



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá

PATRICIA VILARES

**Obtenção e caracterização de compósitos nanoestruturados de poli (éter imida)
reforçados com nanoplaquetas de grafeno.**

Guaratinguetá
2023

Patricia Vilares

**Obtenção e caracterização de compósitos nanoestruturados de poli (éter imida)
reforçados com nanoplaquetas de grafeno.**

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador (a): Prof. Dr. Luis Felipe de Paula Santos

Coorientador (a): Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

Guaratinguetá
2023

V697o	Vilares, Patricia Obtenção e caracterização de compósitos nanoestruturados de poli (éter imida) reforçados com nanoplaquetas de grafeno / Patricia Vilares - Guaratinguetá, 2023. 61 f : il. Bibliografia: f. 55-61 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2023. Orientador: Prof. Dr. Luis Felipe de Paula Santos Coorientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho 1. Nanocompósitos (Materiais). 2. Nanopartículas. 3. Materiais nanoestruturados. 4. Compósitos poliméricos. I. Título. CDU 620.1
-------	---

PATRICIA VILARES

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE
DO REQUISITO PARA OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
“GRADUADA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS”

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS



Prof. Dr. José Vitor Cândido de Souza
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. Luis Felipe de Paula Santos
Orientador/ Laboratório de Estruturas Leves (LEL)/IPT



Drª. Juliana Bovi de Oliveira
Laboratório de Estruturas Leves (LEL)/IPT



Profª. Drª Luíza dos Santos Conejo
Laboratório de Estruturas Leves (LEL)/IPT

Fevereiro de 2023

DADOS CURRICULARES

PATRICIA VILARES

NASCIMENTO	03/10/1999 – Santos / SP
FILIAÇÃO	Augusto Joaquim Vilares Filho Kátia Cilene Pinto Vilares
2017/2023	Bacharelado em Engenharia de Materiais Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
2019/2021	Bacharelado em Engenharia Generalista École Centrale de Lille (França)

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Augusto Joaquim Vilarés Filho e Kátia Cilene Pinto Vilarés, que me possibilitaram realizar meus estudos e me deram todo o apoio necessário em todas as fases de minha vida. Ao meu irmão Thiago Augusto Vilarés, que estudou grande parte do tempo na mesma escola que eu e me rendeu boas risadas. Ao meu cachorrinho Baby, que esteve presente em toda minha vida desde meus 4 anos até meus 21 anos, me acompanhando em todas as tardes de estudo.

Agradeço também aos meus amigos que estiveram presente em fases importantes de minha vida e me deram suporte emocional, dentre eles Leticia Marcondes de Souza e Leticia Baganha. Agradeço em último e não menos importante, ao meu orientador Prof. Dr. Luis Felipe de Paula Santos e meu co-orientador Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho, pelos ensinamentos passados, por toda ajuda e atenção ao decorrer deste trabalho de conclusão de curso.

“Quero pedir desculpa a todas as mulheres que descrevi como bonitas antes de dizer inteligentes ou corajosas. Fico triste por ter falado como se algo tão simples como aquilo que nasceu com você, fosse seu maior orgulho, quando seu espírito já despedaçou montanhas. De agora em diante vou dizer coisas como, “você é forte” ou, “você é incrível!”, não porque eu não te ache bonita, mas porque você é muito mais do que isso”;

Rupi Kaur

RESUMO

Os materiais em escala nanométrica, mais conhecidos como nanomateriais receberam destaque principalmente no século XXI. Após a descoberta de que esse material poderia trazer diversas vantagens na área térmica e química, por exemplo, diversos países começaram a investir em mais pesquisas nessa área. Dentro desse contexto, os compósitos nanoestruturados se destacam. A elevada área superficial das nanopartículas tende a aumentar a interação entre o reforço e a matriz do material polimérico, promovendo uma melhoria em algumas propriedades como por exemplo a térmica e a mecânica. No presente trabalho, filmes finos com e sem incorporação de nanoplaquetas de grafeno (GNP) foram processados a partir da técnica de mistura em solução. Diferentes porcentagens de GNP foram adicionadas à matriz polimérica de poli (éter imida) (PEI), sendo estas porcentagens de 0,1%, 0,5% e 1,0% em massa. Além das diferentes concentrações de GNP, foram obtidos filmes com o auxílio do dispersor de alto cisalhamento e a ponteira ultrassônica. Os filmes obtidos foram analisados via Difração de Raios-x (DRX) e Microscopia Óptica para caracterização da estrutura e morfologia dos filmes. Em seguida, realizou-se a análise térmica a partir da Termogravimetria (TGA) e, por último, o comportamento viscoelástico por meio da análise Dinâmico-Mecânica (DMA). Por fim, após as diferentes análises, conclui-se que o filme mais homogêneo foi o PEI/GNP 0,5% com uso do dispersor de alto cisalhamento e por sua vez, o filme considerado mais heterogêneo foi o PEI/GNP 1,0% com uso da ponteira ultrassônica. Pode-se ainda concluir que o dispersor obteve melhores resultados que a ponteira ultrassônica, podendo ser um melhor candidato para melhor dispersão do reforço de GNP na matriz polimérica de PEI.

PALAVRAS-CHAVE: Nanomateriais. Compósitos nanoestruturados. Nanoplaquetas de grafeno. PEI.

ABSTRACT

Nanoscale materials, also known as nanomaterials, have received main attention mainly in the 21st century. After the discovery that this material could bring several advantages in the thermal and chemical area, for example, several countries began to invest in more research in this area. Within this context, nanostructured composite materials stand out. The high surface area of nanoparticles tends to increase the interaction between the reinforcement and the polymer matrix, promoting an improvement in some properties such as thermal and mechanical. In the current final project, pure films and with reinforcement of graphene nanoplatelets (GNP) will be processed from the solution mixing technique. Different percentages of GNP will be added to the PEI polymer matrix, these percentages being 0.1%, 0.5% and 1.0% by mass. In addition to this percentage analysis, films will be obtained with the help of two equipment that will help in the dispersion of graphene nanoplatelets, these being the high shear disperser and the ultrasonic nozzle. The films obtained will be analyzed via X-ray Diffractometry (XRD) and Optical Microscopy for morphological analysis. Next, the thermal analysis was carried out from Thermogravimetry (TGA) and finally, the viscoelastic behavior through Dynamic-Mechanical Analysis (DMA). Finally, after the different analyses, it is concluded that the most homogeneous film was PEI/GNP 0.5% with the use of the high shear disperser and in turn, the film considered the most heterogeneous was PEI/GNP 1.0% with the use of the ultrasonic nozzle. It can also be concluded that the disperser obtained better results than the ultrasonic nozzle, which could be a better candidate for better dispersion of the GNP reinforcement in the PEI polymer matrix.

KEYWORDS: Nanomaterials. Nanostructured composites. Graphene nanoplatelets. PEI.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Obtenção do óxido de grafeno reduzido a partir do grafite.....	18
Figura 2 - Estrutura química do poli (éter imida) (PEI).....	19
Figura 3 - Amostra da matriz polimérica de PEI.....	25
Figura 4 - Nanoplaquetas de grafeno em pó.....	26
Figura 5 - Fluxograma processamento do filme de PEI e PEI/GNP.....	27
Figura 6 - PEI em <i>pellets</i> disperso em Diclorometano com ajuda do agitador magnético (a) e filme após ser retirado da estufa (b).....	28
Figura 7 - Uso da ponteira ultrassônica para processamento do filme de PEI/GNP.....	29
Figura 8 - Uso do dispersor de lto cisalhamento para processamento do filme de PEI/GNP...29	29
Figura 9 - Ensaios a serem realizados.....	30
Figura 10 - Equipamento SII Nanotechnology – SEIKO, modelo TG/DTA 6200.....	31
Figura 11 - Equipamento da marca Bruker, modelo D8 Advance.....	32
Figura 12 - Equipamento SII Nanotechnology - SEIKO modelo DMS 610.....	33
Figura 13 - DRX do grafeno, grafite e óxido de grafeno.....	34
Figura 14 - DRX da nanoplaqueta de grafeno (GNP).....	35
Figura 15 - DRX do poli éter (imida)	36
Figura 16 - Curvas de TGA e DTG do PEI REF.....	37
Figura 17 - Gráficos de TGA e DTG do GO, rGO, Gr e Gft.....	38
Figura 18 - Curvas de TGA e DTG do GNP.....	39
Figura 19 - DRX das nanoplaquetas de grafeno e dos filmes PEI/GNP com o Dispersor de Alto Cisalhamento.....	41
Figura 20 - Curva de TGA dos PEI e dos nanocompósitos.....	42
Figura 21 - Análise de DTG do PEI e PEI/GNP.....	43
Figura 22 - Curvas de módulo de armazenagem (E') do PEI e PEI/GNP.....	45
Figura 23 - Valor de $\tan \delta$ para o PEI REF. e nanocompósitos.....	46
Figura 24 - Filme PEI/GNP 0,1% (a), 0,5% (b) e 1,0% (c) com uso do dispersor.....	48
Figura 25 - Filme PEI/GNP 0,1% (a), 0,5% (b) e 1,0% (c) com uso da ponteira.....	48
Figura 26 – Imagem gerada pelo “ImageJ” do PEI/GNP 0,1% dispersor, PEI/GNP 0,5% dispersor (b) e PEI/GNP 1,0% dispersor (c).....	49
Figura 27 – Imagem gerada pelo “ImageJ” do PEI/GNP 0,1% dispersor (a), PEI/GNP 0,5% dispersor (b) e PEI/GNP 1,0% dispersor (c).....	50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades do PEI.....	25
Tabela 2 - Propriedades do GNP.....	26
Tabela 3 - Propriedades do Diclorometano.....	26
Tabela 4 - Porcentagens e respectivas massas de GNP utilizadas.....	29
Tabela 5 - Temperaturas dos dois picos do PEI/REF. presentes na curva de TGA.....	37
Tabela 6 - Propriedades do PEI puro e suas temperaturas iniciais, finais e de pico.....	37
Tabela 7 - Análise da T_{onset} , $T_{5\%}$, T_{max} e %R do PEI e do PEI/GNP.....	43
Tabela 8 – Valores do módulo de armazenamento em 28 C° e 150 C°.....	45
Tabela 9 - Valores de T_g e $\tan \delta$ para os filmes de PEI REF. e PEI/GNP.....	47
Tabela 10 – Dados do filme PEI/GNP 0,1% com uso do dispersor.....	49
Tabela 11 – Dados do filme PEI/GNP 0,5% com uso do dispersor.....	50
Tabela 12 – Dados do filme PEI/GNP 1,0% com uso do dispersor.....	50
Tabela 13 – Dados do filme PEI/GNP 0,1% com uso da ponteira.....	51
Tabela 14 – Dados do filme PEI/GNP 0,5% com uso da ponteira.....	51
Tabela 15 – Dados do filme PEI/GNP 1,0% com uso da ponteira.....	51

LISTA DE SÍMBOLOS

n	número natural
λ	comprimento de onda
d	distância interplanar
θ	ângulo de incidência em relação ao plano
E'	módulo de armazenamento
E''	módulo de perda
$\tan \delta$	amortecimento mecânico

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	13
1.1	OBJETIVOS.....	13
1.2	APRESENTAÇÃO DO TRABALHO.....	14
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	15
2.1	COMPÓSITOS POLIMÉRICOS.....	15
2.2	GRAFENO E SUAS PROPRIEDADES.....	16
2.3	POLI (ÉTER-IMIDA) – PEI.....	18
2.4	MÉTODOS DE OBTENÇÃO DO COMPÓSITO NANOESTRUTURADO.....	19
2.4.1	Polimerização in situ	19
2.4.2	Mistura em solução	19
2.4.3	Mistura em fusão	20
2.5	ANÁLISE DO COMPÓSITO NANO-ESTRUTURADO.....	21
2.5.1	Análise morfológica.....	21
2.5.2	Análise térmica.....	22
2.5.3	Propriedades Viscoelásticas.....	23
3	MATERIAIS E MÉTODOS	25
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS.....	25
3.2	PROCESSAMENTO DO FILME DE PEI E PEI/GNP	26
3.3	CARACTERIZAÇÃO DO FILME DE PEI E PEI/GNP	30
3.3.1	Caracterização térmica	30
3.3.1.1	Termogravimetria (TGA)	31
3.3.2	Caracterização da estrutura e morfologia.....	31
3.3.2.1	Difratograma de raios-x (DRX).....	31
3.3.2.2	Microscópio óptico.....	32
3.3.3	Caracterização viscoelástica.....	32
3.3.3.1	Análise dinâmico mecânica (DMA).....	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO PEI PURO E DO GNP.....	34
4.1.1	Difratograma de Raios-X (DRX) do PEI e do GNP.....	34
4.1.2	Termogravimetria (TGA) do PEI puro e do Grafeno.....	36
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS NANOCOMPÓSITOS DE PEI/GNP.....	40

4.2.1	Difratograma de Raios-X (DRX) dos nanocompósitos.....	40
4.2.2	Termogravimetria dos nanocompósitos.....	41
4.2.3	Análise Dinâmico-Mecânica (DMA).....	44
4.2.4	Microscópio Óptico.....	47
5	CONCLUSÕES	54
	REFERÊNCIAS	55

1 INTRODUÇÃO

O estudo de novos materiais e suas propriedades sempre foi de interesse na área de avanços tecnológicos. Dentro deste tema, os materiais poliméricos obtiveram destaque, principalmente após a Segunda Guerra Mundial, quando os polímeros chamados sintéticos passaram a estar disponíveis no mercado. Os silicões, o *teflon*, o *nylon*, são alguns exemplos de nomes comerciais conhecidos por grande parte da sociedade e que foram sintetizados nessa época (HACKER et al., 2019).

Essa classe de materiais obteve destaque nos últimos anos, especialmente na área automotiva, aeroespacial, biotecnologia, entre outras. O crescimento rápido na pesquisa e produção do polímero se deu devido à necessidade de substituir materiais clássicos em diversas aplicações (FELDMAN, 2012).

A nanotecnologia, por sua vez, tornou-se uma tendência no século XXI. Ao observar o potencial dessa nova tecnologia, diversos países moveram seus recursos financeiros em uma espécie de corrida pela descoberta de novos materiais nanométricos (ZANETTI-RAMOS et al., 2007).

Dentro desse tema, os nanocompósitos obtêm certa vantagem, como o fato de uma pequena quantidade de reforço, em escala nanométrica, poder trazer grandes melhorias em determinadas propriedades do material (SALES, 2013). Basicamente, o compósito é denominado como uma combinação de pelo menos duas ou mais fases distintas denominadas de matriz e reforço, e pode ser encontrado desde painéis automotivos à móveis, demonstrando sua vasta gama de aplicação (SINGH et al., 2021).

Para o reforço do material nanocompósito diversos materiais podem ser selecionados, dependendo da aplicação final do mesmo. Desta forma, tem-se um material com ótimo potencial para reforço em matriz polimérica: o grafeno. Este vem sendo um dos materiais mais estudados e fascinantes nos últimos anos. Ele recebeu destaque principalmente quanto às suas propriedades mecânica, térmica, elétrica, entre outras (MBAYACHI et al., 2021). Desta forma, o presente trabalho irá juntar ambos os temas, visando o estudo de um nanocompósito reforçado com material grafênico.

1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho possui como objetivo avaliar o efeito da adição de grafeno em um material polimérico e das técnicas de processamento (ponteira ultrassônica e dispersor de alto cisalhamento) na morfologia e no comportamento térmico de compósitos nanoestruturados.

Como objetivos específicos, destacam-se:

- Processamento da matriz polimérica, poli (éter imida) (PEI) com e sem adição de material grafênico por meio da técnica de mistura em solução com auxílio da ponteira ultrassônica e dispersor de alto cisalhamento;
- Caracterização da matriz polimérica de PEI e do material grafênico a partir da Difratomia de Raios-X (DRX), Termogravimetria (TGA) e microscopia ótica;
- Caracterização dos compósitos nanoestruturados produzidos a partir da Análise Dinâmico-Mecânica (DMA), Termogravimetria (TGA), Microscopia Óptica e Difratomia de Raios-x (DRX).

1.2 APRESENTAÇÃO DO TRABALHO

O presente trabalho foi realizado em diferentes etapas. Portanto, para cumprir as atividades previstas a seguinte divisão foi proposta:

- Capítulo 1 – Introdução: traz uma breve contextualização da pesquisa apresentando informações relevantes quanto ao material nanocompósito a ser estudado e o crescimento da demanda de compósitos e compósitos nanoestruturados, o que motiva ainda mais este trabalho de conclusão de curso;

-Capítulo 2 – Revisão da literatura: neste capítulo serão aprofundados conceitos teóricos importantes para o entendimento do trabalho e dos capítulos que o sucedem, tais como: compósitos poliméricos, grafeno e suas propriedades, técnicas de processamento, entre outros;

- Capítulo 3 – Materiais e Métodos: apresenta os materiais e métodos que foram utilizados para obtenção do compósito nanoestruturado e ensaios realizados para caracterização do polímero, material grafênico e nanocompósitos;

- Capítulo 4 – Resultados e discussões: apresenta os resultados obtidos e as discussões com base na literatura disponível;

- Capítulo 5 – Conclusões: exhibe as considerações finais obtidas a partir da pesquisa desenvolvida.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Os compósitos são constituídos por duas ou mais fases distintas, imiscíveis entre si e quimicamente compatíveis. De modo geral, tem-se uma fase chamada de matriz, que pode ser polimérica, cerâmica ou metálica, e outra fase denominada dispersa, comumente conhecida como reforço, seja este particulado, fibras contínuas e fibras descontínuas. A matriz, caracteriza-se pela fase aglutinante que permite a transferência dos esforços, proteção ao reforço e estabilidade geométrica. O reforço, por sua vez, confere resistência e rigidez ao material. As propriedades mecânicas, térmicas, ópticas entre outras dependem diretamente de alguns fatores como a geometria do reforço, fração volumétrica entre reforço e matriz, interação físico-química entre ambas as fases e técnica de processamento empregada. A combinação destes fatores afeta diretamente as propriedades finais do compósito (NETO; PARDINI, 2006).

Inicialmente, ressalta-se que a matriz polimérica pode ser constituída de um polímero termoplástico, termorrígido ou elastômero. Os termoplásticos possuem a particularidade de amolecerem quando submetidos a um aumento de temperatura ou pressão e de se solidificarem quando resfriados. Eles são caracterizados por cadeias poliméricas lineares ou ramificadas ligadas por interações intermoleculares, o que os conferem essa transformação reversível. O poliestireno (PS), polietileno (PE) e poli (éter imida) (PEI) são exemplos de alguns polímeros que se enquadram nessa categoria. Os polímeros termorrígidos, por sua vez, são polímeros de rede, suas ligações cruzadas são formadas entre as cadeias poliméricas durante o processo de cura (reticulação). Desta forma, ao aquecerem acima de certa temperatura, ocorre a degradação do polímero, ocasionada pela quebra de suas ligações cruzadas. Como exemplo desse tipo de material temos as resinas epóxi e fenólicas, entre outras (CALLISTER, 2002). Finalmente, os elastômeros são polímeros de cadeias longas, unidos por ligações covalentes. Ele é caracterizado pela sua alta flexibilidade, podendo ser estendido de 200 a 1000% seu comprimento inicial (JENS et al., 2022).

Grande parte dos compósitos poliméricos avançados processados hoje em dia conta com uma matriz termorrígida. Porém, as matrizes termoplásticas possuem alguns pontos positivos em relação as matrizes termorrígidas, como sua maior tenacidade à fratura, resistência a impactos, tolerância a danos e reciclabilidade. Desta forma, a matriz termoplástica torna-se a solução para alguns problemas (NOGUEIRA, 2004; PARDINI, 2006).

Dentro do universo dos materiais compósitos a subclasse de nanocompósitos se destaca por suas particularidades. O nanocompósito ou compósito nanoestruturado é o material onde pelo menos um dos constituintes possui pelo menos uma das dimensões em escala nanométrica. A adição, por exemplo, de um material em escala nanométrica em uma matriz polimérica pode modificar por completo as características tradicionais do material uma vez que estes influenciam na dinâmica molecular do polímero, resultando em uma elevada área superficial (MONTEIRO et al., 2022). Desta forma, com o aumento da área superficial, tem-se uma melhora na interação entre a matriz e o reforço, favorecendo a transferência dos esforços da matriz para o reforço (HOEPFNER, 2017).

A área da nanotecnologia foi um grande avanço histórico, visto a possibilidade de modificação nas propriedades dos materiais. O desenvolvimento deste tipo de material irá explorar novas propriedades, dentro da área térmica, química, na permeabilidade, entre outros (KOO et al., 2006). Os nanocompósitos podem ser encontrados em uma vasta gama de aplicações, como por exemplo, em painéis automotivos, móveis, aerogéis, células solares, entre outros.

2.2 GRAFENO E SUAS PROPRIEDADES

O grafeno é uma das formas cristalinas do carbono que vêm sendo estudada frequentemente pelos pesquisadores, graças às suas propriedades. Trata-se de uma folha 2D de átomos de carbono híbridos sp^2 que vem sendo muito utilizada para melhorias em algumas propriedades, como as térmicas, mecânicas, elétricas, entre outras. Graças a sua estrutura única, o grafeno possui diversas propriedades consideradas superiores, como uma boa resistência mecânica e alta condutividade térmica e elétrica (SEGUNDO et al., 2017). Sua condutividade térmica, por exemplo, pode variar entre 2000 e 5000 $m^{-1}K^{-1}$ em temperatura ambiente (KUMAR et al., 2022). Desta forma, as aplicações do grafeno estão dentre diversas áreas, como a biomédica, óptica, energia, construção, entre outras.

A obtenção do grafeno pode ser feita de duas formas, a partir de métodos *bottom-up* ou *top-down*. A primeira seria a forma de obter o grafeno a partir de moléculas de carbono simples, como metano e etanol. A segunda, por sua vez, seria a de separar as camadas de grafite, obtendo ao final as folhas de grafeno individuais. A síntese a partir da deposição química seria um exemplo do “*bottom-up*”, já as esfoliações mecânicas e químicas, seriam exemplos de “*top-down*” (MARASCHIN, 2016).

Sua síntese pode ser realizada de diferentes formas e, portanto, a qualidade e aplicação final do produto, será dependente da técnica empregada (SEGUNDO et al., 2017). A esfoliação mecânica, por exemplo, é um método físico onde o grafeno é obtido a partir da separação mecânica de folhas de grafeno. É considerado um método simples já que este não necessita de equipamentos especiais. As ligações de van der Waals entre as camadas de grafites podem ser quebradas facilmente com o uso de uma fita adesiva, permitindo a obtenção do grafeno. A desvantagem deste processo é a inviabilidade em larga escala (JUNIOR et al., 2017).

Outro método de síntese do grafeno que consegue contornar o problema da inviabilidade em larga escala é a deposição química em fase vapor. Os metais de transição como o Níquel (Ni) e Cobre (Cu), são expostos a um fluxo de gás de hidrocarbonetos a altas temperaturas. Neste caso, as moléculas de gás depositam-se sobre o substrato de Silício (Si)/ Óxido de Silício (SiO₂), resultando no filme fino. Esse sistema permite as condições ideais para a formação de estruturas grafíticas. Porém, como desvantagem desse processo tem-se a falta de controle na uniformidade dos filmes produzidos (JUNIOR et al., 2017). Por sua vez, o método de esfoliação química em fase líquida consiste em quebrar as interações moleculares do tipo π - π entre as camadas de grafeno fazendo uso de reagentes, como cloreto de potássio, ácido nítrico e ácido sulfúrico (ALENCAR, 2017).

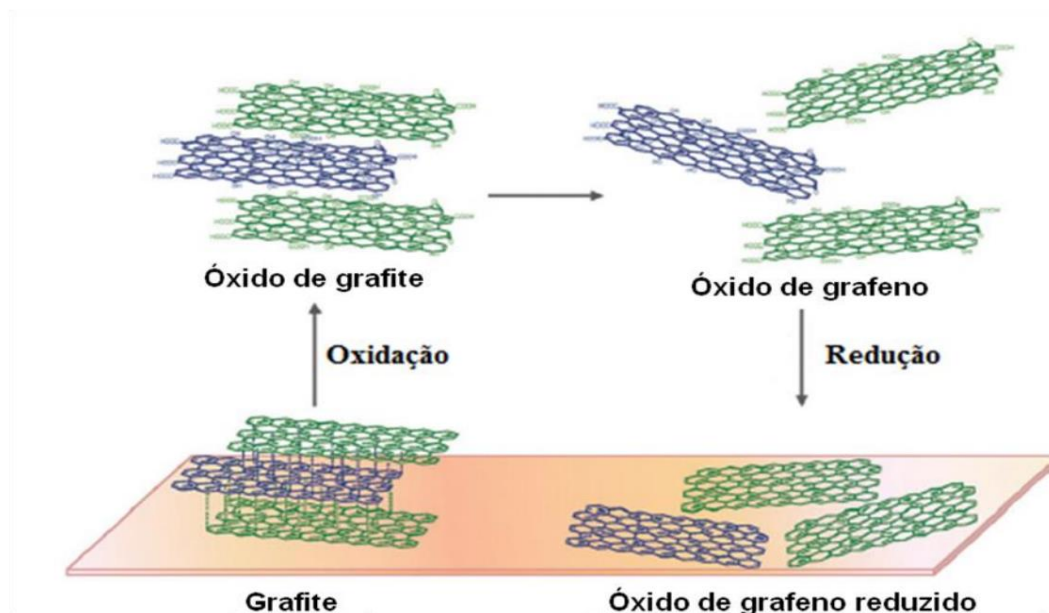
Desta forma, surgiram alguns derivados do grafeno, visando contornar o problema de dispersão deste a partir da funcionalização de forma covalente ou não-covalente. O óxido de grafeno tornou-se o mais popular, devido ao seu caráter hidrofílico (ZHANG et al., 2016).

O óxido de grafeno consiste em uma estrutura de grafeno funcionalizada com grupos epóxi, hidroxila, carboxílicos e carbonila. Ele é normalmente obtido a partir da oxidação de flocos de grafite, dando ao óxido de grafeno propriedades químicas semelhantes ao grafite oxidado. Ao introduzir esses grupos funcionais, tem-se um aumento na distância interlaminar, assim como uma alteração na hibridação dos átomos de carbono que passam de uma estrutura planar sp^2 para uma estrutura tetraédrica sp^3 (MARASCHIN, 2016).

Para obtenção do óxido de grafeno reduzido (Figura 1), por sua vez, existem duas formas mais comuns: a de redução térmica e a de redução química do Óxido de Grafeno (OG) inicial. Na redução térmica realiza-se o aquecimento rápido, controlado e em atmosfera inerte liberando moléculas de monóxido de carbono (CO), dióxido de carbono (CO₂) e água. Em contrapartida, na redução via química, agentes redutores como boro-hidreto de sódio e compostos contendo enxofre são utilizados para tal finalidade. A redução térmica é considerada uma forma mais barata de obtenção do óxido de grafeno reduzido quando comparada à redução química, visto que a redução térmica conta apenas com a temperatura como agente redutor,

além de não necessitar de etapas de purificação, como é o caso da redução química (MARASCHIN, 2016).

Figura 1 - Obtenção do óxido de grafeno reduzido a partir do grafite.



Fonte : Maraschin (2016).

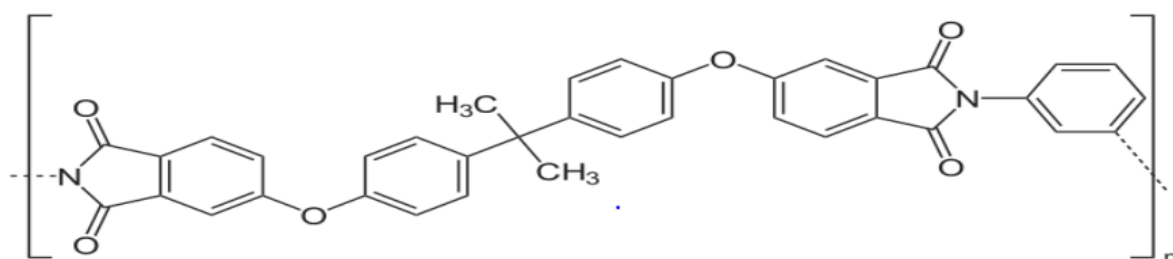
Como visto anteriormente, a síntese e a acessibilidade ao material grafênico são alguns impasses para seu uso em pesquisas. Devido à dificuldade de produzir o grafeno em altas escalas e seu preço elevado, as nanoplaquetas de grafeno (GNPs) são muitas vezes usadas como opção. As GNPs consistem em monocamadas de grafeno empilhadas e ligadas umas às outras por forças de van der Waals, consideradas ligações químicas fracas. Sendo assim, até 10 camadas de grafeno, pode-se considerar grafeno de fato e acima deste número e com um maior tamanho lateral, o material se identifica como nanoplaqueta de grafeno. Por conta desse fator, do preço elevado e dificuldade em conseguir o grafeno, as nanoplaquetas são comumente usadas em nanocompósitos poliméricos, que é o caso deste trabalho de conclusão de curso (ZOTTI et al., 2022).

2.3 POLI (ÉTER-IMIDA) – PEI

O poli (éter-imida), mais conhecido como PEI (Figura 2), é considerado um polímero termoplástico, comumente utilizado em aplicações de alta performance dentro do ramo automotivo e aeroespacial. Este material é um polímero amorfo que resulta da combinação de unidades de éter com imidas aromáticas (AL-SALEH et al., 2008). Graças a sua estrutura

química composta por anéis de benzeno, este material confere excelentes propriedades mecânicas e térmicas (com temperatura de transição vítrea de 217 °C), e possui alta estabilidade química. Além de todas essas características, esse polímero é de fácil processabilidade quando comparado a outros polímeros convencionais do mercado (LEE et al., 2020).

Figura 2 - Estrutura química do poli (éter imida) (PEI).



Fonte : Leonhardt (2018).

2.4 MÉTODOS DE OBTENÇÃO DO COMPÓSITO NANOESTRUTURADO

A qualidade do compósito dependerá da forma como ele foi processado e na qualidade de dispersão e distribuição do reforço/fibra na matriz (H. AL-SALEH et al., 2008). As nanoplaquetas de grafeno tendem a se aglomerar quando inseridos em um fluido como a matriz polimérica. A incorporação de nanopartículas em um fluido não é tão simples quanto parece, visto que, por conta de suas ligações de van der Waals, as nanopartículas tendem a se aglomerar ao invés de se dispersarem na matriz polimérica, dificultando a homogeneidade do material (BORDIGNON, 2018). As técnicas mais utilizadas para a obtenção de compósitos nanoestruturados são: a polimerização *in situ*, a mistura em solução e a mistura em fusão (SILVA, 2016).

2.4.1 Polimerização *in situ*

Neste método a dispersão da nanopartícula se dará em monômeros e a polimerização ocorrerá posteriormente, podendo ocorrer ou não na presença de solventes. A polimerização *in situ* pode promover uma melhor interação entre a matriz e o reforço, sendo esta uma vantagem a ser considerada, pois neste caso o polímero é formado na superfície da nanopartícula. Por outro lado, o alto custo dos monômeros e a dificuldade de obtenção dos mesmos podem ser algumas das desvantagens desse processo (FIM, 2012; OLIVEIRA e MACHADO, 2013; SANTOS, 2018).

2.4.2 Mistura em solução

A técnica de mistura em solução possui benefícios como sua excelente dispersão graças à baixa viscosidade quando comparada aos outros métodos. Este tipo de processamento conta com as seguintes etapas principais: a de dispersão da nanopartícula em uma suspensão de polímero e solvente, sendo o compósito nanoestruturado obtido a partir da evaporação do solvente e obtenção de um filme polimérico, por exemplo.

Um problema muito comum na incorporação do grafeno em uma matriz polimérica para obtenção de um nanocompósito, é a dificuldade de se obter uma boa dispersão e interação da matriz/grafeno (ZHANG et al., 2016).

A dispersão das nanopartículas, geralmente, ocorre com o auxílio da ponteira ultrassônica ou do dispersor de alto cisalhamento, a fim de obter uma suspensão homogênea e estável (H. AL-SALEH et al., 2008). No caso da ponteira ultrassônica, o ultrassom é aplicado diretamente na amostra, ajudando na dispersão do reforço na matriz. Basicamente, tem-se uma conversão da energia elétrica em energia mecânica, que é transmitida a partir dos chamados transdutores piezelétricos dentro do conversor. Portanto, essa mudança de energia elétrica para mecânica, é realizada devido à expansão e contração dos transdutores. As vibrações geram ondas de pressão no líquido, rompendo forças moleculares de coesão do material (BIOVERA, 2023). O uso da ponteira pode ser algumas vezes considerado agressivo, podendo danificar as cargas. Além disso, as vezes é necessário a utilização de gelo para evitar a evaporação do solvente de forma precoce (GUETHS, 2020). Um outro equipamento que pode ser utilizado para homogeneizar o nanocompósito é o dispersor de alto cisalhamento. Com a utilização de seu disco de cisalhamento que gira em alta rotação, este permite que os fluídos se movam para fora no sentido das aletas, quebrando assim aglomerados de partículas, cada vez menores, ajudando na dispersão do material (SUPERSTEEL, 2023).

Finalmente, a técnica de mistura em solução é considerada a melhor opção para obtenção de nanocompósitos em matriz polimérica. Este método é recomendado quando há uma certa compatibilidade química entre a matriz polimérica, o reforço e o solvente em questão (AMARAL, 2018).

2.4.3 Mistura em fusão.

Neste tipo de processamento, geralmente não há a presença de solventes. O reforço é disperso no polímero em seu estado fundido. A dispersão das nanopartículas no polímero se dá de forma mecânica e em temperaturas elevadas, a partir de uma extrusora, por exemplo. O

movimento das cadeias poliméricas irá permitir a esfoliação, intercalando as camadas do reforço. Porém, é importante lembrar que a viscosidade do material é um fator importante para a obtenção de um nanocompósito mais homogêneo, visto que a alta viscosidade, pode dificultar a dispersão entre matriz e reforço, não havendo uma dispersão uniforme. Este método é considerado comum para obtenção do nanocompósito final, porém, dependendo dos parâmetros usados como temperatura e velocidade da rosca, é possível que o compósito final não tenha uma boa dispersão da nanopartícula em sua matriz, resultando num material considerado mais "fraco" (FIM, 2012; SILVA, 2016).

2.5. ANÁLISE DO COMPÓSITO NANOESTRUTURADO.

2.5.1 Análise morfológica

Para analisar as propriedades morfológicas dos compósitos pode-se fazer uso de alguns ensaios. O ensaio a partir do microscópio óptico poderá trazer informações importantes desse compósito como, por exemplo, a dispersão do nanoreforço na matriz, característica relevante, visto a tendência de aglomeração do GNP em matriz polimérica de PEI. A presença de aglomerados de reforço pode impactar de forma negativa nas propriedades dos compósitos nanoestruturados, uma vez que estes trazem ao material um ponto concentrador de tensão, sendo, normalmente, a partir desse ponto que a falha se inicia (AMARAL, 2018).

O ensaio de DRX (Difração de Raios-X), é um dos mais conhecidos e este fornece informações quanto à estrutura molecular do material estudado. Informações como a distância interatômica, o arranjo dos átomos, magnitude das vibrações térmicas e direção de orientação, são alguns dados que são obtidos a partir da análise do DRX. Segundo os princípios da Lei de Bragg há um padrão de interferência de raios-X quando estes refletem num material cristalino. Utilizando esse fenômeno conhecido como difração, é possível obter medidas do comprimento de onda, ângulo de incidência do raio e a distância interplanar, possíveis de serem calculados a partir da equação (1).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

onde n é um número natural, λ é o comprimento de onda da radiação incidente, d é a distância entre dois planos atômicos e θ é o ângulo de incidência em relação ao plano considerado (COPELAND; BRAGG, 1957).

Em seu trabalho, Rodbari Reza et al. (2016) estudou nanocompósitos de poliestireno com óxido de grafeno. Ao observar seus resultados na análise de DRX, observou-se uma cristalização parcial do material, além da existência de grupos ricos em oxigênio em ambos os lados das folhas de grafeno. Pela sua análise, as cadeias poliméricas se intercalaram entre as nano lâminas de grafeno.

2.5.2 Análise térmica

As análises térmicas são de suma importância para obtenção de informações sobre o comportamento térmico do material em questão. A partir da análise de termogravimetria (TGA), por exemplo, pode-se obter uma comparação entre as temperaturas de degradação (inicial, máxima e final) dos materiais e, portanto, chegar à uma conclusão se a adição das nanoplaquetas de grafeno pode impactar positivamente neste resultado. Além disso, as características termogravimétricas são únicas para cada tipo de material e sua análise permite concluir até que temperatura determinado material pode ser submetido sem comprometer suas propriedades. Sendo assim, em compósitos, a análise térmica é indispensável para caracterizar o perfil de degradação do material estudado, visto que em temperaturas elevadas o material pode sofrer uma alteração em sua composição química, provocando assim mudanças nas propriedades físicas do material. Desta forma, a curva de degradação demonstrará o perfil de estabilidade térmica do material em questão (MOTHÉ, 2002).

A técnica de TGA é muito utilizada para a análise das propriedades térmicas dos compósitos nanoestruturados. Este ensaio acompanha a perda ou ganho de massa da amostra em função do tempo ou temperatura. Com o uso de uma termobalança, é possível pesar de forma contínua a amostra, à medida que esta é aquecida ou resfriada (DENARI et al., 2012).

Em seu trabalho, Sergio Domingues (2013) analisou o comportamento térmico do grafite, do óxido de grafeno e do óxido de grafeno reduzido a partir do ensaio de TGA. O grafite obteve uma maior estabilidade térmica quando comparado aos outros materiais devido a sua alta estabilidade estrutural. Além desta análise, foi possível observar que o grafite possui apenas um evento de perda de massa que ocorre em aproximadamente 700°C, correspondente à combustão do carbono. O óxido de grafeno por sua vez, contou com diversos eventos de perda de massa, sendo eles próximos de 22% e 19% até 100°C devido a perda de água; próximos de 38% e 31% devido à eliminação de grupos funcionais do tipo hidroxil, carboxil e epoxil nas temperaturas de 100 a 250°C; e por fim, próximo de 27% e 40% iniciando em 450°C devido à combustão do carbono.

Em seu trabalho de conclusão de curso, Vicente de Lima (2021), concluiu que a adição de óxido de grafeno como reforço à matriz polimérica de polipropileno (PP) permitiu um aumento na estabilidade térmica, fator evidenciado pelo aumento da temperatura máxima de degradação do material compósito em relação ao material de polipropileno puro. Este aumento na temperatura máxima de degradação foi de 444 °C para 451 °C para o polipropileno puro e o compósito de polipropileno com óxido de grafeno, respectivamente.

2.5.3 Propriedades Viscoelásticas

A análise dinâmico-mecânica (DMA) fornece informações sobre o comportamento viscoelástico característico dos materiais poliméricos. De forma sucinta, o comportamento viscoelástico é uma combinação dos dois tipos de materiais: o sólido elástico e o líquido viscoso, por isso seu nome de viscoelástico. O comportamento elástico possui forma definida e quando deformado assume nova forma de equilíbrio de forma que, uma vez a carga removida, retornam ao seu estado original. De forma antagônica, o estado viscoso não possui uma forma definida e, quando removida a carga aplicada, não retorna à forma original, sendo um processo irreversível (FRADE, 2015). A partir do processo de detecção de relaxação, o ensaio de DMA fornece parâmetros como o módulo de armazenamento (E'), módulo de perda (E'') e amortecimento mecânico ($\tan \delta$) (FIM, 2012).

De forma mais explicativa, o módulo de armazenamento (E') representa uma medida de elasticidade do material, enquanto o módulo de perda (E'') representa a resposta viscosa do material e, por fim, o amortecimento mecânico ($\tan \delta$), representa o ângulo de atraso e é obtido a partir da razão de E'' e E' , conforme a equação (2).

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (2)$$

O $\tan \delta$ é considerado um indicativo do desvio do comportamento considerado ideal, ou seja, totalmente elástico. Ele permite comparar a componente elástica e a componente viscosa do material e, desta forma, quanto maior for a intensidade dele, maior será a resposta elástica do material estudado (AMARAL, 2018).

Em seu trabalho, Bodo (2017), analisou termicamente e mecanicamente a adição de óxido de grafeno reduzido em seus filmes de poli-ácido láctico (PLA). A partir das análises de DMA, verificou-se um aumento de 105,66% no módulo de armazenamento quando óxido de grafeno reduzido foi adicionado ao seu material. Esta medida, indicou que o óxido de grafeno

reduzido permitiu obter um material de maior elasticidade quando comparado a sua forma considerada pura (sem o óxido de grafeno reduzido).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Para a obtenção dos nanocompósitos estudados neste trabalho, o material utilizado como matriz polimérica foi o poli (éter imida), mais conhecido como PEI, na forma de *pellets* (Figura 3), fornecido pela empresa SABIC e sob nome comercial ULTEM 1000. As principais propriedades deste polímero são apresentadas na Tabela 1.

Figura 3 - Amostra da matriz polimérica de PEI.



Fonte: Produção do próprio autor.

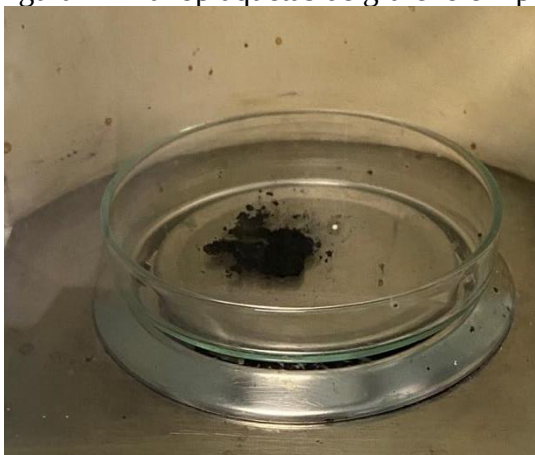
Tabela 1 - Propriedades do PEI

Propriedades	PEI
Absorção de água à 23°C	1,25%
Condutividade elétrica	10^{17} ohm-cm
Condutividade térmica	0,22 W/m°C
Massa específica	1,27 g/cm ³
Módulo de tração	3580 MPa
Resistência a tração	110 MPa
Temperatura de transição vítrea (T _g)	217°C

Fonte: Empresa Sabic (2018).

O material grafênico utilizado consiste em nanoplaquetas de grafeno fornecidas na forma de pó pela empresa alemã Nanografi, como mostrado na Figura 4. As principais propriedades do material grafênico utilizado encontram-se na Tabela 2.

Figura 4 - Nanoplaquetas de grafeno em pó.



Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 2- Propriedades do GNP.

Pureza	99,9%
Espessura	3 nm
Diâmetro	1,5 μm
Área de superfície	320 m^2/g
Condutividade	1400-1900 s/m

Fonte: Adaptado do site GRAPHENE (2021).

Além dos materiais mencionados, para o processamento via mistura em solução o solvente Diclorometano, fornecido pela empresa Química Moderna foi utilizado. Na Tabela 3 encontram-se as principais propriedades do solvente.

Tabela 3 - Propriedades do Diclorometano.

Ponto de ebulição inicial	39,8 C°
Taxa de evaporação	0,71
Cor	Incolor
Densidade de vapor	2,93 (Ar = 1,0)

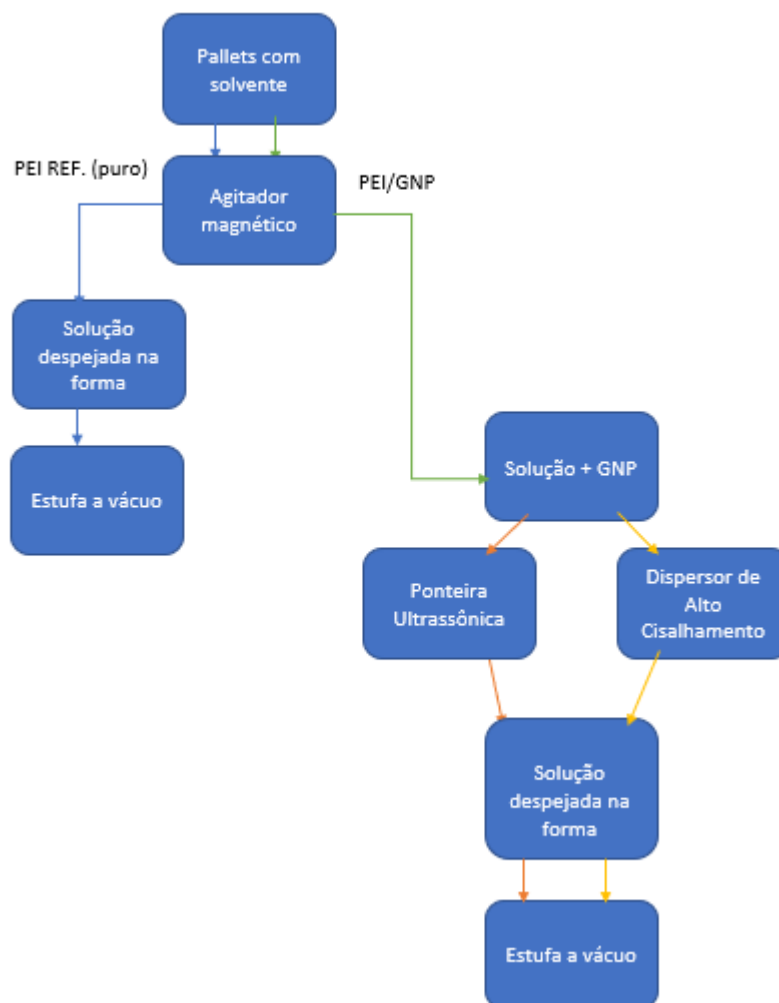
Fonte: Adaptado do site QUÍMICA MODERNA (2012).

3.2 PROCESSAMENTO DO FILME DE PEI E PEI/GNP

Os processamentos tanto do PEI puro quanto do PEI/GNP (nanoplaquetas de grafeno) foram realizados a partir da técnica de mistura em solução. Além disso, ressalta-se que para o processamento do PEI/GNP a dispersão do material grafênico foi realizada com a ponteira ultrassônica em uma rota e na outra com o dispersor de alto cisalhamento. A Figura 5

exemplifica as rotas de processamento empregadas. Ao final do trabalho, espera-se comparar ambos os métodos e como estes influenciaram na homogeneidade da dispersão e qualidade do filme obtido.

Figura 5 - Fluxograma de processamento do filme de PEI e PEI/GNP.



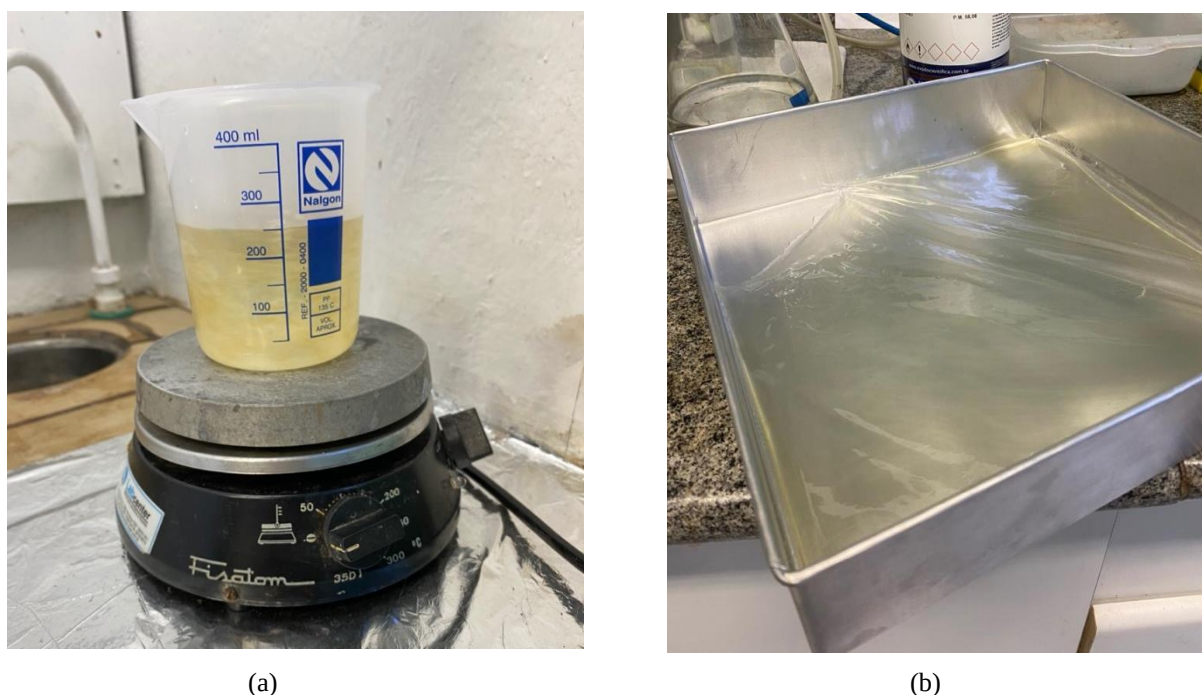
Fonte: Produção do próprio autor.

Para o processamento do filme de PEI puro, material de referência, a rota azul da Figura 5 foi seguida. Portanto, as seguintes etapas foram realizadas:

1ª - 10g de PEI em *pellets* foram dissolvidos em 300 mL de diclorometano com auxílio do agitador magnético durante 30 minutos (Figura 6a);

2ª - Após a solubilização, a solução foi vertida em uma forma de alumínio de dimensões de (30 x 30) cm e levada à estufa à vácuo a 42°C durante 3 horas, permitindo a evaporação do solvente e obtenção do filme de PEI puro (Figura 6b).

Figura 6 – (a) PEI em *pellets* disperso em Diclorometano com ajuda do agitador magnético e (b) filme após ser retirado da estufa.



Fonte: Produção do próprio autor.

A obtenção do compósito nanoestruturado, na forma de filme, de PEI/GNP (0,1%, 0,5% e 1% em massa) com o auxílio da ponteira ultrassônica (Figura 7) e o dispersor de alto cisalhamento (Figura 8) se deu a partir das seguintes etapas:

1ª - 10 g de PEI em *pellets* foram dissolvidos em 300 mL de diclorometano com auxílio do agitador magnético durante 30 minutos;

2ª - As respectivas porcentagens em massa (em relação ao polímero) de GNP, conforme mostrado na Tabela 4, foram adicionadas à solução formada na 1ª etapa;

3ª - A suspensão obtida na 2ª etapa foi levada a ponteira ultrassônica (*Hielscher Ultrasonic Processor*, modelo UP400St) para dispersão do GNP por 30 minutos a uma amplitude de 40% e submetida a um banho de gelo, visando evitar a evaporação do solvente (Figura 7). De forma alternativa, para efeitos de comparação de ambos os equipamentos, em paralelo e separadamente, a suspensão obtida na 2ª etapa foi levada ao dispersor de alto cisalhamento (Ultra Turrax IKA T18 Basic) por 15 minutos a 14.000 rotações por minuto (Figura 8);

4ª - A suspensão foi vertida em uma forma de alumínio com dimensões de (30 cm x 30) cm e levada a estufa à vácuo a 42°C durante 3 horas, para evaporação completa do solvente e obtenção do filme.

Tabela 4 - Porcentagens e respectivas massas de GNP utilizadas.

Porcentagem (%)	Massa (g)
0,1%	0,01g
0,5%	0,05g
1%	0,1g

Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 7 - Uso da ponteira ultrassônica para processamento do filme de PEI/GNP.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 8 - Uso do dispersor de alto cisalhamento para processamento do filme de PEI/GNP.

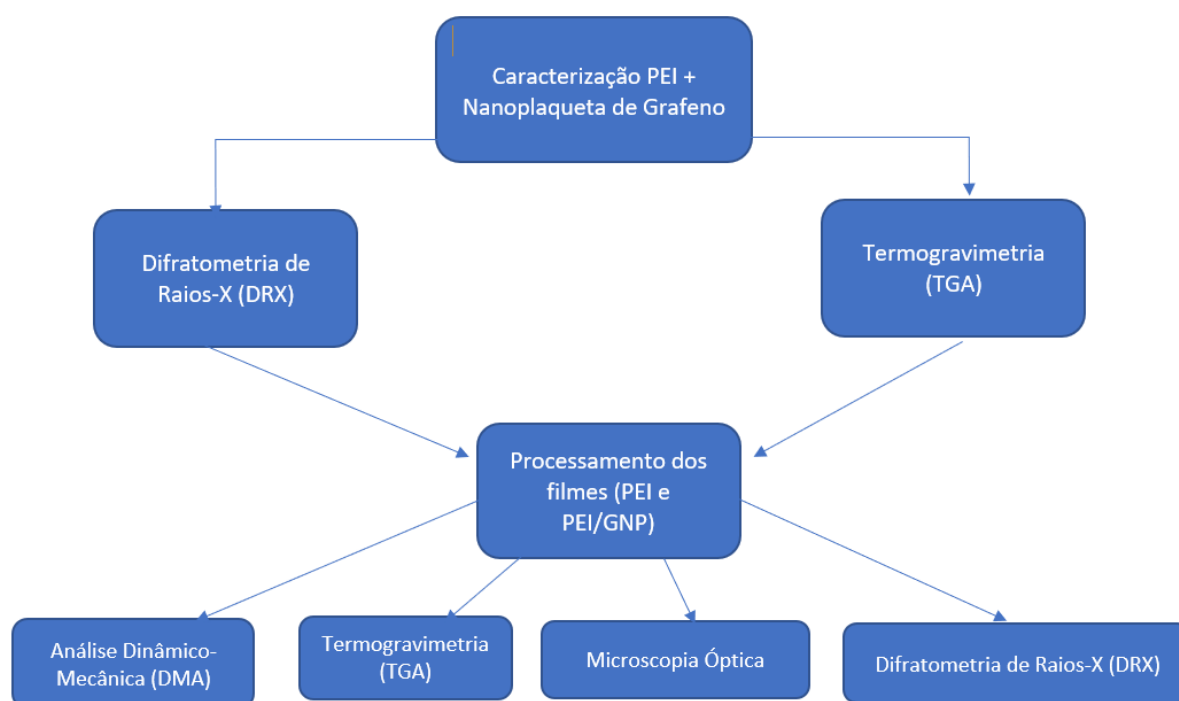


Fonte: Produção do próprio autor.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DO FILME DE PEI E PEI/GNP

No presente trabalho, alguns ensaios foram realizados visando avaliar o comportamento térmico do compósito processado com diferentes porcentagens de grafeno e a qualidade de dispersão do grafeno em sua matriz polimérica foi avaliada através de dois diferentes processamentos, um com o uso da ponteira ultrassônica e o outro fazendo uso de um dispersor de alto cisalhamento. Para tal, as seguintes análises foram realizadas como demonstrado na Figura 9:

Figura 9 - Ensaios a serem realizados.



Fonte: Produção do próprio autor.

Neste trabalho, conforme já mencionado visou-se estudar as características térmicas e morfológicas de nanocompósitos poliméricos obtidos a partir da incorporação do material grafênico. Além disso, avaliar se a adição do GNP promoveu melhoria nas propriedades estudadas e se as duas técnicas de processamento (ponteira ultrassônica e dispersor de alto cisalhamento) alteraram o comportamento da matriz polimérica. As características viscoelásticas também foram avaliadas, permitindo obter uma resposta quanto ao comportamento elástico e viscoso do material estudado. Por fim, a avaliação morfológica permite obter um melhor conhecimento do compósito e a qualidade do material obtido.

3.3.1 Caracterização térmica

3.3.1.1 Termogravimetria (TGA)

A partir desta técnica é possível avaliar a influência da adição do GNP na estabilidade térmica do material. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Análises Térmicas e Reologia do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP – Campus de Guaratinguetá. As análises foram realizadas em um equipamento da SII *Nanotechnology* – SEIKO, modelo TG/DTA 6200, conforme Figura 10.

Figura 10 - Equipamento SII *Nanotechnology* – SEIKO, modelo TG/DTA 6200.



Fonte: Produção do próprio autor.

Os parâmetros utilizados para realização das análises foram: massa aproximada de 5 mg; alumina como material de referência; taxa de aquecimento de 10 °C/min; faixa de temperatura de 25 °C a 1000 °C; e atmosfera de ar sintético com fluxo de 100 mL/min.

3.3.2 Caracterização da estrutura e morfologia

A caracterização da estrutura e da morfologia foi realizada a partir do DRX e do microscópio óptico, respectivamente, visando avaliar a dispersão do GNP na matriz polimérica de PEI.

3.3.2.1 Difração de raios-x (DRX)

A análise de DRX foi realizada à temperatura ambiente no equipamento da marca *Bruker*, modelo D8 Advance disponível no Laboratório de Análise de DRX na Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá (FEG-UNESP), conforme Figura 11. Utilizou-se tubo de cobre (Cu) de comprimento de onda de 1,5418 Å, voltagem de 40 kV, corrente de 25 mA, incremento de 0,01° e tempo de aquisição de 0,06 s. O difratograma foi obtido na região de $2\theta=10$ a 50°.

Figura 11 - Equipamento da marca *Bruker*, modelo D8 Advance.



Fonte: Produção do próprio autor.

3.3.2.3 Microscópio Óptico

Para uma análise visual dos filmes de PEI e PEI/GNP, foi utilizado o microscópio óptico da *Olympus* modelo DSX500.

3.3.3 Caracterização viscoelástica

3.3.3.1 Análise dinâmico mecânica (DMA)

As análises de DMA foram realizadas com o equipamento SII *Nanotechnology* - SEIKO modelo DMS 6100, como demonstrado na Figura 12. O ensaio foi realizado em uma atmosfera de nitrogênio com fluxo de 100mL/min, frequência de 1Hz, taxa de aquecimento de 3 °C/min, faixa de temperatura de 25 °C até 250 °C, modo de tração e força de 0,5 N/min. Para este ensaio, as amostras foram cortadas em dimensões próximas de (47,5 x 11,55 x 0,08) mm.

Figura 12 - Equipamento SII Nanotechnology - SEIKO modelo DMS 6100.



Fonte: Produção do próprio autor.

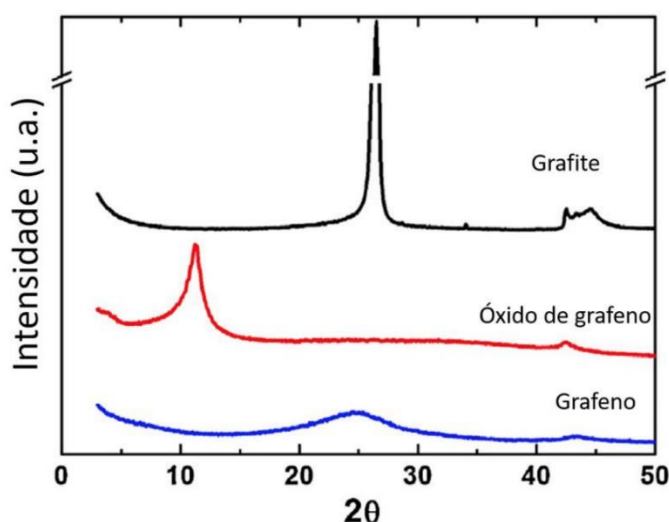
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO PEI PURO E DO GNP

4.1.1 Difratoograma de Raios-X (DRX) do PEI e do GNP

Como mencionado anteriormente, a técnica de difração de raios-x é comumente utilizada para caracterização de materiais de estruturas cristalinas. Para análise e interpretação do DRX das nanoplaquetas de grafeno, inicialmente é importante conhecer o comportamento do grafite e do grafeno, materiais estes que servirão como referência. Neste trabalho, adotou-se como referência os difratogramas do grafeno, grafite e óxido de grafeno da Figura 13. A partir do difratograma apresentado, observa-se para o grafite o pico em 2θ próximo a 26° , referente ao plano de índice (002), além dos picos próximos a 43° e $44,5^\circ$, referentes aos planos (100) e (101), respectivamente. Por sua vez, para o óxido de grafeno, tem-se um pico na região de 10° , correspondente ao plano (001). A partir da Lei de Bragg e sua equação (1), é possível calcular o espaçamento entre as folhas de óxido de grafeno de $8,33 \text{ \AA}$, contra $3,36 \text{ \AA}$ entre as folhas de grafite. Essa diferença no espaçamento interlaminar se dá por conta dos grupos funcionais com oxigênio ligados na estrutura entre as folhas de óxido de grafeno. O grafeno, por sua vez, possui o mesmo pico em 26° do grafite, porém com um aumento na largura do pico, indicando um empilhamento pouco desordenado. Além disso, outra característica observada é que este pico para o grafite é mais intenso, uma vez que este material apresenta maior cristalinidade (DE ALMEIDA, 2021).

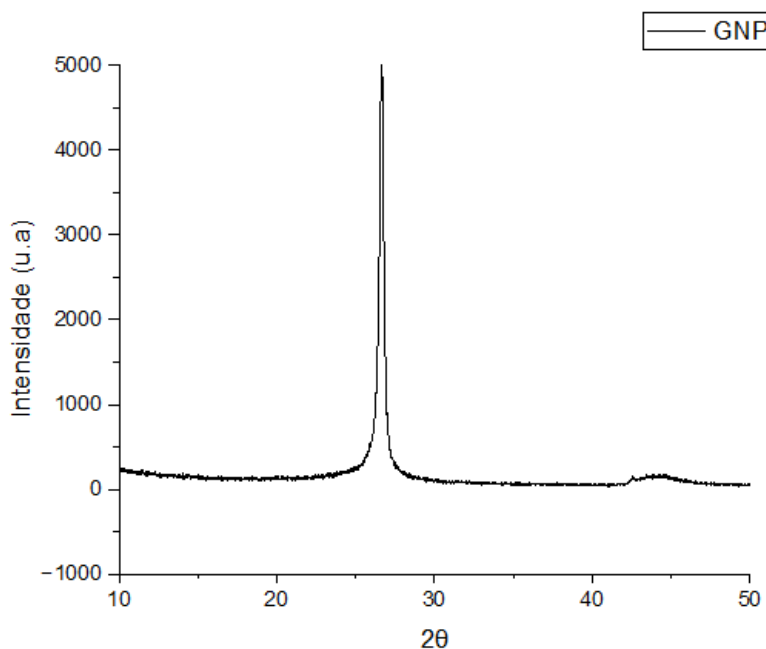
Figura 13 - DRX do grafeno, grafite e óxido de grafeno.



Fonte:- Adaptado de Almeida (2021).

O difratograma obtido para as nanoplaquetas de grafeno utilizadas neste trabalho encontra-se na Figura 14.

Figura 14 - DRX da nanoplaqueta de grafeno (GNP).

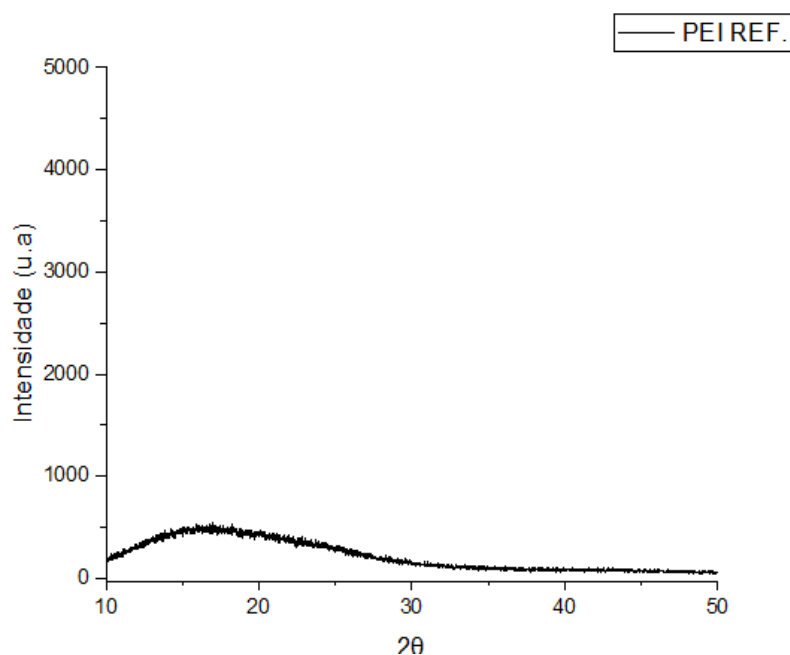


Fonte: Próprio do autor.

É possível observar que o DRX das nanoplaquetas de grafeno está mais próximo ao DRX do grafite, com um pico intenso e característico em $2\theta = 26,65^\circ$. Desta forma, pode-se concluir que o espaçamento interlaminar será próximo de $3,34\text{\AA}$ para o GNP contra $3,36\text{\AA}$ para o grafite.

Em segundo momento, tem-se a análise de DRX do material polimérico PEI na mesma escala do GNP para efeitos de comparação (Figura 15).

Figura 15 - DRX do poli éter (imida).



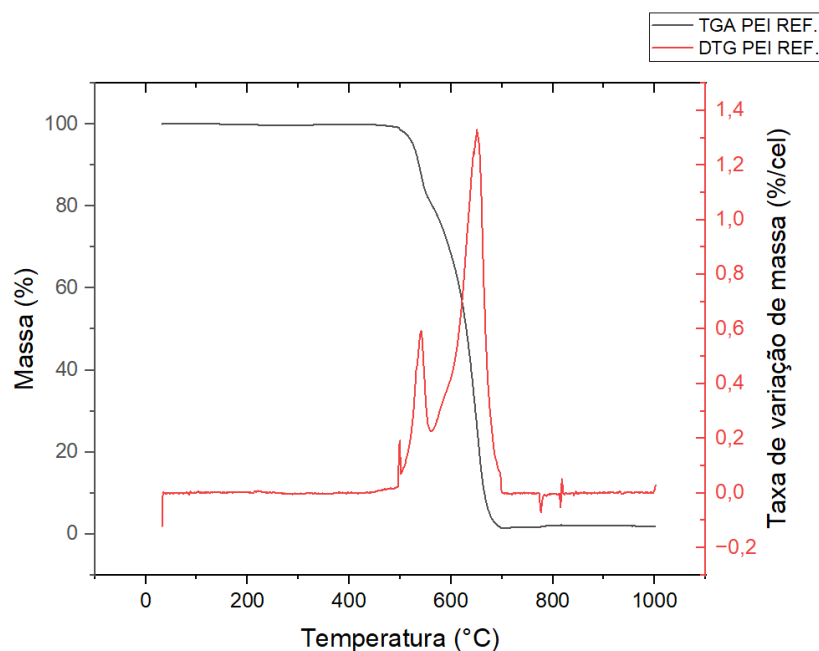
Fonte: Próprio do autor.

Pode-se observar pelo DRX que o PEI é considerado um material amorfo, visto seu DRX sem picos definidos, informação que se confirma pela literatura que define o PEI como um material termoplástico amorfo de alto desempenho (DECARLI, 2018).

4.1.2 Termogravimetria (TGA) do PEI puro e do Grafeno

Como mencionado, o polímero poli (éter imida) mais conhecido como PEI, vêm se destacando por suas excelentes propriedades térmicas e mecânicas. Dentro deste contexto, estudar a propriedade térmica, em particular, a decomposição térmica do material é de extrema importância para obtenção da temperatura de degradação do material e porcentagem de resíduo deste, visto que este trabalho irá contar com o PEI como matriz polimérica para o nanocompósito. A curva termogravimétrica obtida para o PEI puro é apresentada na Figura 16. A partir do resultado obtido verifica-se que o PEI tem pelo menos duas etapas de decomposição térmica, a primeira etapa compreendida entre 500 C° e 600 C° e a segunda entre 600 C° e 700 C°.

Figura 16 - Curvas de TGA e DTG do PEI REF.



Fonte: Próprio do autor.

Na Tabela 5, observa-se duas temperaturas máximas com os dois picos presentes de forma intensa no gráfico.

Tabela 5 - Temperaturas dos dois picos do PEI/REF. presentes na curva de TGA.

Material	Temperatura inicial	Temperatura máx. 1º pico	Temperatura máx. 2º pico	Temperatura final	% R
PEI REF.	500 C°	540,03 C°	647,47 C°	800 C°	1,85%

Fonte: Próprio do autor.

A partir da Tabela 6, é possível observar que a temperatura de pico apresentada na literatura é de 500 °C, temperatura próxima a encontrada no primeiro pico do gráfico obtido pelo autor. Observa-se, além disso o segundo pico próximo da mesma temperatura obtida pelo autor.

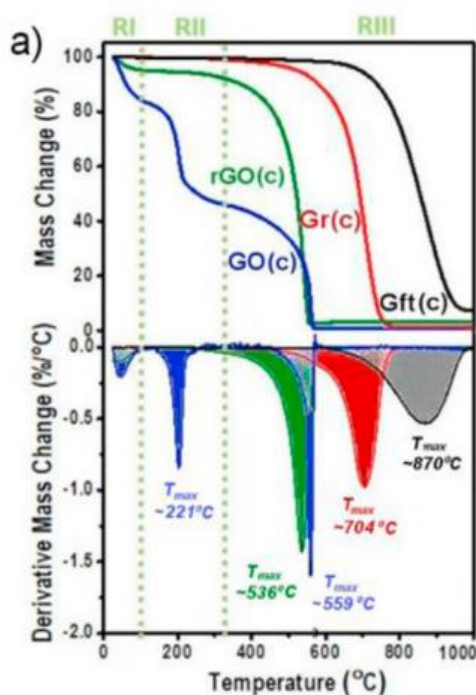
Tabela 6 - Propriedades do PEI puro e suas temperaturas iniciais, finais e de pico.

Material	Temperatura inicial	Temperatura do pico	Temperatura final	% R
PEI REF.	500 C°	520 C°	900 C°	~0%

Fonte: Adaptado de Stegelmann et al. (2018)

Quanto a análise termogravimétrica para o grafeno, destaca-se que esta é de grande importância, por auxiliar na identificação correta do material grafênico. De acordo com Farivar (2021) (Figura 17), os picos característicos da análise de DTG podem trazer informações para auxiliar na identificação do material, seja como óxido de grafeno (GO), óxido de grafeno reduzido (rGO), grafeno (Gr) ou grafite (Gft), visto que cada um possui uma curva termogravimétrica específica.

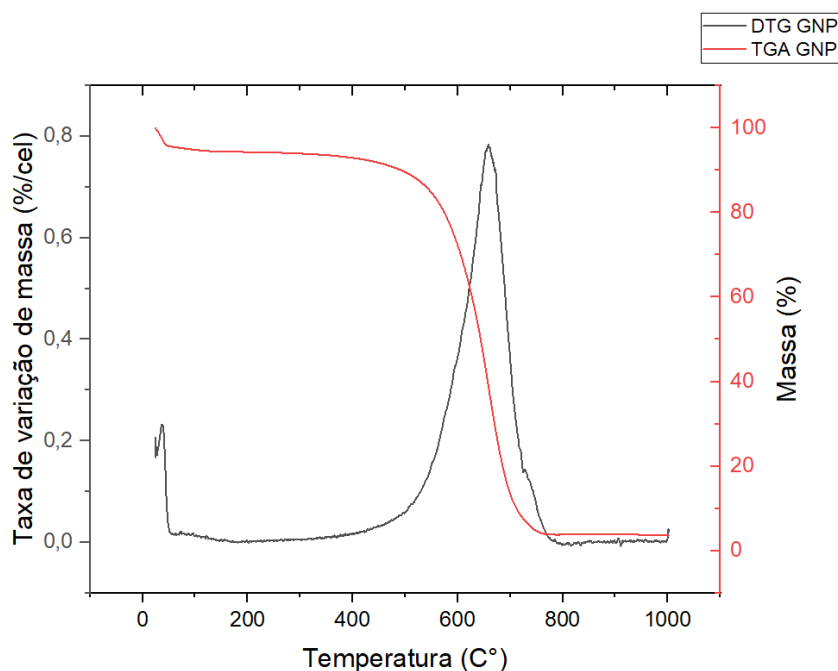
Figura 17 - Gráficos de TGA e DTG do GO, rGO, Gr e Gft.



Fonte: Farivar et al.(2021).

Desta forma, tem-se na Figura 18 a curva de TGA do GNP, para efeito de comparação com a literatura e conclusão de qual material ele mais se aproxima dentre o óxido de grafeno (GO), óxido de grafeno reduzido (rGO), grafeno (Gr) e grafite (Gft).

Figura 18 - Curvas de TGA e DTG do GNP.



Fonte: Próprio do autor.

A temperatura do pico obtida pelo gráfico de DTG é de 658,54 C°. Pode-se observar, portanto, que tanto os gráficos de TGA quanto o de DTG apresentaram-se mais próximos do gráfico correspondente ao material grafeno na literatura, contando com um evento de perda de massa e um pico característico que se aproxima mais de 704 C° referente a temperatura de pico do grafeno, mostrado na Figura 17.

Além dessa análise, um dado importante que pode-se obter a partir do gráfico de DTG é a chamada “meia altura” do pico. A meia altura de um pico DTG, também conhecida como "meia largura" ou "largura do pico", é uma medida da propagação ou dispersão de um pico em uma curva de análise termogravimétrica (TGA). É definida como a diferença entre as temperaturas em que o pico atinge a metade de sua altura máxima. Homogeneidade refere-se à uniformidade ou consistência de uma amostra, portanto no contexto de TGA, a homogeneidade refere-se à uniformidade da amostra em termos de seu comportamento térmico (MENDES, 2013; MOTHÉ et al., 2002; CHAVES, 2009).

Em geral, a relação entre a meia altura de um pico DTG e a homogeneidade de uma amostra é inversamente proporcional. Uma largura de pico mais estreita (meia altura menor) indica uma amostra mais homogênea, enquanto uma largura de pico mais larga (meia altura maior) indica uma amostra menos homogênea. Isso ocorre porque uma amostra mais homogênea terá um comportamento térmico mais consistente, resultando em uma largura de pico mais estreita, enquanto uma amostra menos homogênea terá um comportamento térmico

mais variável, resultando em uma largura de pico mais larga (MENDES, 2013; MOTHÉ et al., 2002; CHAVES, 2009).

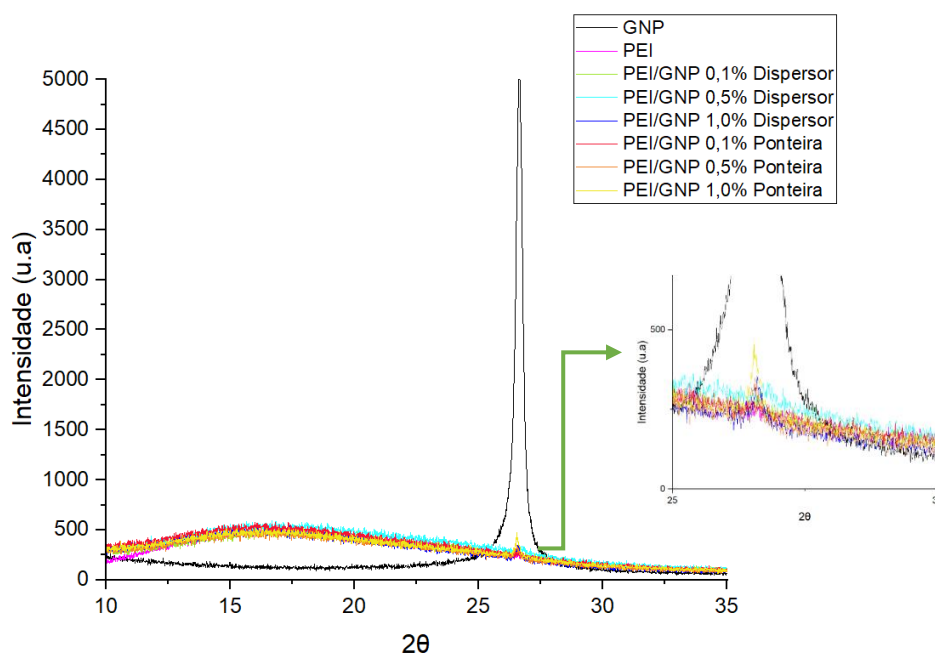
Após as informações sobre a importância do cálculo da meia altura da DTG e de como este dado pode ajudar na conclusão sobre a homogeneidade ou não da amostra em questão, chegou-se no valor de meia altura de aproximadamente 88,5 C°. Este valor de meia altura do pico da DTG do GNP será comparado ao valor do meio pico da DTG do grafeno, visto que o comportamento térmico que o GNP apresentou ficou próximo a um comportamento térmico do material grafeno. A partir da Figura 17, foi possível calcular a meia altura do pico da DTG do grafeno, chegando ao resultado de aproximadamente 70 C°, chegando a uma diferença de 26% no valor dos picos de meia altura. Desta forma, é possível concluir que o GNP possui maior heterogeneidade se comparado com o grafeno.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS NANOCOMPÓSITOS DE PEI/GNP

4.2.1 Difração de Raios-X (DRX) dos nanocompósitos

Na Figura 19, tem-se os gráficos de DRX do PEI REF, das nanoplaquetas de grafeno e dos filmes PEI/GNP para efeitos de comparação.

Figura 19 - DRX do PEI puro, das nanoplaquetas de grafeno e dos filmes PEI/GNP confeccionados a partir da utilização do dispersor de alto cisalhamento e da ponteira ultrassônica.



Fonte: Próprio do autor.

Comparando o gráfico da Figura 13 e Figura 19, é possível observar o mesmo pico característico do grafite e do grafeno no DRX das nanoplaquetas de grafeno em $2\theta = 26,65^\circ$ no plano de difração (002). Quanto aos filmes de PEI com GNP com uso da ponteira ultrassônica, o mesmo pico característico se apresentou nas três porcentagens, porém com diferentes intensidades, sendo o do PEI/GNP 1% o de maior intensidade (341 u.a), seguido do PEI/GNP 0,5% (255 u.a) e PEI/GNP 0,1% (244 u.a), respectivamente. Desta forma, é possível concluir que a intensidade dos picos referentes à fase do grafite em $2\theta = 26,65^\circ$ aumenta com o aumento da porcentagem de nanoplaquetas de grafeno. O aparecimento desse pico nos filmes de PEI/GNP indica o crescimento de uma estrutura cristalina de carbono, semelhante ao grafite, característico pelo seu pico com alta intensidade.

Em seguida, foi analisado o DRX dos filmes de PEI/GNP nas mesmas porcentagens de antes, 0,1%, 0,5% e 1%, porém utilizando o segundo método de processamento, o dispersor de alto cisalhamento.

Na Figura 19, é possível observar que no filme de PEI/GNP 0,1% com dispersor o pico característico em $2\theta = 26,65^\circ$ é o menos intenso (284 u.a) quando comparado com as outras porcentagens, 0,5% e 1% que apresentaram uma maior intensidade (ambos 315 u.a). Além disso, nota-se uma diferença de intensidade nos dois processamentos. No filme de PEI/GNP 0,1%, o dispersor apresentou um pico de intensidade maior que no filme de PEI/GNP 0,1% com

a ponteira ultrassônica (tendo o valor de 284 u.a para o dispersor e 244 u.a para a ponteira). Além disso, na porcentagem de 0,5% o filme processado a partir do dispersor obteve pico de maior intensidade quando comparado com o seu respectivo, processado a partir da ponteira (315 u.a contra 255 u.a). Por último, na porcentagem de 1% obteve-se um maior pico no processamento via ponteira ultrassônica (341 u.a) que via dispersor (315 u.a). Isso pode indicar um favorecimento da cristalização do grafeno ao usar o dispersor, pelo menos nessas duas porcentagens de 0,1% e 0,5% (DE ALMEIDA, 2021). A distância interplanar, por sua vez, pode ser calculada a partir da Lei de Bragg apresentada anteriormente.

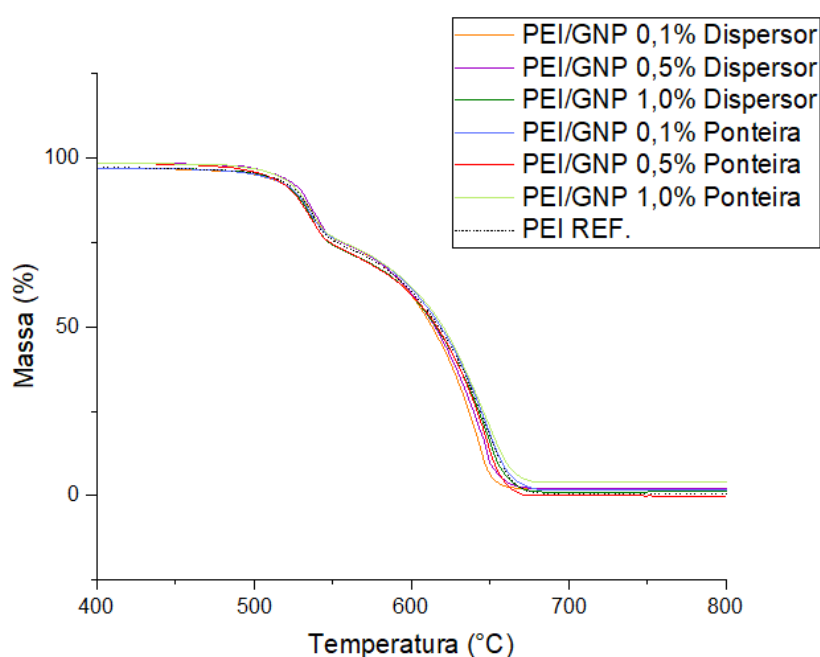
$$n\lambda = 2d \sin \theta \rightarrow 1 \cdot 1,5418 = 2 \cdot d \cdot \sin(13,325^\circ) \therefore d \approx 3,34 \text{ \AA}$$

Em todos, a distância interplanar foi próxima de 3,34Å, visto que o pico não sofreu deslocamento e permaneceu próximo de $2\theta = 26,65^\circ$.

4.2.2 Termogravimetria dos nanocompósitos

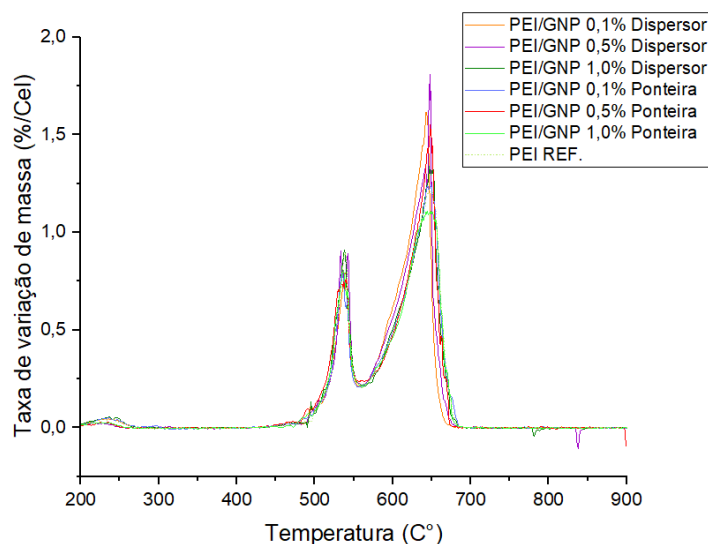
Em seguida, para efeitos de comparação entre os nanocompósitos de diferentes porcentagens e de dois métodos de processamentos diferentes (ponteira ultrassônica e dispersor de alto cisalhamento), tem-se a Figura 20 com as curvas de TGA e a Figura 21 com as curvas de DTG.

Figura 20 - Curva de TGA do PEI puro e dos nanocompósitos.



Fonte: Próprio do autor.

Figura 21 - Análise de DTG do PEI puro e dos PEI/GNP.



Fonte: Próprio do autor.

A partir dos dados obtidos no ensaio e nos gráficos, foi possível obter T_{onset} , $T_{5\%}$, T_{max} e %R como demonstrados na Tabela 7. Para comparação foram escolhidos como parâmetro a temperatura T_{onset} , definida com a temperatura inicial extrapolada de degradação, a temperatura a 5% de perda em massa, denominado como $T_{5\%}$, a T_{max} definida como a temperatura máxima e o %R correspondente à porcentagem de resíduo da amostra.

Tabela 7 - Análise da T_{onset} , $T_{5\%}$, T_{max} e %R do PEI e do PEI/GNP.

Material	T_{onset} (°C)	$T_{5\%}$ (°C)	T_{max} (°C)	%R
PEI REF	518	504,3	647,5	0,8%
PEI/GNP 0,1% Dispersor	512	499,9	643,0	1,8%
PEI/GNP 0,5% Dispersor	518	513,5	648,1	2,4%
PEI/GNP 1% Dispersor	525	502,8	646,6	1,3%
PEI/GNP 0,1% Ponteira	513	499,9	649,1	1,7%
PEI/GNP 0,5% Ponteira	509	506,0	647,9	0,1%
PEI/GNP 1% Ponteira	520	512,9	644,5	4,2%

Fonte: Próprio do autor.

Inicialmente, analisando as temperaturas T_{onset} , pode-se observar um aumento entre as T_{onset} com o aumento da porcentagem de GNP nos filmes PEI/GNP 1% com dispersor e

PEI/GNP 1% com ponteira, sendo este aumento de 7 °C e 2 °C respectivamente. É possível observar que neste caso, o início da decomposição térmica foi deslocado para temperaturas mais altas, este aumento de temperatura se deve provavelmente à presença do grafeno em maior porcentagem que retarda o processo de degradação, provavelmente devido à diminuição da mobilidade das cadeias poliméricas (FIM, 2012). Já para as porcentagens de PEI/GNP 0,1% com dispersor, PEI/GNP 0,1% com ponteira e PEI/GNP 0,5% com ponteira, houve uma diminuição da T_{onset} em 6 °C, 5 °C e 9 °C, respectivamente. No caso do filme de PEI/GNP 0,5% com dispersor, a temperatura continuou a mesma. Por sua vez na $T_{5\%}$ observa-se um aumento apenas em 0,5% com uso do dispersor, sendo este aumento de 9,2 °C. Já nas outras duas porcentagens de 0,1% e 1% com uso do dispersor houve uma queda de 4,4 °C e 1,5 °C, respectivamente. Para as porcentagens de 0,5% e 1% com uso da ponteira observa-se um aumento de 1,7 °C e 8,6 °C, respectivamente. Por outro lado, para a porcentagem de 0,1% com uso da ponteira, tem-se uma diminuição da temperatura em 4,4 °C.

Quanto às temperaturas máximas, observa-se uma diferença, sendo esta de diminuição das porcentagens de 0,1% e 1% com uso do dispersor em 4,5 °C e 0,9 °C, respectivamente. Por outro lado, houve um aumento na temperatura na porcentagem de 0,5% com uso do dispersor em 0,6 °C. Já nas porcentagens com uso da ponteira, tem-se um aumento nas porcentagens de 0,1% e 0,5% em 1,6 °C e de apenas 0,4 °C, respectivamente. Por último, tem-se uma diminuição na temperatura na porcentagem de 1% com uso da ponteira, sendo esta diferença de 3 °C. Um aumento na temperatura máxima de degradação de um material pode indicar que ele melhorou a estabilidade térmica, o que significa que pode suportar temperaturas mais altas antes de degradar-se. Esta pode ser uma propriedade desejável para materiais usados em aplicações de alta temperatura, como processos industriais ou aeroespaciais. Além disso, uma temperatura máxima de degradação mais alta também pode indicar que o material melhorou sua resistência química (AMARAL, 2018; J.K, 1989).

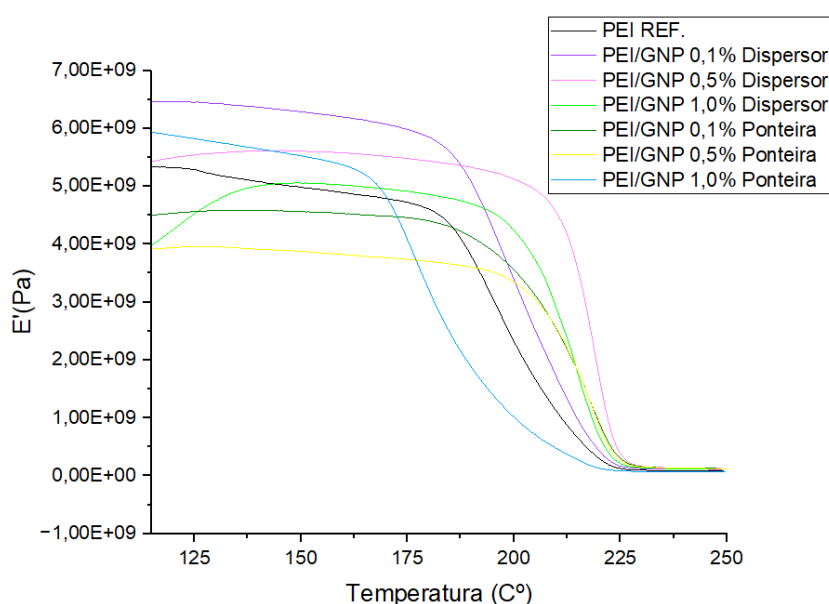
4.2.3 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

A análise dinâmico-mecânica permite obter informações quanto às interações entre matriz e reforço, além de um importante parâmetro chamado de temperatura de transição vítrea (T_g), permitindo determinar transições secundárias que estão relacionadas ao relaxamento de grupos laterais da cadeia polimérica, de grupo ou parte de grupos funcionais. Ainda neste tema, outros parâmetros importantes são o módulo de armazenamento (E') e o módulo de perda (E''). O primeiro representa a energia mecânica armazenada no sistema por ciclo, enquanto o segundo

representa a energia dissipada por ciclo, podendo estar relacionado a movimentos longos da cadeia principal ou ainda relaxações de segmentos laterais. A razão entre esses dois parâmetros permite obter o ângulo de fase, conhecido como $\tan \delta$ (TABOADA et al., 2008).

Desta forma, a Figura 22 relaciona o módulo de armazenamento (E') dos nanocompósitos em diferentes porcentagens em função da temperatura, além de trazer a informação do PEI REF. para fins de comparação e efetivamente avaliar se a incorporação do grafeno promoveu melhoras nas propriedades viscoelásticas.

Figura 22 - Curvas de módulo de armazenagem (E') do PEI e PEI/GNP.



Fonte: Próprio do autor.

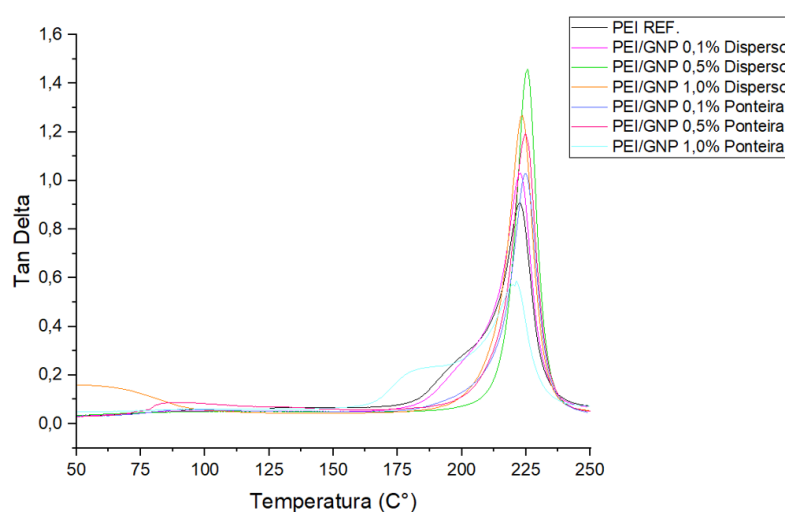
Tabela 8 - Valores do módulo de armazenagem em 30 °C e 150 °C.

Material	E' (GPa) a 30 C°	E' (GPa) a 150 C°
PEI REF.	5,08	4,98
PEI/GNP 0,1% Dispensor	6,55	6,29
PEI/GNP 0,5% Dispensor	4,25	5,61
PEI/GNP 1,0% Dispensor	4,13	5,06
PEI/GNP 0,1% Ponteira	2,92	4,56
PEI/GNP 0,5% Ponteira	1,98	3,88
PEI/GNP 1,0% Ponteira	6,94	5,52

Fonte: Próprio do autor.

Analisando a temperatura de 30 °C observa-se um aumento do módulo de armazenamento para os seguintes compósitos: PEI/GNP 0,1% com dispersor e PEI/GNP 1,0% com ponteira, sendo estes aumentos de 29% e 36,6% respectivamente quando comparados ao PEI REF. Pode-se observar que os nanocompósitos PEI/GNP 0,5% com dispersor, PEI/GNP 1,0% com dispersor, PEI/GNP 0,1% com ponteira e PEI/GNP 0,5% com ponteira obtiveram uma queda no valor do E' . Já em 150 °C, tem-se um aumento do módulo de armazenamento em: PEI/GNP 0,1% com dispersor, PEI/GNP 0,5% com dispersor, PEI/GNP 1,0% com dispersor e PEI/GNP 1,0% com ponteira, sendo estes aumentos de 26,3%, 12,6%, 1,6% e 10,8% respectivamente, quando comparados ao PEI REF. Os outros nanocompósitos (PEI/GNP 0,1% com ponteira e PEI/GNP 0,5% com ponteira) também obtiveram certa redução no valor de E'' . De acordo com a literatura, os aumentos nos valores de E' pode estar relacionado a uma boa dispersão das nanoplaquetas de grafeno na matriz de PEI, enquanto a redução neste valor de E' , pode estar relacionado ao inverso, ou seja, o favorecimento de aglomeração das partículas de GNP na matriz, impactando de forma negativa no módulo de armazenamento. Além disso, a boa interação entre matriz e GNP favorece a restrição da mobilidade da cadeia polimérica, consequentemente, contribuindo para o aumento de E' (FERREIRA et al, 2017; FIM et al, 2014; ZAHEDI e AMRAEE, 2018).

Figura 23 - Valor de $\tan \delta$ para o PEI REF. e nanocompósitos.



Fonte: Próprio do autor.

Tabela 9 - Valores de T_g e $\tan \delta$ para os filmes de PEI REF. e PEI/GNP

Material	$T_g(^{\circ}\text{C})$	$\tan \delta$
PEI REF.	222,7	0,9
PEI/GNP 0,1% Dispersor	222,9	1,03
PEI/GNP 0,5% Dispersor	225,7	1,45
PEI/GNP 1,0% Dispersor	223,7	1,26
PEI/GNP 0,1% Ponteira	225,12	1,02
PEI/GNP 0,5% Ponteira	224,8	1,2
PEI/GNP 1,0% Ponteira	221,3	0,6

Fonte: Próprio do autor.

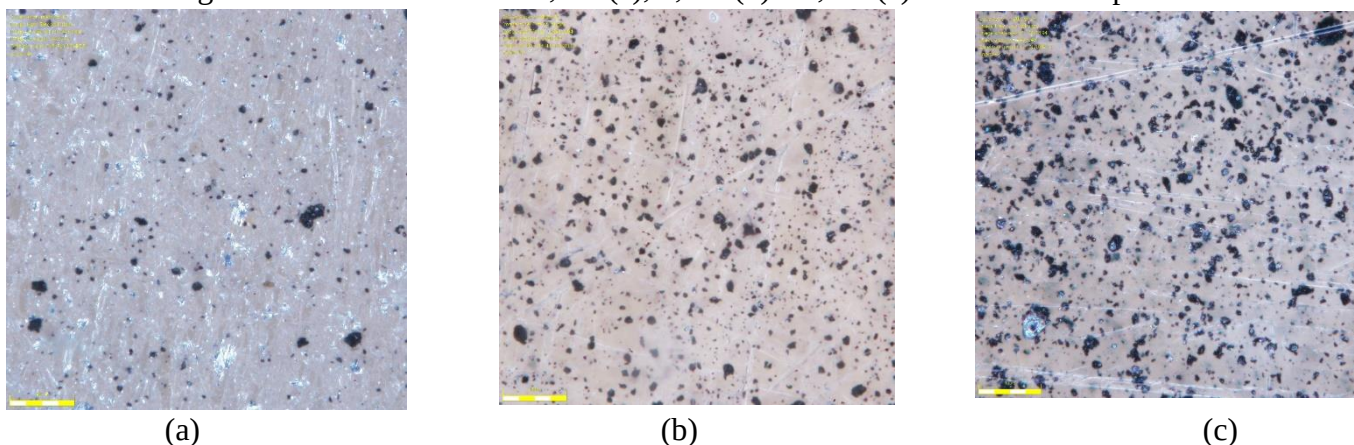
A partir da Tabela 9, é possível observar que a T_g do PEI REF. foi de 222,7 °C, valor coerente ao encontrado na literatura, conforme Tabela 1 com temperatura de 217 °C. Em segundo momento, para os nanocompósitos, houve um aumento na temperatura de transição vítrea para os compostos PEI/GNP 0,1% com uso de dispersor, PEI/GNP 0,5% com uso de dispersor, PEI/GNP 1,0% com uso de dispersor, PEI/GNP 0,1% com uso da ponteira e PEI/GNP 0,5% com uso da ponteira, sendo estes aumentos de 0,2 °C, 3 °C, 1 °C, 2,42 °C, 2,1 °C, respectivamente quando comparados ao PEI REF. Ou seja, todos os nanocompósitos obtiveram um aumento na T_g exceto o PEI/GNP 1,0% com uso da ponteira, onde houve uma redução desta em 1,4 °C. Esta redução pode estar associada a uma maior mobilidade das cadeias poliméricas, ocasionando uma redução na temperatura de transição vítrea (SANTOS, 2018; VELASCO-SANTOS et al, 2003). O nanocompósito que obteve maior aumento na T_g foi o PEI/GNP 0,5% com uso do dispersor, com um aumento de 1,3% quando comparado ao PEI REF. O aumento na T_g pode estar associado a uma menor mobilidade das cadeias poliméricas, de forma que o material permaneça em seu estado chamado vítreo.

4.2.4 Microscopia óptica

A análise dos filmes via microscopia óptica é considerado uma técnica que permite avaliar a dispersão do reforço de GNP na matriz polimérica de PEI. Como explicado anteriormente, ao adicionar o GNP na matriz, este tende a se aglomerar, sendo essa avaliação

da dispersão de suma importância. A Figura 24, apresenta os filmes de PEI/GNP com uso do dispersor em porcentagens de 0,1%, 0,5% e 1,0%, respectivamente com ampliação de 80x.

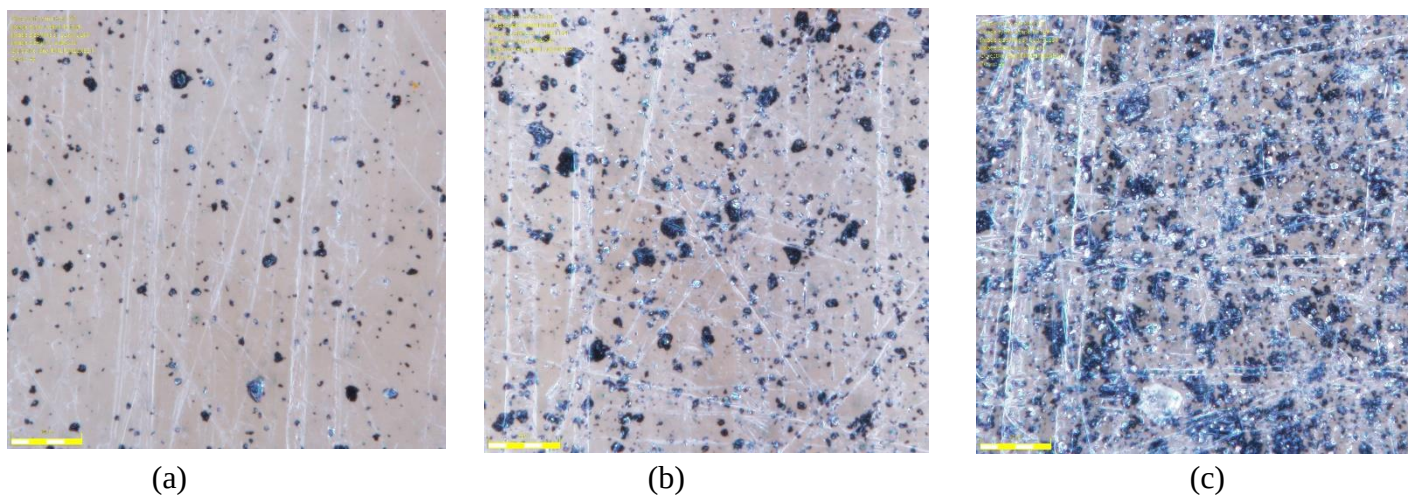
Figura 24 - Filme PEI/GNP 0,1% (a), 0,5% (b) e 1,0% (c) com uso do dispersor



Fonte: Produção do próprio autor.

Por sua vez, a Figura 25, apresenta os filmes PEI/GNP com uso da ponteira ultrassônica nas porcentagens 0,1%, 0,5% e 1,0%, respectivamente.

Figura 25 - Filme PEI/GNP 0,1% (a), 0,5% (b) e 1,0% (c) com uso da ponteira

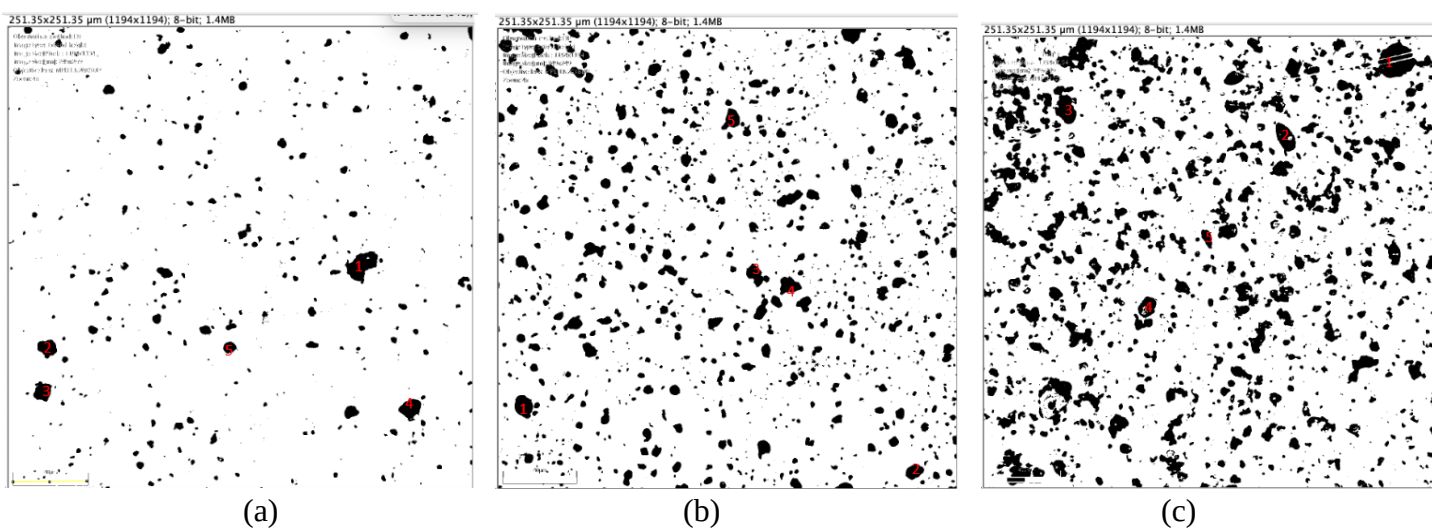


Fonte: Produção do próprio autor

Para uma melhor análise das imagens obtidas via microscopia ótica, utilizou-se o software “ImageJ”, visando obter o tamanho de algumas partículas para fins de comparação. Desta forma, na Figuras 26 tem-se o tratamento da imagem feito por esse software, do filme de

PEI/GNP 0,1%, 0,5% e 1,0% com uso do dispersor, respectivamente. Já nas Figuras 27 tem-se o tratamento da imagem feito por esse software do filme de PEI/GNP 0,1%, 0,5% e 1,0% com uso da ponteira, respectivamente.

Figura 26 – Imagem gerada pelo “ImageJ” do PEI/GNP 0,1% dispersor (a), PEI/GNP 0,5% dispersor (b) e PEI/GNP 1,0% dispersor (c).



Fonte: Próprio do autor.

Para melhor análise, medidas das partículas foram realizadas. Na Figura 26, tem-se as partículas numeradas conforme Tabela 10, 11 e 12

Tabela 10 – Dados do filme PEI/GNP 0,1% com uso do dispersor

Número da partícula	Área (μm^2)	Perímetro (μm)
1	200,842	51,288
2	60,713	28,389
3	58,143	27,119
4	97,851	35,080
5	27,299	18,518

Fonte: Próprio do autor.

Tabela 11 – Dados do filme PEI/GNP 0,5% com uso do dispersor

Número da partícula	Área (μm^2)	Perímetro (μm)
1	79,947	31,745
2	49,82	25,131
3	76,224	33,170
4	83,315	32,437
5	71,438	32,633

Fonte: Próprio do autor.

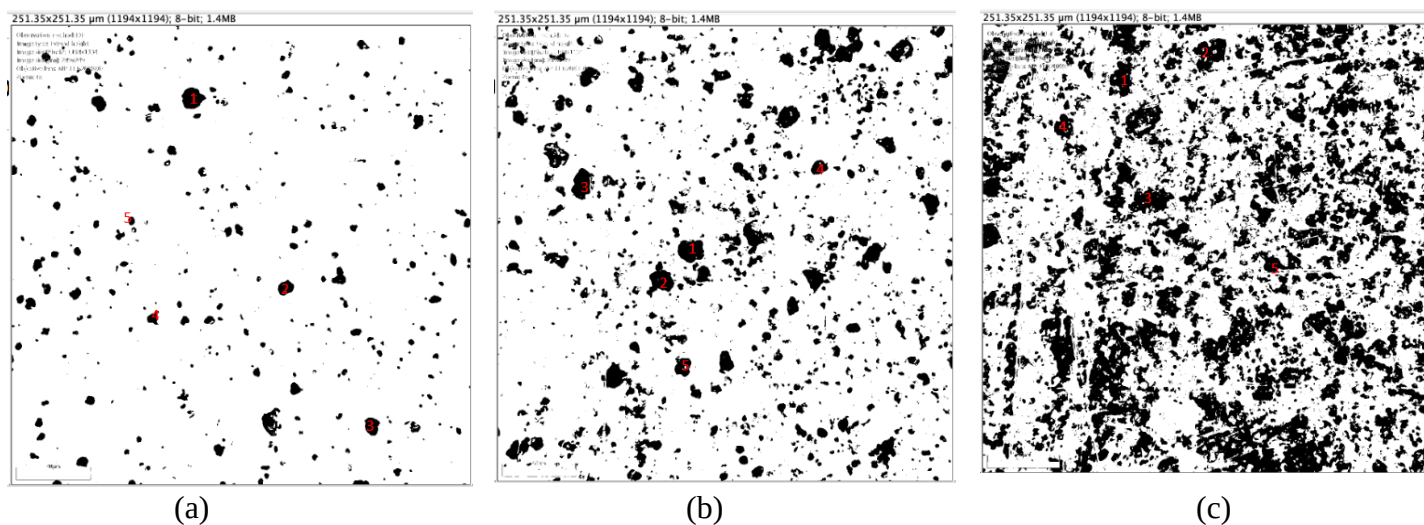
Tabela 12 – Dados do filme PEI/GNP 1,0% com uso do dispersor

Número da partícula	Área (μm^2)	Perímetro (μm)
1	251,540	84,064
2	136,982	42,764
3	133,836	42,990
4	92,178	34,594
5	50,166	26,137

Fonte: Próprio do autor.

Na Figura 27, por sua vez, tem-se as partículas numeradas conforme Tabela 13, 14 e 15

Figura 27 – Imagem gerada pelo “ImageJ” do PEI/GNP 0,1% ponteira (a), PEI/GNP 0,5% ponteira (b) e PEI/GNP 1,0% ponteira (c)



Fonte: Próprio do autor.

Tabela 13 – Dados do filme PEI/GNP 0,1% com uso da ponteira

Número da partícula	Área (μm^2)	Perímetro (μm)
1	96,964	35,130
2	62,486	29,113
3	69,665	29,853
4	44,671	23,882
5	19,987	15,879

Fonte: Próprio do autor.

Tabela 14 – Dados do filme PEI/GNP 0,5% com uso da ponteira

Número da partícula	Área (μm^2)	Perímetro (μm)
1	155,285	44,372
2	146,244	43,051
3	163,084	47,800
4	64,392	28,453
5	76,224	33,170

Fonte: Próprio do autor.

Tabela 15 – Dados do filme PEI/GNP 1,0% com uso da ponteira

Número da partícula	Área (μm^2)	Perímetro (μm)
1	169,466	47,350
2	244,804	55,624
3	257,035	59,847
4	124,086	39,780
5	76,402	31,172

Fonte: Próprio do autor.

Pode-se observar que na Figura 27 (a), tem-se as partículas maiores numeradas de 1 e 4, e de forma geral, as demais permanecem com um tamanho de partícula parecido. Já na Figura 27 (b), tem-se um filme predominantemente homogêneo, contando apenas com algumas partículas de GNP mais grosseiras, como a de número 4. Essa homogeneidade pode indicar uma melhor dispersão do GNP na matriz, além de indicar que o dispersor favoreceu a fragmentação do material grafênico. Na Figura 27 (c) por sua vez, tem-se um filme mais heterogêneo, como é possível verificar pela grande diferença na área das partículas de número

1 a 5. Portanto, com o aumento da concentração de nanoplaquetas houve dificuldade na fragmentação das mesmas, resultando em materiais com tamanho lateral maior. Dessa forma, para os filmes de PEI/GNP com uso do dispersor, o filme que se demonstrou mais homogêneo pela microscopia óptica foi o PEI/GNP 0,5%.

Para os filmes com uso da ponteira ultrassônica, tem-se na Figura 30 (a) partículas com tamanhos próximos, exceto a partícula de número 1. Na Figura 30 (b), pode-se observar uma maior diferença nas áreas das partículas, de forma que verificou-se partículas com área próxima a $150\mu\text{m}^2$ e ao mesmo tempo com área próxima a $70\mu\text{m}^2$, indicando uma maior heterogeneidade quando comparado ao filme PEI/GNP 0,5% com uso do dispersor. Isso pode ser um indício do dispersor ajudar de forma mais significativa na dispersão e fragmentação do GNP na matriz polimérica que a ponteira ultrassônica. Por último, na Figura 30 (c) observou-se que a imagem apresenta muitas partículas com diversos tamanhos, sendo complicado mensurar essas áreas. O filme PEI/GNP 1,0%, com uso da ponteira, foi o mais heterogêneo de todos os filmes, demonstrando uma presença maior de aglomerados. Para efeitos de comparação, esse mesmo filme, PEI/GNP 1,0%, com uso da ponteira, foi o filme que mais exibiu porcentagem de resíduo, sendo este de 4,2%. Ainda para este filme, o mesmo foi o único que apresentou uma diminuição na temperatura de transição vítrea (T_g), precisando de uma temperatura menor para iniciar sua transição para o estado “borrachoso”, contendo maior mobilidade de suas cadeias.

Por sua vez, o filme considerado mais homogêneo pela análise microscópica foi o PEI/GNP 0,5% com uso do dispersor. Este filme obteve a maior temperatura de transição vítrea (T_g), contando com uma diferença de $3\text{ }^\circ\text{C}$ quando comparado ao filme de PEI puro. Já para a temperatura máxima, ($T_{m\acute{a}x}$) de decomposição, este filme obteve um aumento em $0,6\text{ }^\circ\text{C}$. Como exposto anteriormente, um aumento nessa temperatura pode estar associado a uma menor mobilidade das cadeias poliméricas. Quanto ao seu valor de E' a $150\text{ }^\circ\text{C}$ este obteve um aumento em $0,63\text{ GPa}$. Segundo a literatura isto pode estar ligado a uma melhor dispersão do reforço na matriz, algo que parece se confirmar com o resultado do microscópio óptico, visto que este foi o filme que apresentou-se mais homogêneo. Por outro lado, o valor da E' a $150\text{ }^\circ\text{C}$ para o filme de PEI/GNP 1,0%, com uso da ponteira ultrassônica, também aumentou em $0,54\text{ GPa}$, algo que não era esperado. Dois principais fatores podem ter contribuído para esta ocorrência inusitada. Primeiramente, o microscópio óptico analisou uma região menos homogênea, sendo necessário uma análise em maior número de regiões do filme. Em segundo

instante, a fração volumétrica maior de nanopartícula, possivelmente, favoreceu a restrição da mobilidade, resultando nos aumentos observados.

5 CONCLUSÕES

Com base nas discussões realizadas nesse trabalho, é possível concluir que:

- A adição de nanoplaquetas de grafeno permitiu a formação de um pico característico semelhante ao grafite, pico este que teve sua intensidade elevada com o acréscimo da porcentagem de GNP, favorecendo a formação de mais estruturas cristalinas no nanocompósito;
- Além disso, a temperatura máxima de pico no DTG permaneceu quase a mesma com a adição do GNP, tendo seu maior aumento no PEI/GNP 0,1% (correspondente a 649,1 C°) com uso da ponteira, sendo este de 0,25% quando comparado ao filme puro. Este aumento pode indicar uma melhora na estabilidade térmica do material.
- Em seguida, a adição das nanoplaquetas de grafeno possibilitou um aumento no valor da $\tan \delta$ em todas as porcentagens, exceto no filme de PEI/GNP 1,0% com uso da ponteira ultrassônica, filme este que se demonstrou o mais heterogêneo. O aumento no valor de $\tan \delta$ indica uma melhora na capacidade de amortecimento do material.
- Por fim, com as imagens obtidas a partir do microscópio óptico foi possível destacar que os materiais considerados mais homogêneas, na região analisada, foram os filmes de PEI/GNP 0,5%, com uso do dispersor, e o PEI/GNP 0,1%, com uso da ponteira ultrassônica. Já o filme que foi considerado o mais heterogêneo foi o PEI/GNP 1,0% processado através da ponteira. Desta forma, ambas as técnicas podem ser boas opções para a dispersão de um material grafênico, tendo um maior destaque para o dispersor de alto cisalhamento, visto seus melhores resultados para valores de E' , onde seu aumento indica uma melhor dispersão do nanoreforço.

REFERÊNCIAS

- ALENCAR, E.; SANTANA, D. Processos de obtenção do grafeno, suas aplicações e sua importância para o Brasil. **Revista Oswaldo Cruz**, São Paulo, p. 1-9, 2021. Disponível em: http://revista.oswaldocruz.br/Content/pdf/Edicao_16_Alencar_Eduardo.pdf. Acesso em: 29 ago. 2022.
- AL-SALEH, M. H.; SUNDARARAJ, U. A review of vapor grown carbon nanofiber/polymer conductive composites. **Carbon**, Pensilvânia, v. 47, p. 2-22, 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622308005010>. Acesso em: 29 ago. 2022.
- AL-SALEH, M. H. *et al.* A review of vapor grown carbon nanofiber/polymer conductive composites. **Carbon**, Pensilvânia, v. 47 p. 2-22, 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622308005010>. Acesso em: 29 ago. 2022.
- AMARAL, T. R. **Avaliação do comportamento dinâmico mecânico de compósitos nanoestruturados de PEI/MWCNT/fibras de carbono**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2018. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/203639/000916339.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 16 out. 2022.
- BODO, L. O. **PLLA funcionalizado com líquido iônico imidazólico para a obtenção de bionanocompósitos inovadores com grafeno**. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/181098>. Acesso em: 16 out. 2022.
- BORDIGNON, R. **Desempenho tribológico de grafeno funcionalizado como aditivo em óleo lubrificante de baixa viscosidade**. 2018. Dissertação (Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2018. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/189942/PCEM0465-D.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. Acesso em: 17 dez. 2022.
- CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. São Paulo: LTC. 2002.
- CHAVES, A. C. **Síntese, estudo cinético e análise microestrutural do sistema cério-níquel obtido pelo método pechini**. 2009. Tese de doutorado (Pós-Graduação em Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/12732/1/S%c3%adnteseEstudoCin%c3%a9tico_Chaves_2008.pdf. Acesso em: 15 jan. 2023.
- COPELAND, L. E.; BRAGG, R. H. Quantitative X-Ray diffraction analysis. **Analytical Chemistry**, E.U.A., v. 30, n. 2, p. 1-6, 1957. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ac60134a011>. Acesso em: 21 set. 2022.
- DE ALMEIDA, L. S. **Produção e caracterização de nanoestruturas de carbono por PECVD**. 2021. Tese de doutorado (Pós-Graduação em Ciência dos Materiais) - Universidade

Federal de São Carlos, Sorocaba, 2021. Disponível em:
<https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/14372/PRODUC%CC%A7A%CC%83O%20E%20CARACTERIZAC%CC%A7A%CC%83O%20DE%20NANOESTRUTURAS%20DE%20CARBONO%20POR%20PECVD%20-%20Dissertac%CC%A7a%CC%83o%20Vers%C3%A3o%20Final.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 14 dez. 2022.

DECARLI, N. O. **Síntese e caracterização de derivados acilados do polímero poli(éter imida) (ultem 1000)**. 2018. Tese de mestrado (Pós-Graduação em Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2018. Disponível em:
<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/192817/PQMC0877-D.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. Acesso em: 14 jan. 2023.

DE MATOS, C. F. **Materiais nanocompósitos multifuncionais formados por látices poliméricos e grafeno ou óxido de grafeno: síntese, caracterização e propriedades**. 2015. Tese (Pós-Graduação em Química) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015. Disponível em: <https://www.acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/41326/R%20-%20T%20-%20CAROLINA%20FERREIRA%20DE%20MATOS.pdf?sequence=2&isAllowed=y>. Acesso em: 12 out. 2022.

DENARI, G. B. *et al.* **Princípios e aplicações de análise térmica**. 2012. Material de Apoio ao curso (Instituto de Química) - Universidade de São Paulo Instituto de Química de São Carlos, São Carlos, 2012. Disponível em:
https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/75/75135/tde-04042013-151955/publico/GabrielaBuenoDenari_Revisado_Anexo.pdf. Acesso em: 12 out. 2022.

DOMINGUES, S. H. **Filmes finos, transparentes e condutores baseados em grafeno**. 2013. Tese de doutorado (Pós-Graduação em Química) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2013. Disponível em:
<https://www.acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/36578/R%20-%20T%20-%20SERGIO%20HUMBERTO%20DOMINGUES.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 16 out. 2022.

FARIVAR, F. *et al.* Unlocking thermogravimetric analysis (TGA) in the fight against “fake graphene” materials. **Carbon**, Pensilvânia, v. 179, p. 505-513, 2021. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622321004474>. Acesso em: 22 dez. 2022.

FELDMAN, D. Polymer History. **Designed monomers and polymers**, Holanda, v. 11, p. 1-15, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1163/156855508X292383>. Acesso em: 5 out. 2022.

FERREIRA, F. V. *et al.* Carbon nanotube functionalized with dodecylamine for the effective dispersion in solvents. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 357, p. 2154–2159, 2015. Disponível em:
https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433215023211?casa_token=eVoDVzAJSEIAAAAA:XXKq6Gc0bTQmVo6RsQbjemm8PnY3tL8xFXaye0U1YE3rwd-uC97yeeoeuzJtKR5S7zLRcw77p4Q. Acesso em: 5 out. 2022

FIM, F. C. *et al.* Comparação entre nanocompósitos de polietileno/nanotubos de carbono e polietileno/nanolâminas de grafeno obtidos por polimerização in situ. **Polímeros**, São Carlos, v. 24, n. 3, p. 373-380, 2014. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/k6vLk3vfNbsTD3V5jvFSZLG/?lang=pt>. Acesso em: 15 out. 2022.

FIM, F. C. **Síntese e propriedades de nanocompósitos de polietileno/nanolâminas de grafeno obtidos através de polimerização in situ**. 2012. Tese de doutorado (Pós-Graduação em Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/63133/000869547.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 16 out. 2022.

FRADE, A. M. S. **Caraterização e modelação do comportamento mecânico da resina fotopolimerizada V-Flash FTI-GN**. 2015. Tese de mestrado (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Técnico Lisboa, Lisboa, 2015. Disponível em: https://comum.rcaap.pt/bitstream/10400.26/13837/1/Disserta%c3%a7%c3%a3o_79221.pdf. Acesso em: 13 jan. 2023.

GILLHAM, J. K. **Thermal degradation of polymers**. [S. l.], [s. n.], 1989.

SALES, R. J. F. **Materiais compósitos reforçados com nanotubos de carbono**. 2013. Tese de doutorado (Mestrado em Engenharia Militar) - Técnico Lisboa - Academia Militar, Lisboa, 2013. Disponível em: <https://comum.rcaap.pt/bitstream/10400.26/9133/1/disserta%c3%a7%c3%a3o.pdf>. Acesso em: 16 ago. 2022.

NANOGRAFI. **Graphene nanoplatelet**. Çankaya/Ankara: Nanografi, [2021]. Disponível em: <https://nanografi.com/graphene/graphene-nanoplatelet-purity-99-9-size-3-nm-s-a-320-m2-g-dia-1-5-m/>. Acesso em: 20 dez. 2022.

GUETHS, J. **Análise comparativa do método de dispersão e concentração de grafeno na estrutura e propriedades de compósitos de poliuretano termoplástico e nanoplacas de grafeno**. 2020. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina, Blumenau, 2020. Disponível em: https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/218433/TCC_Materiais_UFSC_BNU_Johann_Gueths.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 31 dez. 2022.

HACKER, M. C. *et al.* **Principles of Regenerative Medicine**. 3. ed. Massachusetts: Academic Press, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809880-6.00033-3>. Acesso em: 11 jul. 2022.

HOEPFNER, J. C. **Nanocompósitos de polivinilbutiral reforçados com nanotubos de carbono e nanoplateletes de grafeno via polimerização ‘in situ’**. 2017. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2017.

JENS, S. *et al.* Recycling of fluoro-carbon-elastomers e A review. **Advanced industrial and engineering polymer research**, China, v. 5, p. 248-254, 2022. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S2542504822000343?token=F1C915F9B3BE96F370>

7D2BDDE16004CB6AF3C39AE3AC43248A0ECDAFF0FCCD3B0D2CE58712A1D4658A4057D10835AC58&originRegion=us-east-1&originCreation=20221006235944. Acesso em: 6 out. 2022.

JUNIOR, M. A. *et al.* O grafeno: meios de obtenção e possíveis aplicações na indústria automotiva. **Revista SEPA – Seminário Estudantil de Produção Acadêmica**, Salvador, v. 16, p. 1-21, 2017. Disponível em: <https://revistas.unifacs.br/index.php/sepa/article/view/4855/3292>. Acesso em: 8 out. 2022.

KOO, J. H. **Polymer nanocomposites: processing, characterization and applications**. 2. ed. New York City: McGraw-Hill Companies, 2019.

KRAEMER, V. L. **Avaliação da ação compatibilizante dos ácidos hexanóico, octanóico e decanóico em compósitos de polipropileno reforçados com óxido de grafeno**. 2021. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) - Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2021. Disponível em: <https://repositorio.ucs.br/11338/10422>. Acesso em: 13 jan. 2023.

KUMAR, A. *et al.* A review of the mechanical and thermal properties of graphene and its hybrid polymer nanocomposites for structural applications. **Journal of Materials Science**, Holanda, v. 54, p. 5992-6026, 2019. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s10853-018-03244-3.pdf>. Acesso em: 7 ago. 2022.

LEE, J-E. *et al.* The effect of cellulose nanocrystals (CNCs) on the microstructure of amorphous polyetherimide (PEI)-based nanocomposite fibers and its correlation with the mechanical properties. **Composites Science and Technology**, Reino Unido, v. 200, p. 1-8, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108452>. Acesso em: 26 set. 2022.

LEONHARDT, R. **Produção de membranas de polieterimida (pei)/polianilina (pani) e análise do seu desempenho na permeação de gases**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2018. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/234121/001091516.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 17 dez. 2022

MARASCHIN, T. G. **Preparação de óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido e dispersão em matriz polimérica biodegradável**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia e tecnologia de materiais) - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016. Disponível em: <https://repositorio.pucrs.br/dspace/bitstream/10923/9540/1/000481910-Texto%2BCompleto-0.pdf>. Acesso em: 29 ago. 2022.

MBAYACHI, V. B. *et al.* Graphene synthesis, characterization and its applications: A review. **Results in Chemistry**, Holanda, v. 3, p. 1-9, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2021.100163>. Acesso em: 11 jul. 2022.

MENDES, S. B. **Síntese e Caracterização do Sr_{1-x}La_xSnO₃**. 2013. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Goiás, Catalão, 2013. Disponível em:

<https://repositorio.bc.ufg.br/tede/bitstream/tede/3759/5/Disserta%C3%A7%C3%A3o%20-%20Sara%20Bambirra%20Mendes%20-%202013.pdf>. Acesso em: 15 jan. 2023.

MONTEIRO, A. C. L. *et al.* Avaliação dos métodos de obtenção e propriedades de nanocompósitos de polímeros com nanotubos de carbono – uma revisão¹. **Revista Liberato**, Novo Hamburgo, v. 23, n. 39, p. 61-76, 2022. Disponível em: <https://revista.liberato.com.br/index.php/revista/article/view/758>. Acesso em: 7 out. 2022.

MOTHÉ, C. G. **Análise térmica de materiais**. São Paulo: iEditora, 2002.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. São Paulo: Editora Blucher, 2006.

BIOVERA. **Processador Ultrassônico/ Sonificador de ponteira**. Rio de Janeiro: Biovera, [s. d.]. Disponível em: <https://www.biovera.com.br/noticias/saiba-tudo-sobre-processador-ultrassonico-sonificador-de-ponteira-sonificador/>. Acesso em: 13 jan. 2023.

SUPERSTEEL MÁQUINAS. **Dispersores**. Atibaia: SuperSteel Máquinas, [s. d.]. Disponível em: <https://www.supersteelmaquinas.com.br/dispersor-hidraulico.html#:~:text=Seu%20disco%20de%20cisalhamento%20gira,s%C3%B3lidos%20e%20uma%20mistura%20homog%C3%A9nea>. Acesso em: 13 jan. 2023.

REZENDE, M. C.; BOTELHO, E. C.; O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, vol. 10, n. 2, 2000, p. E4-E10. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/po/a/Sp5xW8K4WctGhyppz5Fhbmb/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 9 jan. 2023.

RODBARI, R. J. *et al.* Estudo das caracterizações físico-química do nanocomposito poliestireno/óxido de grafeno de alta acidez com aplicabilidade em filmes finos. **Revista de Engenharia e Tecnologia**, Ponta Grossa, v. 8, n. 2, p. 112-125, 2016. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Reza_Jamshidi_Rodbari2/publication/308019191_estudo_das_caracterizacoes_fisicoquimica_do_nanocomposito_poliestirenooxido_de_grafeno_de_alta_acidez_com_aplicabilidade_em_filmes_finos_study_of_physical_chemistry_characterization_of_nanocomposite_/links/57d6b2dd08ae5f03b494c555/estudo-das-caracterizacoes-fisico-quimica-do-nanocomposito-poliestireno-oxido-de-grafeno-de-alta-acidez-com-aplicabilidade-em-filmes-finos-study-of-physical-chemistry-characterization-of-nanocomposite.pdf. Acesso em: 12 out. 2022.

SANTOS, L. F. P. *et al.* The influence of carbon nanotube buckypaper/poly (ether imide) mats on the thermal properties of poly (ether imide) and poly (aryl ether ketone) / carbon fiber laminates. **Diamond & Related Materials**, Holanda, v. 116, p. 1-14, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925963521001849>. Acesso em: 28 dez. 2022.

SANTOS, L. F. P. **Avaliação da resistência à fadiga de compósitos nanoestruturados de PEI/nanotubos de carbono/fibras de carbono com aplicação aeronáutica**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2018. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/153435>. Acesso em: 28 dez. 2022.

SEGUNDO, J. E. D. V.; VILAR, E. Grafeno: uma revisão sobre propriedades, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 11, n. 2, p. 54-67, 2016. Disponível em: <http://www2.ufcg.edu.br/revista-remap/index.php/REMAP/article/viewFile/493/387>. Acesso em: 8 out. 2022.

SILVA, P. A. P. **Nanocompósito de polipropileno reforçado com grafeno**. 2016. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016. Disponível em: https://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCC_2%C2%B0_2016-Philipe-Pocidonio-Silva-vers%C3%A3o-final.pdf. Acesso em: 17 dez. 2022.

SINGH, R. P. *et al.* Introduction to composite materials. In: SINGH, R. P. *et al.* **Composite Materials**. [S. l.]: CRC Press, 2021, p. 1-29, 2021. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/347980822_Introduction_to_Composite_Materials_Nanocomposites_and_their_Potential_Applications. Acesso em: 11 jul. 2022.

STEGELMANN, M. *et al.* Polymer analyses for an adapted process design of the pipe-extrusion of polyetherimide. **Materials Sciences and Applications**, E.U.A., v. 9, n. 7, p. 614-624, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.4236/msa.2018.97044>. Acesso em: 1 jan. 2023.

TABOADA, O. M.; CARVALHO, R. A.; SOBRAL, P. J. A. Análise dinâmico-mecânica: Aplicações em filmes comestíveis. **Revista Química Nova**, São Paulo, v. 31, n. 2, p. 384-393, 2008. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/DKf77gDcsTCbwjT7LcpVJ8r/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 29 dez. 2022.

VELASCO-SANTOS, C. *et al.* Dynamical-mechanical and thermal analysis of carbon nanotube-methylethyl methacrylate nanocomposites. **Journal of Physics D: applied physics**, Reino Unido, v. 36, p. 1423-1428, 2003. Disponível em: <https://utw10193.utweb.utexas.edu/Archive/RuoffsPDFs/113.pdf>. Acesso em: 1 jan. 2023.

ZAHEDI, F.; AMRAEE, I. A. Carboxylated multiwalled carbon nanotubes effect on dynamic mechanical behavior of soft films composed of multilayer polymer structure. **Polymer**, Holanda, v. 151, p. 187-196, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0032386118306463>. Acesso em: 1 jan. 2023.

ZANETTI-RAMOS, B. *et al.* O desenvolvimento da nanotecnologia: cenário mundial e nacional de investimentos. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, São Paulo, v. 89, n. 2p. 99-105, 26 jun. 2007. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Tania-Creczynski-Pasa-2/publication/242407812_O_desenvolvimento_da_nanotecnologia_cenario_mundial_e_nacional_de_investimentos_Nanotechnology_development_world-wide_and_national_investments/links/5ea31c2045851553faaa8714/O-desenvolvimento-da-nanotecnologia-cenario-mundial-e-nacional-de-investimentos-Nanotechnology-development-world-wide-and-national-investments.pdf. Acesso em: 15 dez. 2022.

ZHANG, Y. *et al.* Preparation of lipophilic graphene oxide derivatives via a concise route and its mechanical reinforcement in thermoplastic polyurethane. **Composites Science and Technology**, Reino Unido, v. 134, p. 36-42, 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.07.027>. Acesso em: 29 ago. 2022.

ZOTTI, A. *et al.* Polymer nanocomposites based on Graphite Nanoplatelets and amphiphilic graphene platelets. **Composites Part B: Engineering**, Holanda, v. 246, p. 1-24, 2022. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S1359836822005960?token=526202EF4F3BA136D3C0485F3C19371BB1EFC58F81FB85524C79C974D9202F0B231435998A443E53BEC127C89CD8CCF1&originRegion=us-east-1&originCreation=20221012164351>. Acesso em: 12 out. 2022.