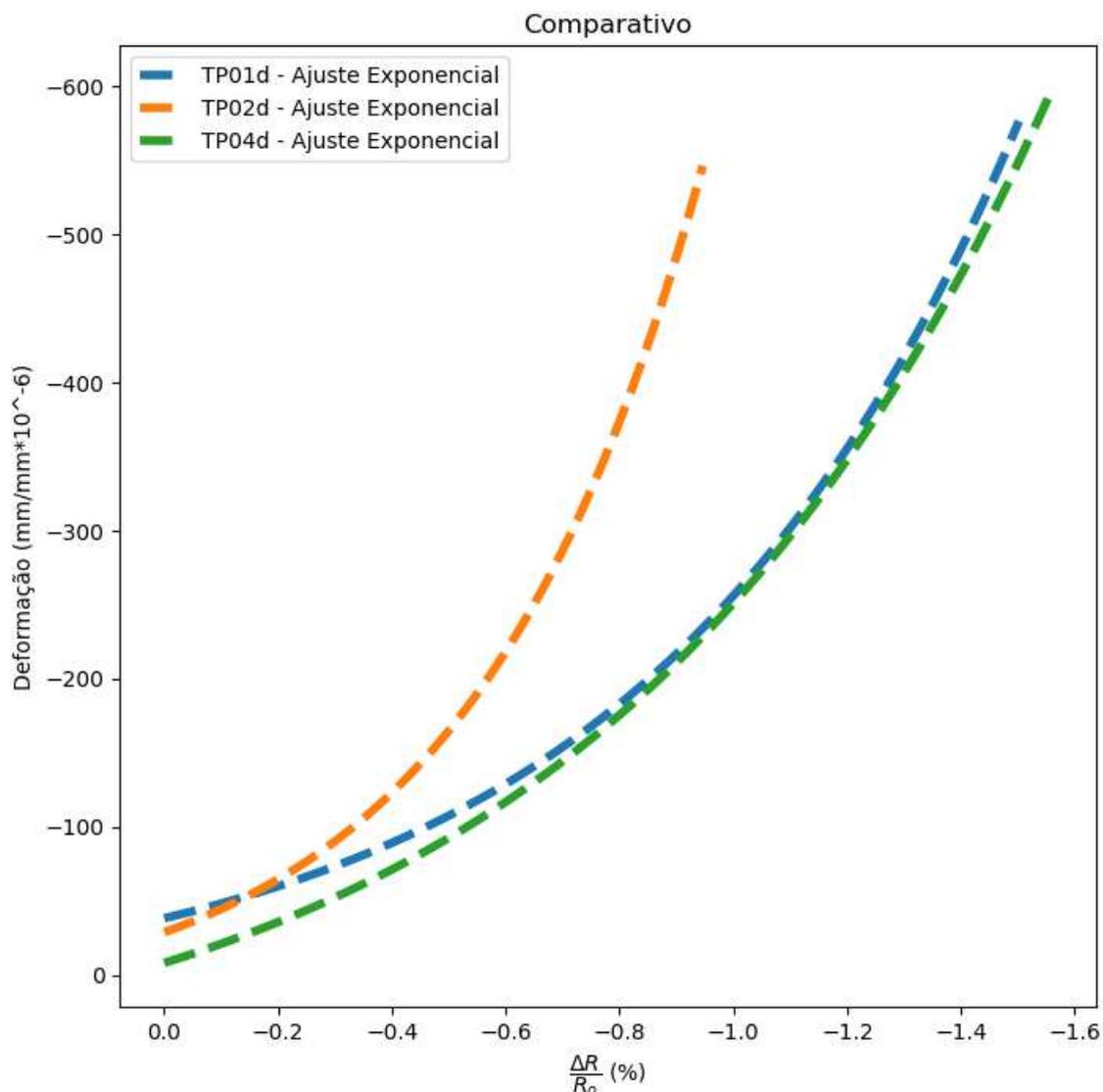


Figura 5.35: Comparativo dos ajustes da função exponencial.

Em função do nível de exatidão requerido para a aplicação, o processo de fabricação proposto foi reproduzível e se provou viável. É possível aprimorar a metodologia através da aplicação do filme com um controle maior, como por exemplo com a fixação do aerógrafo em um braço mecânico, controle da espessura da tinta ou através da utilização de técnicas de impressão.

Para que se possa obter uma aproximação do *gauge factor*, foi proposto um ajuste linear do trecho inicial da curva de resposta do sensor de NTC. De acordo com a equação 3, este gráfico deve ser construído com os valores de deformação no eixo horizontal e a resposta piezo-resistiva do sensor no eixo

vertical. As figuras 5.36 a 5.38 demonstram os valores de gauge factor aproximado, para cada amostra.

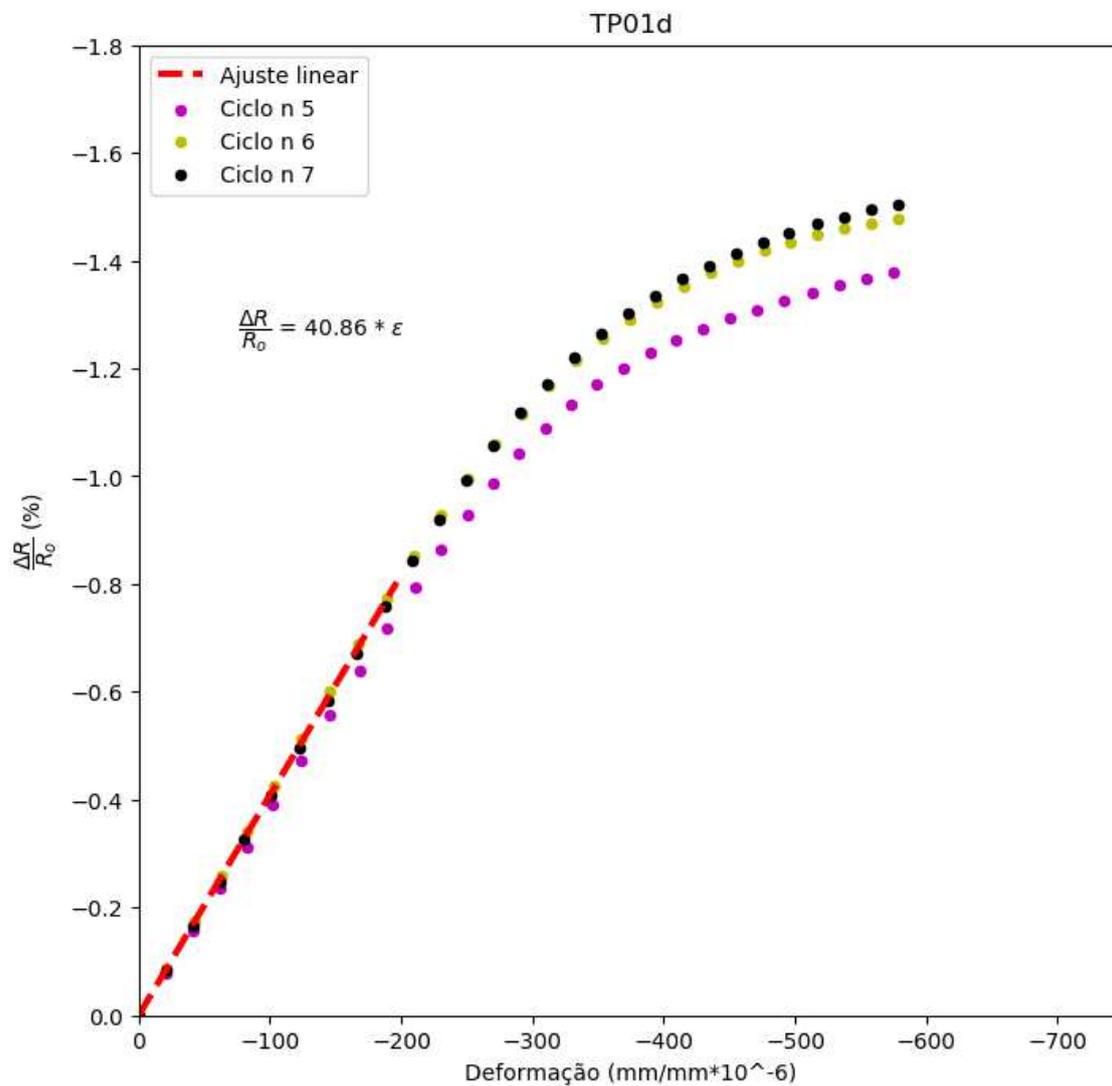


Figura 5.36: Gauge factor da amostra TP01.

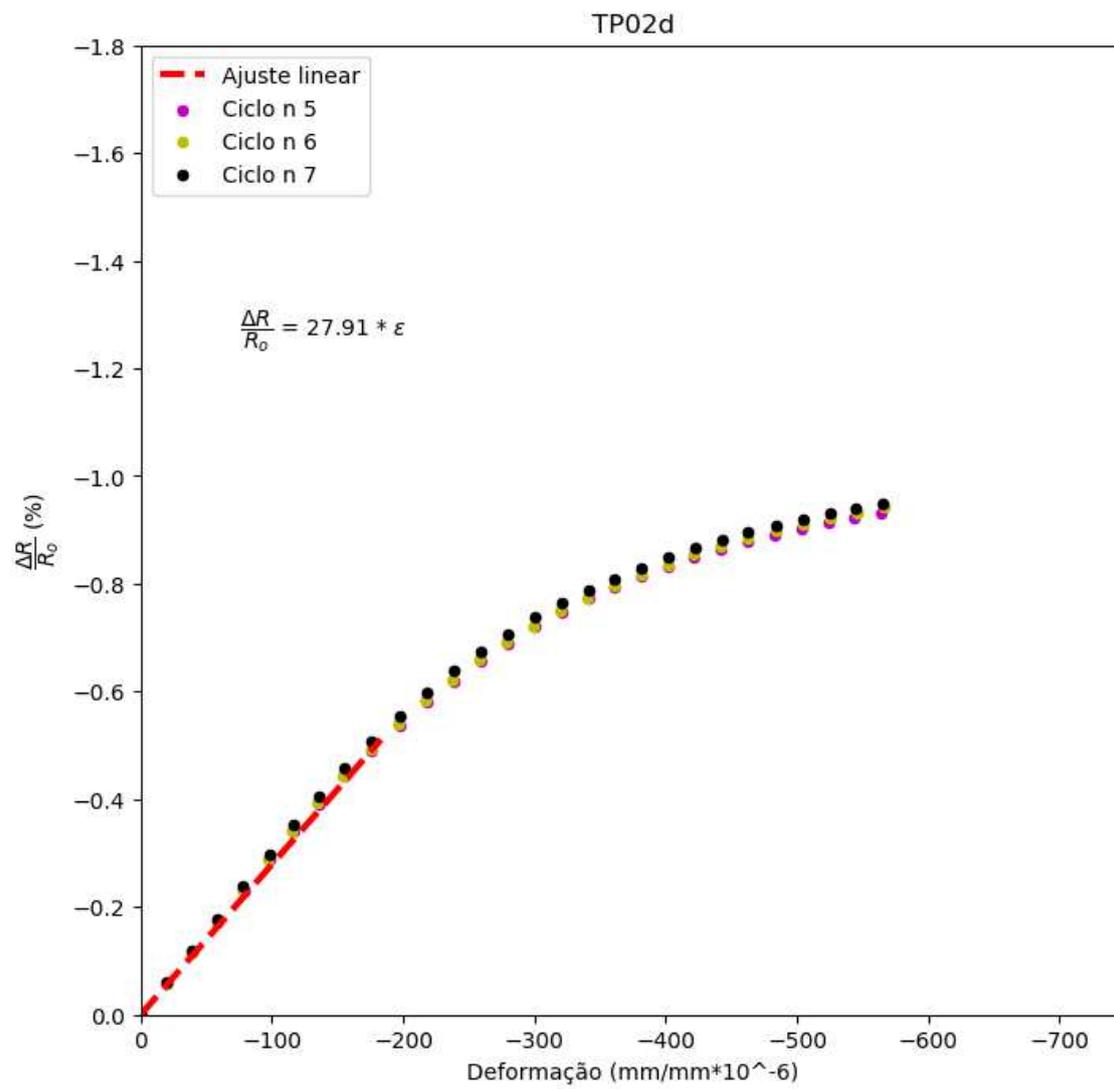


Figura 5.37: Gauge factor da amostra TP02.

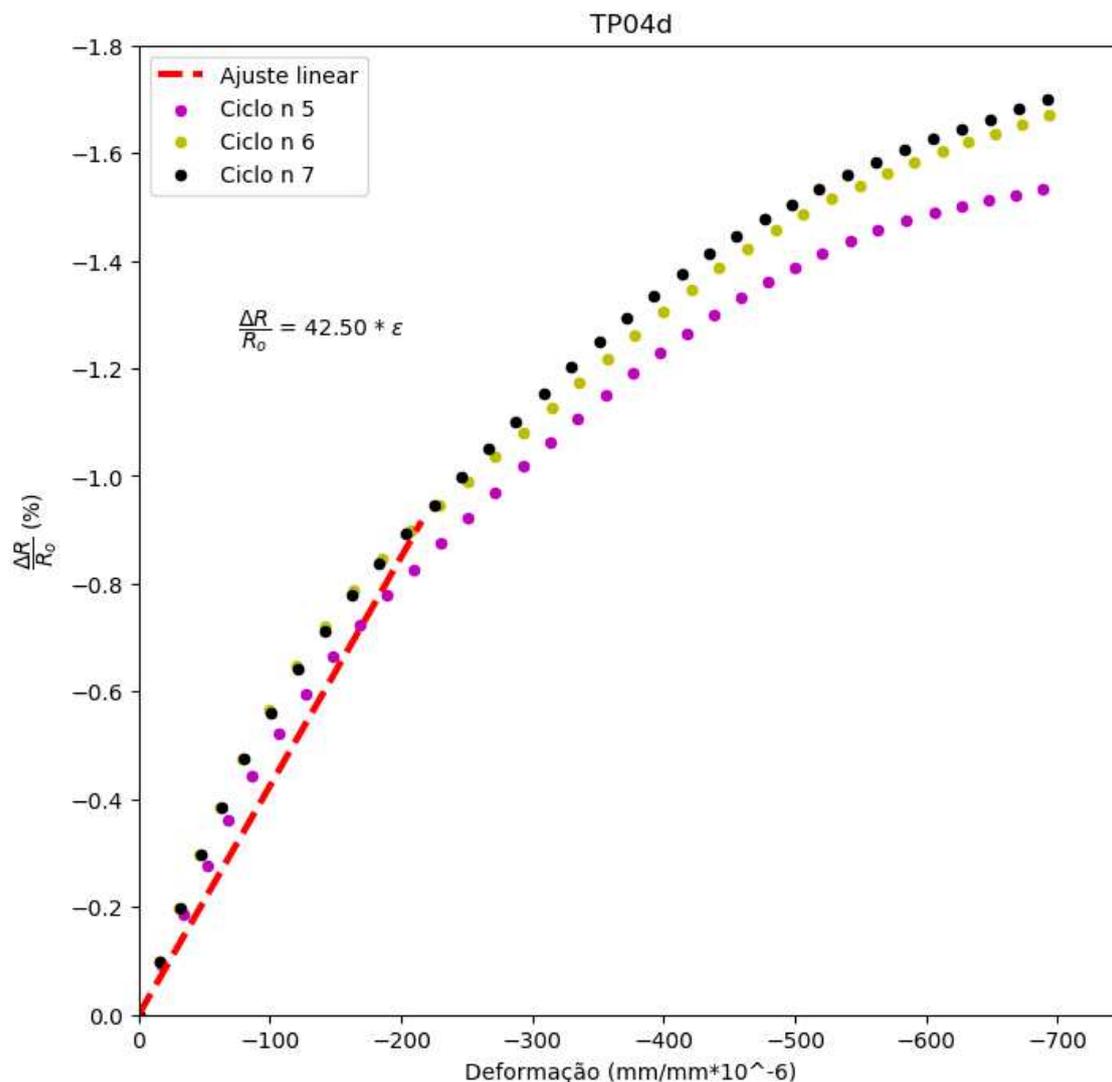


Figura 5.38: *Gauge factor* da amostra TP04.

Pode-se definir um valor de *gauge factor* médio para o sensor através da média das amostras. O valor do *gauge factor* médio é igual a 37. Com isso é possível concluir que para a concentração de nanotubos de carbono no sensor de NTC e para o trecho de análise proposto, a resposta obtida é dezoito vezes mais sensível do que a medida realizada por extensômetros elétricos. Este resultado pode ser atribuído ao mecanismo piezo-resistivo atuante nos sensores de NTC, em que pequenas reconfigurações da rede de nanotubos de carbono é responsável por alterações na resistência elétrica do sensor.

## 5.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura permitem visualizar a morfologia da tinta piezo-resistiva. A figura 5.39 mostra a superfície da tinta em que se pode visualizar os nanotubos de carbono aglomerados. A figura 5.40 apresenta em detalhe a mesma região, demonstrando o estado de aglomeração dos nanotubos de carbono.

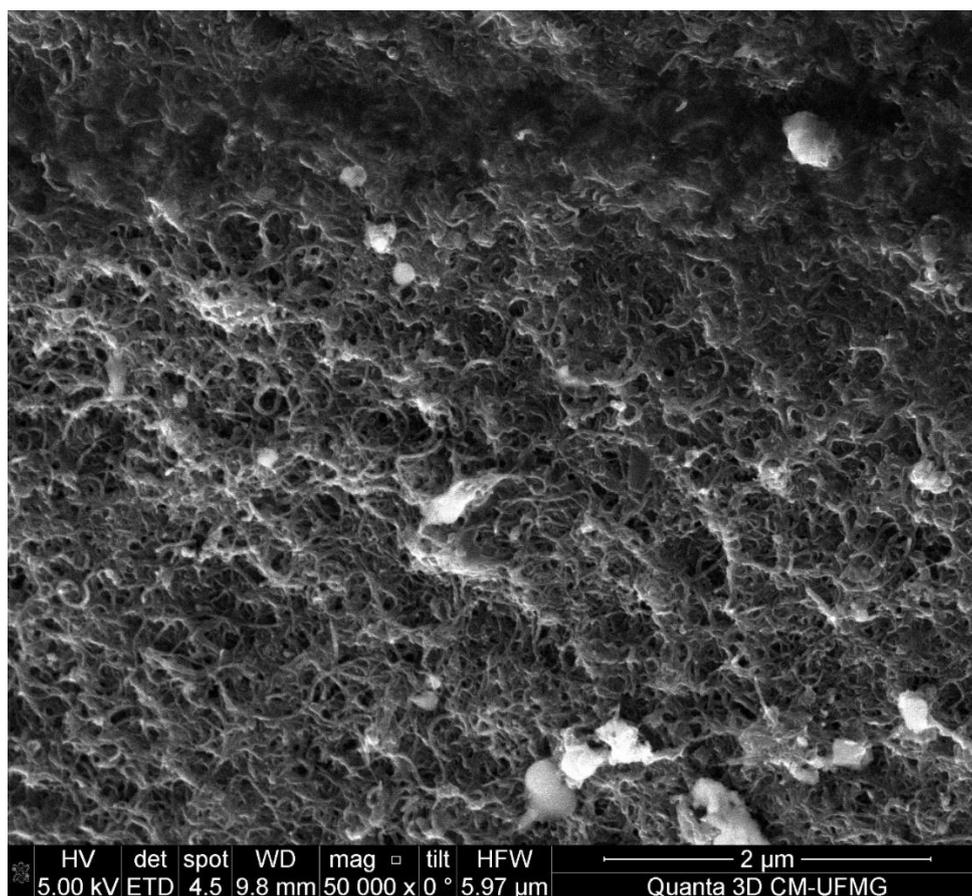


Figura 5.39: Imagem obtida por MEV: Morfologia da tinta piezo-resistiva.

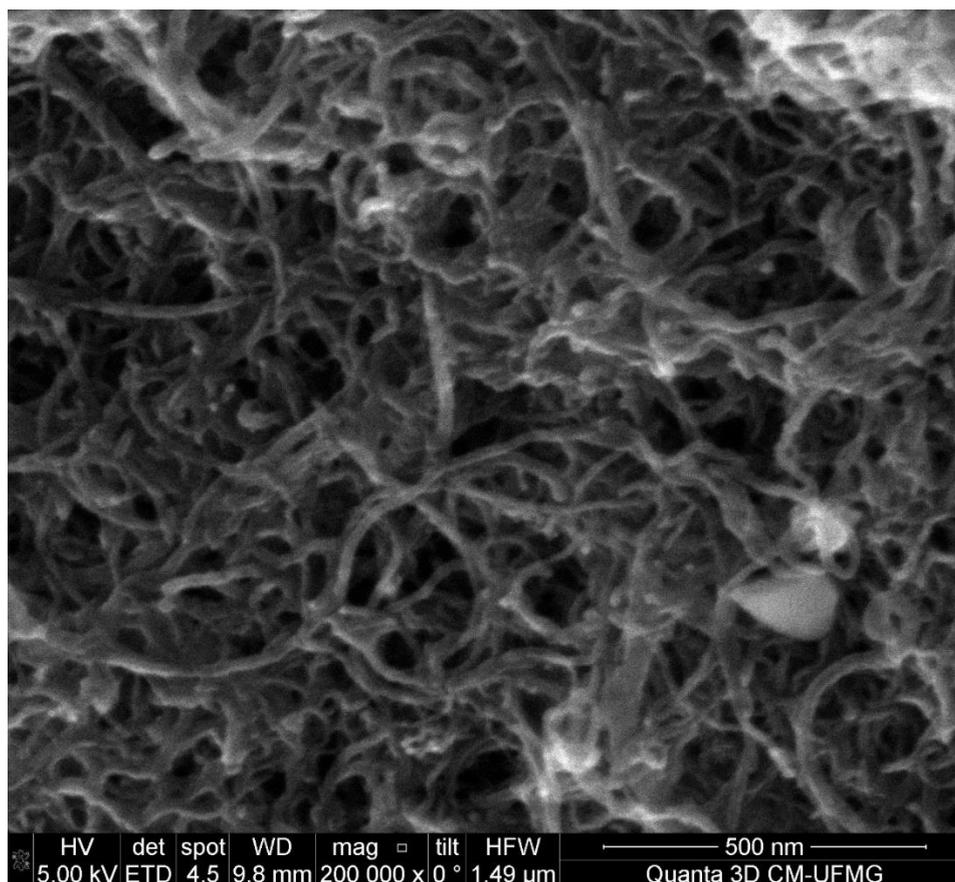


Figura 5.40: Detalhe dos nanotubos de carbono aglomerados.

Pela técnica de MEV é difícil visualizar os outros componentes da tinta piezo-resistiva: carboximetil-celulose e microcelulose. A microcelulose é uma fibra com diâmetro próximo ao do nanotubo de carbono, mas com comprimento maior, podendo estar recoberta por NTC. A figura 5.41 apresenta um destaque em vermelho, o que seria uma fibra de microcelulose presente na tinta. A carboximetil-celulose é um polímero que trabalha como matriz, podendo ser observada como um filme ligante entre os NTC, como apontado na figura 5.42.

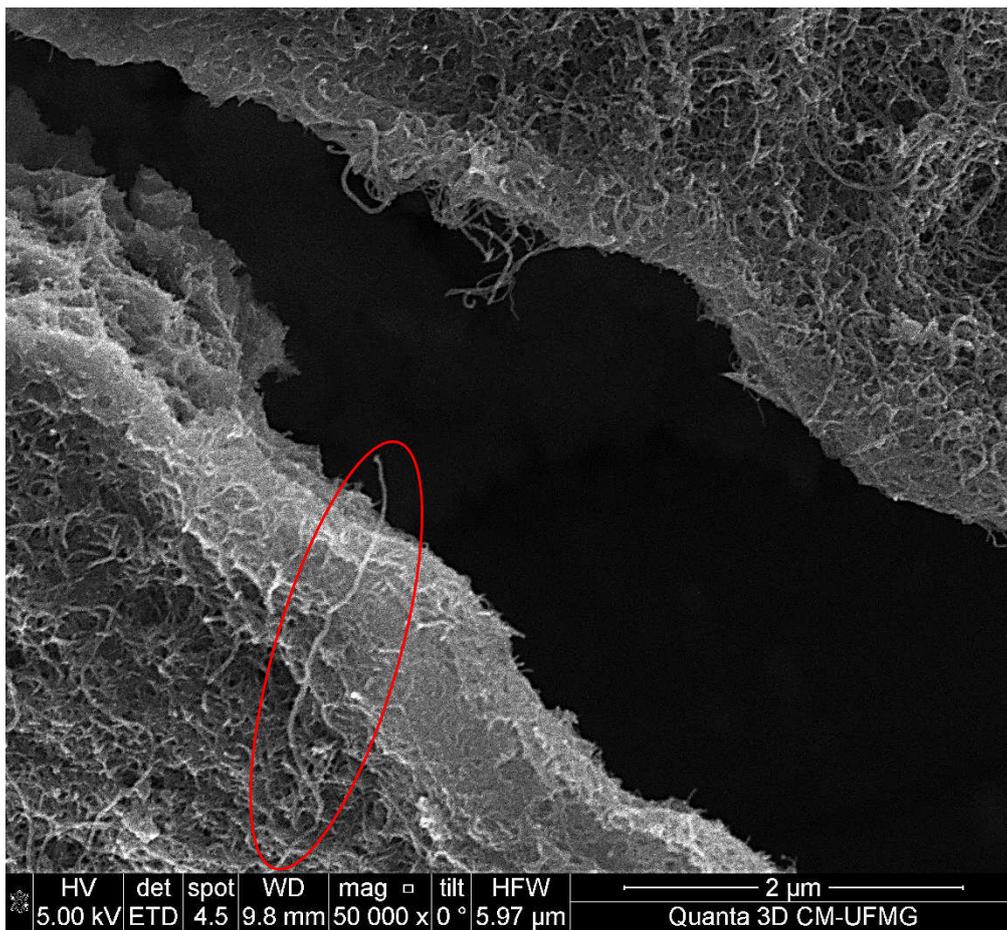


Figura 5.41: Presença de microcelulose.

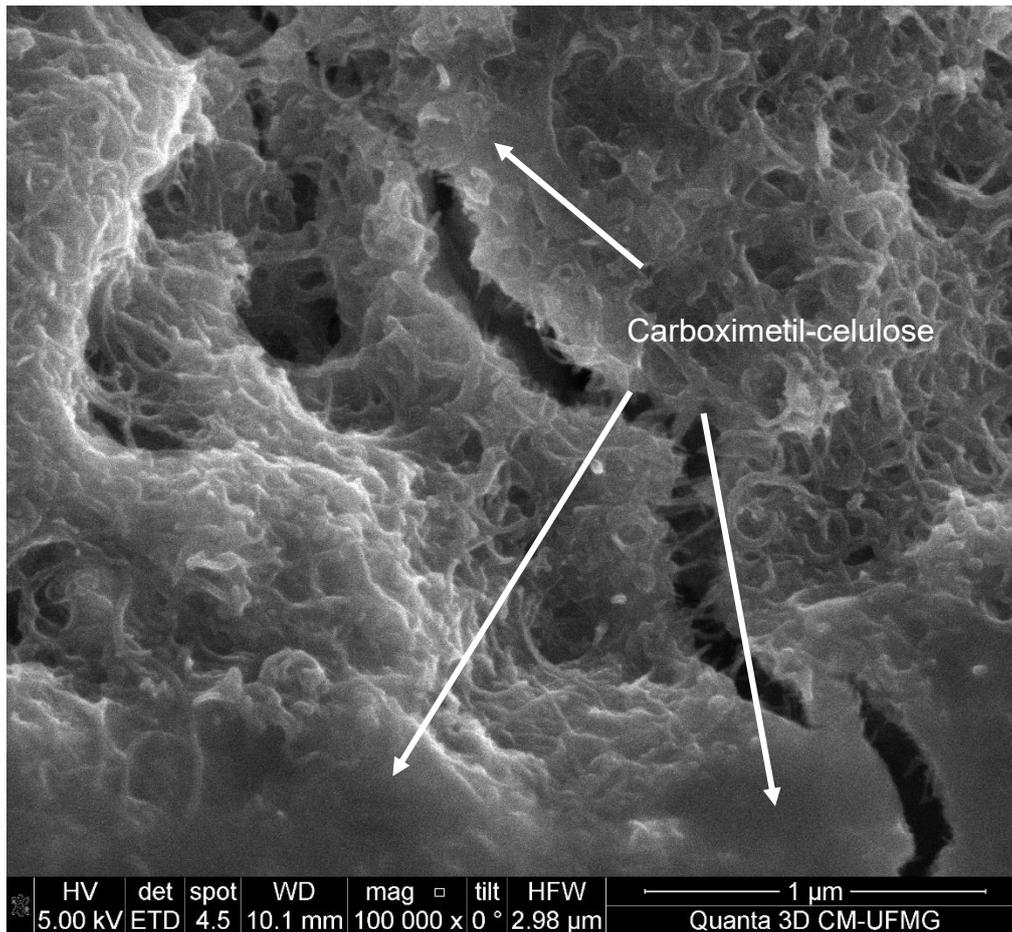


Figura 5.42: Carboximetil-celulose ligando os NTC.

A figura 5.43 revela a interface entre a tinta piezo-resistiva e a argamassa, visto de cima, sendo que a região mais escura à esquerda é a camada de tinta piezo-resistiva depositada sobre a argamassa, que está à direita na região mais clara. A figura 5.44 apresenta um fragmento com a interface argamassa/NTC vista de lado: nesta imagem pode-se observar que o filme depositado é aproximadamente plano e homogêneo, com uma boa adesão à superfície irregular da argamassa.

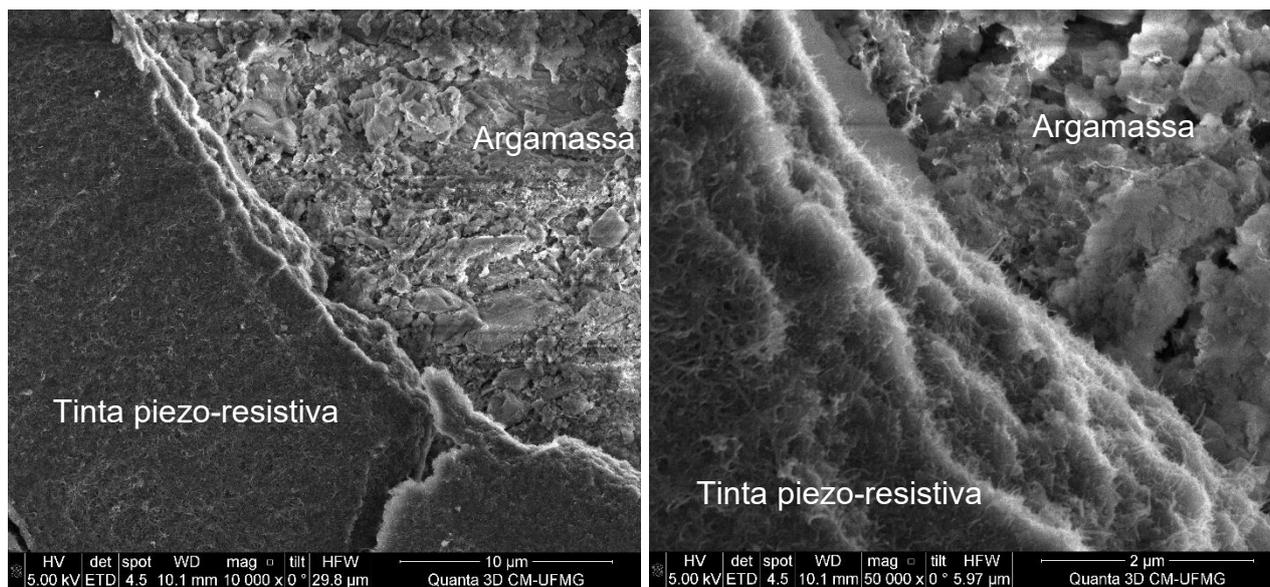


Figura 5.43: Interface tinta/argamassa, vista de cima.

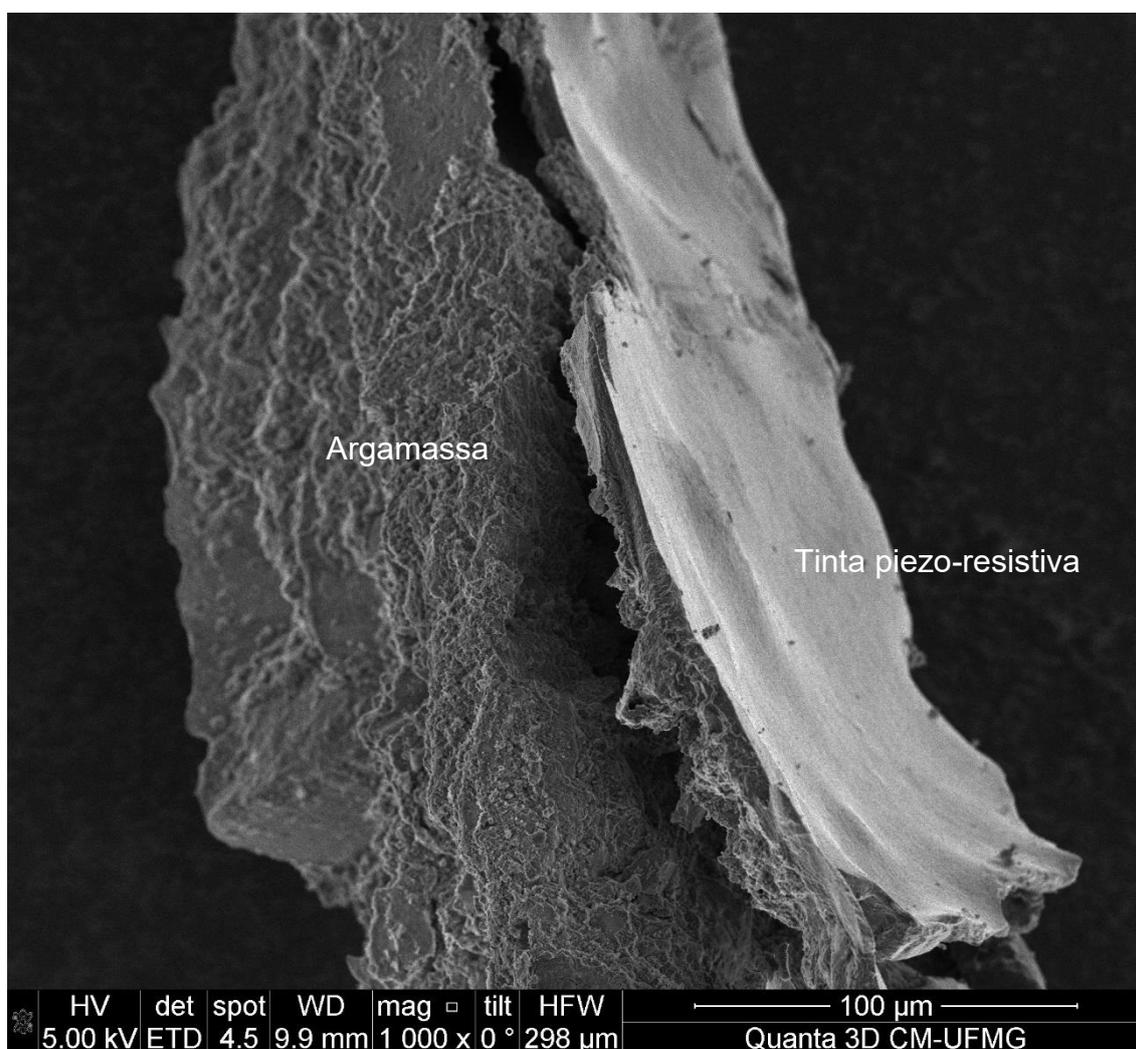


Figura 5.44: Interface tinta/argamassa, vista de lado.

A presença de micro fissuras foi observada na superfície da tinta piezo-resistiva, como demonstrado na figura 5.45. O surgimento de micro fissuras pode ser resultado do processo de fabricação do sensor, devido ao transiente de temperatura, que pode atingir 120°C. Deve-se controlar o surgimento de fissuras, para que não se perca em capacidade piezo-resistiva no sensor, uma vez que a percolação elétrica é interrompida com a ocorrência de descontinuidades.

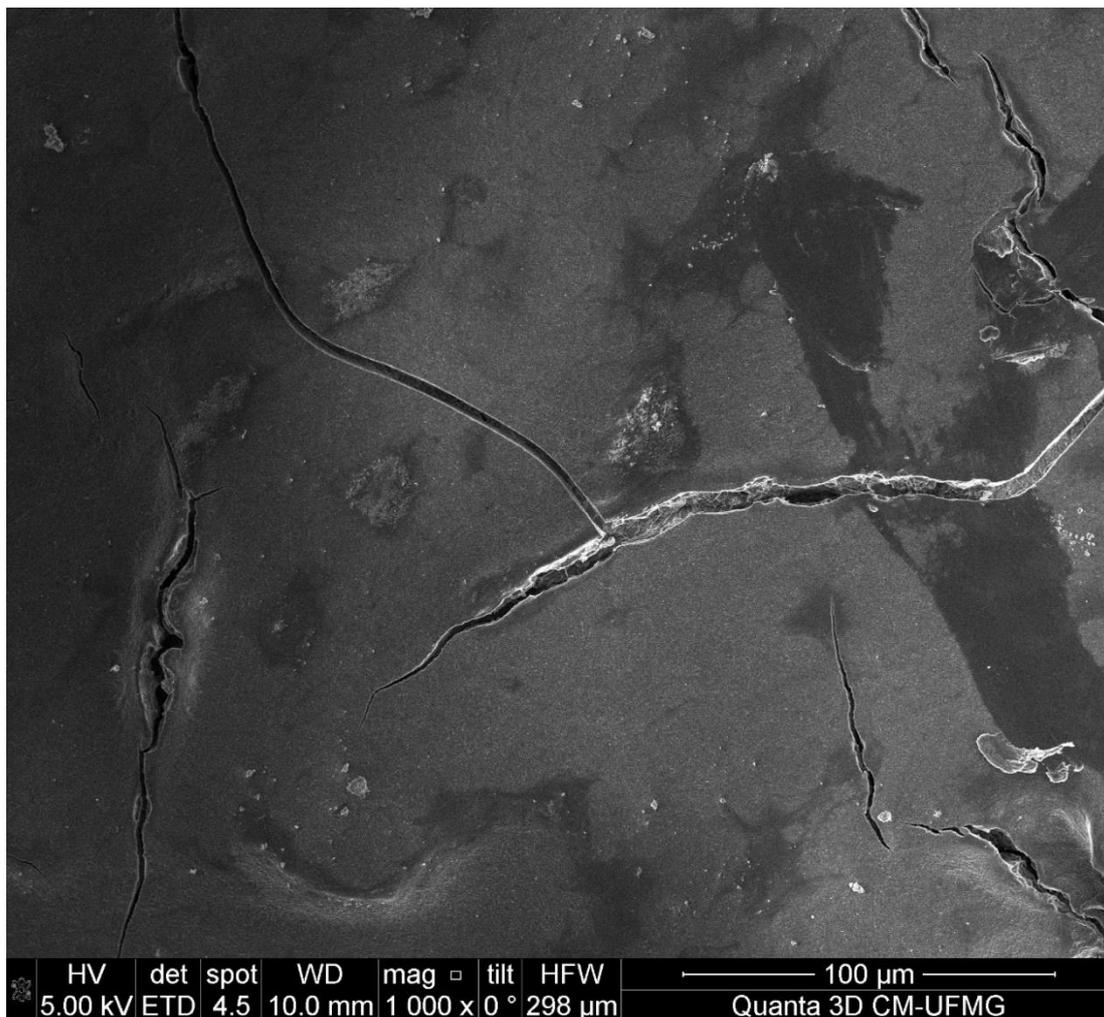


Figura 5.45: Microfissuras na superfície da tinta piezo-resistiva.

A partir das imagens obtidas por MEV, foi possível presumir a espessura da camada de tinta piezo-resistiva, como mostrado na figura 5.46. Na imagem, a espessura da camada pode ser considerada aproximadamente paralela ao plano da varredura, permitindo obter-se o valor estimado de 7  $\mu\text{m}$ .

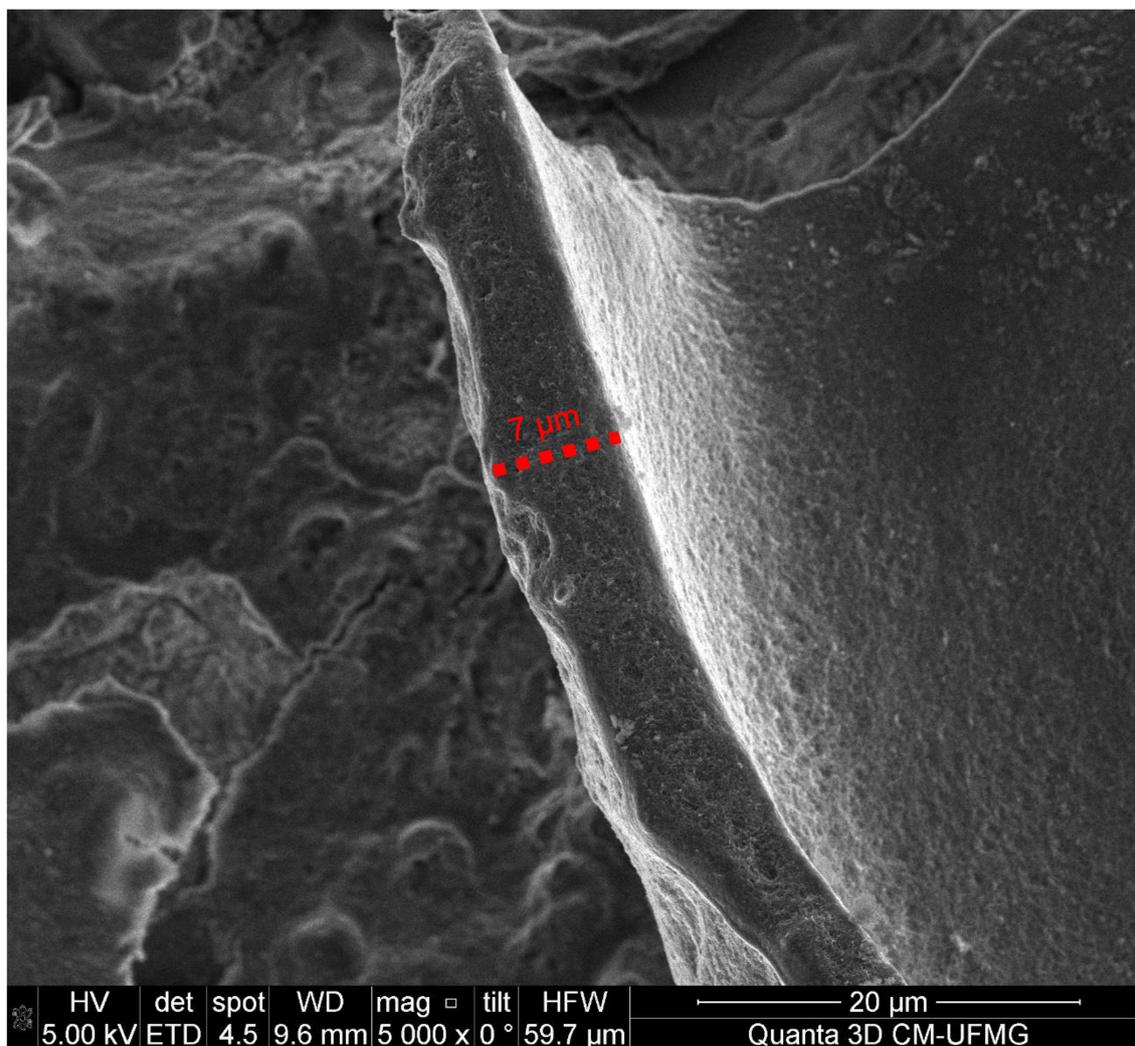


Figura 5.46: Espessura da camada de tinta piezo-resistiva.

## 6 CONCLUSÕES

Os ensaios de ruído revelaram valores abaixo de 3% em relação à resposta máxima obtida nos ensaios piezo-resistivos. Esse mesmo percentual foi observado nos extensômetros elétricos de resistência.

A caracterização reologia da tinta piezo-resistiva revelou um comportamento newtoniano, seguido de um comportamento pseudoplástico.

Os ensaios piezo-resistivos cíclicos demonstraram que existe uma relação entre o estado de deformação submetido ao corpo de prova, medido pelo extensômetro elétrico, e a resistência elétrica do sensor de NTC. Uma questão que contribuiu para a facilidade de uso do sensor foi a possibilidade de utilização de um sistema de aquisição de dados (SAD) comercial, evitando assim a necessidade de elaborar novos equipamentos dedicados ao sensor de NTC.

A relação entre deformação aplicada ao corpo de prova e a resposta piezo-resistiva do sensor obedeceu a uma função exponencial para todas as amostras. Este comportamento pode ser justificado pelo efeito de tunelamento de elétrons.

Foi possível obter os parâmetros de uma função exponencial que se aproximasse da relação entre a deformação medida e a resposta piezo-resistiva do sensor de NTC. Para todas as amostras, o coeficiente de determinação  $R^2$  apresentou valores próximos da unidade.

As imagens geradas por microscopia eletrônica de varredura permitiram estimar a espessura da camada de tinta em 7  $\mu\text{m}$ . Foi possível também visualizar os elementos que constituem a tinta.

## 7 SUGESTÕES DE ESTUDOS FUTUROS

Com base nos resultados e experiência adquirida, algumas sugestões de estudos futuros podem ser recomendadas:

- Fixação do aerógrafo para aplicação da tinta piezo-resistiva sobre o corpo de prova, com objetivo de diminuir variações no processo de fabricação do sensor de NTC. Avaliar a influência da distância de aplicação da tinta na resposta piezo-resistiva;
- Avaliar a mudança de solvente na composição da tinta, visando uma aplicação sem a necessidade de alta temperatura para evaporação do solvente;
- Realizar ensaios piezo-resistivos cíclicos com cargas de tração;
- Estudo do efeito da temperatura e umidade na resposta do sensor para avaliação da durabilidade do sensor de NTC;
- Avaliar a possibilidade de uso de um sensor inativo, de mesma resistência elétrica do sensor ativo em uma configuração de meia ponte de Wheatstone para compensação de temperatura e umidade, de acordo com o diagrama ilustrado na figura 6.1:

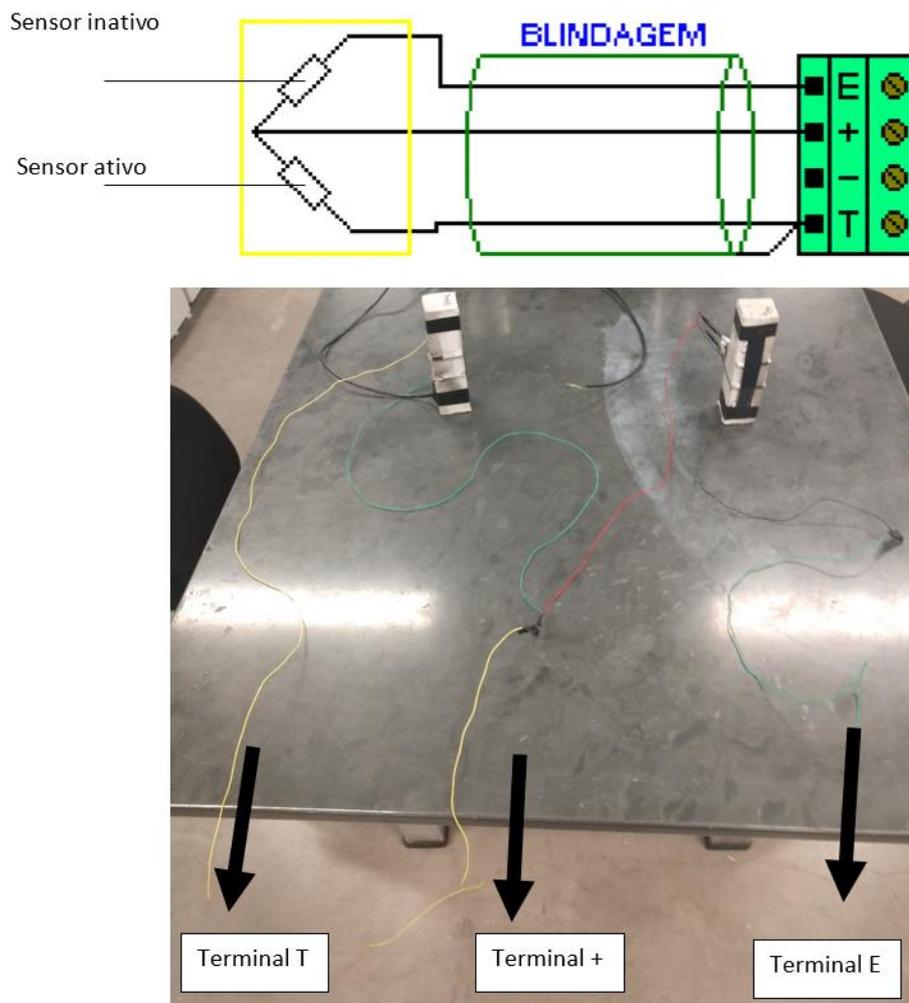


Figura 6.1: Configuração de meia ponte de Wheatstone para compensação de temperatura, umidade e fluxo de elétrons no caso de corpos de prova condutores de elétrons.

- Avaliar o sensor de NTC aplicado à corpos de prova de outros materiais, como aço e polímeros. No caso do aço, deverá ser feito um isolamento entre a tinta e o corpo de prova, para que não haja fluxo de elétrons entre a tinta e o material estudado;
- Avaliar o uso de um sensor inativo em meia ponte de Wheatstone com um sensor ativo, visando a compensação do efeito de fluxo de elétrons para o corpo de prova, no caso da utilização de aço ou outros materiais condutores de elétrons como corpo de prova, de acordo com o diagrama da figura 6.1;

- Execução de ensaios piezo-resistivos em ambiente externo, avaliando a viabilidade de uso do sensor sob efeitos reais de intempéries e transientes de temperatura e umidade;
- Avaliar utilização da tinta piezo-resistiva sobre superfícies curvas;
- Estudar a mudança dos fios de cobre por um elemento com potencial de oxidação mais elevado, avaliando a influência sobre o ruído observado durante a aquisição de dados;
- Avaliação da resposta do sensor em ensaios de fadiga, ou seja, com alta frequência de ciclos.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSIS, W. S. **Sistemas computacionais de apoio à monitoração de estruturas de engenharia civil**. 2007. 296 f. Dissertação (Doutorado em Engenharia de Estruturas) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

AVILÉS, F.; OLIVA-AVILÉS, A. I.; CEN-PUC, M. Piezoresistivity, Strain, and Damage Self-Sensing of Polymer Composites Filled with Carbon Nanostructures. **Advanced Engineering Materials**, v. 20, n. 7, p. 1–23, 2018.

AVILÉS, F.; OLIVA, A. I.; VENTURA, G.; MAY-PAT, A.; OLIVA-AVILÉS, A. I. Effect of carbon nanotube length on the piezoresistive response of poly (methyl methacrylate) nanocomposites. **European Polymer Journal**, v. 110, n. November 2018, p. 394–402, 2019. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0014305718318111>>

BALBERG, I.; BINENBAUM, N. Cluster structure and conductivity of three-dimensional continuum systems. **Physical Review A**, v. 31, n. 2, p. 1222–1225, 1985.

BAUTISTA-QUIJANO, J. R.; AVILÉS, F.; CAUICH-RODRIGUEZ, J. V. Sensing of large strain using multiwall carbon nanotube/segmented polyurethane composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 130, n. 1, p. 375–382, 2013.

BAUTISTA-QUIJANO, J. R.; AVILÉS, F.; AGUILARA, J. O.; TAPIA, A. Strain sensing capabilities of a piezoresistive MWCNT-polysulfone film. **Sensors and Actuators, A: Physical**, v. 159, n. 2, p. 135–140, 2010.

BHUSHAN, B. **Springer Handbook of Nanotechnology**. 2003.

BOUHAMED, A.; AL-HAMRY, A.; MÜLLER, C.; CHOURA, S.; KANOUN, O. Assessing the electrical behaviour of MWCNTs/epoxy nanocomposite for strain sensing. **Composites Part B: Engineering**, v. 128, p. 91–99, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.07.005>>

BRANDÃO, P. R. G. Métodos de Instrumentação e Análise - Notas de Aula. **Universidade Federal de Minas Gerais - Belo Horizonte**, p. 77, 2013.

BRILLIAN, A. F. **Estudo das propriedades piezoresistiva de compostos de cimentos com adição de polianilina e nanotubos de carbono**. 2016. 111 f. Dissertação (Mestrado em Física dos Materiais) - Instituto de Ciência Exatas e Biológicas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.

CHOI, G.; LEE, J. W.; CHA, J. Y. A spray-on carbon nanotube artificial neuron strain sensor for composite structural health monitoring. **Sensors (Switzerland)**, v. 16, n. 8, 2016.

CIGADA, A.; MOSCHIONI, G.; VANALI, M.; CAPRIOLI, A. The measurement network of the san siro meazza stadium in milan: Origin and implementation of a new data acquisition strategy for structural health monitoring: Dynamic testing of civil engineering structures series. **Experimental Techniques**, v. 34, n. 1, p. 70–81, 2010

DHARAP, P.; LI, Z.; NAGARAJAIAH, S.; BARRERA, E. V. Nanotube film based on single-wall carbon nanotubes for strain sensing. **Nanotechnology**, v. 15, n. 3, p. 379–382, 2004.

FAN, Z.; ADVANI, S. G. Rheology of multiwall carbon nanotube suspensions. **Journal of Rheology**, v. 51, n. 4, p. 585–604, 2007. Disponível em: <<http://sor.scitation.org/doi/10.1122/1.2736424>>

FILHO, D. S. DE O.; OLIVEIRA, C. F. DA S.; TITO LUIZ DA SILVEIR. **Extensômetros Elétricos de Resistência**. Rio de Janeiro: Faculdade Souza Marques, 1980.

FREDDI, A.; OLMI, G.; CRISTOFOLINI, L. **Experimental Stress Analysis for Materials and Structures: Stress Analysis Models for Developing Design Methodologies**. Rome: Springer, 2015.

GAO, R.; WANG, Z. L.; BAI, Z. Nanomechanics of Individual Carbon Nanotubes from Pyrolytically Grown Arrays. **Physical Review Letters**, v. 85, n. 3, p. 622–625, 2000.

GARG, P.; ALVARADO, J. L.; MARSH, C. An experimental study on the effect of ultrasonication on viscosity and heat transfer performance of multi-wall carbon nanotube-based aqueous nanofluids. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 52, n. 21–22, p. 5090–5101, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2009.04.029>>

GIROTTI, E. M.; SANTOS, I. A. Medidas de resistividade elétrica DC em sólidos: como efetua-las corretamente. **Quim. Nova**, v. 25, n. 4, p. 639–647, 2002.

GONÇALVES, B. F.; COSTA, P.; OLIVEIRA, J. Green solvent approach for printable large deformation thermoplastic elastomer based piezoresistive sensors and their suitability for biomedical applications. **Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics**, v. 54, n. 20, p. 2092–2103, 2016.

HAN, B.; DING, S.; YU, X. Intrinsic self-sensing concrete and structures: A review. **Measurement: Journal of the International Measurement Confederation**, v. 59, p. 110–128, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2014.09.048>>

HAN, B.; WANG, Y.; DONG, S. Smart concretes and structures: A review. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 26, n. 11, p. 1303–1345, 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1177/1045389X15586452>>

HU, N.; KARUBE, Y.; ARAI, M. Investigation on sensitivity of a polymer/carbon nanotube composite strain sensor. **Carbon**, v. 48, n. 3, p. 680–687, 2010.

HU, N.; KARUBE, Y.; YAN, C.; MASUDA, Z.; FUKUNAGA, H. Tunneling effect in a polymer/carbon nanotube nanocomposite strain sensor. **Acta Materialia**, v. 56, p. 2929–2936, 2008. Disponível em: <[http://www.edexcellence.net/detail/news.cfm?news\\_id=732&id=92](http://www.edexcellence.net/detail/news.cfm?news_id=732&id=92)>

HUANG, Y. Y.; AHIR, S. V.; TERENTJEV, E. M. Dispersion rheology of carbon nanotubes in a polymer matrix. **Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics**, v. 73, n. 12, p. 1–9, 2006.

IJJIMA, S. Helical microtubules of graphitic carbon. **Nature**, v. 354, n. November, p. 56–58, 1991.

JINPING, O.; HUI, L. Structural Health Monitoring in mainland China: Review and Future Trends. **Structural Health Monitoring**, v. 9, n. 3, p. 219–231, 2010.

KAMILA, S. Introduction, classification and applications of smart materials: An overview. **American Journal of Applied Sciences**, v. 10, n. 8, p. 876–880, 2013.

KANG, I.; JOUNG, K. Y.; CHOI, G.-R. The bulk piezoresistive characteristics of carbon nanotube composites for strain sensing of structures. **Journal of nanoscience and nanotechnology**, v. 7, n. 11, p. 3736–9, 2007. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/18047048>>

LI, H. N.; REN, L.; JIA, Z. G.; YI, T. H.; LI, D. S. State-of-the-art in structural health monitoring of large and complex civil infrastructures. **Journal of Civil Structural Health Monitoring**, v. 6, n. 1, p. 3–16, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s13349-015-0108-9>>

LI, Z.; DHARAP, P.; NAGARAJAIAH, S.; BARRERA, E. V.; KIM, J. D. Carbon Nanotube Film Sensors. **Advanced Materials**, v. 16, n. 7, p. 640–643, 2004. Disponível em: <<http://doi.wiley.com/10.1002/adma.200306310>>

LOH, K. J.; LYNCH, J. P.; SHIM, B. S.; KOTOV, N. A. Tailoring piezoresistive sensitivity of multilayer carbon nanotube composite strain sensors. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 19, n. 7, p. 747–764, 2008.

LOZANO-PÉREZ, C.; CAUICH-RODRÍGUEZ, J. V.; AVILÉS, F. Influence of rigid segment and carbon nanotube concentration on the cyclic piezoresistive and hysteretic behavior of multiwall carbon nanotube/segmented polyurethane composites. **Composites Science and Technology**, v. 128, p. 25–32, 2016.

LOZANO-PÉREZ, C.; CAUICH-RODRÍGUEZ, J. V.; AVILÉS, F. Influence of rigid segment content on the piezoresistive behavior of multiwall carbon nanotube/segmented polyurethane composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 134, n. 6, p. 1–12, 2017.

MEEUW, H.; VIETS, C.; LIEBIG, W. V.; SCHULTE, K.; FIEDLER, B. Morphological influence of carbon nanofillers on the piezoresistive response of carbon nanoparticle/epoxy composites under mechanical load. **European Polymer Journal**, v. 85, p. 198–210, 2016. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2016.10.027>>

MICHELIS, F.; BODELOT, L.; BONNASSIEUX, Y. Wireless Flexible Strain Sensor based on CNT Piezoresistive Networks for Embedded Measurement of Strain in Concrete. **European Workshop on Structural Health Monitoring**. p. 1780–1787, 2014.

MOHAMED, A. S. Y. Smart Materials Innovative Technologies in architecture; Towards Innovative design paradigm. **Energy Procedia**, v. 115, p. 139–154, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.egypro.2017.05.014>>

OLIVA-AVILÉS, A. I.; AVILÉS, F.; SOSA, V. Electrical and piezoresistive properties of multi-walled carbon nanotube/polymer composite films aligned by an electric field. **Carbon**, v. 49, n. 9, p. 2989–2997, 2011.

OLIVEIRA, I. R. DE; STUDARD, A. R.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V. C. **Dispersão e empacotamento de partículas - Princípios e Aplicações em Processamento Cerâmico**. São Paulo: Fazendo Arte Editorial, 2000.

PAN B. C.; YANG W. S.; YANG J. Formation energies of topological defects in carbon nanotubes. **Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics**, v. 62, n. 19, p. 12652–12655, 2000. Disponível em: <<http://journals.aps.org/prb/abstract/10.1103/PhysRevB.62.12652>>

PARK, M.; KIM, H.; YOUNGBLOOD, J. P. Strain-dependent electrical resistance of multi-walled carbon nanotube/polymer composite films. **Nanotechnology**, v. 19, n. 5, 2008.

PENG, S.; KEEFFE, J. O.; WEI, C. Carbon Nanotube Chemical and Mechanical Sensors. **Carbon Nanotube Chemical and Mechanical Sensors**, p. 1–8, 2000.

PHAM, G. T.; PARK, Y. BIN; LIANG, Z.; ZHANG, C.; WANG, B. Processing and modeling of conductive thermoplastic/carbon nanotube films for strain sensing. **Composites Part B: Engineering**, v. 39, n. 1, p. 209–216, 2008.

PIAO, S. H.; KIM, M. H.; CHOI, H. J.; LEE, H.; PARK, J. Dispersion state and rheological characteristics of carbon nanotube suspensions. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 52, p. 369–375, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jiec.2017.04.016>>

REIN, M. D.; BREUER, O.; WAGNER, H. D. Sensors and sensitivity: Carbon nanotube buckypaper films as strain sensing devices. **Composites Science and Technology**, v. 71, n. 3, p. 373–381, 2011.

SHARMA PARVEEN, S. R. AND R. F. A Review on Nanomaterial Dispersion , Microstructure , and Mechanical Properties of Carbon Nanotube and Nanofiber Reinforced Cementitious Composites. **Journal of Nanomaterials**, v. 2013, p. 1–19, 2013.

SIDDIQUE, R.; MEHTA, A. Effect of carbon nanotubes on properties of cement mortars. **Construction and Building Materials**, v. 50, p. 116–129, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.019>>

SINAENCO: Índices e Publicações. Disponível em: <<http://sinaenco.com.br/campanhas/manutencao-de-pontes-e-viadutos/>> e <<http://sinaenco.com.br/campanhas/tac-termo-de-ajuste-de-conduta-2007/>>.

Acesso em: 26 março. 2019

SINNOTT, S. B.; ANDREWS, R. Carbon Nanotubes: Synthesis, Properties, and Applications. **Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences**, v. 26, n. 3, p. 145–249, 2001.

SLOBODIAN, P.; RIHA, P.; SAHA, P. A highly-deformable composite composed of an entangled network of electrically-conductive carbon-nanotubes embedded in elastic polyurethane. **Carbon**, v. 50, n. 10, p. 3446–3453, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2012.03.008>>

SOUZA, T. **Síntese Contínua E Caracterização De Cimento Portland Fabricado Com Nanotubos De Carbono**, 2015. 184 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil). Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015..

STEIN, H. S. Rheological Behavior of Suspensions. **Encyclopedia of Fluid Mechanics**, v. 5, p. 4–41, 1985.

TOMBLER T.; ZHOU C.; ALEXSEYEV L. Reversible electromechanical characteristics of carbon nanotubes under local-probe manipulation. **Nature**, v. 405, n. 1993, p. 769–72, 2000. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10866192>>

VOLDER, M. F. L. DE. Carbon Nanotubes : Present and Future Commercial Applications. , v. 535, n. February, p. 535–540, 2013.

WANG, H.; BAO, Z. Conjugated polymer sorting of semiconducting carbon nanotubes and their electronic applications. **Nano Today**, v. 10, n. 6, p. 737–758, 2015.

WANG, J.; MA, F.; LIANG, W.; SUN, M. Electrical properties and applications of graphene, hexagonal boron nitride (h-BN), and graphene/h-BN heterostructures. **Materials Today Physics**, v. 2, p. 6–34, 2017. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2542529317300597>>

YIN, G.; HU, N.; KARUBE, Y. A carbon nanotube/polymer strain sensor with linear and anti-symmetric piezoresistivity. **Journal of Composite Materials**, v. 45, n. 12, p. 1315–1323, 2011.

YU, M.; O, L.; MJ, D. Strength and Breaking Mechanism of Multiwalled Carbon Nanotubes Under Tensile Load. **Science**, v. 287, n. 5453, p. 637–640, 2000. Disponível em: <<http://www.sciencemag.org/cgi/doi/10.1126/science.287.5453.637>>

ZHANG, R.; BAXENDALE, M.; PEIJS, T. Universal resistivity-strain dependence of carbon nanotube/polymer composites. **Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics**, v. 76, n. 19, p. 2–6, 2007.

ZHANG, R.; DENG, H.; VALENCA, R. Strain sensing behaviour of elastomeric composite films containing carbon nanotubes under cyclic loading. **Composites Science and Technology**, v. 74, p. 1–5, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.09.016>>

ZHAO, J.; DAI, K.; LIU, CHENGGANG. A comparison between strain sensing behaviors of carbon black/polypropylene and carbon nanotubes/polypropylene electrically conductive composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 48, n. 1, p. 129–136, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.01.004>>

## APÊNDICE A: HISTÓRICO DE DESENVOLVIMENTO DO SENSOR DE DEFORMAÇÃO UTILIZANDO NTC

Este apêndice apresenta um breve histórico do desenvolvimento do sensor de deformação utilizando NTC até a configuração final utilizada neste trabalho. Este capítulo foi formulado a parte, para que as seções principais se concentrem somente na configuração final do sensor e para que se possa expor as opções de design que dificultaram o funcionamento do protótipo. Os testes foram realizados em corpos de prova de argamassa com composição desconhecida localizados no laboratório de cimento do Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno – CTNano/UFMG.

O desenvolvimento do sensor utilizando nanotubos visa obter principalmente um sinal que represente claramente o estado de deformações atual a que um corpo de prova está submetido. Nas etapas iniciais deste desenvolvimento, a análise foi feita através da interpretação gráfica da relação entre a tensão de saída do sistema ( $e_0$ ) de aquisição de dados, de acordo com o item 3.3.4 e a carga aplicada ao corpo de prova. A sincronização entre os dois sinais foi feita com a medida do tempo fornecida pela máquina de ensaios mecânicos e pelo sistema de aquisição de dados.

### A.1 Primeira configuração do sensor

A primeira configuração do sensor foi feita a partir da deposição do filme piezo-resistivo sobre uma superfície regularizada, no elemento de interesse. Nesta configuração, o contato com o sistema de aquisição de dados foi realizado através da fixação de duas fitas de cobre entre os extremos do sensor e em seguida, foi feita a soldagem da fiação do Sistema de Aquisição de Dados (SAD) sobre a fita de cobre em cada polo do sensor. Nesta primeira proposição, foi feita também a regularização da superfície do corpo de prova através de uma massa plástica, de acordo com o procedimento padrão para aplicação de extensômetros, descrito no item 4.5. A figura A.1 mostra o modelo da

configuração do sensor e a figura A.2 algumas fotografias do sensor sobre um corpo de prova de argamassa. A deposição do filme sobre o corpo de prova é realizada como discutido no item 4.4.

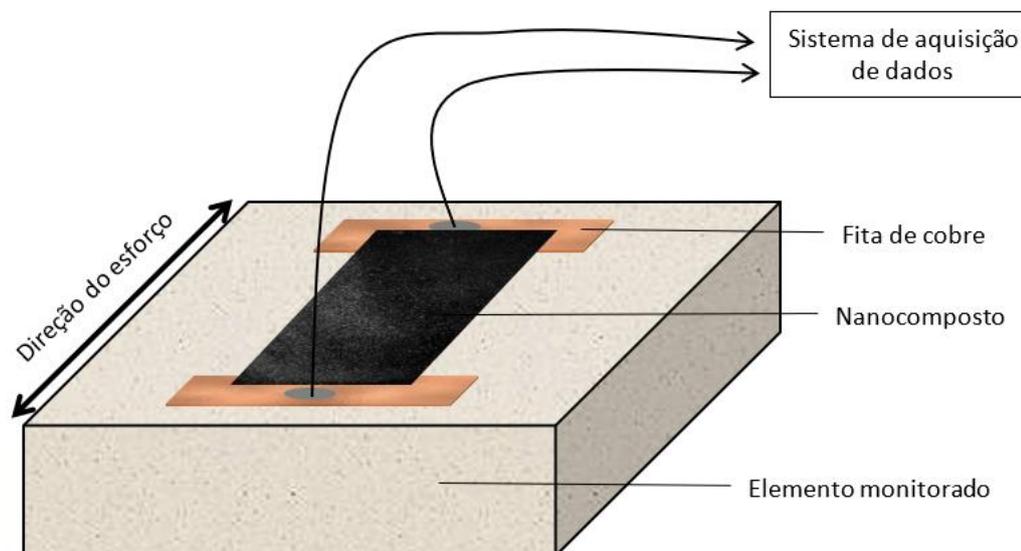


Figura A.1: Primeira configuração do sensor.

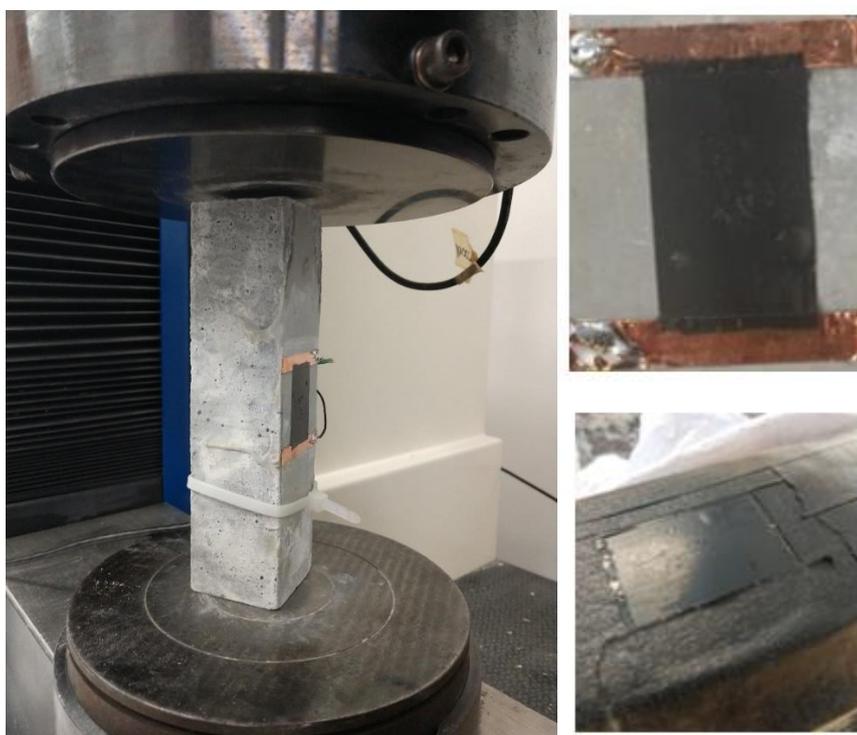


Figura A.2: Filme aplicado sobre fitas de cobre (primeira configuração).

Os resultados obtidos para a primeira configuração apresentaram uma resposta proporcional à carga, evidenciando a propriedade piezo-resistiva do sensor de NTC. Como pode-se observar na figura A.3, os pontos máximos de carga aplicada no corpo de prova, igual a 9 kN, coincidem com uma região em que o sinal do sensor (em azul) é um mínimo e os pontos de carga mínima aplicada no corpo de prova (0.5 kN) coincidem com uma região máxima de sinal do sensor. Este comportamento se repete nos seis ciclos de carga aplicadas ao corpo de prova.

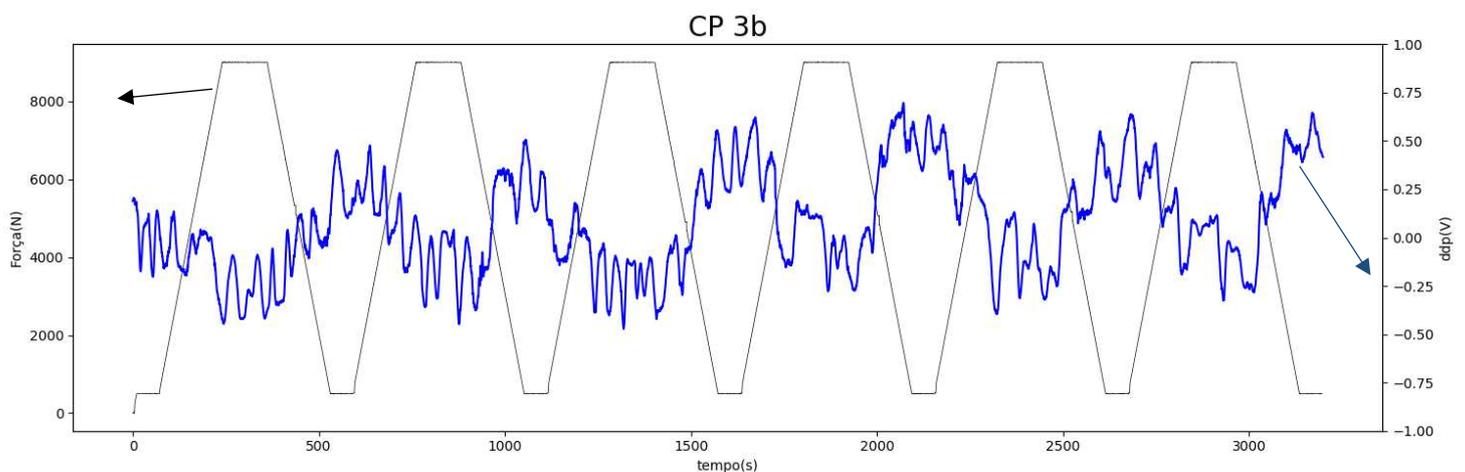


Figura A.3: Resposta do sensor de NTC (primeira configuração).

Apesar desta configuração ter fornecido uma resposta claramente piezo-resistiva, o sinal obtido foi prejudicado pela ocorrência excessiva de ruído, que apresentou flutuações de aproximadamente 30% da escala obtida entre o ponto máximo e mínimo da resposta do sensor. Este comportamento pode estar ligado à interface entre filme/fita de cobre, em que ocorre um degrau, devido à espessura da fita de cobre. Ao deformar, é provável que o contato entre o filme e a fita de cobre se torne mecanicamente fragilizado por conta deste desnível. Devido ao ruído, esta configuração foi considerada como inviável para uso como sensor de deformação.

## A.2 Segunda configuração do sensor de NTC

Na segunda proposta de configuração, foi utilizada tinta de prata condutiva, aplicada na interface fita de cobre/filme de NTC, com o objetivo de aprimorar o contato elétrico do eletrodo, como mostra a figura A.4. A tinta de prata utilizada foi fabricada pela empresa Ted Pella, em estado curado à temperatura ambiente. O material necessitava, portanto, de diluição em acetona para atingir a consistência de tinta para a aplicação. Após a cura, a superfície que continha a tinta de prata se tornava condutiva.

Com a aplicação da tinta de prata condutiva sobre toda a interface era esperado uma melhora da conexão entre o filme piezo-resistivo e o eletrodo responsável pelo transporte de sinal para o sistema de aquisição de dados, uma vez que a tinta de prata aumentava a espessura de condução elétrica na interface, diminuindo a resistência elétrica no contato do filme com o eletrodo. A utilização de tinta de prata como contato no sensor piezo-resistivo de nanotubos foi relatada em diversos estudos, de acordo com a revisão realizado no item 3.3.3.

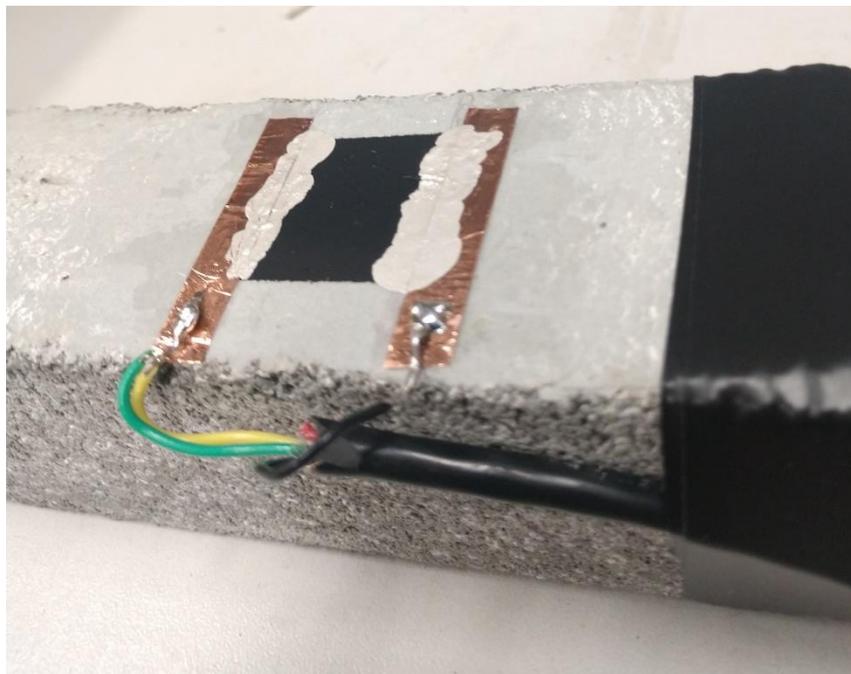


Figura A.4: Utilização de tinta de prata condutiva para aprimorar contato filme-fita de cobre (segunda configuração).

Mesmo com este procedimento, não foi observada nenhuma melhoria na resposta do sensor, como pode ser visto na figura A.5. O sinal ainda apresentava ruído excessivo apesar da resposta piezo-resistiva. Este comportamento pode ser justificado pelo possível surgimento de fissuras na tinta de prata em consequência da deformação imposta. Outra justificativa seria a ocorrência de fenômenos eletroquímicos que promovem a variação de resistência elétrica devido ao surgimento de pontos de oxidação da prata. De fato, a tensão de excitação aplicada sobre os contatos era alta (2.5 V, de acordo com o item 4.6), o que poderia promover a ocorrência de reações eletroquímicas.

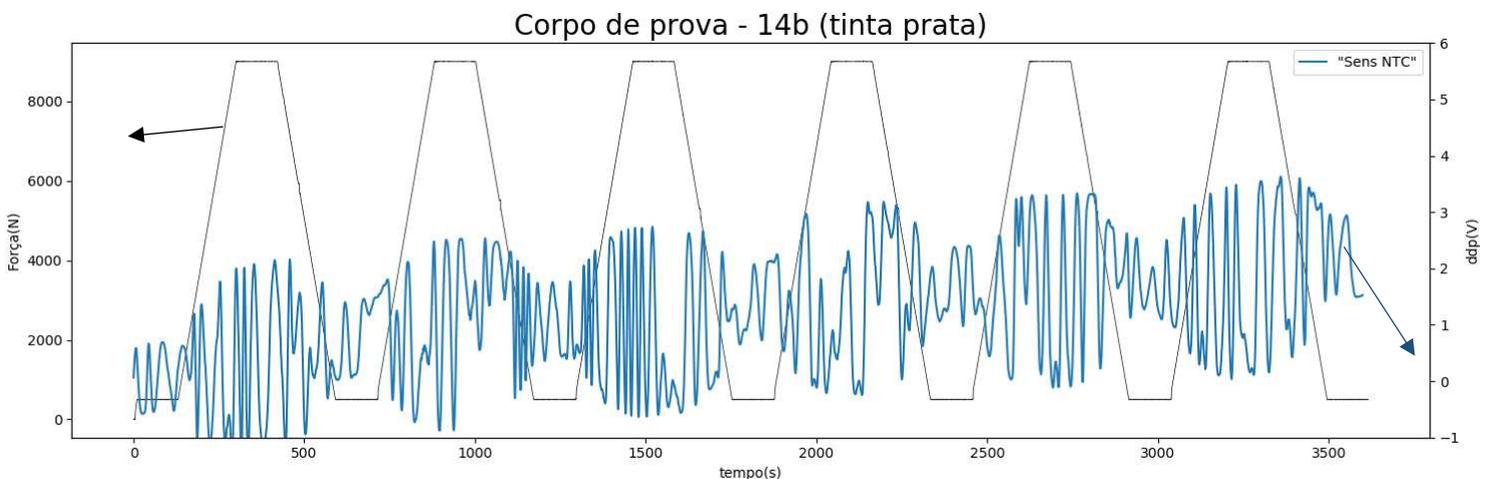


Figura A.5: Resposta Sensor NTC (segunda configuração)

Foi constatado, portanto, que a utilização da fita de cobre como eletrodo para o contato do sensor com o sistema de aquisição de dados prejudicou a resposta obtida, independentemente da aplicação de tinta de prata para a melhoria do contato. O fato da fita de cobre apresentar uma espessura relativamente maior em comparação ao filme de NTC prejudicou sua utilização. A próxima solução proposta foi a utilização de um contato que fosse embutido no corpo de prova, de modo que haja uma transição direta entre a região do filme de NTC para os fios do sistema de aquisição de dados. A próxima solução foi a utilizada no restante do trabalho.

## APÊNDICE B

### B.1 Scripts dos ensaios mecânicos

#### B.1.1 Ensaio de resistência a compressão

```

>>>>> Programa Tesc - Esboço de Script
>>>>> Método Compressão_Direta_IncForça
>>>>> Data: 28/01/20

1      ### VARIÁVEIS DE ENTRADA
2      ## Secção e comprimento base:
3      Diam -> "Diâmetro", 1600.00 mm, Ent, Edi
4      ComprBase -> "Compr. Base", 10.00 cm, Ent, Edi
5      ## Utilizadas nos comandos
6      Cmd_VE -> "Velocidade de ensaio", 50.00 N/s, Const
7      Cmd_VR -> "Velocidade de retorno", 100.000 mm/min, Const
8      Cmd_LF -> "Limite de força", 180.000 kN, Const
9      Cmd_LD -> "Limite de deformação", 50.000 mm, Const
10     Cmd_CC -> "Critério de colapso", 15.0 %, Const
11
12     ### VARIÁVEIS ATRIBUÍVEIS 13
##Resultados desejados:
14     F1 -> "Força->@Força Max.", kN, Res, Rel
15
16     ### EVENTOS
17     ## Eventos correspondentes aos resultados desejados:
18     @Força Max. -> "", Vis
19
20     ### ATRIBUIÇÕES
21     ## Secção e comprimento base:
22     SIS_ÁREA = ÁREA_CIRC( Diam )
23     SIS_COMPR_BASE = CÓPIA( ComprBase ) 24     ## Resultados desejados:
24     SIS_ÁREA = CÓPIA( SIS_ÁREA )
25     @Força Max. = @FORÇA_MAX( )
26     F1 = FORÇA( @Força Max. )
27
28
29     ### MENSAGENS
30     Msg1 -> Ensaio finalizado por ação de fim de cur... 31 Msg2 -> Ensaio finalizado por
limite de força.
32     Msg3 -> Ensaio finalizado por limite de deformaç...
33
34     ### COMANDOS
35     SALVAR_POSIÇÃO_INICIAL( )
36     ATIVAR_LIMITE_FORÇA( Cmd_LF )
37     ATIVAR_LIMITE_DEFORM( Cmd_LD )
38     ATIVAR_DET_COLAPSO( Cmd_CC )

```

```

39     MOV_ATÉ___A___( Cmd_LF; Cmd_VE )
40     AGUARDAR_CHEGADA( )
41     BIP( -2.000 )
42     DISPARAR_MENSAGEM( Msg1; 0.0000 s )
43     FINALIZAR_ENSAIO( )
44     ## Na ocorrência de limite de força:
45     EM_LIMITE_FORÇA( )
46     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
47     BIP( -1.000 )
48     DISPARAR_MENSAGEM( Msg2; 0.0000 s )
49     FINALIZAR_ENSAIO( )
50     ## Na ocorrência de limite de deformação:
51     EM_LIMITE_DEFORM( )
52     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
53     BIP( -1.000 )
54     DISPARAR_MENSAGEM( Msg3; 0.0000 s )
55     FINALIZAR_ENSAIO( )
56     ## Na ocorrência de ruptura ou colapso:
57     EM_RUPTURA/COLAPSO( )
58     RETORNAR_POSIÇÃO_INICIAL( Cmd_VR )
59     FINALIZAR_ENSAIO( )

```

## B.1.2 Ensaios piezo-resistivos

### B.1.2.1 Primeira sequência de ciclos

>>>>> Programa Tesc - Esboço de Script

>>>>> Método Teste Lucas - 7 ciclos (sem patamar)

>>>>> Data: 28/01/20

```

1     ### VARIÁVEIS DE ENTRADA
2     ## Utilizadas nos comandos
3     Pré -> "Pré-carga", 500.00 N, Ent, Edi
4     porcentagem -> "% da carga da ruptura", 30 %, Ent, Rel, Edi
5     Carga_Rupt -> "Carga de Ruptura", 17.00 kN, Ent, Rel, Edi
6     Temp -> "Tempo", 60.00 min, Const
7     Cmd_VE -> "Velocidade de ensaio", 0.500 mm/min, Const
8     Cmd_VC -> "Velocidade de carga", 50 N/s, Ent, Edi
9     Cmd_VR -> "Velocidade de retorno", 20.000 mm/min, Const
10    Cmd_LF -> "Limite de força", 16.000 kN
11    Cmd_LD -> "Limite de deformação", 30.000 mm, Const
12    Temp_Ciclo -> "T carga constante por ciclo", 240 s, Ent, Edi
13    Temp.Pré -> "Tempo de Pré Carga (s)", 10 s, Ent, Edi
14
15    ### VARIÁVEIS ATRIBUÍVEIS
16    IncFor -> "Incremento ->Força", N/min
17    Carga_% -> "% Carga de ruptura", N, Res, Rel
18    F1 -> "Força->Máxima", N, Res, Rel
19
20    ### EVENTOS
21    ## Eventos correspondentes aos resultados desejados:

```

```

22      @Força Max. -> "", Vis
23
24      ### ATRIBUIÇÕES
25      ## Resultados desejados:
26      @Força Max. = @FORÇA_MAX( )
27      F1 = FORÇA( @Força Max. )
28      IncFor = CÓPIA_ADIMENSIONAL( Pré )
29      Carga_% = AX+B( Carga_Rupt; porcentagem; *** )
30
31      ### MENSAGENS
32      Msg1 -> Ensaio finalizado por ação de fim de cur... 33 Msg2 -> Ensaio finalizado
por limite de força.
34      Msg3 -> Ensaio finalizado por limite de deformaç...
35      Msg4 -> Equipamento mantendo Pré-carga.
36      Msg5 -> Mantendo carga constante no ciclo.
37      Msg6 -> Primeira parte do ensaio concluída, par...
38      Msg8 -> Início do ciclo
39      Msg9 -> Ensaio finalizado por colapso do corpo ...
40      Msg7 -> Começou o ensaio!
41
42
43      ### COMANDOS
44      SALVAR_POSIÇÃO_INICIAL( )
45      ATIVAR_LIMITE_FORÇA( Cmd_LF )
46      ATIVAR_LIMITE_DEFORM( Cmd_LD )
47      DISPARAR_MENSAGEM( Msg7; 5.000 s )
48
49
50
51      #Comandos de Pré Carga
52      MOV_ATE___A___( Pré; Cmd_VC )
53      AGUARDAR_CHEGADA( )
54      BIP( 0.0000 )
55      DISPARAR_MENSAGEM( Msg4; Temp.Pré )
56      AGUARDAR( Temp.Pré )
57
58
59
60
61      #Comandos de Ciclo
62      >>>> Primeiro ciclo
63      >>>>>> Carregamento
64      BIP( 0.0000 )
65      DISPARAR_MENSAGEM( Msg8; 10.00 s )
66      MOV_ATE___A___( Carga_%; Cmd_VC )
67      AGUARDAR_CHEGADA( )
68      >>>>>>>> Descarregamento
69      MOV_ATE___A___( Pré; Cmd_VC )
70      AGUARDAR_CHEGADA( )

```

71  
72  
73 >>> Segundo ciclo  
74 >>>>>>Carregamento  
75 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
76 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
77 >>>>>>>Descarregamento  
78 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
79 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
80  
81  
82  
83  
84 >>> Terceiro ciclo  
85 >>>>>>Carregamento  
86 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
87 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
88 >>>>>>>Descarregamento  
89 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
90 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
91  
92  
93  
94 >>> Quarto ciclo  
95 >>>>>>Carregamento  
96 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
97 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
98 >>>>>>>Descarregamento  
99 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
100 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
101  
102  
103  
104  
105 >>> Quinto ciclo  
106 >>>>>>Carregamento  
107 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
108 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
109 >>>>>>>Descarregamento  
110 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
111 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
112  
113  
114 >>> Sexto ciclo  
115 >>>>>>Carregamento  
116 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )

```
117 AGUARDAR_CHEGADA( )
118 >>>>>>>>Descarregamento
119 MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
120 AGUARDAR_CHEGADA( )
121
122
123
124
125
126
127 >>> Último ciclo
128 >>>>>>>>Carregamento
129 MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
130 AGUARDAR_CHEGADA( )
131 >>>>>>>>Descarregamento
132 MOV_ATÉ___A___( 100.0 N; Cmd_VC )
133 AGUARDAR_CHEGADA( )
134 BIP( -2.000 )
135 FINALIZAR_ENSAIO( )
136
137
138
139
140     ## Na ocorrência de limite de força:
141     EM_LIMITE_FORÇA( )
142     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
143     BIP( -1.000 )
144     DISPARAR_MENSAGEM( Msg2; 0.0000 s )
145     FINALIZAR_ENSAIO( )
146     ## Na ocorrência de limite de deformação:
147     EM_LIMITE_DEFORM( )
148     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
149     BIP( -1.000 )
150     DISPARAR_MENSAGEM( Msg3; 0.0000 s )
151     FINALIZAR_ENSAIO( )
152     ## Na ocorrência de ruptura ou colapso:
153     EM_RUPTURA/COLAPSO( )
154     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
155     BIP( 0.0000 )
156     DISPARAR_MENSAGEM( Msg9; 0.0000 s )
157     RETORNAR_POSIÇÃO_INICIAL( Cmd_VR )
158     AGUARDAR_CHEGADA( )
159     FINALIZAR_ENSAIO( )
```

### B.1.2.2 Segunda sequência de ciclos

```

>>>>> Programa Tesc - Esboço de Script
>>>>> Método Teste Lucas - 7 ciclos (sem patamar)
>>>>> Data: 28/01/20

1      ### VARIÁVEIS DE ENTRADA
2      ## Utilizadas nos comandos
3      Pré -> "Pré-carga", 500.00 N, Ent, Edi
4      porcentagem -> "% da carga da ruptura", 30 %, Ent, Rel, Edi
5      Carga_Rupt -> "Carga de Ruptura", 50.00 kN, Ent, Rel, Edi
6      Temp -> "Tempo", 60.00 min, Const
7      Cmd_VE -> "Velocidade de ensaio", 0.500 mm/min, Const
8      Cmd_VC -> "Velocidade de carga", 50 N/s, Ent, Edi
9      Cmd_VR -> "Velocidade de retorno", 20.000 mm/min, Const
10     Cmd_LF -> "Limite de força", 16.000 kN
11     Cmd_LD -> "Limite de deformação", 30.000 mm, Const
12     Temp_Ciclo -> "T carga constante por ciclo", 240 s, Ent, Edi
13     Temp.Pré -> "Tempo de Pré Carga (s)", 240 s, Ent, Edi
14
15     ### VARIÁVEIS ATRIBUÍVEIS
16     IncFor -> "Incremento ->Força", N/min
17     Carga_% -> "% Carga de ruptura", N, Res, Rel
18     F1 -> "Força->Máxima", N, Res, Rel
19
20     ### EVENTOS
21     ## Eventos correspondentes aos resultados desejados:
22     @Força Max. -> "", Vis
23
24     ### ATRIBUIÇÕES
25     ## Resultados desejados:
26     @Força Max. = @FORÇA_MAX( )
27     F1 = FORÇA( @Força Max. )
28     IncFor = CÓPIA_ADIMENSIONAL( Pré )
29     Carga_% = AX+B( Carga_Rupt; porcentagem; *** )
30
31     ### MENSAGENS
32     Msg1 -> Ensaio finalizado por ação de fim de cur... 33 Msg2 -> Ensaio finalizado por limite
de força.
34     Msg3 -> Ensaio finalizado por limite de deformaç...
35     Msg4 -> Equipamento mantendo Pré-carga.
36     Msg5 -> Mantendo carga constante no ciclo.
37     Msg6 -> Primeira parte do ensaio concluída, par...
38     Msg8 -> Início do ciclo
39     Msg9 -> Ensaio finalizado por colapso do corpo ...
40     Msg7 -> Começou o ensaio!
41
42

```

```
43   ### COMANDOS
44   SALVAR_POSIÇÃO_INICIAL( )
45   ATIVAR_LIMITE_FORÇA( Cmd_LF )
46   ATIVAR_LIMITE_DEFORM( Cmd_LD )
47   DISPARAR_MENSAGEM( Msg7; 5.000 s )
48
49
50
51   #Comandos de Pré Carga
52   MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
53   AGUARDAR_CHEGADA( )
54   BIP( 0.0000 )
55   DISPARAR_MENSAGEM( Msg4; Temp.Pré )
56   AGUARDAR( Temp.Pré )
57
58
59
60
61   #Comandos de Ciclo
62   >>> Primeiro ciclo
63   >>>>>>Carregamento
64   BIP( 0.0000 )
65   DISPARAR_MENSAGEM( Msg8; 10.00 s )
66   MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
67   AGUARDAR_CHEGADA( )
68   >>>>>>>Descarregamento
69   MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
70   AGUARDAR_CHEGADA( )
71
72
73   >>> Segundo ciclo
74   >>>>>>Carregamento
75   MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
76   AGUARDAR_CHEGADA( )
77   >>>>>>>Descarregamento
78   MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
79   AGUARDAR_CHEGADA( )
80
81
82
83
84   >>> Terceiro ciclo
85   >>>>>>Carregamento
86   MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
87   AGUARDAR_CHEGADA( )
88   >>>>>>>Descarregamento
89   MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
90   AGUARDAR_CHEGADA( )
```

91  
92  
93  
94 >>> Quarto ciclo  
95 >>>>>>Carregamento  
96 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
97 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
98 >>>>>>>>Descarregamento  
99 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
100 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
101  
102  
103  
104  
105 >>> Quinto ciclo  
106 >>>>>>Carregamento  
107 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
108 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
109 >>>>>>>>Descarregamento  
110 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
111 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
112  
113  
114 >>> Sexto ciclo  
115 >>>>>>Carregamento  
116 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
117 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
118 >>>>>>>>Descarregamento  
119 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
120 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
121  
122  
123  
124  
125  
126  
127 >>> Último ciclo  
128 >>>>>>Carregamento  
129 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Carga\_%; Cmd\_VC )  
130 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
131 >>>>>>>>Descarregamento  
132 MOV\_ATÉ\_\_\_A\_\_\_( Pré; Cmd\_VC )  
133 AGUARDAR\_CHEGADA( )  
134 AGUARDAR( Temp.Pré )  
135 BIP( -2.000 )  
136 FINALIZAR\_ENSAIO( )

```

137
138
139
140
141     ## Na ocorrência de limite de força:
142     EM_LIMITE_FORÇA( )
143     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
144     BIP( -1.000 )
145     DISPARAR_MENSAGEM( Msg2; 0.0000 s )
146     FINALIZAR_ENSAIO( )
147     ## Na ocorrência de limite de deformação:
148     EM_LIMITE_DEFORM( )
149     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
150     BIP( -1.000 )
151     DISPARAR_MENSAGEM( Msg3; 0.0000 s )
152     FINALIZAR_ENSAIO( )
153     ## Na ocorrência de ruptura ou colapso:
154     EM_RUPTURA/COLAPSO( )
155     PARAR_ABRUPTAMENTE( )
156     BIP( 0.0000 )
157     DISPARAR_MENSAGEM( Msg9; 0.0000 s )
158     RETORNAR_POSIÇÃO_INICIAL( Cmd_VR )
159     AGUARDAR_CHEGADA( )
160     FINALIZAR_ENSAIO( )

```

### B.1.2.3 Terceira sequência de ciclos

```

>>>>> Programa Tesc - Esboço de Script
>>>>> Método Teste Lucas - 7 ciclos (sem patamar)
>>>>> Data: 28/01/20

1   ### VARIÁVEIS DE ENTRADA
2   ## Utilizadas nos comandos
3   Pré -> "Pré-carga", 500.00 N, Ent, Edi
4   porcentagem -> "% da carga da ruptura", 30 %, Ent, Rel, Edi
5   Carga_Rupt -> "Carga de Ruptura", 100.00 kN, Ent, Rel, Edi
6   Temp -> "Tempo", 60.00 min, Const
7   Cmd_VE -> "Velocidade de ensaio", 0.500 mm/min, Const
8   Cmd_VC -> "Velocidade de carga", 50 N/s, Ent, Edi
9   Cmd_VR -> "Velocidade de retorno", 20.000 mm/min, Const
10  Cmd_LF -> "Limite de força", 160.000 kN
11  Cmd_LD -> "Limite de deformação", 30.000 mm, Const
12  Temp_Ciclo -> "T carga constante por ciclo", 240 s, Ent, Edi
13  Temp.Pré -> "Tempo de Pré Carga (s)", 240 s, Ent, Edi

14

15  ### VARIÁVEIS ATRIBUÍVEIS
16  IncFor -> "Incremento ->Força", N/min
17  Carga_% -> "% Carga de ruptura", N, Res, Rel
18  F1 -> "Força->Máxima", N, Res, Rel

```

```

19
20 ### EVENTOS
21 ## Eventos correspondentes aos resultados desejados:
22 @Força Max. -> "", Vis
23
24### ATRIBUIÇÕES
25## Resultados desejados:
26@Força Max. = @FORÇA_MAX( )
27F1 = FORÇA( @Força Max. )
28IncFor = CÓPIA_ADIMENSIONAL( Pré )
29Carga_% = AX+B( Carga_Rupt; porcentagem; *** )
30
31     ### MENSAGENS
32     Msg1 -> Ensaio finalizado por ação de fim de cur... 33 Msg2 -> Ensaio
finalizado por limite de força.
34     Msg3 -> Ensaio finalizado por limite de deformaç...
35     Msg4 -> Equipamento mantendo Pré-carga.
36     Msg5 -> Mantendo carga constante no ciclo.
37     Msg6 -> Primeira parte do ensaio concluída, par...
38     Msg8 -> Início do ciclo
39     Msg9 -> Ensaio finalizado por colapso do corpo ...
40     Msg7 -> 65 61 73 74 65 72 20 65 67 67 21
41
42
43 ### COMANDOS
44 SALVAR_POSIÇÃO_INICIAL( )
45 ATIVAR_LIMITE_FORÇA( Cmd_LF )
46 ATIVAR_LIMITE_DEFORM( Cmd_LD )
47 DISPARAR_MENSAGEM( Msg7; 5.000 s )
48
49
50
51     #Comandos de Pré Carga
52     MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
53     AGUARDAR_CHEGADA( )
54     BIP( 0.0000 )
55     DISPARAR_MENSAGEM( Msg4; Temp.Pré )
56     AGUARDAR( Temp.Pré )
57
58
59
60
61     #Comandos de Ciclo
62     >>> Primeiro ciclo
63     >>>>>>Carregamento
64     BIP( 0.0000 )
65     DISPARAR_MENSAGEM( Msg8; 10.00 s )
66     MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )

```

```

67     AGUARDAR_CHEGADA( )
68     >>>>>>>>Descarregamento
69     MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
70     AGUARDAR_CHEGADA( )
71
72
73     >>> Segundo ciclo
74     >>>>>>>>Carregamento
75     MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
76     AGUARDAR_CHEGADA( )
77     >>>>>>>>Descarregamento
78     MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
79     AGUARDAR_CHEGADA( )
80
81
82
83
84     >>> Terceiro ciclo
85     >>>>>>>>Carregamento
86     MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
87     AGUARDAR_CHEGADA( )
88     >>>>>>>>Descarregamento
89     MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
90     AGUARDAR_CHEGADA( )
91
92
93
94     >>> Quarto ciclo
95     >>>>>>>>Carregamento
96     MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
97     AGUARDAR_CHEGADA( )
98     >>>>>>>>Descarregamento
99     MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
100    AGUARDAR_CHEGADA( )
101
102
103
104
105    >>> Quinto ciclo
106    >>>>>>>>Carregamento
107    MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
108    AGUARDAR_CHEGADA( )
109    >>>>>>>>Descarregamento
110    MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
111    AGUARDAR_CHEGADA( )
112
113

```

```

114 >>> Sexto ciclo
115 >>>>>>>Carregamento
116 MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
117 AGUARDAR_CHEGADA( )
118 >>>>>>>Descarregamento
119 MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
120 AGUARDAR_CHEGADA( )
121
122
123
124
125
126
127 >>> Último ciclo
128 >>>>>>>Carregamento
129 MOV_ATÉ___A___( Carga_%; Cmd_VC )
130 AGUARDAR_CHEGADA( )
131 >>>>>>>Descarregamento
132 MOV_ATÉ___A___( Pré; Cmd_VC )
133 AGUARDAR_CHEGADA( )
134 AGUARDAR( Temp.Pré )
135 BIP( -2.000 )
136 FINALIZAR_ENSAIO( )
137
138
139
140
141 ## Na ocorrência de limite de força:
142 EM_LIMITE_FORÇA( )
143 PARAR_ABRUPTAMENTE( )
144 BIP( -1.000 )
145 DISPARAR_MENSAGEM( Msg2; 0.0000 s )
146 FINALIZAR_ENSAIO( )
147 ## Na ocorrência de limite de deformação:
148 EM_LIMITE_DEFORM( )
149 PARAR_ABRUPTAMENTE( )
150 BIP( -1.000 )
151 DISPARAR_MENSAGEM( Msg3; 0.0000 s )
152 FINALIZAR_ENSAIO( )
153 ## Na ocorrência de ruptura ou colapso:
154 EM_RUPTURA/COLAPSO( )
155 PARAR_ABRUPTAMENTE( )
156 BIP( 0.0000 )
157 DISPARAR_MENSAGEM( Msg9; 0.0000 s )
158 RETORNAR_POSIÇÃO_INICIAL( Cmd_VR )
159 AGUARDAR_CHEGADA( )
160 FINALIZAR_ENSAIO( )

```