



## COMPÓSITOS DE POLIAMIDA 6 CONTENDO FIBRAS CURTAS DE CARBONO RECOBERTAS COM ÓXIDO DE GRAFENO: PROPRIEDADES MECÂNICAS E TÉRMICAS

Luiz H. C. Damacena<sup>1</sup>, Carolina S. Andrade<sup>2</sup>, Ricardo J. E. Andrade<sup>2,3</sup>, Hélio Ribeiro<sup>3</sup>,  
Guilhermino J. M. Fechine<sup>2,3</sup>, Adriana M. C. Souza<sup>1\*</sup>

1 - Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Universitário FEI, Av. Humberto de Alencar Castelo Branco, 3972, São Bernardo do Campo, CEP 09850-901, SP.

[amcsouza@fei.edu.br](mailto:amcsouza@fei.edu.br)

2 – MackGraphe - Instituto Mackenzie de Pesquisas em Grafeno e Nanotecnologias, São Paulo, SP.

3 – Escola de Engenharia da Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo, SP.

### RESUMO

*Este trabalho teve como finalidade desenvolver e caracterizar mecanicamente e termicamente compósitos de poliamida 6 (PA6) com 7,5% em massa de fibras de carbono (CFs) curtas, recobertas ou não com 0,5% em massa de óxido de grafeno, para avaliar a influência do GO na adesão interfacial entre PA6 e CFs. O óxido de grafite (GrO) foi preparado a partir do pó de grafite por oxidação química, usando o método de Hummers modificado e sua esfoliação foi realizada em ultrassom obtendo-se uma dispersão em água de óxido de grafeno (GO). A deposição do GO na superfície das CFs foi realizada em um balão volumétrico contendo uma dispersão em água de GO misturada às fibras. Os compósitos PA6/CFs foram preparados pelo processo de extrusão e os corpos de prova foram obtidos por injeção. As propriedades mecânicas foram caracterizadas pelos ensaios de flexão e impacto e as propriedades térmicas foram caracterizadas por análises de HDT. A incorporação das CFs, sem recobrimento com GO, na PA6 proporcionou aumento na resistência à flexão e no módulo de elasticidade em flexão e num decréscimo na resistência ao impacto quando comparado à PA6 pura. O recobrimento das CFs com 0,5% em massa de GO resultou num aumento de resistência à flexão e no módulo de elasticidade em flexão e num decréscimo na resistência ao impacto quando comparado ao compósito de PA6/CF puro, indicando aumento da interação PA6/CF e, portanto, a efetividade do GO como agente de acoplamento para o compósito. Os valores de HDT não apresentaram alterações significativas em comparação com o compósito PA6/CF puro.*

**Palavras-chave:** Poliamida 6, Fibras curtas de carbono, Óxido de grafeno, Agente de acoplamento, Compósitos.

### INTRODUÇÃO

Os compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de carbono (CFs) são amplamente utilizados na indústria, devido à versatilidade de suas aplicações<sup>1</sup>. Os compósitos constituídos por resinas termoplásticas são preferencialmente utilizados devido à facilidade de

processamento, produção em larga escala, possibilidade de reciclagem e composições químicas menos perigosas ao comparar com resinas termofixas convencionais <sup>2</sup>. Desta forma, a poliamida 6 (PA6), por ser um polímero semicristalino, com propriedades mecânicas consideráveis, facilidade de processamento e apresentar química a alguns solventes, torna-se uma opção notável para ser utilizado como matriz de compósitos contendo fibras <sup>3</sup>.

A PA6 modificada com as CFs apresentam melhorias nas propriedades mecânicas, térmicas e tribológicas. Entretanto, deve-se aumentar a adesão entre as CFs e a PA6 para possibilitar ganho nas propriedades mencionadas <sup>4</sup>. Contudo as CFs possuem poucos grupos polares na superfície que podem provocar fraca adesão entre fase matriz e a fase reforço <sup>5</sup>. Desta forma, as CFs são submetidas a diversos tratamentos superficiais sendo os mais comuns o tratamento eletroquímico ou oxidação química, tratamentos com ozônio, tratamento por plasma e revestimento por polímeros ou metais, com a finalidade de aumentar os grupos funcionais <sup>2</sup>.

Além disso, as nanocargas vêm sendo incorporadas nos compósitos, podendo aumentar a rugosidade da superfície da fibra, o módulo na interfase e a resistência ao cisalhamento e contribuindo para melhor adesão entre as fases e rigidez do compósito <sup>6</sup>. Dentre as nanocargas utilizadas, óxido de grafeno (GO), pode ser uma alternativa por possuir diversos grupos funcionais oxigenados e grande área superficial, que podem promover aumento das ligações covalentes e secundárias, contribuindo com a melhor interação entre a fase matriz e fase reforço <sup>7</sup>.

Este trabalho tem como finalidade desenvolver e caracterizar mecanicamente e termicamente compósitos de PA6 com 7,5% em massa de CFs curtas, recobertas ou não com 0,5% em massa GO.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### Materiais

Os materiais utilizados neste estudo foram:

- Poliamida 6 (PA6) gentilmente fornecida pela empresa Krisoll Resinas Plásticas Ltda, com seu nome comercial Sollamid B 2700 Natural.
- Fibra de carbono (CFs) curta com 3 mm de comprimento, Tenax®-E/J HT C261 3mm, disponibilizada pela empresa Parabor
- Óxido de grafite (GrO): preparado a partir do pó de grafite por oxidação química, usando o método de Hummers modificado.

### Procedimento Experimental

A esfoliação do óxido de grafite (GrO) foi realizada em ultrassom obtendo-se uma dispersão em água de óxido de grafeno (GO). A deposição do GO na superfície das CFs foi realizada em um balão volumétrico contendo uma dispersão em água de GO misturada a uma quantidade de fibras, ficando sob agitação constante e aquecimento de até 80°C. Ao final do processo, a água teve sua completa remoção e as folhas de GO ficaram depositadas sobre a superfície das CFs.

Os compósitos foram obtidos por extrusão por meio de uma extrusora monorosca de fabricação interna, pertencente a empresa Krisoll Resinas, com perfil de elementos de condução e cisalhamento, com diâmetro (D) de 34 mm e razão de comprimento sobre diâmetro (L/D) de 35,29 cm, e velocidade de rotação da rosca de 41,0 rpm. A alimentação ocorreu por meio da gravidade utilizando o próprio funil da extrusora. As temperaturas utilizadas para obtenção dos

compósitos variaram de 210 a 220 °C ao longo do cilindro da extrusora. O resfriamento do processo de extrusão, ocorreu por meio de banheira com água a temperatura ambiente, seguido da granulação dos filamentos.

Os corpos de prova utilizados para caracterização mecânica e térmica foram obtidos por injeção (injetora Battenfeld\_HM 60/350) utilizando as seguintes condições de injeção: perfil de temperatura do cilindro de 220-270°C; pressão de injeção: 800bar; temperatura do molde: 50°C. Antes da injeção dos corpos de provas, os compósitos foram secos em estufa a vácuo, durante 4 horas a uma temperatura de 80 °C.

Ensaio de flexão foram realizados utilizando-se uma máquina universal de ensaios Instron 5567, de acordo com a norma ASTM D790-03 com distância entre apoios de 50 mm e velocidade de ensaio 1,3 mm/min, até a deformação de 5%. Ensaio de resistência ao impacto Charpy foram realizados de acordo com a norma ASTM D 6110, por meio do equipamento Instron, modelo Ceast 9050, usando pendulo de 1 J e em temperatura de 23°C. Foram analisados 5 corpos de prova de cada composição, com entalhe em V de 2 mm de profundidade e angulação de 45° a partir do centro do entalhe.

As propriedades térmicas das blendas obtidas foram avaliadas por meio de ensaios de temperatura de deflexão ao calor (HDT) utilizando-se o equipamento HDT-VICAT Ceast Italy seguindo a norma ASTM D648-16 método B.

Com a finalidade de verificar se os resultados obtidos apresentam variações significativas, foi aplicado a análise estatística ANOVA.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta os valores de resistência à flexão, do módulo elástico em flexão e de resistência ao impacto Charpy.

Tabela 1: Resultados médios e desvios de resistência à flexão, do módulo elástico em flexão e de resistência ao impacto Charpy.

Amostras	Resistência à flexão (MPa)	Módulo elástico em flexão (GPa)	Resistência ao Impacto Charpy (kJ/m <sup>2</sup> )
PA6	70,79 ± 1,02	1,61 ± 0,06	39,18 ± 1,10
PA6/CF	146,06 ± 1,05	4,19 ± 0,10	24,51 ± 2,41
PA6/CFG0 (0,5)	161,95 ± 0,38	4,79 ± 0,05	17,25 ± 0,19

Observa-se que a incorporação de CFs promoveu um aumento significativo (valor  $p < 0,05$ ) nos valores de resistência à flexão e no módulo elástico em flexão dos compósitos em comparação a PA6. O compósito contendo 0,5% de GO apresentou aumento significativo (valor  $p < 0,05$ ) de 10,9% no valor da resistência à flexão e de 14,3%, nos valores do módulo elástico em flexão em comparação ao compósito sem a incorporação de GO, indicando aumento da adesão entre a PA6 e as CFs, proporcionando de forma mais eficiente a transferência de carga da matriz para a fibra de reforço <sup>8</sup>.

Por outro lado, a incorporação de CFs promoveu uma diminuição significativa (valor  $p < 0,05$ ) nos valores de resistência ao impacto dos compósitos em comparação a PA6. O compósito contendo 0,5% de GO apresentou um decréscimo significativo (valor  $p < 0,05$ ) de 29,8% em comparação ao compósito sem a incorporação de GO. Este resultado pode estar relacionado ao

aumento da interação entre a CFs e PA6 que pode ter restringido a mobilidade das moléculas e ter dificultado a sua deformação e, conseqüentemente, sua tenacidade quando solicitada por tensões bruscas, tornando-os quebradiços<sup>8</sup>.

A Tabela 2 apresenta os valores das temperaturas de deflexão ao calor (HDT).

Tabela 2: Resultados médios e desvios das temperaturas de deflexão ao calor (HDT).

<b>Amostras</b>	<b>HDT (°C)</b>
<b>PA6</b>	51,90 ± 0,67
<b>PA6/CF</b>	190,73 ± 1,51
<b>PA6/CFGO (0,5)</b>	195,17 ± 1,64

A incorporação da CFs na PA6 promoveu aumento de 267,4% na temperatura de deflexão térmica em comparação à PA6 pura. No entanto, não foram observadas mudanças significativas nos valores de HDT do compósito contendo a incorporação de GO, conforme análise estatística ANOVA (valor  $p > 0,05$ ).

## **CONCLUSÕES**

A incorporação das CFs, sem recobrimento com GO, na PA6 proporcionou aumento na resistência à flexão e no módulo de elasticidade em flexão e num decréscimo na resistência ao impacto quando comparado à PA6 pura.

O recobrimento das CFs com GO foi realizado com sucesso. Verificou-se que a incorporação de CFs contendo recobrimento de 0,5% de GO promoveu um aumento da interação PA6/CF resultando num aumento de resistência à flexão e no módulo de elasticidade em flexão e num decréscimo na resistência ao impacto quando comparado ao compósito de PA6/CF puro. Estes resultados comprovam a efetividade do GO como agente de acoplamento para o compósito PA6/CFs.

## **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem à Empresa Krisoll Resinas Plásticas Ltda pela doação de PA6 e utilização da extrusora e à Empresa Parabor pela doação da fibra curta de carbono.

## **REFERÊNCIAS**

1. HUNG, P. YAN et al. Surface modification of carbon fiber using graphene-related materials for multifunctional composites. *Composites Part B: Engineering*, v. 133, p. 240–257, 2018.
2. YAO, S. S. et al. Recent advances in carbon-fiber-reinforced thermoplastic composites: A review. *Composites Part B: Engineering*, v. 142, p. 241–250, 2018.
3. SANG, L. et al. A comparative study of the crystalline structure and mechanical properties of carbon fiber/polyamide 6 composites enhanced with/without silane treatment. *RSC Advances*, v. 6, n. 109, p. 107739–107747, 2016.
4. DIKE, A. S. Improvement of mechanical and physical properties of carbon fiber-reinforced polyamide composites by applying different surface coatings for short carbon fiber. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, v. 33, n. 4, p. 541–553, 2020.
5. SHARMA, M. et al. Carbon fiber surfaces and composite interphases. *Composites Science and Technology*, v. 102, p. 35–50, 2014.

6. KARGER-KOCSIS, J.; MAHMOOD, H.; PEGORETTI, A. Recent advances in fiber/matrix interphase engineering for polymer composites. *Progress in Materials Science*, v. 73, p. 1–43, 2015.
7. LIU, L. et al. Improving interfacial properties of hierarchical reinforcement carbon fibers modified by graphene oxide with different bonding types. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v. 107, p. 616–625, 2018.
8. ASHORI, A.; MENBARI, S.; BAHRAMI, R. Mechanical and thermo-mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites using exfoliated graphene nanoplatelets coating. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 38, p. 37–42, 2016.

## **POLYAMIDE 6 COMPOSITES CONTAINING SHORT CARBON FIBERS COATED WITH GRAPHENE OXIDE: MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES**

### **ABSTRACT**

*This work aimed to develop and characterize polyamide 6 (PA6) composites containing 7.5 wt. % of short carbon fibers (CFs), coated or not with 0.5 wt.% graphene oxide, to evaluate the influence of GO on the interfacial adhesion between PA6 and CFs. Graphite oxide (GrO) was prepared from graphite powder by chemical oxidation, using the modified Hummers method. Its exfoliation was carried out using ultrasound, obtaining a dispersion of graphene oxide (GO) in water. The deposition of GO on the surface of the CFs was carried out in a volumetric flask containing a water dispersion of GO mixed with the fibers. The PA6/CFs composites were prepared by extrusion and the specimens were obtained by injection molding. The mechanical properties were characterized by flexural and impact tests. Thermal properties were characterized by HDT analyses. The incorporation of CFs in PA6 provided an increase in flexural strength and flexural modulus and a decrease in impact strength when compared to neat PA6. The incorporation of 0.5wt.% GO resulted in an increase in flexural strength and flexural modulus and a decrease in impact strength when compared to the pure PA6/CF composite, indicating an increase in the PA6/CF interaction and the effectiveness of GO as a coupling agent for the composite. The HDT values showed no significant changes compared to the pure PA6/CF composite.*

**Keywords:** *Polyamide 6, Short Carbon Fibers, Graphene Oxide, Coupling Agent, Composites.*