



EFEITO DA ADIÇÃO DE GRAFENO EM COMPÓSITO DE MATRIZ FENÓLICA PARA MATERIAIS DE FRICÇÃO DE SISTEMA DE FREIO DE VEÍCULO PESADO

Romanzini, D.R.; Amico, S. C.

Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Av. Bento Gonçalves, 9500 – Porto Alegre, Brasil.
daniela.romanzini@ufrgs.br; amico@ufrgs.br.

RESUMO

Este trabalho investiga o efeito da adição de nanopartículas de grafeno em compósito de matriz fenólica novolaca utilizada em sistemas de freios de veículos comerciais ou pesados. Foram produzidas, para comparação, amostras de formulação padrão (sem grafeno). Propriedades térmicas (estabilidade), tribológicas (desgaste, estabilidade do coeficiente de atrito) e mecânicas (em flexão e compressão) foram avaliadas. Testes de fricção foram realizados em equipamento Chase (Chase Friction Material Test Machine) segundo a norma SAE J661. Os resultados obtidos mostram que a amostra com grafeno obteve melhor estabilidade de atrito a frio e quente comparada à formulação padrão. Verificou-se também aumento no módulo em flexão do material com grafeno e manutenção das propriedades em compressão. Assim, a adição de grafeno em matriz fenólica devido a características como grande área superficial e alta condutividade térmica promoveu a manutenção das propriedades mecânicas, aumento das propriedades térmicas e tribológicas contribuindo na renovação da superfície de atrito.

Palavras-chave: Fricção, grafeno, compósito, fenólica.

INTRODUÇÃO

Materiais de fricção possuem formulações complexas e são obtidos pela compactação a quente de diferentes matérias primas, usualmente particulados

e fibras. Normalmente utiliza-se mais de 10 constituintes diferentes. Estes constituintes englobam materiais orgânicos e inorgânicos. Para explicar a composição de um material de fricção os principais componentes são divididos em 5 grandes grupos: aglomerantes, fibras, cargas, lubrificantes e atritantes. O dimensionamento de cada componente destes grupos é realizado de maneira a combinar as propriedades de cada material para se obter as características desejadas no produto final. A contribuição de cada matéria-prima é amplamente estudada com a finalidade de manter uma constante busca de novas alternativas para o atendimento e estabilidade das variáveis de aplicação como: Coeficiente de atrito, baixa taxa de desgaste do material de atrito e da superfície de contato, integridade mecânica, matérias primas com baixo custo e com maior sustentabilidade ambiental, além da minimização do ruído e de vibrações durante a frenagem. Todas as variáveis precisam se manter estáveis mesmo em condições de temperatura, umidade, presença de sujeiras, poeiras ou presença de água em estradas (1).

A fase matriz do material de fricção normalmente é uma resina termorrígida fenólica, também chamada de resina fenol formaldeído. Esta resina é amplamente utilizada em aplicações que requerem estabilidade térmica, devido a sua ampla faixa de temperaturas de uso, que vai desde temperaturas negativas até altas temperaturas. Além disso, possui baixa inflamabilidade, estabilidade dimensional e baixa emissão de gases tóxicos e de fumaça. As resinas fenólicas são consideradas mecanicamente frágeis, entretanto possuem ótimas interações com cargas (orgânica e inorgânica e fibras). Pesquisas mais recentes buscam aprimorar as características das resinas fenólicas por meio de diversas técnicas, incluindo o reforço da matriz fenólica com nanocargas, a utilização de elastômeros, copolimerização, misturas e a adição de grupos funcionais com alto percentual de carbono (2).

O grafeno é um material emergente, composto de átomos de carbono, formado em uma estrutura bidimensional (2D) semelhante a um favo de mel, que foi sintetizado pela primeira vez por Geim e Novoselov em 2004, ganhadores do Nobel de física em 2010 (3). Levando em conta, a melhora de performance que o grafeno pode oferecer torna-se necessário estudar os efeitos que o mesmo pode causar nas características de um componente de extrema responsabilidade à segurança do movimento como o material de atrito,

aplicado em sistemas de freio a tambor em veículos automotores de grande porte, como: ônibus, caminhões e carretas, chamado de lona de freio ou bloco, derivado do termo inglês *brake block*.

O objetivo deste trabalho é realizar a adição de nanopartículas de grafeno em material de fricção de matriz fenólica e avaliar o desempenho em comparação a uma formulação padrão (sem adição de grafeno).

MATERIAIS E MÉTODOS

O grafeno de grade UGZ-1004 foi obtido da empresa Zextec Nano, possui 96,9% de pureza mínima e área superficial superior a 26,09 m²/g, a resina fenólica do tipo novoloca, foi adquirida da empresa ASK Crios. Demais matérias primas para a obtenção de material de atrito como fibra de vidro (reforço mecânico), óxido de alumínio (abrasivo), sulfeto metálico (lubrificante) e cargas inorgânicas, foram fornecidos pela empresa Duroline.

As nanoplaquetas de grafeno foram pré-dispersa em resina fenólica novoloca, com granulometria entre 150 e 300 mesh. A dispersão foi realizada em moinho de bolas, com rotação de 54 RPM por 5 horas.

Após pré-dispersão de grafeno na resina fenólica, a mesma foi incorporada em uma mistura com os demais componentes da formulação do material de fricção. O material de fricção foi confeccionado, utilizando-se de um processo de agitação em misturador de pás paralelas para homogeneização dos componentes, seguido de um processo de moldagem por compressão a quente em temperaturas na faixa entre 120 e 160 °C e com pressão aplicada de 150 kg/cm². Após o processo de prensagem as amostras passam por tratamento térmico em rampa de aquecimento lenta até 200 °C por até 12 horas. Por fim as amostras foram usinadas em corpos de prova. Foram produzidas amostras denominadas como “padrão” (sem adição de grafeno) e amostras com adição de 0,1% em peso, denominadas “grafeno 0,1 w%”.

As análises térmicas foram realizadas em amostras de resina pura e da mistura de resina e grafeno. A Análise Termogravimétrica foi realizada em equipamento modelo TGA Q5000 da TA Instruments, utilizando-se cadinhos de

platina. A análise foi realizada com 15 mg de amostra sob atmosfera de ar sintético (80% N₂ e 20% O₂) e fluxo de 50 mL/min, com estabilização da temperatura a 30° C e aquecimento até 1.000 °C a uma taxa constante de 10 °C/min. Calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi realizada em um equipamento modelo DSC Q20 da TA Instruments com gás de arraste N₂, fluxo de 50 mL/min, taxa de aquecimento de 10 °C/min. A massa das amostras foi, em média, 6 mg. O ensaio foi realizado com uma corrida.

As amostras de material de fricção “padrão” e grafeno 0,1 w%, foram submetidos a ensaios mecânicos de atrito. O ensaio de flexão de três pontos, foi realizado em equipamento de ensaio universal marca EMIC 23-5D, com célula de carga com capacidade de 5 kN, utilizando-se 5 corpos de prova com dimensões de 90 mm X 12 mm X 5 mm. A distância entre apoios utilizada foi de 80 mm, e a velocidade de deslocamento do punção foi de 2 mm/min, seguindo a norma ASTM D790 (*Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*).

O teste de compressão foi realizando em equipamento de ensaio universal marca Instron modelo 3382, com célula de carga com capacidade de 100 kN de acordo com a norma ASTM D695-23 (*Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics*). Foram testadas 5 corpos de prova de cada configuração de material, usinados em dimensões de 12,7 mm x 12,7 mm x 25,4 mm. A velocidade de deslocamento foi de 2 mm/min.

O método de ensaio utilizado para fazer a avaliação das propriedades de atrito e desgaste no material de fricção seguiu a norma SAE J661 (*Brake Lining Quality Test Procedure*) para testes realizados em equipamento Chase produzidos pela Link Engineering Company.

O teste Chase fornece o valor do coeficiente de atrito normal e à altas temperaturas, assim como o comportamento do material em relação ao desgaste. Foram utilizados corpo de provas de 25,4 mm x 25,4 mm x 10 mm, sendo estes fixados em uma bancada de testes e friccionados em sucessivas aplicações contra a superfície de um tambor de ferro fundido (conforme especificações da norma), cujo sistema de acionamento é ligado a um motor de velocidade variável com a função de controlar a velocidade de rotação do tambor. A aplicação/liberação de carga é obtida por um sistema hidráulico em circuito fechado, sendo que um soprador e um aquecedor são responsáveis por

controlar a temperatura do tambor. A medição da temperatura do sistema ocorre empregando-se termopares localizados na parte traseira do tambor.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os gráficos obtidos pela análise de TGA, da amostra de resina curada pura e com 0,1 w% de adição de grafeno onde é possível avaliar que a adição de grafeno não causou alteração no comportamento térmico e degradação da resina.

Figura 1. Gráfico de TGA com a comparação entre amostra de resina fenólica tipo novolaca pura e com adição de 0,1 W% de grafeno.

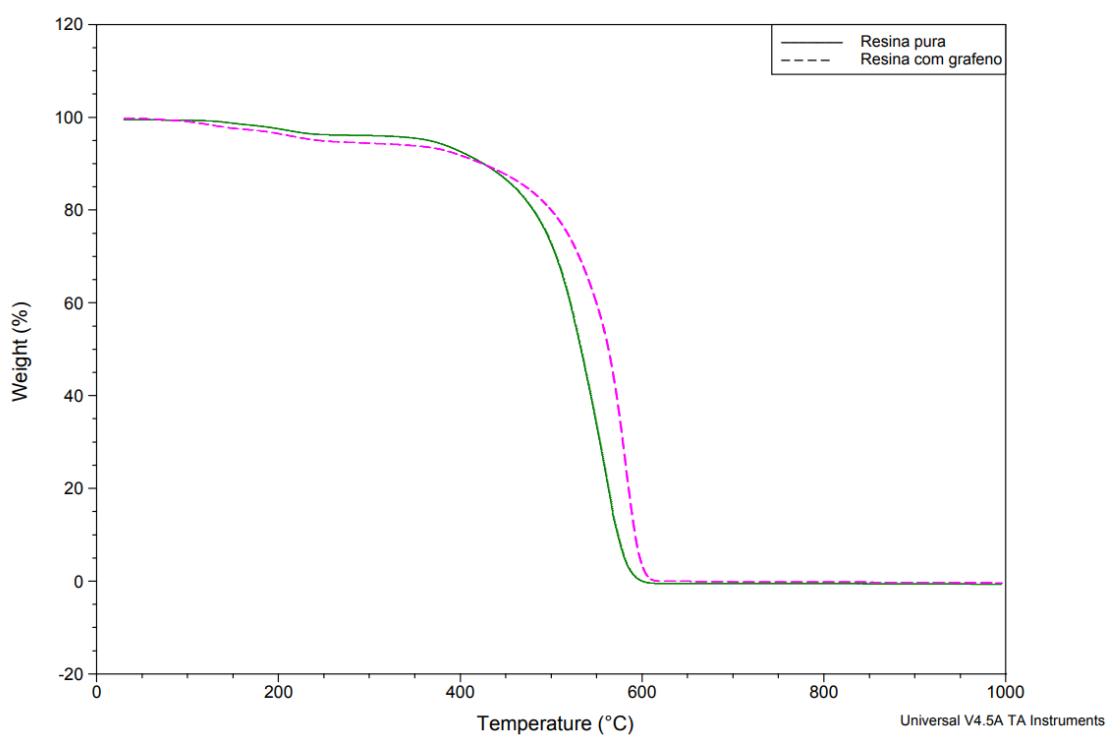
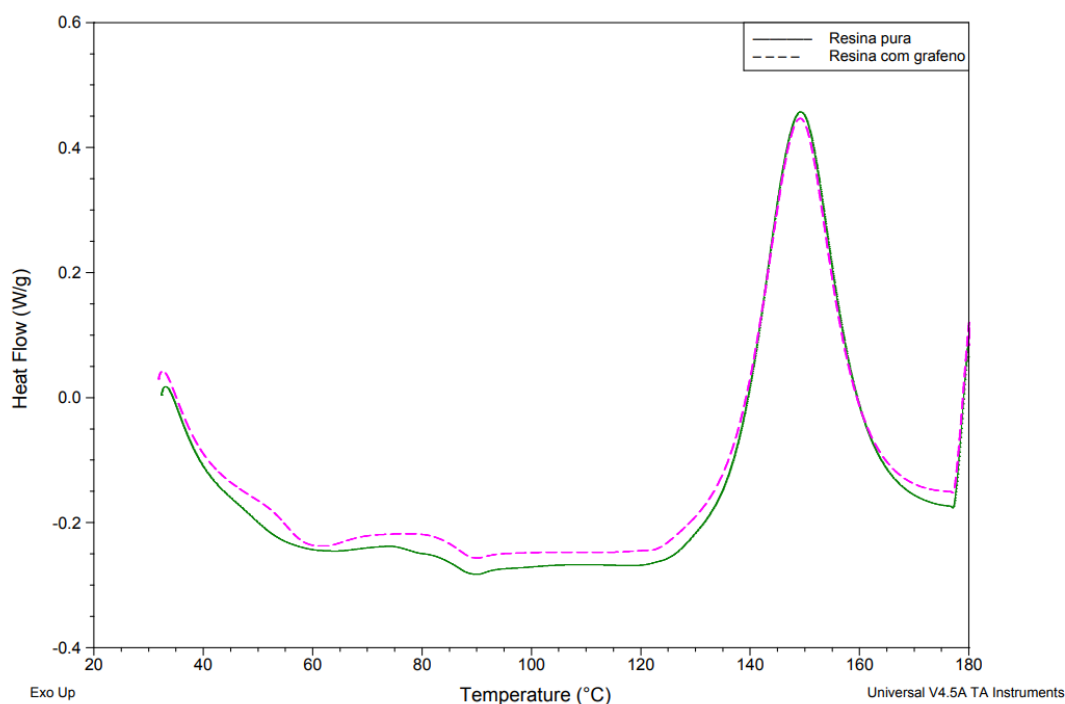


Figura 2. Gráfico de DSC com a comparação entre amostra de resina fenólica tipo novolaca pura e com adição de 0,1 w% de grafeno.



Os gráficos obtidos por calorimetria exploratória diferencial (DSC) são apresentados na Figura 2, onde é possível verificar o pico exotérmico, curva típica de reação de cura da resina fenólica novolaca que não sofreu alteração em amostras com a adição de grafeno. A cura é complexa e é onde ocorre a ação do catalisador hexametilenotetramina (4,5,6).

A Tabela 1 apresenta dados dos testes de flexão e compressão respectivamente. É possível notar uma melhora no módulo de elasticidade do material em amostras com adição de grafeno, e uma manutenção do módulo de elasticidade em compressão.

Tabela 1. Resultado experimental das análises mecânicas em flexão e compressão.

Amostra	Tensão máx. flexão (MPa)	Def. máx. flexão (%)	Módulo E (MPa)	Tensão máx. Comp. (MPa)	Deformação máxima (%)
Padrão	87,67 ± 4,80	1,98 ± 0,15	6704 ± 767	26,47 ± 2,36	0,46 ± 0,04
0,1 w% grafeno	83,58 ± 13,61	2,00 ± 0,11	7452 ± 595	29,58 ± 2,45	0,46 ± 0,02

Observa-se que a tensão e a deformação em flexão apresentaram valores similares e que não podem ser diferenciados devido à variação observada nas amostras. Amostras 0,1 w% grafeno apresentaram integridade

estrutural mesmo após a formação de trinca, enquanto as amostras padrão rompem totalmente. Este comportamento está relacionado à influência das nanopartículas de grafeno na melhora da adesão entre a resina fenólica (aglomerante) e as cargas. Além disso, a interação entre o nanocarbono e a resina fenólica propicia maior resistência à iniciação e propagação de trincas (7).

A avaliação das propriedades tribológicas do material de fricção está representada na Figura 3. Na avaliação dos resultados obtidos em teste Chase, pode-se verificar o atrito a quente e a frio da amostra friccionada sobre um disco aquecido. Na etapa de aquecimento denominada *fade* seguida pela etapa de recuperação onde o sistema é refrigerado e amostra é avaliada quanto à recuperação após o aquecimento (8,9), pode-se perceber que a amostra com adição de grafeno obteve registros de coeficiente de atrito maiores, principalmente em resposta a temperaturas mais elevadas. Na Tabela 2 estão representados os resultados obtidos, além da apresentação dos índices de desgaste das amostras.

Figura 3. Ensaio de atrito e desgaste SAE J661- Amostra padrão (azul) x amostra 0,1 w% grafeno (vermelha).

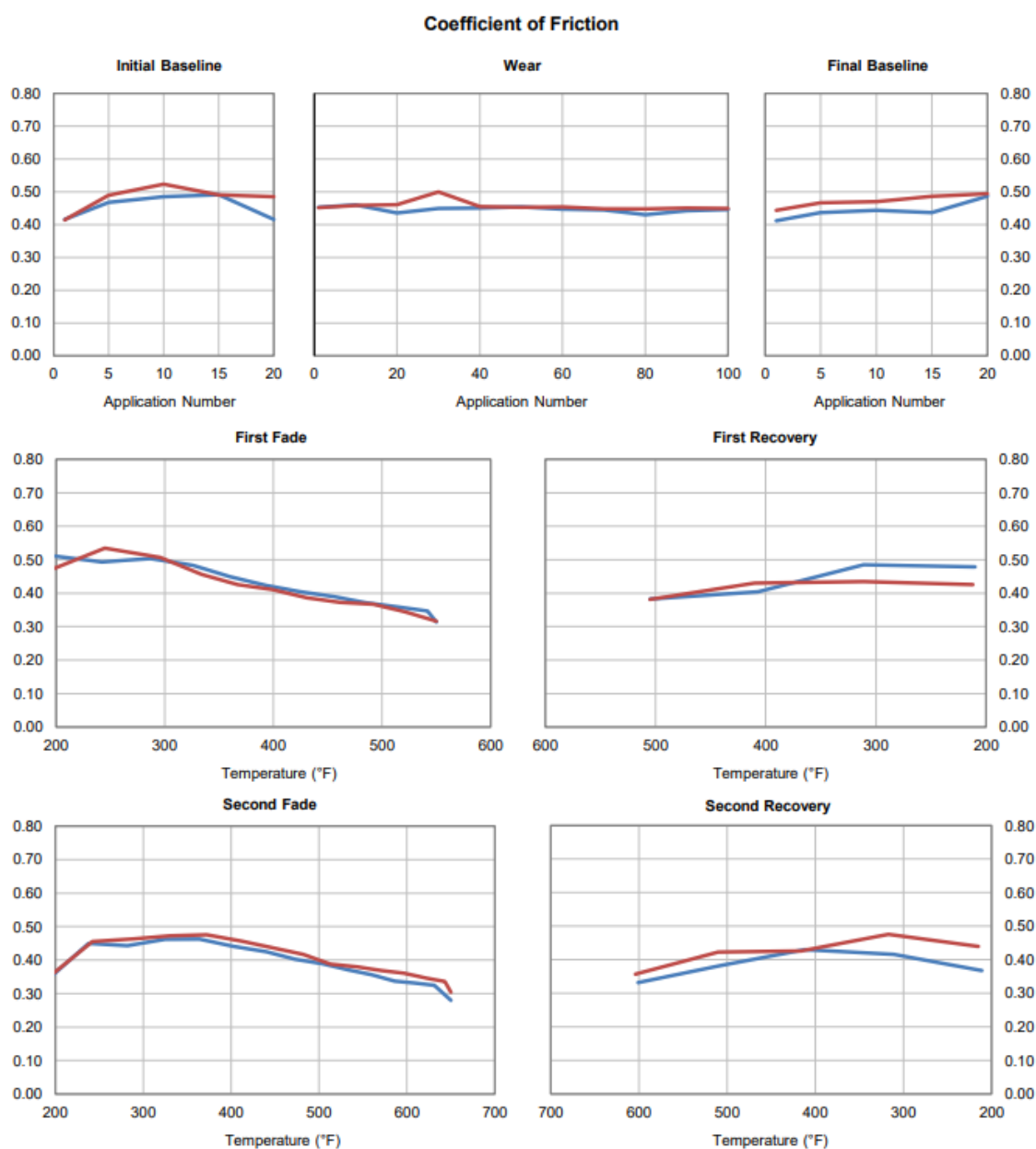


Tabela 2. Resultado experimental do coeficiente de atrito e desgaste obtido em teste Chase.

Amostra	Coeficiente de atrito normal	Coef. de Atrito quente	Desgaste da Amostra (%)
Padrão	0,438	0,389	4,10
0,1 w% grafeno	0,454	0,406	4,18

Pode ser verificado nos dados apresentados na Tabela 2 a manutenção do desgaste da amostra com adição de grafeno mesmo com uma leve melhora na estabilidade do coeficiente de atrito.

CONCLUSÃO

Foram apresentados neste trabalho a comparação das propriedades de aplicação (macroscópicas) com a adição de grafeno na resina fenólica utilizada para a confecção de material de fricção. Os resultados apresentados comprovaram melhoras nas propriedades no percentual de adição de grafeno utilizado.

As amostras com adição de grafeno na composição obtiveram uma melhora de 4 % no coeficiente de atrito sem aumento nos níveis de desgaste, quando avaliado quanto à resistência mecânica em flexão há um incremento no módulo e uma visível resistência à formação de trincas iniciais, tornando o material menos quebradiço (característica do material de atrito) e manutenção das propriedades de desgaste e compressão.

A adição de grafeno na composição do material de fricção contribuiu com o melhor desempenho do material de fricção. Demais estudo com percentuais diferentes e melhores rotas de dispersão ainda precisam ser avaliadas. Através dos estudos iniciais, conclui-se que o grafeno apresenta grande potencial para melhorar as propriedades de aplicação do compósito polimérico com resina fenólica, sendo uma aplicação promissora em itens de segurança aplicados a sistemas de controle de movimento de veículos.

AGRADECIMENTOS

Agradecimento à empresa Duroline e a Universidade de Federal do Rio Grande do Sul (URGS), pelo fornecimento de equipamentos e materiais para realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- (1) ERIKSSON, M, et al; One the nature of tribological contact in automotive brakes; Wear 252 (2002) 26-36. //doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00849-3
- (2) ZHANG, En et al. Tribological behavior of phenolic resin-based friction composites filled with graphite. Materials, v. 14, n. 4, p. 742, 2021. //doi.org/10.3390/ma14040742

- (3) NOVOSELOV, KOSTYA S. et al. Electric field effect in atomically thin carbon films. *science*, v. 306, n. 5696, p. 666-669, 2004. [//doi.org/10.1126/science.1102896](https://doi.org/10.1126/science.1102896)
- (4) TANG, KAIHONG et al. Research progress on modification of phenolic resin. *Materials Today Communications*, v. 26, p. 101879, 2021. [//doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101879](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101879)
- (5) GARDZIELLA, A., PILATO, L.A., KNOP, A., Phenolic resins: chemistry, applications, standardization, safety and ecology. 2nd edition, Heidelberg, Germany: Springer – Berlin Verlag, 2000.
- (6) ARTMANN, ALBERTINA. Estudo para otimização do processo de formulações de resina fenólica. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Programa de Pós-graduação em Materiais, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2008.
- (7) SANDHYA, P. K. et al. Effect of starch reduced graphene oxide on thermal and mechanical properties of phenol formaldehyde resin nanocomposites. *Composites Part B: Engineering*, v. 167, p. 83-92, 2019. [//doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.009](https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.009)
- (8) BALAJI, SAI et al. Tribological performance of graphene/ graphite filled phenolic composites-A comparative study. *Composites Communications*, v. 15, p. 34-39, 2019. [//doi.org/10.1016/j.coco.2019.05.012](https://doi.org/10.1016/j.coco.2019.05.012)
- (9) ADEM, ANDARGE AYELE; PANJIAR, HIMANSHU; DANIEL, BRAINERD SAMUEL SUNDAR. The effect of nanocarbon inclusion on mechanical, tribological, and thermal properties of phenolic resin-based composites: An overview. *Engineering Reports*, v. 6, n. 4, p. e12861, 2024. [//doi.org/10.1002/eng2.12861](https://doi.org/10.1002/eng2.12861)

EFFECT OF GRAPHENE ADDITION IN PHENOLIC MATRIX COMPOSITE FOR HEAVY VEHICLE BRAKE SYSTEM BRAKE MATERIALS

ABSTRACT

This study investigates the effect of adding graphene nanoparticles to novolac phenolic matrix composite used in brake systems of commercial or heavy vehicles. Samples of the standard formulation (without graphene) were produced for comparison. Thermal (stability), tribological (wear, friction coefficient stability) and mechanical (flexion and compression) properties were evaluated. Friction tests were carried out using Chase equipment (Chase Friction Material Test Machine) according to the SAE J661 standard. The results obtained show that the graphene sample had better cold and hot friction stability compared to the standard formulation. There was also an increase in the flexural modulus of the material with graphene and maintenance of compression properties. Thus, the addition of graphene in a phenolic matrix due to characteristics such as large surface area and high thermal conductivity promoted the maintenance of mechanical properties, increased thermal and tribological properties, contributing to the renewal of the friction surface.

Keywords: Friction, graphene, composite, phenolic.