

## **AVALIAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS FORMADOS POR FIBRA DE CARBONO E RESINA EPÓXI MODIFICADA QUIMICAMENTE**

**GUILHERME KURZ MARON<sup>1</sup>; BRUNO DA SILVEIRA NOREMBERG<sup>2</sup>; OSCAR PANIZ<sup>3</sup>; RICARDO MARQUES E SILVA<sup>4</sup>; ALICE GONÇALVES OSÓRIO<sup>5</sup>; NEFTALI LENIN VILLAREAL CARREÑO<sup>6</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [g\\_maron@hotmail.com](mailto:g_maron@hotmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas) – [bnoreMBERG@gmail.com](mailto:bnoreMBERG@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas, Brasil – [oscar.paniz@hotmail.com](mailto:oscar.paniz@hotmail.com)

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas, Brasil – [ricardomarqueseng@globomail.com](mailto:ricardomarqueseng@globomail.com)

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas) – [osorio.alice@gmail.com](mailto:osorio.alice@gmail.com)

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas – [neftali@ufpel.edu.brr](mailto:neftali@ufpel.edu.brr)

### **1. INTRODUÇÃO**

Recentemente o estudo e desenvolvimento de materiais compósitos vêm sendo o foco de diversas pesquisas na área da ciência e engenharia de materiais. Os polímeros reforçados com fibras (FRP – Fiber Reinforced Plastic) se destacam, principalmente os que envolvem fibra de carbono e resina epóxi, resultando em materiais leves e com excelentes propriedades mecânicas. Além disso, a possibilidade de se realizar modificações na matriz polimérica, através da adição de nanopartículas, resulta na formação de um material final com propriedades diferenciadas.

Os materiais mais indicados para serem utilizados como carga modificadora em matrizes poliméricas são as nanopartículas. Dependendo do tipo de carga aplicada, além de influenciar nas propriedades mecânicas, podem causar modificações nas propriedades térmicas e elétricas da matriz, e consequentemente no material final (GOINJY, 2006).

Um material interessante para ser utilizado como carga em matrizes poliméricas são os nanotubos de carbono (NTC). Sua combinação de excelentes propriedades mecânicas, térmicas e elétricas, baixo peso e elevada razão de aspecto resulta na melhora de propriedades de materiais compósitos. Com isso, o objetivo desse estudo é desenvolver um compósito laminado formado por fibra de carbono e uma resina epóxi modificada quimicamente. A modificação foi realizada com a adição três tipos de cargas: Nanotubos de carbono (NTC), nanotubos de carbono funcionalizados (NTCf) e nanotubos de carbono modificados com Sulfeto de Zinco (NTC-ZnS).

### **2. METODOLOGIA**

A metodologia deste trabalho se divide em três etapas principais: Síntese e pré-tratamento das cargas; Confeção dos compósitos (modificação química da resina e posterior laminação com fibra de carbono); e caracterização. Foram utilizados três tipos de cargas, todas variando suas concentrações, sendo 0.1, 0.2 e 0.3% em peso proporcional à quantidade de resina utilizada na laminação. As cargas testadas foram nanotubos de carbono, nanotubos de carbono funcionalizados e nanotubos de carbono modificados com sulfeto de zinco.

O processo de funcionalização utilizado foi semelhante ao processo descrito por GOYANES em 2006, denominado carboxilação de nanotubos de carbono. Neste procedimento, primeiramente os nanotubos de carbono de paredes múltiplas foram submetidos a um ataque ácido em uma solução de ácido sulfúrico

e nítrico, na proporção 3:1 respectivamente. A solução foi mantida em banho ultrassônico à temperatura ambiente, por duas horas e posteriormente mantida em repouso por 24 horas. Em seguida, a solução foi neutralizada com hidróxido de amônio e lavada com água destilada até a estabilização de seu pH.

A síntese dos nanotubos de carbono modificados com sulfeto de zinco foi realizada através do processo de síntese hidrotermal assistida por microondas. Nesse procedimento, a síntese é realizada em meio aquoso com auxílio de pressão e temperatura para fornecer energia suficiente para ocorrer a reação de formação dos compostos. Para a obtenção dos NTC-ZnS, uma solução contendo CNTf, sulfeto de zinco e tiouréia foi dispersa em ultrassom de ponta (unique – modelo disruptor 1000 W) por quinze minutos e então foi levada até o microondas (Electrolux, MEF41), onde a síntese hidrotermal foi realizada, com temperatura de 150°C por 25 minutos.

Para a modificação da resina epóxi, primeiramente as cargas modificadoras foram dispersas em álcool etílico absoluto com auxílio de ultrassom de ponta. Essa solução foi misturada com a resina epóxi, sem a presença do catalizador e então foi mantida em agitação, a uma temperatura de 80°C até a completa evaporação do álcool. Por fim, a quantidade correspondente de catalizador foi adicionada e a solução foi mantida em agitação por mais cinco minutos.

O processo de laminação foi realizado manualmente, camada a camada, sendo a resina espalhada com o auxílio de uma espátula de silicone. A mesma quantidade de resina foi utilizada para todas as amostras e os corpos de prova foram compostos por três camadas de fibra de carbono. Depois de a resina estar completamente espalhada por todas as camadas, três camadas de tecidos foram usadas: a primeira, diretamente em contato com a fibra de carbono, uma camada denominada peel ply, utilizada para evitar a formação de bolhas e auxiliar na retirada de ar presente entre as camadas de fibra de carbono. A segunda camada, um filme plástico perfurado, utilizado para auxiliar na retirada do excesso de resina presente na superfície das amostras. Por último, um filme absorvente, usado para retirada do excesso de resina na superfície das amostras. Por fim, o material laminado é submetido a um processo de compressão por vácuo, onde o material é colocado dentro de uma bolsa de vácuo, que é devidamente vedada e ligada a uma bomba de vácuo. Quando o ar é completamente retirado do interior da bolsa, a pressão entre as faces do compósito aumenta, melhorando a adesão entre as camadas de fibra. Todas as amostras foram mantidas 24 horas no vácuo.

A avaliação mecânica do compósito foi realizada através de ensaio de impacto do tipo mini charpy, seguindo a norma ASTM D6110. As dimensões dos corpos de prova foram de 90mm x 13mm x 1.3mm, e entalhe com 45° e 2mm de profundidade.

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi utilizada para caracterização das partículas de NTC-ZnS e verificar as modificações na morfologia dos nanotubos.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na figura 1 estão apresentadas as imagens de MET dos nanotubos de carbono modificados com sulfeto de zinco. É possível observar a presença de partículas de ZnS recobrindo certas regiões dos nanotubos de carbono. É importante salientar que o processo de recobrimento ocorre preferencialmente em nanotubos de carbono que sofreram o processo de funcionalização. O ataque ácido ocorrido durante esse processo causa a quebra de algumas ligações das

paredes dos tubos e no aumento de sua rugosidade, criando regiões mais favoráveis para a ancoragem das partículas de ZnS. Regiões que sofreram uma funcionalização mais branda consequentemente apresentam um menor recorbimento com as partículas.

Na tabela 1 estão apresentados os valores de energia absorvido pelos corpos de prova no ensaio de impacto mini charpy. Os valores mostram que mesmo com pequenas quantidades de partículas adicionadas na matriz polimérica os valores de energia absorvida aumentaram, quando comparada com os valores dos corpos de prova formados apenas com o polímero. O aumento nos valores de energia absorvida é explicado pela forma com que os NTC atuam quando se ligam na matriz. Quando aplicados à resina polimerica, os nanotubos de carbono atuam como reforço, formando pequenas pontes entre as camadas de fibra de carbono, aumentando sua adesão e consequentemente sua resistência mecânica (BREWER, 2004).

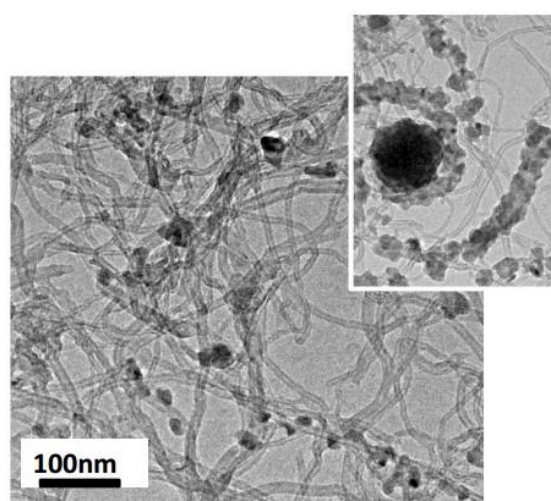


Figura 1: Imagens de microscopia eletrônica de transmissão dos nanotubos de carbono modificados com sulfeto de zinco.

Tabela 1: Valores de energia absorvida no ensaio de impacto mini charpy.

Tipo de Carga/% em peso	Energia Absorvida J/m	Desvio Padrão J/m
Resina pura	35	10.8
NTC 0.1%	60	7.58
NTC 0.2%	52.6	10.92
NTC 0.3%	73	14.1
NTCf 0.1%	72	9.61
NTCf 0.2%	63.2	9.62
NTCf 0.3%	111	5.47
NTC ZnS 0.1%	53	14.3
NTC ZnS 0.2%	58	10.1
NTC ZnS 0.3%	70	12.5

A figura 2 mostra a quantidade de energia absorvida no ensaio de impacto para todas as amostras. Comparando os resultados, o grupo que apresentou melhor resultado foi o formado por amostras contendo 0.3% de nanotubos de carbono funcionalizados. Isso pode ser explicado pela presença de grupos funcionais presentes nas extremidades dos tubos, formados durante o processo

de ataque ácido, durante a funcionalização. A presença de grupos OH e COOH resultam em uma melhor interface entre os NTCf e a resina polimérica, formando uma ligação mais forte entre a matriz e o reforço. Neste caso, quando o material é submetido a um esforço mecânico, devido à boa interface entre as fases, maior quantidade de energia é transmitida da matriz em direção ao reforço, resultando em um compósito polimérico mais resistente mecanicamente. É importante salientar que é necessária a comprovação da formação destes grupos funcionais, através de caracterizações como a microscopia Raman e espectroscopia do Infravermelho (FTIR).

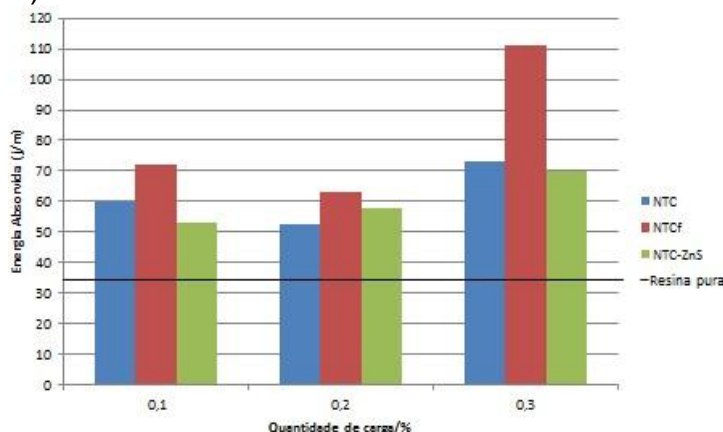


Figura 2: Resultados obtidos no ensaio de impacto para todos os grupos de amostras testados,

#### 4. CONCLUSÕES

A modificação da matriz polimérica em um aumento significativo das propriedades mecânicas dos compostos estudados. Depois de todos os ensaios realizados, é possível afirmar que as amostras contendo nanotubos de carbono funcionalizados atuando como reforço da matriz polimérica apresentaram melhor desempenho. O grupo composto por amostras de CNTf-ZnS apresentou resultados intermediários, superiores aos valores apresentados pela resina polimérica pura e inferiores aos grupos com NTCf. Mais estudos, ainda envolvendo avaliações do desempenho mecânico estão sendo realizados, como por exemplo, ensaio de flexão e tração, além de ensaios de delaminação.

Os resultados obtidos até o presente momento mostram boas possibilidades para o desenvolvimento de um compósito multifuncional que apresenta diferentes propriedades, como boa resposta mecânica, condutividade elétrica e possibilidade de aplicação em diferentes tipos de sensores, se tratando de amostras contendo nanotubos de carbono modificados com Sulfeto de Zinco.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Gojny, F. et al. Influence of nano-modification on the mechanical and electrical properties of conventional fibre-reinforced composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 36, n. 11, p. 1525-1535, 2006;
- GOYANES, S. et al. Carboxylation treatment of multiwalled carbon nanotubes monitored by infrared and ultraviolet spectroscopies and scanning probe microscopy. **Diamond and Related Materials**, v. 16, n. 2, p. 412-417, 2007
- Breuer, O. Sundararaj, U. Big returns from small fibers: A review of polymer/carbon nanotube composites. **Polymer Composites**, v. 25, n. 6, p. 630-645, 2004.