

COMPÓSITOS EPOXÍDICOS AUTORREGENERÁVEIS REFORÇADOS COM *NANOPLATELETS* DE GRAFENO¹

Cesar Gabriel Ribeiro², Ana Paula Nascimento³, Sergio Henrique Pezzin⁴

¹ Vinculado ao projeto “Compósitos autorregeneráveis de matriz epoxídica contendo polissiloxanos microencapsulados – parte 3”

² Acadêmico do Curso de Licenciatura em Física– CCT – Bolsista PIBIC/CNPq

³ Mestranda em Ciência e Engenharia de Materiais - CCT

⁴ Orientador, Departamento de Química - CCT – sergio.pezzin@udesc.br

Materiais em geral sofrem degradação ao longo do tempo, por fadiga, intempéries, etc. Visando progresso nesse quesito, estudos das últimas décadas nos guiaram até materiais que tem a capacidade de se autorreparar, os compósitos autorregeneráveis [1]. Atualmente, o método mais utilizado para a autorregeneração consiste em utilizar microcápsulas, contendo um agente de cura, dispersas na matriz do compósito [1-3]. Quando danos microscópicos são causados, as microcápsulas se rompem, liberando o agente encapsulado e iniciando o processo de autorregeneração. Também se verificou que os polímeros reforçados com nanopartículas podem possuir propriedades melhores do que o material puro. O grafeno surgiu recentemente como um nanomaterial promissor para este tipo de reforço, sendo que estudos mostram que menos de 1% em massa de grafeno é suficiente para alterar consideravelmente as propriedades do compósito. Além disso, evidências com base no comportamento catalítico do grafeno em reações orgânicas, sugerem, que o grafeno age como catalisador na reação de cura em compósitos epoxídicos [4]. A ideia do trabalho foi, num primeiro momento, desenvolver o mecanismo de autorregeneração para um compósito epoxídico reforçado com *nanoplatelets* de grafeno, através do uso de microcápsulas de poli (ureia-formaldeído) infiltradas com um agente de cicatrização e, em um segundo momento, avaliar as propriedades viscoelásticas do compósito através da análise dinâmico-mecânica (DMA).

Para o mecanismo de autorregeneração, foram produzidas microcápsulas de poli (ureia-formaldeído) (PUF). A síntese das microcápsulas PUF seguiu o método de polimerização interfacial, descrito por White et al. [1], a partir de uma emulsão água/ar. Após, as microcápsulas foram infiltradas, seguindo a ideia proposta por Jin et al. [2], com o agente de cura amino-funcional Belsil ADM 653. Em seguida, foi realizada a caracterização das microcápsulas, através de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Dois grupos de corpos de prova (CPs) foram analisados por DMA, os de referência, contendo apenas a resina epoxídica (Araldite LY 1316) curada com endurecedor à base de trietilenotetramina (Aradur 951), e os autorregeneráveis reforçados com *nanoplatelets* de grafeno, contendo 1% m/m de *nanoplatelets* de grafeno e 2% m/m de microcápsulas preenchidas com o agente de cura. Os ensaios foram feitos da temperatura ambiente até 200 °C, no modo *dual cantilever*, com as seguintes condições: taxa de aquecimento de 3 °C/min, frequência de 1 Hz, força de 8 N e amplitude de 8 µm.

Imagens de microscopia ótica e MEV, Fig. 1 (a) e Fig. 1 (b), respectivamente, permitiram analisar se os processos de síntese/infiltração foram bem sucedidos e a morfologia das microcápsulas. As microcápsulas ficaram com diâmetro aproximado de 200 µm e a eficiência da infiltração foi evidenciada pela transparência das microcápsulas preenchidas, mostrada na Fig. 1 (b) pela seta azul, enquanto uma microcápsula oca, opaca, é apontada pela seta vermelha.

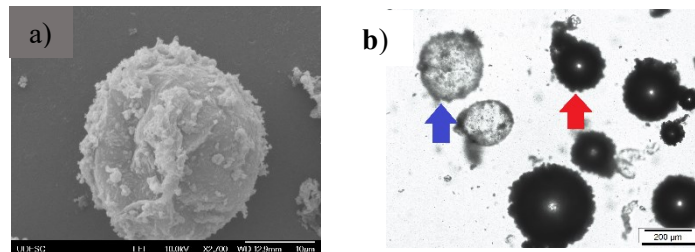


Figura 1. (a) Imagem de MEV de microcápsula PUF; **(b)** Microscopia óptica de microcápsulas PUF.

Os resultados de DMA podem ser vistos nas Fig. 2 (a) e Fig. 2 (b). Foi possível notar que o CP autorregenerável reforçado com grafeno teve suas propriedades melhoradas, tendo valores de E' (módulo de armazenamento) e E'' (módulo de perda) maiores do que o CP de referência. A temperatura de transição vítrea (T_g) do material, determinada pelo pico da curva de $\tan \delta$, foi menor no CP reforçado. É possível ver relaxações poliméricas secundárias com mais clareza no compósito de referência. No compósito reforçado nota-se uma variação no perfil da curva de $\tan \delta$, o que pode indicar a liberação do agente de cura [5]. Outros estudos estão sendo conduzidos dentro do grupo de pesquisa para estudar tal fenômeno.

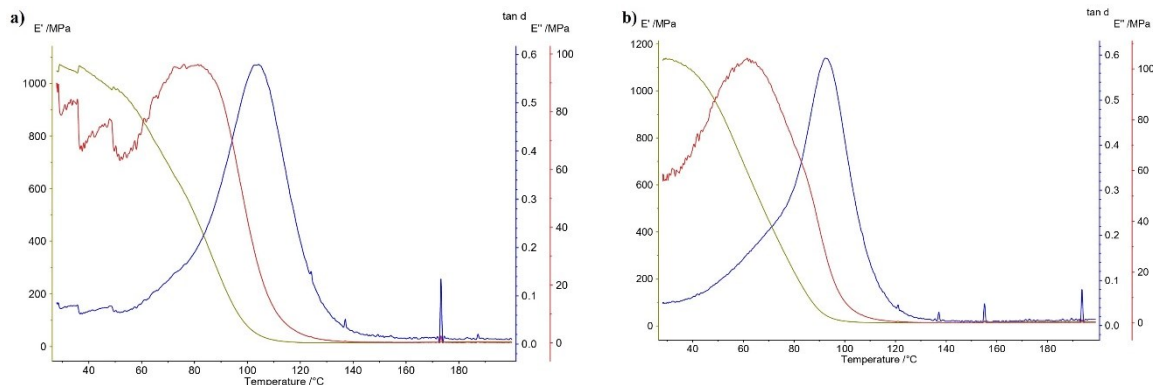


Figura 2. (a) DMA do CP de referência; **(b)** DMA do CP autorregenerável reforçado.
Curvas de E' (amarelo), E'' (vermelho) e $\tan \delta$ (azul)

Referências

- [1] White, S.R., Sottos, N.R., Geubelle, P.H., et al. (2001) Autonomic healing of polymer composites. *Nature*, v. 409, pp. 794-797.
- [2] Jin, H., Mangun, C.L., Stradley, D.S., et al. (2012) Self-healing thermoset using encapsulated epoxyamine healing chemistry. *Polymer*, v. 53, pp. 581-587.
- [3] Weihermann, W. R. K., Meier, M. M., & Pezzin, S. H. (2019) Microencapsulated amino-functional polydimethylsiloxane as autonomous external self-healing agent for epoxy systems. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 136, 47627.
- [4] Acocella, M.R.; Esposito Corcione, C.; Giuri, A. et al. (2017) Catalytic Activity of Oxidized Carbon Black and Graphene Oxide for the Crosslinking of Epoxy Resins. *Polymers*, v. 9, p.133.
- [5] Stark, W., Jaunich, M., & McHugh, J. (2015) Dynamic Mechanical Analysis of epoxy carbon-fibre prepreps partially cured in a discontinued autoclave analogue process. *Polymer Testing*, v. 41, pp.140–148.

Palavras-chave: Autorregeneração. Microcápsulas. Compósitos. Resina Epóxi.