

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI E NANOESTRUTURAS DE CARBONO POR DEFORMAÇÃO PLÁSTICA POR INDENTAÇÃO

Helena Rafaela Fava Monteiro Guimarães ¹, 190029404@aluno.unb.br

Karoline Sales de Oliveira ¹, karoline.oliveira@aluno.unb.br

Thiago de Carvalho Rodrigues Doca ¹, doca@unb.br

Joziel Aparecido da Cruz ², joziel.cruz@ufrgs.br

Sandro Campos Amico ², amico@ufrgs.br

¹Universidade de Brasília, Departamento de Engenharia Mecânica, Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Asa Norte, Brasília, 70.910-900, DF, Brasil

²Laboratório de Materiais Poliméricos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 91501-970, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil.

Resumo. *Recentes avanços na ciência e engenharia de materiais viabilizam a associação de matrizes poliméricas a reforços em escala nanométrica a fim de obter compósitos de alta resistência e baixo peso estrutural. Este trabalho apresenta resultados experimentais de indentação com ferramenta esférica que descrevem o comportamento mecânico sob compressão de resina epóxi pura, de resina epóxi reforçada com nanotubos de carbono e de resina epóxi com plaquetas de grafeno. Os experimentos são realizados em corpos de prova submetidos a controle dimensional e de acabamento superficial. As marcas obtidas são mensuradas em microscópio confocal e o comportamento mecânico das diferentes configurações de compósitos é detalhado e discutido. É observado que o percentual dos aditivos não resulta em aperfeiçoamento das propriedades mecânicas, apesar de afetar a morfologia das marcas de indentação.*

Palavras chave: *epóxi, nanotubos de carbono, plaquetas de grafeno, indentação.*

Abstract. *Recent advances in materials science and engineering make it possible to associate polymeric matrices with reinforcements on a nanometric scale in order to obtain composites with high strength and low structural weight. This work presents experimental results of indentation with a spherical tool that describe the mechanical behavior under compression of pure epoxy resin, epoxy resin reinforced with carbon nanotubes and epoxy resin with graphene platelets. The experiments are carried out on specimens subjected to dimensional and surface finishing control. The marks obtained are measured under a confocal microscope, and the mechanical behavior of the different composites configurations is detailed and discussed. It is observed that the percentage of added reinforcement doesn't affect mechanical properties positively, although there is change in the morphology of the indentation marks.*

Keywords: *epoxy, carbon nanotubes, graphene platelets, indentation*

1. INTRODUÇÃO

A resina epóxi é um polímero termofixo, o qual se destaca por suas propriedades de resistência mecânica e térmica (Canevarolo, 2002). Nesse sentido, é comumente utilizado em aplicações de engenharia como revestimento, adesivo e matriz de compósitos. Sua importância para a indústria aeronáutica se destaca, já que compósitos de resina epóxi reforçados com fibras de carbono apresentam uma boa relação entre peso estrutural e resistência a tração, com boa coesão interfacial (Mangalgiri, 1999). Além disso, compósitos de carbono-epóxi podem ser manufaturados em processos de baixo custo. (Callister, 2018).

Essas características estimularam o estudo de novas possibilidades de uso do carbono em compósitos, visando redução de peso com manutenção das propriedades mecânicas. O grafeno, forma alotrópica do carbono sp², apresentou-se como ponto de partida interessante no processo de fabricação de reforços estruturais em escala nanométrica (Kinloch et al., 2018). A manipulação de sua estrutura planar permite a obtenção de nanotubos de carbono (NTCs) e de

nanoplaquetas de grafeno (NPG). Nos NTCs, a estrutura do grafeno é gerada ao redor de um eixo cilíndrico, por meio de processos químicos ou elétricos, selecionados conforme a tolerância à presença de defeitos e de impurezas. A geometria resultante é uma estrutura cilíndrica, com parede simples ou múltipla, fechada nas extremidades por calotas esféricas. Tratamentos posteriores podem ser usados para ajuste de propriedades superficiais. Os NPGs podem ser fabricados em processo similares, e obtêm-se particulados de baixa espessura em relações às demais dimensões (plaquetas).

Prevê-se para esse tipo de reforço rigidez teórica de até 1TPa, além de condutividade térmica e elétrica superior ao que se observa em materiais convencionais. Todavia, diversas dificuldades de processamento associadas à manufatura de reforços em escala nanométrica obstruem a obtenção dessas propriedades, na prática. Inicialmente, os NTCs e NPGs já apresentam defeitos e impurezas inerentes aos processos de fabricação. Processos de tratamento superficial dos reforços, os quais possibilitam a manufatura dos compósitos, também podem causar danos à superfície dos mesmos. Ademais, a dispersão dos NTCs e NPGs na matriz pode ser mais um desafio, devido à tendência do carbono a gerar aglomerados. As propriedades mecânicas são também prejudicadas pela dificuldade no controle de orientação das fibras e por baixa aderência interfacial, afetando tanto a isotropia quanto a efetividade na transferência de carregamentos entre a matriz e o reforço (Advani, 2006). Desse modo, estudos experimentais deste compósito são essenciais para avaliar sua adequação a aplicações práticas.

Este trabalho objetiva analisar o comportamento mecânico de compósitos de nanotubos de carbono e de nanoplaquetas de grafeno em resina epóxi por meio de ensaios de indentação. Avalia-se quantitativamente a profundidade e o diâmetro de indentação, assim como se analisa qualitativamente características morfológicas dos perfis de indentação. Busca-se assim discorrer sobre a efetividade dos reforços nas propriedades mecânicas do polímero sob esforços de compressão.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiais

Ensaíram-se três tipos de amostras: resina epóxi pura, resina epóxi com 0,5% em volume de plaquetas de grafeno STREM Chemicals de 6-8 nm de espessura, e resina epóxi com 0,5% em volume de nanotubos de carbono STREM Chemicals de parede múltipla, com diâmetro de 140 nm e comprimento de 7 μ m.

Para as amostras de resina epóxi pura, a resina epóxi AR260 foi misturada com endurecedor TETA HY 951, em razão 100:13 g. Após a mistura, a resina foi submetida a um processo de degassagem, durante cinco minutos. As amostras (Fig. 1) foram feitas em molde de silicone, com cura à temperatura ambiente por 24 h. A seguir, um processo de pós-cura a 100°C foi realizado, por 3 h.

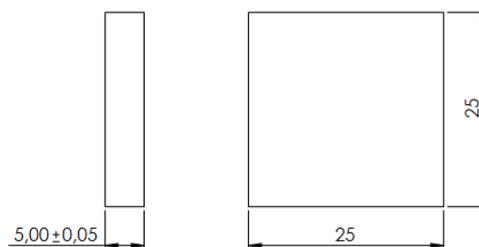


Figura 1. Geometria das amostras

A preparação de ambos compósitos seguiu um procedimento padrão. Inicialmente, misturou-se o reforço à matriz mecanicamente, à velocidade de 13000 rpm, por trinta minutos em banho de gelo. Seguiu-se um processo de sonicação por trinta minutos, com amplitude 60% e pulsos liga/desliga, 60 s/60 s, também em banho de gelo. O processo de cura seguiu conforme o realizado para a resina epóxi pura. Todas as amostras foram posteriormente lixadas, para planicidade e controle de espessura ($5,00\pm 0,05$ mm).

2.2. Ensaios de indentação

As indentações foram realizadas em máquina de ensaios de dureza universal (Zwick/Roell ZHU 250 Universal Hardness Machine). O ensaio foi realizado no intuito de avaliar e comparar o comportamento de deformação plástica dos materiais quando em carregamento compressivo. Utilizou-se indentador esférico de carboneto de tungstênio de 5 mm de diâmetro. Seguiu-se o procedimento de aplicação da carga e observação subsequente em microscópio confocal, com aumento de vinte vezes. Foram feitas marcas em 600, 700, 800 e 900 N. Para cada carga, realizaram-se dois

ensaios em amostras distintas. Foram obtidos perfis de indentação em direções perpendiculares, e foram realizadas as medidas de profundidade máxima e diâmetro de indentação.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As amostras indentadas não apresentaram, para as cargas aplicadas, iniciação notável de trincas. Low *et al.* observou um resultado semelhante, atribuído à alta carga crítica para iniciação de trincas. Analisaram-se os valores médios de diâmetro e de profundidade máxima de indentação. A Figura 2 apresenta os diâmetros das marcas de indentação obtidos para os três materiais, assim como as regressões lineares obtidas para cada conjunto de pontos.

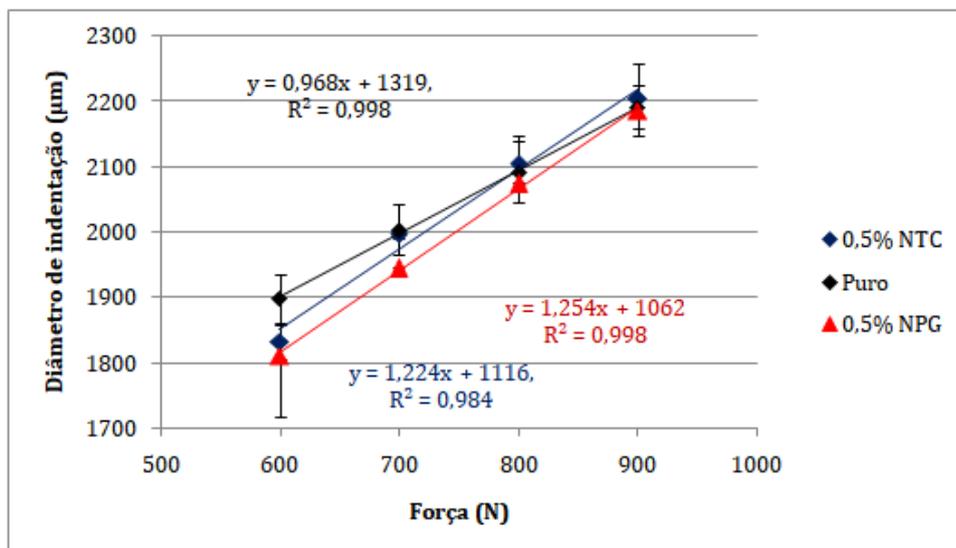


Figura 2. Diâmetros de indentação

Observou-se que a adição do reforço teve efeito pouco significativo em relação aos diâmetros de indentação. Há, todavia, aparente tendência de perda de efetividade do reforço com o aumento do carregamento, a qual pode estar relacionada à perda de aderência entre matriz e fibra. O comparativo entre as medidas nas direções perpendiculares indicou que os maiores desvios foram observados para a resina epóxi pura. Esse comportamento indica influência positiva da presença do reforço no comportamento isotrópico do polímero. Além disso, observa-se o maior desvio de tendência dos pontos para NTC, demonstrando efeitos de propriedades locais na resistência do material nessa direção.

As profundidades de indentação estão dispostas na Fig. 3. Foram observados, novamente, maiores desvios de tendência associados a NTC, assim como uma perda considerável de resistência mecânica pela adição do reforço para essa configuração. O percentual de NPG adicionado apresentou efeito desprezível na resistência do material à compressão.

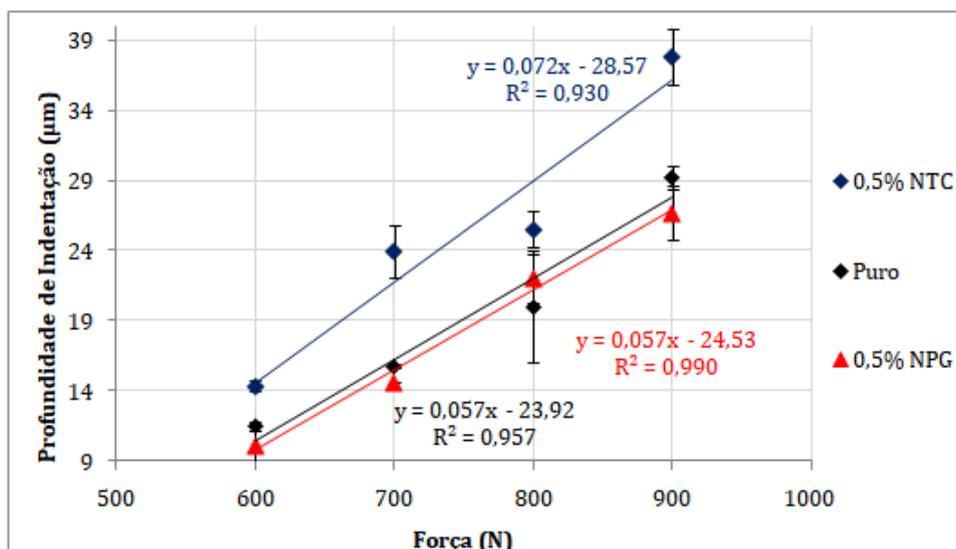


Figura 3. Profundidades de indentação

Os formatos dos perfis de indentação estão dispostos em Fig. 4-7.

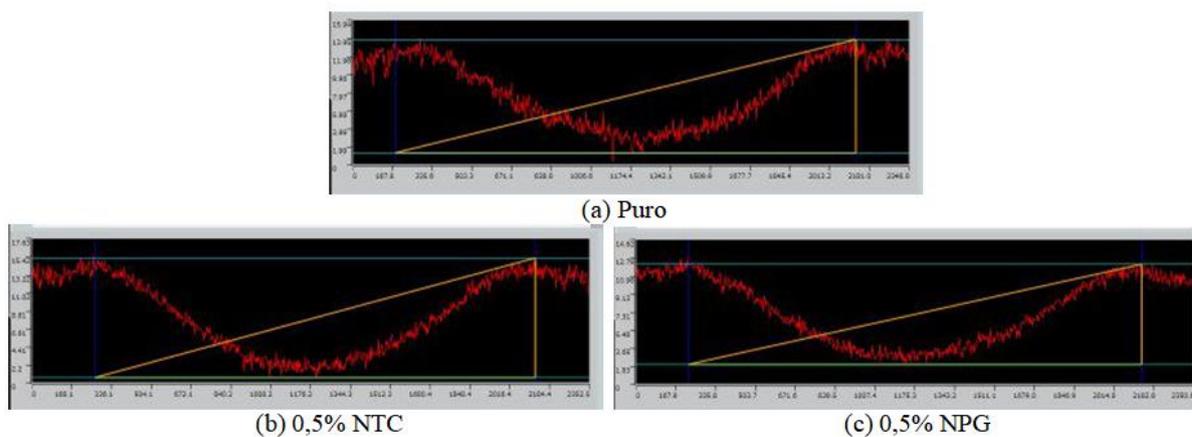


Figura 4. Perfis de indentação para carga de 600 N

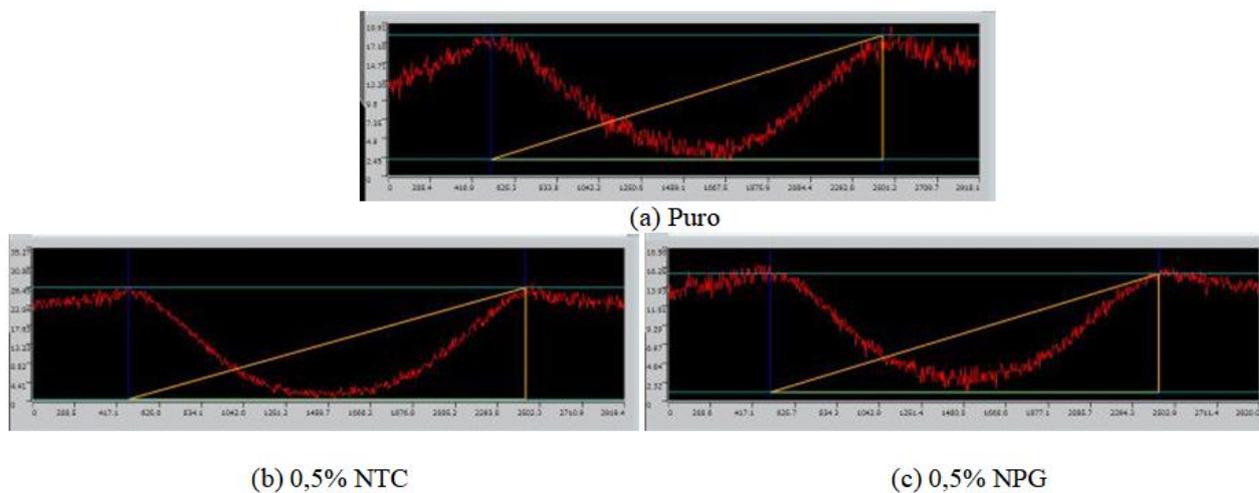


Figura 5. Perfis de indentação para carga de 700 N

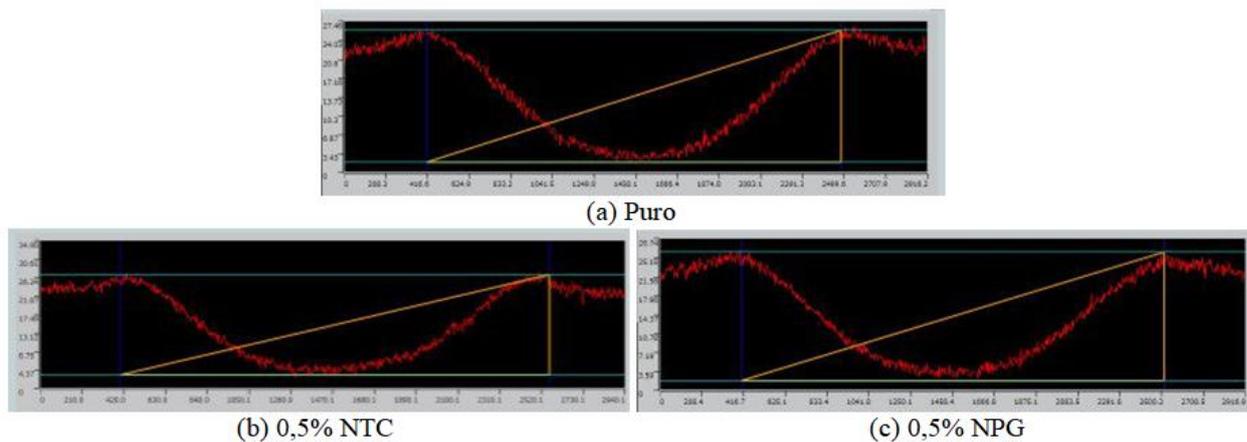


Figura 6. Perfis de indentação para carga de 800 N

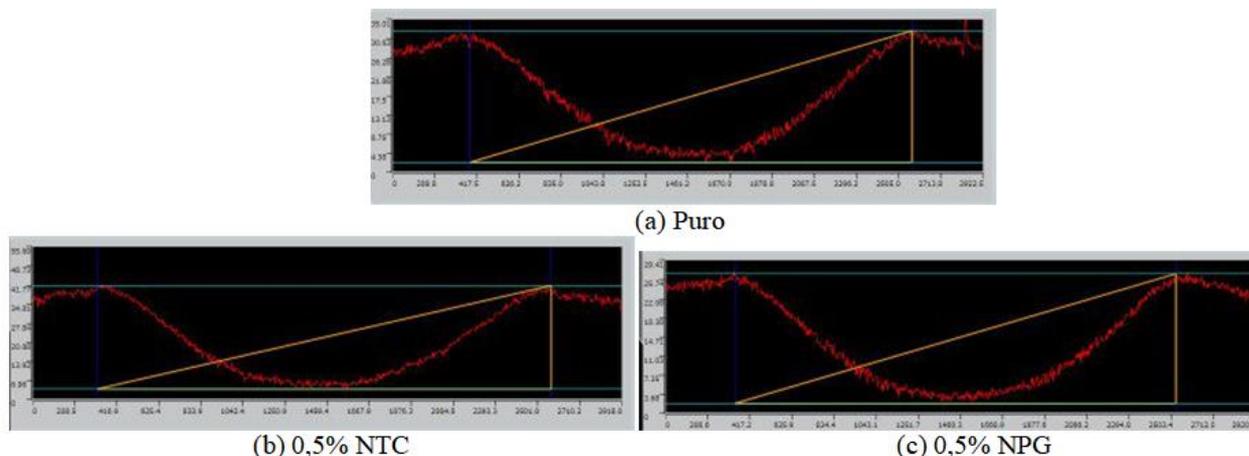


Figura 7. Perfis de indentação para carga de 900 N

Observa-se que a presença do reforço amenizou efeitos de *pileup* (empilhamento) de material nas margens da marca de indentação. Com a retirada da carga aplicada, o material ainda está submetido campo de deformações plásticas residuais sob a superfície. A região da marca é endurecida no processo de deformação plástica, de modo que a recuperação do material é desviada para a superfície livre não deformada (Taljat e Pharr, 2004). A resina epóxi pura apresenta comportamento elástico e visco-elástico documentado (Dang et al.), de modo que se pode supor que ambos os mecanismos de deformação contribuem com a formação dos empilhamentos. Assim, a adição de NTC e de NPG permite que as fibras adicionadas suportem a maior parte da deformação elástica, o que ameniza esse efeito, em especial para altos níveis de deformação plástica da matriz. Entre os dois tipos de reforço, NTC apresentou influência mais evidente.

4. CONCLUSÃO

O trabalho permitiu avaliar experimentalmente o comportamento da resina epóxi e de nanocompósitos de resina epóxi em ensaios de indentação. Observou-se que a adição do reforço afetou de maneira pouco significativa o diâmetro de indentação, com a presença do reforço de NTC apresentando maiores desvios de tendência. Além disso, pelos gráficos de profundidade de indentação, pode-se averiguar que a presença de nanotubos de carbono, no percentual estudado, afetou negativamente a resistência do material em indentação. Por fim, o estudo dos perfis das marcas de indentação indicou que o reforço é capaz de mitigar efeitos de *pileup*, e que a deformação elástica residual é principalmente distribuída para as fibras, em especial para níveis altos de endurecimento da matriz.

Além disso, o presente estudo analisou as relações entre a carga de indentação, a profundidade e a rigidez do material. Para isso, foram obtidas regressões lineares que permitiram determinar a rigidez do material com base no valor de inclinação da função carga-profundidade, a fim de avaliar a inserção dos diferentes reforços na matriz polimérica do material em questão. A inserção do reforço 0,5% de NTC na matriz polimérica provocou uma redução na rigidez do material em aproximadamente 26,31%, enquanto a inserção do NPG não apresentou significativas alterações quando comparado aos resultados obtidos para resina epóxi pura.

REFERÊNCIAS

- Advani, S. G. (Ed.). 2006. *Processing and properties of nanocomposites*. World Scientific.
- Mangalgi, P. D. 1999. "Composite materials for aerospace applications." *Bulletin of Materials Science* 22.3
- Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. 2018. *Materials science and engineering: an introduction* (Vol. 9, pp. 96-98). New York: Wiley.
- Canevarolo Jr, S. V. 2002. *Ciência dos polímeros*. Artiber editora, São Paulo.
- Dang, D. N., Cohendoz, S., Mallarino, S., Feaugas, X., & Touzain, S. 2013. Effects of curing program on mechanical behavior and water absorption of DGEBA/TETA epoxy network. *Journal of applied polymer science*.

- Kinloch, I. A., Suhr, J., Lou, J., Young, R. J., & Ajayan, P. M. 2018. *Composites with carbon nanotubes and graphene: An outlook*. *Science*, 362(6414), 547-553.
- Low, I. M., Paglia, G., & Shi, C. 1998. Indentation responses of viscoelastic materials. *Journal of applied polymer science*.
- Taljat, B., & Pharr, G. M. 2004. "Development of pile-up during spherical indentation of elastic-plastic solids". *International journal of solids and structures*.

RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.