

## ESTUDO PRELIMINAR DE NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ EPOXÍDICA REFORÇADA COM NANOPLAQUETAS DE GRAFENO

Kamila Kunrath<sup>1\*</sup>; Ana Cláudia Kleinschmidt<sup>1</sup>; Sandro Campos Amico<sup>1</sup>

<sup>1</sup>LAPOL/PPGEM – UFRGS - Porto Alegre/RS  
(kamila.kunrath@ufrgs.br)

Este trabalho teve como objetivo avaliar a dispersão de nanoplaquetas de grafeno em resina epóxi e as propriedades mecânicas destes nanocompósitos. As nanoplaquetas de grafeno foram inseridas em concentrações de 0,10% wt, 0,25% wt, 0,50% wt e 1,0% wt. Foi avaliada a formação de aglomerados e a qualidade das dispersões realizadas de forma manual ou com o auxílio de ultrassom. Os nanocompósitos foram produzidos por casting, pós-curados e caracterizados por análises mecânicas e em ensaios de dureza e impacto. A partir dos resultados obtidos, pode-se inferir que a dispersão de grafeno em resina polimérica é possível quando utilizado um método de dispersão eficiente, facilitando a produção posterior de nanocompósitos por técnicas que envolvam a injeção de resina carregada.

*Palavras-chave: Grafeno, Dispersão, Resina Epóxi, Nanocompósitos.*

### Introdução

A proposta de inserção de nanocargas em compósitos de matrizes poliméricas, como a resina epóxi, tem a finalidade de incorporar ou potencializar propriedades. Grafenos são utilizados com êxito em materiais compósitos especialmente com relação ao aumento na condutividade térmica e elétrica [1], apresentando-se como nova possibilidade para blindagem e interferência eletromagnética e descarga eletrostática, possibilitando aplicações não campo da defesa, onde a inclusão de nanofolhas de grafeno possibilitam leveza, boa processabilidade e condutividade [2].

O grafeno é constituído de uma única camada de carbono  $sp^2$ , formando uma rede de átomos em forma de colmeia, e foi assim denominado pela junção dos termos “grafite” e “alqueno”, pois o grafite consiste em várias folhas de grafeno empacotadas. As nanoplaquetas são pequenas pilhas de grafeno com espessura entre 6-8 nm e largura de 25  $\mu m$  [3,4].

A incorporação deste material em polímeros é uma tarefa desafiadora, uma vez que a interação entre os alótropos de carbono e as resinas poliméricas é bastante complexa devido à tendência de formar aglomerados, o que dificulta sua dispersão na matriz [5]. Neste estudo, as nanoplaquetas de grafeno foram adicionadas a uma resina epóxi no intuito de investigar um método de dispersão eficiente e para avaliar as propriedades mecânicas finais destes nanocompósitos contendo diferentes concentrações de carga.

### Materiais e Métodos

Foram utilizadas nanoplaquetas de grafeno (NPG) fornecidos pela *Strem Chemicals Inc* [6]. A dispersão na resina epóxi à base de diglicidil éter do bisfenol A (Araldite LY 1316 – Huntsman) foi realizada de duas maneiras: (a) agitação manual por 2 min à temperatura ambiente, (b) agitação manual seguida de 30 min de ultrassonificação (ultrassom de alta potência – Sonics VCX 750) seguido de resfriamento até a temperatura ambiente.

A nanocarga foi introduzida na resina nas proporções de 0,10% wt, 0,25% wt, 0,50% wt e 1,0% wt. Foi incorporado o endurecedor trietilenotetramina (Aradur HY 951 – Huntsman), obedecendo uma proporção de 13:1 resina: endurecedor, seguido de homogenização por agitação manual e auxílio de banho de ultrassom (marca Unique, modelo Ultracleaner 1400 A) por 7 min. para degasagem.

Foram produzidas cinco famílias de amostras uma denominada *Branco*, onde a resina foi simplesmente misturada ao endurecedor; e outras quatro famílias de amostras que têm suas nomenclaturas definidas de acordo com a porcentagem de carga adicionada.

Após a dispersão, foram realizadas moldagens por vazamento (casting) em moldes de silicone, para cura à temperatura ambiente por 24 h e pós-cura em estufa a 70 °C por 2 h. A avaliação da dispersão foi feita através de microscopia óptica (MO) por meio de um equipamento Axio Carl Zeiss, com um aumento de 5 vezes.

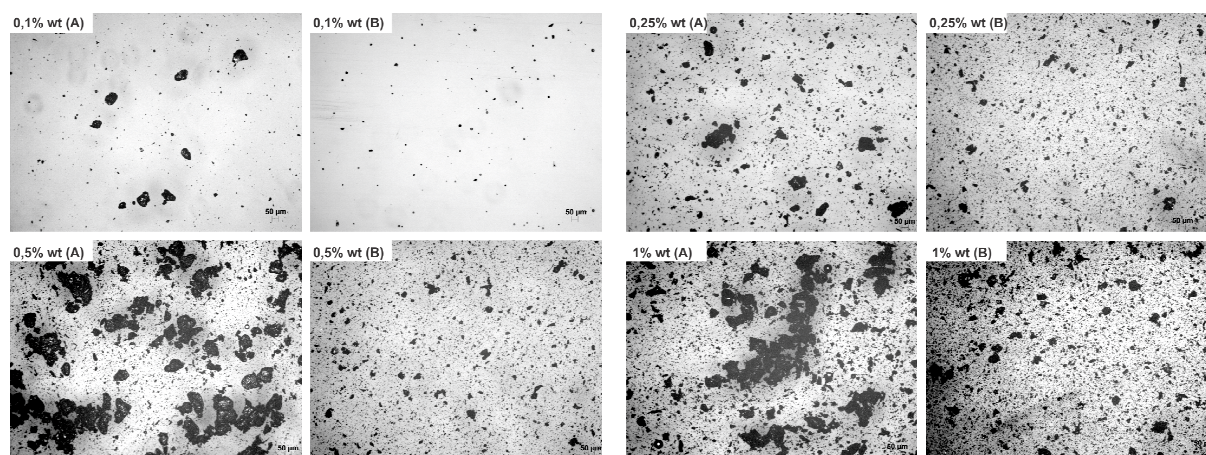
Os nanocompósitos produzidos foram avaliados através dos ensaios de: (a) dureza Barcol, realizado em um durômetro Barcol Bareiss, modelo BS61II, utilizando a norma ASTM D2583-07, com medidas em cinco pontos em cada corpo de prova; (b) Resistência ao impacto, realizado em uma máquina de impacto Izod CEAST, modelo Impactor II com martelo de 2,75 J, utilizando a norma ASTM D256, e 5 corpos-de-prova (comprimento: 65 mm, espessura: 3,5 mm) para cada família; e (c) Tração realizado em uma máquina universal de ensaios

INSTRON 3382, com célula de carga de 5 kN, auxiliado por dois extensômetros analógicos (axial e transversal). O ensaio foi realizado de acordo com a norma ASTM D638 utilizando-se 5 corpos-de-prova para cada família.

## Resultados e Discussão

### Avaliação da Dispersão

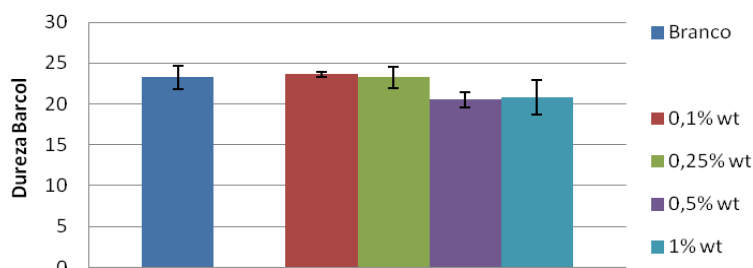
A partir da observação das dispersões nas imagens de MO apresentadas na Fig. 1, pode-se comparar os métodos de dispersão empregados. Para todas as concentrações de grafeno estudadas, a dispersão realizada por agitação manual (A) mostrou-se menos eficiente que a dispersão com ultrassonificação (B), pois a utilização do ultrassom promoveu uma significativa separação dos aglomerados. A melhora da qualidade da dispersão também foi percebida pela mudança de coloração da resina, que passou de incolor para tons acinzentados que variaram de acordo com a concentração de carga, indicando a desagregação das partículas dos aglomerados e uma maior homogeneidade da mistura. Além disso, pode-se verificar que embora a dispersão possibilite a quebra dos aglomerados, estes aumentam significativamente com o teor de nanocarga [7].



**Figura 1:** Comparação do aspecto visual por MO da dispersão manual (A) e por ultrassonificação (B) para diferentes concentrações de carga.

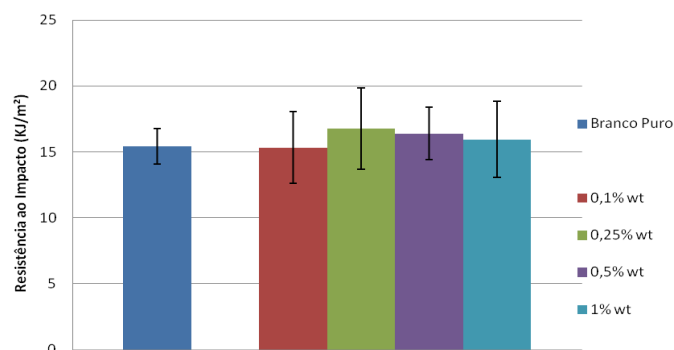
### Caracterização Mecânica

Devido às suas propriedades enrijecedoras, as nanopartículas normalmente atuam aumentando levemente a dureza e reduzindo a ductilidade do compósito, sendo este efeito relacionado à qualidade da dispersão das partículas. Na Fig. 2, percebe-se que a adição das nanopartículas de grafeno foi responsável por diminuir a rigidez das amostras em concentrações superiores a 0,50% wt. Segundo Costa et al, a adição de reforços na matriz pode promover um aumento de microvazios, resultando na redução da dureza do material[8].



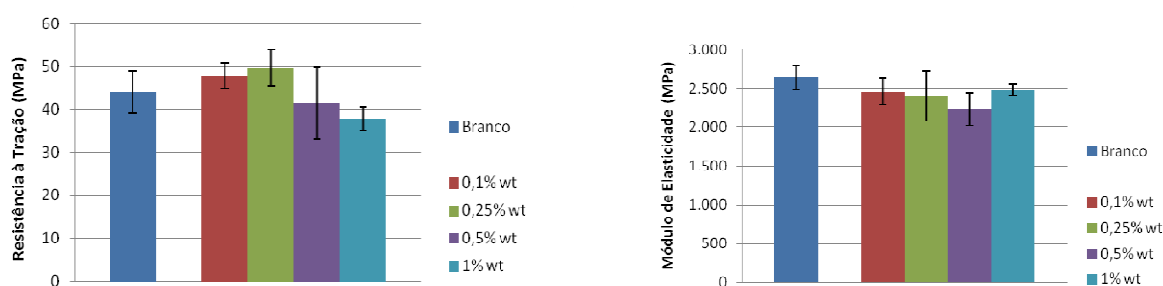
**Figura 2:** Resultados de dureza Barcol das amostras estudadas.

A resistência ao impacto das amostras mostrou uma leve tendência de aumento com a inserção das nanopartículas de grafeno (Fig. 3), estabilizando-se entre 0,25% e 0,5% e a partir daí sofrendo uma tendência de decréscimo na quantidade de energia absorvida. Isto provavelmente aconteceu devido à maior concentração da nanocargas de NPOG aglomeradas em determinado ponto, enrijecendo-o ali e fragilizando-o demasiadamente.



**Figura 3: Resultados de resistência ao impacto Izod.**

A Fig. 4 apresenta os resultados dos ensaios de tração. As amostras com um pequeno teor de carga mostraram uma leve tendência de aumento de resistência quando comparadas às amostras de resina pura ou às amostras com maior teor de grafeno. A amostra que apresentou menor módulo foi aquela com 0,50% wt de carga em sua composição (2234 MPa), tendo havido um aumento posterior nas amostras de 1% wt (2486 MPa). Valores pouco significativos também foram apresentados por Da Silva quando estudou a adição de óxido de grafeno à resina epóxi. [1]



**Figura 4: Resultados de resistência à tração e módulo de elasticidade dos nanocompósitos.**

Relacionando as análises mecânicas realizadas com a avaliação preliminar da dispersão, pode-se verificar que estes resultados estão intimamente relacionados com a qualidade da dispersão e a formação de aglomerados, sendo perceptível uma diminuição de performance quanto maior os conjuntos de nanoparticulados.

## Conclusões

A adição de nanoplaquetas de grafeno agiu de forma a tenacificar a resina epóxi, percebe-se isto pelo leve aumento na resistência à tração e ao impacto até o teor de 0,25 % wt de carga adicionada, bem como no aumento da dureza. O fato de a qualidade da dispersão não ser a mesma para concentrações acima de 0,50% pode ter influenciado nos resultados da caracterização mecânica, podendo a aglomeração das partículas lamelares ter sido responsável pela fragilização do material [1], assim como inclusão de defeitos nas amostras e vazios [6]. Em âmbito geral, somente as amostras com teores entre 0,10% e 0,25% mostraram-se interessantes para as propriedades avaliadas.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, ao CNPq e à FAPERGS.

## Referências

1. DA SILVA, D. D. **Produção de Grafeno a partir do Óxido de Grafite e sua Aplicação em Nanocompósitos de Matriz Polimérica**. Dissertação. (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade do Estado de Santa Catarina. Joinville, 2011.
2. YIN, S.; RONG, C.; ZHANG, S.; HUO, P.; WANG, G. The preparation and electrical properties of the functionalized graphene/poly(ether sulfone) nanocomposites. **High Performance Polymers**. vol.23, n.8, p.592–601, 2011.

## 12° Congresso Brasileiro de Polímeros (12°CBPol)

3. Amico, S., Pezzin, S., & Coelho, L. (2008). Nanocompósitos de matriz polimérica com nanotubos de carbono. In: A. Pohlmann, C. Petler, N. Balzaretto, & S. Guterres, **Tópicos em nanociência e nanotecnologia: II mostra CNANO/UFRGS** (P. 244). Porto Alegre: UFRGS.
4. Godara, A., Gorbatikh, B., Kalinka, G., Warrier, B., Rochez, O., Mezzo, L., et al. (2010). Interfacial shear strength of a glass fiber/epoxy bonding in composites. **Composites science and technology - vol.70, 1346–1352**.
5. Becker, C. M. ; Barcella, R. A. ; Almeida Junior, J. H. S. ; Passos, K. ; Amico, S.C. . Nanocompósitos de matriz epóxi produzidos a partir de nanotubos de carbono funcionalizados. **In: 20° Congresso brasileiro de engenharia e ciência dos materiais - CBECIMAT, 2012, Joinville/SC. p. 4856-4863.**
6. Strem Chemicals, I. (2012). **Graphene nanoplatelets. Newburyport, MA: Graphnano0112.**
7. K. Kunrath; A.C. Kleinschmidt; L. A. Andrade; S. C. Amico. Estudo preliminar de nanocompósitos de matriz epoxídica reforçada com negro de fumo. **In: 20° Congresso brasileiro de engenharia e ciência dos materiais - CBECIMAT, 2012, Joinville/SC.**
8. COSTA, M. L.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Resistência ao cisalhamento interlaminar de compósitos com resina epóxi com diferentes arranjos das fibras na presença de vazios. *Polímeros: Ciência e Tecnologia* 11 (2001), 182-189.