

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

POLIANE NEVES DE OLIVEIRA

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DO POLIETILENO DE ULTRA
ALTA MASSA MOLAR NANOESTRUTURADO CONTENDO ÓXIDO DE
GRAFENO REDUZIDO.**

BELO HORIZONTE – MG

2024

POLIANE NEVES DE OLIVEIRA

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DO POLIETILENO DE ULTRA
ALTA MASSA MOLAR NANOESTRUTURADO CONTENDO ÓXIDO DE
GRAFENO REDUZIDO.**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Bastos de Rezende

Coorientador: Dr. Jose Jimmy Penagos

BELO HORIZONTE – MG

2024

O48a

Oliveira, Poliane Neves.

Avaliação do desempenho tribológico do polietileno de ultra alta massa molar nanoestruturado contendo óxido de grafeno reduzido [recurso eletrônico] / Poliane Neves de Oliveira. – 2024.

1 recurso online (95 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Daniel Bastos de Rezende.

Coorientador: Jose Jimmy Penagos.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 85-95.

1. Engenharia química – Teses. 2. Nanocompósitos (Materiais) – Teses. 3. Compósitos poliméricos – Teses. 4. Tribologia – Teses. 5. Polietileno – Teses. 6. Óxido de grafeno – Teses. I. Rezende, Daniel Bastos de. II. Penagos, Jose Jimmy. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 66.0(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

FOLHA DE APROVAÇÃO

"AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DO POLIETILENO DE ULTRA ALTA MASSA MOLAR NANOESTRUTURADO CONTENDO ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO"

Poliane Neves de Oliveira

Dissertação submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como parte dos requisitos à obtenção do título de **MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA**.

320ª DISSERTAÇÃO APROVADA EM 27 DE SETEMBRO DE 2024 POR:

Documento assinado eletronicamente por **Jose Jimmy Penagos, Usuário Externo**, em 27/09/2024, às 10:50, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Daniel Bastos de Rezende, Professor do Magistério Superior**, em 27/09/2024, às 10:54, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Witor Wolf, Usuário Externo**, em 27/09/2024, às 11:15, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Vanessa de Freitas Cunha Lins, Professora do Magistério Superior**, em 27/09/2024, às 13:48, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **3530622** e o código CRC **AE1D9D6F**.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, a Deus, pela força silenciosa que me sustentou, pela serenidade nos momentos de incerteza e pela clareza nas horas de dúvida. Sem Sua luz, este caminho não teria sido possível.

À minha família, que é meu alicerce e minha motivação. A cada sacrifício, palavra de encorajamento e gesto de carinho, vocês me mostraram o significado de resiliência e amor incondicional. Este trabalho é, sem dúvida, um reflexo do apoio constante e do cuidado de cada um de vocês.

Ao meu orientador, professor Daniel, por sua confiança e por me permitir crescer academicamente e pessoalmente. Sua orientação foi uma bússola, sempre me direcionando com paciência e sabedoria, mas, acima de tudo, me desafiando a ser melhor e incentivando a seguir em frente mesmo nos momentos de dificuldade.

Ao meu coorientador, Jimmy, seu conhecimento profundo, sua paciência e seu entusiasmo contagiante foram os pilares que sustentaram este projeto. Você não apenas compartilhou sua expertise, mas também acreditou no meu potencial, me impulsionando para alcançar mais do que eu imaginava ser possível. Seu impacto foi e sempre será imensurável.

Ao CTNano, por ser um ambiente onde a troca de conhecimento e as ideias inovadoras florescem. Aqui, encontrei um espaço que sempre me desafiou a pensar além dos limites e onde pude me desenvolver em um ambiente científico fértil e acolhedor.

Ao Instituto Tecnológico Vale (ITV-MI), pela parceria e pelo respaldo técnico que permitiram que este estudo fosse concretizado com excelência.

Aos meus amigos, pela amizade que nunca se abala, pelas palavras de conforto nos momentos difíceis e pelas risadas que equilibraram as horas de trabalho árduo. Vocês foram minha válvula de escape e meu refúgio.

A todos aqueles que, de maneira direta ou indireta, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho, seja com apoio emocional, técnico ou intelectual. Este projeto é, sem dúvida, fruto de um esforço conjunto, e sou eternamente grata a cada um de vocês.

"A gravidade explica os movimentos dos planetas, mas não pode explicar quem colocou os planetas em movimento. Deus governa todas as coisas e conhece tudo o que é ou pode ser feito."

– Sir Isaac Newton

RESUMO

Este trabalho tem foco na investigação do desempenho tribológico do polietileno de ultra alta massa molar (UHMWPE) e nanocompósito contendo óxido de grafeno reduzido (rGO) em baixa concentração (0,25% m/m), desenvolvido para aplicação como revestimento em chutes de transferência de minério de ferro. O objetivo é correlacionar as estruturas morfológicas desses materiais com suas propriedades mecânicas e características tribológicas. Análises térmicas e morfológicas revelaram que a adição de rGO modificou a estrutura na matriz polimérica, conforme evidenciado por imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Resultados de calorimetria exploratória diferencial (DSC) indicaram um aumento no grau de cristalinidade do nanocompósito se comparado ao UHMWPE não aditivado. O nanocompósito apresentou melhorias significativas no comportamento mecânico, incluindo aumento de 11% na resistência ao impacto (*Charpy*) e de 38% na dureza *Shore D*. Os resultados de indentação instrumentada mostraram um aumento de 49% na dureza e um incremento de 13% no módulo elástico do nanocompósito, indicando maior resistência à deformação plástica e rigidez superior. Nos ensaios tribológicos, o nanocompósito demonstrou um desempenho significativamente superior, com redução de 15% na perda volumétrica do nanocompósito após o ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa, em comparação ao UHMWPE não aditivado. No teste de roda de borracha, a redução da perda volumétrica foi de até 37%. Além disso, através da análise de variância (ANOVA), foi possível determinar a influência dos parâmetros do ensaio em roda de borracha na resposta tribológica dos materiais poliméricos. Por fim, no ensaio de abrasão por deslizamento em tambor (tamboramento), após 51 horas, a perda volumétrica foi 21% menor para o nanocompósito. Análises de microscopia óptica, perfilometria e MEV evidenciaram alterações na topografia das superfícies do nanocompósito após os ensaios de abrasão, evidenciando a eficácia do rGO na melhoria do desempenho tribológico do UHMWPE.

Palavras-chave: UHMWPE; óxido de grafeno reduzido; nanocompósito polimérico; comportamento tribológico; mecanismos de desgaste.

ABSTRACT

This work focuses on investigating the tribological performance of ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) and a nanocomposite containing reduced graphene oxide (rGO) in low concentration (0.25 wt.%), developed for use as a liner in iron ore transfer chutes. The objective is to correlate the morphological structures of these materials with their mechanical properties and tribological characteristics. Thermal and morphological analyses revealed that the addition of rGO modified the polymer matrix structure, as evidenced by scanning electron microscopy (SEM) images. Differential scanning calorimetry (DSC) results indicated an increase in the crystallinity degree of the nanocomposite compared to the non-reinforced UHMWPE. The nanocomposite showed significant improvements in mechanical behavior, including an 11% increase in impact resistance (Charpy) and a 38% increase in Shore D hardness. Instrumented indentation results showed a 49% increase in hardness and a 13% increase in the elastic modulus of the nanocomposite, indicating higher resistance to plastic deformation and greater stiffness. In tribological tests, the nanocomposite demonstrated significantly superior performance, with a 15% reduction in volumetric loss in the pin-on-disk abrasion test compared to non-reinforced UHMWPE. In the rubber wheel test, the volumetric loss reduction was up to 37%. Additionally, through variance analysis (ANOVA), it was possible to determine the influence of the rubber wheel test parameters on the tribological response of the polymeric materials. Finally, in the sliding abrasion tumbler test, after 51 hours, the volumetric loss was 21% lower for the nanocomposite. Optical microscopy, profilometry, and SEM analyses revealed changes in the surface topography of the nanocomposite after the abrasion tests, highlighting the effectiveness of rGO in improving the tribological performance of UHMWPE.

Keywords: UHMWPE; reduced graphene oxide; polymeric nanocomposite; tribological behavior; wear mechanisms

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática do movimento do agente abrasivo sobre a superfície em abrasão a baixa tensão.....	23
Figura 2 – Representação esquemática dos agentes abrasivos sendo comprimidos por uma superfície promovendo abrasão a alta tensão.	24
Figura 3 – Representação esquemática de abrasão por goivagem.	24
Figura 4 – Mecanismos de desgaste abrasivo para superfícies dúcteis: (a) microsulcamento e (b) microcorte.	25
Figura 5 – Esquema ilustrativo do mecanismo de desgaste abrasivo por microtrincamento.....	25
Figura 6 – Esquema ilustrativo do mecanismo de desgaste abrasivo por microindentação.	26
Figura 7 – Contato entre uma partícula do agente abrasivo sob carregamento normal e uma superfície plana com relação à razão das durezas dos materiais em contato.	27
Figura 8 – Representação da estrutura do UHMWPE.....	30
Figura 9 – Esquema da extrusora <i>RAM</i>	31
Figura 10 – Estruturas gráficas formadas pelo grafeno: (a) fulereno, (b) nanotubo de carbono e (c) grafite.	33
Figura 11 – Esquema de síntese de nanopartículas, como o grafeno, com base em processos top-down e bottom-up.	34
Figura 12 – Processos envolvidos na obtenção do rGO a partir do grafite.	36
Figura 13 – Formação da estrutura de acordo com a concentração de rGO.	38
Figura 14 – Diagrama do processamento de produção do nanocompósito polimérico.	43
Figura 15 – Corpos de prova usinados na empresa Baron: (a) UHMWPE não aditivado e (b) nanocompósito de UHMWPE contendo rGO.	44
Figura 16 – Tribômetro pino sobre lixa.	49
Figura 17 – Arranjo dos corpos de prova no equipamento de abrasão por deslizamento.	50
Figura 18 – Arranjo do equipamento roda de borracha.	51
Figura 19 – Imagens de MEV do rGrO após redução em forno rotativo.....	55

Figura 20 – Imagens de MET do óxido de grafeno reduzido após processo de esfoliação em etanol.	56
Figura 21 – Imagem de microscopia de força atômica do rGO para análise de tamanho da partícula produzida após esfoliação em banho ultrassônico.	57
Figura 22 – Curvas de fluxo de calor em função da temperatura do UHMWPE não aditivado e nanocompósito contendo rGO: (a) 1° e 2° ciclos de aquecimento e; (b) ciclo de resfriamento.	58
Figura 23 – Estimativas do grau de cristalinidade do UHMWPE não aditivado e nanocompósito contendo 0,25% m/m de rGO obtidas a partir da entalpia de fusão dos materiais em ambos os ciclos de aquecimento.	59
Figura 24 – Imagens de MEV das estruturas: a) e b) UHMWPE não aditivado; c) e d) nanocompósito contendo rGO.....	60
Figura 25 – Resistência ao impacto para o UHMWPE não aditivado e nanocompósito com 0,25% em massa de rGO.	62
Figura 26 – Imagens de MEV das fraturas dos corpos de prova de impacto dos materiais poliméricos: a) UHMWPE não aditivado; b) nanocompósito.....	63
Figura 27 – Dureza Shore D do UHMWPE puro e nanocompósito contendo 0,25% de rGO.	64
Figura 28 – Resultados do ensaio de Indentação Instrumentada: dureza e módulo elástico do UHMWPE não aditivado e nanocompósito.	65
Figura 29 – Perda de volume relativo do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO após ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa.....	67
Figura 30 – Imagens de microscopia óptica da superfície das amostras após o ensaio de abrasão pino sobre lixa: (a) UHMWPE não aditivado e (b) nanocompósito contendo 0,25% de rGO.	68
Figura 31 – Mapas topográficos das amostras após o desgaste abrasivo pino sobre lixa (a) UHMWPE não aditivado e (b) Nano 0,25% rGO. (c) Distribuição da profundidade do desgaste obtidos dos mapas topográficos da perfilometria.	69
Figura 32 – Perdas volumétricas médias do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO, com aplicação de carga normal de (a) 45 N e (b) 130 N.	70
Figura 33 – Esquema resumindo a correlação entre a estrutura após a adição de rGO e o tamanho do abrasivo no comportamento tribológico do nanocompósito.....	71

Figura 34 – (a) a (h): Mapas topográficos das amostras após os ensaios de abrasão em roda de borracha; (i) a (l): Distribuição da profundidade do desgaste obtidos dos mapas topográficos da perfilometria. (A carga normal e o tamanho do grão estão indicados na figura).	73
Figura 35 – Micrografias eletrônicas de varredura das amostras após os testes de abrasão por desgaste em roda de borracha – (a), (c), (e) e (g): UHMWPE não aditivado e (b), (d), (f) e (h): nanocompósito. Em todas as micrografias, a direção do desgaste é da esquerda para a direita. (A carga normal e o tamanho do grão são indicados na figura).	75
Figura 36 – (a) Diagrama de Pareto e (b) Gráfico Normal dos Efeitos Padronizados. Para ambos os diagramas, a resposta é a perda de volume e o nível de significância é 0,05.	77
Figura 37 – Perda de volume acumulado após o ensaio de abrasão por tamboramento.	78
Figura 38 – Imagens de microscopia óptica da superfície das amostras após o ensaio de abrasão por tamboramento: (a) UHMWPE não aditivado e (b) nanocompósito contendo 0,25% de rGO.	79
Figura 39 – Mapas topográficos das amostras após o desgaste abrasivo por tamboramento (a) UHMWPE não aditivado e (b) Nano 0,25% rGO. (c) Distribuição da profundidade do desgaste obtidos dos mapas topográficos da perfilometria.	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Efeitos de nanocargas nas propriedades mecânicas e no desgaste do UHMWPE.....	40
Tabela 2 – Informações específicas do UHMWPE utilizado neste trabalho.	42
Tabela 3 – Parâmetros de ensaio do desgaste abrasivo no equipamento roda de borracha.....	52
Tabela 4 – Fatores e níveis adotados no planejamento e análise dos experimentos.	53
Tabela 5 – Valores de temperaturas de fusão e cristalização e entalpia de fusão e cristalização do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito.....	58

LISTA DE SIGLAS

2D – Bidimensional

AFM – *Atomic force microscopy* (Microscopia de força atômica)

ASTM – *American Society for Testing and Materials* (Sociedade Americana de Testes e Materiais)

CNF – *Carbon Nanofiber* (Nanofibra de carbono)

CNT – *Carbon Nanotube* (Nanotubo de carbono)

COF – Coeficiente de atrito

CTNano/UFMG – Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da UFMG

CVD – *Chemical Vapor Deposition* (Deposição química vapor)

DEMET – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

DSC – *Differential Scanning Calorimetry* (Calorimetria exploratória diferencial)

EG – *Epitaxial graphene* (Grafeno epitaxial)

Exo – Exotérmico

GNP – *Graphene Nanoplatelets* (Nanoplaquetas de grafeno)

GO – *Graphene Oxide* (Óxido de grafeno)

GrO – *Graphite Oxide* (Óxido de grafite)

ISO – *International Organization for Standardization* (Organização Internacional para Padronização)

ITV-MI – Instituto Tecnológico Vale – Mineração

MET – Microscopia eletrônica de transmissão

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

ND – Nanodiamante

rGO – *Reduced graphene oxide* (Óxido e grafeno reduzido)

SiC – Carbetto de silício

TGA – *Thermogravimetric analysis* (Análise termogravimétrica)

UFMG – Universidade Federal de Minas Gerais

UHMWPE – *Ultra-high molecular weight polyethylene* (Polietileno de ultra alta massa molar)

WC/Co – Liga de cobalto com carbetto de tungstênio

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Percentual	
~	Aproximadamente	
°C	Grau Celsius	
μm	Micrometro	
cm	Centímetro	
dl g ⁻¹	Decilitro por grama	
g	Gramma	
g cm ⁻³	Gramma por centímetro cúbico	
g mol ⁻¹	Gramma por mol	
GPa	Giga Pascal	
J g ⁻¹	Joule por grama	
m/m	Em massa	
mg	Miligramma	
mm	Milímetro	
mm ³	Milímetro cúbico	
MPa	Mega Pascal	
N	Newton	
nm	Nanometro	
S m ⁻¹	Simens por metro	
TPa	Tera Pascal	
W m ⁻¹ K ⁻¹	Watt por metro por Kelvin	
ΔH _c	Varição de entalpia de cristalização	J g ⁻¹
ΔH _m	Varição de entalpia de fusão	J g ⁻¹
ΔV _{rel}	Perda de massa relativa	mm ³
E _{IT}	Módulo elástico instrumentado	MPa
H _a	Dureza do agente abrasivo	
H _{IT}	Dureza instrumentada	MPa
H _s	Dureza da superfície	
T _c	Temperatura de cristalização	°C
T _m	Temperatura de fusão	°C
V _p	Volume perdido	mm ³

X_c	Grau de cristalinidade	%
φ	Fração mássica de nanocarga	

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
2. OBJETIVOS	20
2.1 OBJETIVO GERAL	20
2.2 OBJETIVO ESPECÍFICOS	20
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
3.1 TRIBOLOGIA.....	21
3.1.1 Desgaste abrasivo	22
3.1.1.1 Classificações do desgaste abrasivo.....	23
3.1.1.2 Mecanismos do desgaste abrasivo	25
3.1.1.3 Influência dos parâmetros físicos sobre a taxa de desgaste abrasivo.....	26
3.1.1.4 Influência das propriedades dos materiais sobre o desgaste abrasivo ...	27
3.1.2 Tribologia de polímeros termoplásticos	28
3.2 POLIETILENO DE ULTRA ALTA MASSA MOLAR	29
3.3 NANOCOMPÓSITOS DE UHMWPE	32
3.3.1 Nanomaterial de carbono bidimensional	33
3.3.2 Morfologia dos nanocompósitos de UHMWPE	37
3.3.3 Propriedades mecânicas de nanocompósitos de UHMWPE	38
3.3.4 Tribologia de nanocompósitos de UHMWPE	40
4. METODOLOGIA	42
4.1 MATERIAIS	42
4.2 PROCESSAMENTO DO NANOCOMPÓSITO	42
4.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO.....	44
4.3.1 Características da nanocarga	44
4.3.2 Propriedades térmicas e morfológicas do UHMWPE puro e nanoaditivado	46
4.3.3 Propriedades mecânicas do UHMWPE puro e nanoaditivado ...	47
4.3.4 Avaliação do desempenho tribológico e análise de superfície de desgaste	49
4.3.5 Tratamento estatístico dos resultados do ensaio de abrasão em roda de borracha	52
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	54
5.1 CARACTERIZAÇÃO DA NANOCARGA.....	54

5.2	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA E MORFOLÓGICA DO UHMWPE NÃO ADITIVADO E DO NANOCOMPÓSITO POLIMÉRICO.....	57
5.3	PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	61
5.4	ESTUDO TRIBOLÓGICO DA INFLUÊNCIA DO ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO NA MATRIZ DE UHMWPE.....	66
5.4.1	Ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa.....	66
5.4.2	Ensaio de abrasão em roda de borracha	69
5.4.2.1	Tratamento estatístico dos resultados do ensaio de abrasão em roda de borracha	76
5.4.3	Ensaio de abrasão por tamboramento	77
6.	CONCLUSÕES	81
7.	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....	84
	REFERÊNCIAS.....	85

1. INTRODUÇÃO

A demanda global crescente por minério de ferro e o consequente aumento da produção mundial impulsionam a busca por operações mais eficientes visando aumentar a vida útil e reduzir os custos relacionados à manutenção de componentes da linha de beneficiamento do minério de ferro como, por exemplo, sistemas de transporte e manuseio (CHEN et al., 2017). O desgaste abrasivo afeta negativamente a vida útil dos componentes, resultando em perda de eficiência, aumento dos custos operacionais e necessidade de substituição frequente de peças. Esse fenômeno tem um grande impacto na indústria de mineração, onde o transporte e o manuseio do minério de ferro são etapas críticas do processo (HOLMBERG et al., 2017).

Os chutes são equipamentos que têm a função de direcionar o fluxo de minério, transferindo-o entre transportadores de correia dispostos em níveis diferentes. A geometria dos chutes visa reduzir a velocidade das partículas de minério para que o impacto nesse equipamento seja minimizado, evitando desalinhamentos na correia e danos na estrutura até que atinjam o transportador inferior (SHI; ZHU, 2017). Estes equipamentos são sujeitos aos fenômenos de desgaste devido ao contato repetitivo do minério de ferro com as paredes do chute durante o processo de transferência. O desgaste pode levar a problemas como o aumento do tempo de parada para manutenção, o que pode afetar a eficiência da operação. Além disso, o entupimento é outro problema crítico na operação dos chutes de transferência, sendo este ocasionado por sua geometria e por características específicas como, umidade, mineralogia entre outros, do material transportado.

O desgaste é o dano superficial ou remoção de material causado por movimentos de deslizamento, rolamento ou impacto nas superfícies. Não é uma propriedade intrínseca do material, mas uma resposta do sistema tribológico (ASTM, 2022; BHUSHAN, 2013). O desgaste abrasivo é caracterizado pelo deslocamento de material devido a partículas ou protuberâncias de elevada dureza forçadas contra a superfície sólida e pode ser classificado de acordo com o nível de força aplicada em abrasão por baixos esforços, altos esforços ou abrasão por goivagem (GATES; GORE, 1995; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

O estudo do sistema tribológico, ou tribossistema, no contexto do desgaste abrasivo é essencial para compreender e descrever o efeito das variáveis que atuam nesse sistema. Isso permite o desenvolvimento de estratégias de mitigação e controle

do desgaste, como a seleção adequada de materiais, otimização das condições operacionais e implementação de medidas de proteção superficial (CORTIE; MCEWAN; ENRIGHT, 1996; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Embora os danos e prejuízos causados pelo desgaste sejam conhecidos, não é possível impedir que ocorram devido à complexidade dos fenômenos e à variedade de condições tribológicas envolvidas. Sendo assim, torna-se necessária a investigação detalhada dos mecanismos de desgaste abrasivo, buscando maneiras de diminuir os danos causados por ele.

Uma abordagem para investigar os parâmetros que mais influenciam o desgaste é realizar testes laboratoriais para compreender os fenômenos relacionados (BORIK, 1972). Os ensaios de laboratório, devidamente validados, apresentam vantagens significativas que possibilitam, por exemplo, acelerar o desenvolvimento de materiais, uma vez que permitem a avaliação do efeito de diversas variáveis no tribossistema. O estudo do desgaste abrasivo pode ser feito através de diferentes tipos de tribômetros capazes de reproduzir configurações particulares de desgaste, simulando condições tribológicas existentes no funcionamento do sistema na aplicação real. O ensaio de desgaste do tipo roda de borracha, normatizado pela ASTM G65 (ASTM, 2021b), é amplamente utilizado na indústria de mineração para caracterizar e classificar os materiais em função da sua resistência ao desgaste abrasivo (VILLABÓN; A. SINATORA, 2006).

Frente à necessidade de aumentar a vida útil dos chutes de transferência de minério e diminuir problemas relacionados ao entupimento, busca-se a solução no uso de revestimentos resistentes ao desgaste abrasivo que possuam características antiaderentes com o minério de ferro, evitando acúmulo de material e, conseqüentemente, o entupimento do chute.

As soluções disponíveis para revestimentos dos chutes vão desde ligas metálicas, cerâmicas até materiais de origem polimérica. Diversos projetos mecânicos buscam características como resistência a choques mecânicos de baixa intensidade, baixos coeficientes de atrito e uma boa relação entre peso e rigidez. O uso de materiais poliméricos de alto desempenho permite a realização dessas montagens, oferecendo as propriedades desejáveis (SHIPWAY; NGAO, 2003).

O polietileno de ultra alta massa molar (*Ultra-high Molecular Weight Polyethylene* – UHMWPE) é um dos polímeros termoplásticos mais amplamente utilizados para aplicações que exigem resistência mecânica, resistência ao desgaste

e antiaderência. Este polímero possui excelentes propriedades, tais como, boa estabilidade química, baixo coeficiente de atrito e baixa absorção de água em relação a outros polímeros (KURTZ, 2004). O elevado desempenho tribológico do UHMWPE pode ser ainda superior se combinado com nanomateriais, como o grafeno e seus derivados, que possuem propriedades de lubrificantes sólidos, contribuindo na redução da taxa de desgaste e do coeficiente de atrito do revestimento (BRISCOE; SINHA, 2008).

Os nanomateriais têm propriedades únicas que podem ter um impacto significativo no desempenho dos materiais em termos de atrito, desgaste e capacidade de lubrificação. O estudo dos nanomateriais no campo da tribologia tem o potencial de avançar a compreensão dos mecanismos de desgaste e melhorar a qualidade dos materiais para usos específicos. Pesquisas teóricas e experimentais são essenciais para o desenvolvimento de materiais mais robustos e duráveis. Portanto, a investigação nessa área é fundamental para avançar a ciência e tecnologia dos materiais, além de aumentar a eficiência e confiabilidade dos sistemas tribológicos no processo de beneficiamento de minério de ferro.

Nesse sentido, Amurin e colaboradores (2020) desenvolveram o nanocompósito polimérico de UHMWPE contendo óxido de grafeno reduzido (rGO), no Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da Universidade Federal de Minas Gerais (CTNano/UFMG). O nanocompósito produzido em escala de laboratório apresentou baixíssimo coeficiente de atrito, em condição de desgaste por deslizamento, propriedades mecânicas elevadas, superfície com predominância hidrofóbica e alta resistência ao desgaste se comparado ao UHMWPE não aditivado (AMURIN et al., 2022a; SOARES et al., 2022). O processo de produção do nanocompósito foi escalonado e o produto contendo 0,25% m/m de rGO foi produzido em escala piloto. A caracterização morfológica, mecânica e tribológica mostrou que o aumento de escala não afetou o desempenho do nanocompósito (PEREIRA, 2023).

No presente trabalho será avaliado o efeito do rGO na resistência à abrasão do UHMWPE em diferentes condições de severidade, variando, de forma sistemática, a carga normal e o tamanho de abrasivo em testes laboratoriais, em diferentes ensaios tribológicos.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o desempenho tribológico do UHMWPE e o efeito da nanoaditivação da matriz polimérica com óxido de grafeno reduzido (rGO), na concentração de 0,25% m/m, a partir de desgaste abrasivo com variação no nível de severidade através de testes laboratoriais, incluindo ensaios de abrasão tipo pino sobre lixa, abrasão em roda de borracha e abrasão por deslizamento em tambor (tamboramento).

2.2 OBJETIVO ESPECÍFICOS

Para alcançar o objetivo geral, foram definidos os seguintes objetivos específicos:

- Avaliar as propriedades térmicas e morfológicas do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo rGO;
- Analisar as propriedades mecânicas (resistência ao impacto e dureza *Shore*) e os resultados obtidos pelo ensaio de indentação instrumentada dos materiais em investigação;
- Avaliar o comportamento tribológico através do ensaio de desgaste do tipo pino sobre lixa, conforme a norma ISO 4649.
- Avaliar o comportamento tribológico através do ensaio de abrasão em roda de borracha, conforme a norma ASTM G65, com variação dos principais parâmetros que influenciam no desempenho dos materiais, tais como, força normal e granulometria do agente abrasivo;
- Realizar o tratamento estatístico dos resultados do ensaio de abrasão em roda de borracha para avaliação da influência dos parâmetros sobre a perda de volume dos materiais investigados;
- Avaliar o comportamento tribológico através do ensaio de abrasão por deslizamento em tambor (tamboramento);
- Caracterizar os mecanismos de desgaste das amostras de UHMWPE e nanocompósito após os diferentes testes de desgaste, através de análises superficiais como microscopia óptica, MEV e perfilometria.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, são abordados os conceitos relativos à tribologia, buscando-se uma conexão entre esses conceitos e a bibliografia referente aos nanocompósitos poliméricos para aplicações que requeiram elevada resistência ao desgaste. Além disso, é realizado um estudo do estado da arte referente ao polietileno de ultra alta massa molar (UHMWPE) e nanomateriais de carbono, materiais em investigação neste trabalho.

3.1 TRIBOLOGIA

A tribologia pode ser definida como a ciência que estuda o contato entre superfícies em movimento relativo, incluindo a investigação científica de todos os tipos de atrito, lubrificação e desgaste, bem como o conhecimento técnico para aplicação do conhecimento tribológico (GAHR, 1987). Portanto, a tribologia reúne conhecimentos de física, química, mecânica, ciência e engenharia de materiais para descrever e prever o comportamento de materiais que operam em sistemas mecânicos (SILVA, 2003).

A escolha de um material para componentes mecânicos sujeitos a desgaste é desafiadora, pois não existe uma classificação relativa de resistência ao desgaste, já que esta não é uma propriedade intrínseca do material. Além das propriedades fundamentais do material, o desgaste depende das características de projeto do componente e das condições operacionais em que ele será utilizado. Esse conjunto de fatores relacionados ao material é denominado sistema tribológico ou tribossistema (GATES; GORE, 1995; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Diversos fatores influenciam o estudo do desgaste, incluindo a natureza dos materiais, geometria e pressão do contato, rugosidade da superfície, velocidade relativa de movimento, temperatura e ambiente, presença e eficácia de lubrificantes, além de outras condições pertinentes (MISRA; FINNIE, 1979; VILLABÓN; A. SINATORA, 2006).

3.1.1 Desgaste abrasivo

Os fenômenos de desgaste estão presentes em quase todos os processos industriais e devem ser estudados a fim de prever e mensurar suas consequências, pois afetam diretamente o custo do processo produtivo (GAHR, 1987). Segundo Ribeiro (2004), existem diferentes tipos de desgaste, tais como, desgastes causados por abrasão, adesão, corrosão, fadiga superficial, impacto, erosão, cavitação e atrito. Bhushan (2013) categoriza os modos de desgaste em cinco tipos principais: adesivo; abrasivo; fadiga; impacto por erosão; e químico (ou corrosivo). Além desses, frequentemente observam-se combinações dos modos de desgaste adesivo, corrosivo e abrasivo. Estima-se que aproximadamente dois terços do desgaste observado em ambientes industriais sejam atribuídos aos mecanismos adesivo e abrasivo.

O grande número de termos utilizados para descrever os efeitos do desgaste promove complexidade de compreensão e essa dificuldade conceitual requer uma descrição adequada aos fenômenos envolvidos. De fato, uma definição de acordo com os efeitos observados tende a ser mais adequada (BUDINSKI, 1997).

O desgaste abrasivo pode ser definido como o deslocamento ou perda de material causado por partículas ou protuberâncias de elevada dureza que se movem sobre uma superfície sob aplicação de força (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Em materiais dúcteis, como aços, o desgaste ocorre principalmente por meio dos mecanismos que envolvem deformação plástica, onde o material é permanentemente alterado pela aplicação de forças durante o desgaste. Durante esses processos, apenas uma pequena parte do volume dos sulcos de desgaste formados é imediatamente removida como detritos da superfície desgastada. Por outro lado, materiais frágeis, como cerâmicas, apresentam mecanismos de fratura frágil durante a abrasão. Nesses materiais, ocorre o lascamento de grandes fragmentos devido a trincas locais e a propagação dessas trincas durante o processo de desgaste (DASARI; YU; MAI, 2009; GAHR, 1981).

No entanto, o desgaste abrasivo em polímeros envolve mecanismos complexos que apresentam diferentes fenômenos, incluindo a transferência de filmes, fusão da superfície e deformação plástica na zona de contato (BAYER, 1979). Briscoe (1981) identifica duas formas de desgaste em materiais poliméricos, relacionadas ao desgaste coesivo e ao desgaste interfacial. O desgaste coesivo refere-se à abrasão e

à fadiga superficial, sendo influenciado pela resistência coesiva e pela tenacidade dos polímeros, ocorrendo a remoção progressiva do material polimérico. Já o desgaste interfacial envolve a formação de filmes adesivos (ou desgaste por transferência de material) e reações triboquímicas que ocorrem na superfície. Nesse caso, o desgaste ocorre principalmente por interações entre a superfície do polímero e o material em contato.

3.1.1.1 Classificações do desgaste abrasivo

Gates e Gore (1995) sugeriram classificar o tipo de abrasão baseado diretamente na severidade do desgaste, podendo ser de alto ou baixo esforço ou abrasão por goivagem. Esta classificação vem diretamente da indústria da mineração e é baseada na tensão aplicada no contato tribológico necessária para quebrar/fraturar a partícula do agente abrasivo.

A abrasão de baixo esforço (ou baixa tensão) ocorre quando as tensões envolvidas no tribossistema são baixas e não promovem a fratura do agente abrasivo. As superfícies submetidas a este tipo de abrasão podem apresentar sulcos e/ou ranhuras causadas pela remoção de material por partículas duras ou pontiagudas (GATES, 1998). É um modo de desgaste bastante comum, principalmente em sistemas em que o material abrasivo desliza livremente sobre a superfície, conforme mostrado na Figura 1, característica que pode ser observada em transporte de minério nos pontos de transferência (chutes).

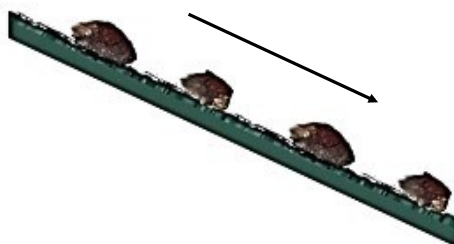


Figura 1 – Representação esquemática do movimento do agente abrasivo sobre a superfície em abrasão a baixa tensão.

Fonte: Adaptado de Penagos (2016).

A abrasão a alta tensão é caracterizada pela formação de sulcos acompanhados de deformação plástica e pequenas cavidades pontuais, causadas pela impressão de partículas na superfície. O esquema de abrasão de alta tensão é

mostrado na Figura 2, em que a parte superior do corpo exerce uma força compressiva em uma partícula abrasiva que, por sua vez, exerce uma força sobre a superfície inferior, fazendo com que o agente abrasivo cause deformações em ambas as superfícies. Nesse tipo de abrasão, os danos causados tendem a ser mais severos do que em situações de abrasão de baixa tensão (GATES, 1998; RIBEIRO, 2004).

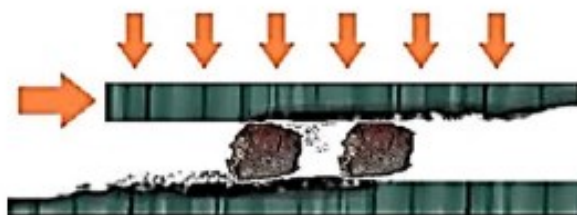


Figura 2 – Representação esquemática dos agentes abrasivos sendo comprimidos por uma superfície promovendo abrasão a alta tensão.

Fonte: Penagos (2016).

Por fim, a abrasão por goivagem ocorre quando partículas abrasivas de grandes dimensões com regiões pontiagudas e de dureza elevada atuam sobre a superfície sob alto impacto ou elevadas cargas de compressão, como esquematizado na Figura 3, resultando na formação de sulcos profundos e remoção de fragmentos relativamente grandes da superfície devido à ação do material abrasivo de granulação grosseira. É comum que a abrasão por goivagem ocorra em conjunto com abrasão a baixa ou alta tensão, com a goivagem causando os maiores danos. Este tipo de abrasão é comumente visto em moinhos de martelos, britadores giratórios, britadores de mandíbulas e equipamentos de manuseio de solo (GATES et al., 2018; RIBEIRO, 2004).



Figura 3 – Representação esquemática de abrasão por goivagem.

Fonte: METSO (2014).

3.1.1.2 Mecanismos do desgaste abrasivo

Quando o agente abrasivo entra em contato com uma superfície relativamente dúctil, podem ocorrer dois processos distintos, esquematizados na Figura 4. No microsulcamento (Figura 4a), a partícula abrasiva causa deformações plásticas na superfície, sem necessariamente promover perda ou destacamento de material. O material deformado se acumula na frente da partícula e escoia lateralmente. Já na Figura 4b, pode ser observado o microcorte, em que ocorre a remoção do material mais dúctil, formando cavacos na frente da partícula abrasiva (GAHR, 1981; RABINOWICZ; DUNN; RUSSELL, 1961).

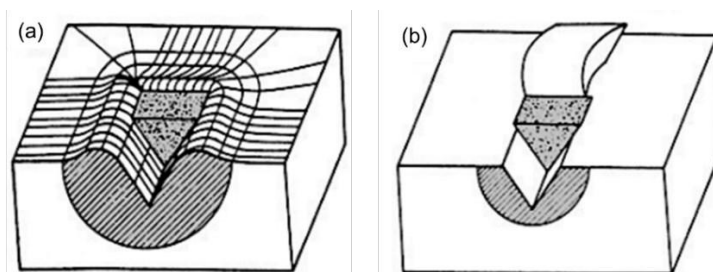


Figura 4 – Mecanismos de desgaste abrasivo para superfícies dúcteis: (a) microsulcamento e (b) microcorte.

Fonte: Gahr (1987).

Quando se trata de materiais frágeis, o mecanismo de lascamento se torna dominante. Esse processo ocorre devido ao processo de formação e propagação de trincas, resultando na remoção de lascas através da descamação (GAHR, 1987), como mostrado na Figura 5.

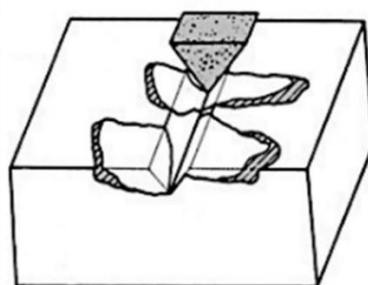


Figura 5 – Esquema ilustrativo do mecanismo de desgaste abrasivo por microtrincamento.

Fonte: Gahr (1987).

Em casos que a partícula abrasiva rola entre duas superfícies, o mecanismo de desgaste pode ser provocado por indentações múltiplas, conforme ilustrado na Figura

6. Esse processo se dá por meio de microindentação, que ocorre quando o agente abrasivo entra em contato com a superfície e a ação de uma determinada força, gera uma deformação plástica localizada (DA SILVA, 2008).

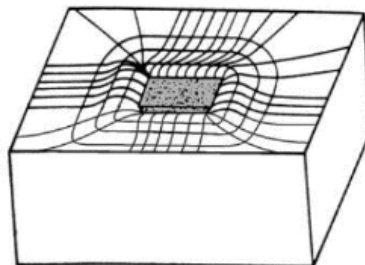


Figura 6 – Esquema ilustrativo do mecanismo de desgaste abrasivo por microindentação.
Fonte: Da Silva (2008).

3.1.1.3 Influência dos parâmetros físicos sobre a taxa de desgaste abrasivo

A taxa de desgaste abrasivo é influenciada por vários parâmetros físicos que afetam a interação entre o agente abrasivo e a superfície do material que ocorre o desgaste, como, por exemplo, rugosidade, tamanho e forma do agente abrasivo, velocidade do movimento relativo, entre outros.

O tamanho e a forma do agente abrasivo também influenciam, pois partículas maiores, irregulares e pontiagudas tendem a causar um desgaste mais acentuado devido à maior energia de impacto e maior capacidade de remoção de material (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017; WAINER; BRANDI; MELLO, 1992).

Ademais, a velocidade de deslizamento, a pressão de contato e a temperatura são parâmetros que também afetam a taxa de desgaste. O aumento na velocidade de deslizamento promove um aquecimento da superfície de contato, conseqüentemente, há o amolecimento do polímero, com mudança das propriedades físicas e mecânicas, e aumento do coeficiente de atrito (UNAL; SEN; MIMAROGLU, 2004). Enquanto a pressão de contato elevada atua comprimindo as partículas contra a superfície, aumentando o desgaste (FANG et al., 1993; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017; SHIPWAY; NGAO, 2003).

É importante ressaltar que esses parâmetros não atuam isoladamente, mas interagem entre si e com outros fatores, como a geometria da superfície, o tipo de mecanismo de desgaste envolvido e o ambiente em que o desgaste ocorre (tribossistema).

3.1.1.4 Influência das propriedades dos materiais sobre o desgaste abrasivo

A dureza é uma das propriedades mais importantes que afetam a resistência ao desgaste de um material, principalmente, quando o desgaste ocorre com baixa tensão (BUDINSKI, 1988). O desgaste do sistema depende da dureza relativa, definida como a razão entre a dureza do agente abrasivo (H_a) e a dureza da superfície desgastada (H_s). As relações entre H_a e H_s são mostradas na Figura 7 e pode ser visto que, nas situações em que a razão H_a/H_s é maior que 1,2, a partícula abrasiva tende a indentar a superfície, aumentando o desgaste abrasivo. Contudo, se a razão H_a/H_s for menor que 1,2, ocorrerá deformação ou fratura do agente abrasivo, que poderá ser arredondado e promover abrasão mais suave (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017; WAINER; BRANDI; MELLO, 1992).

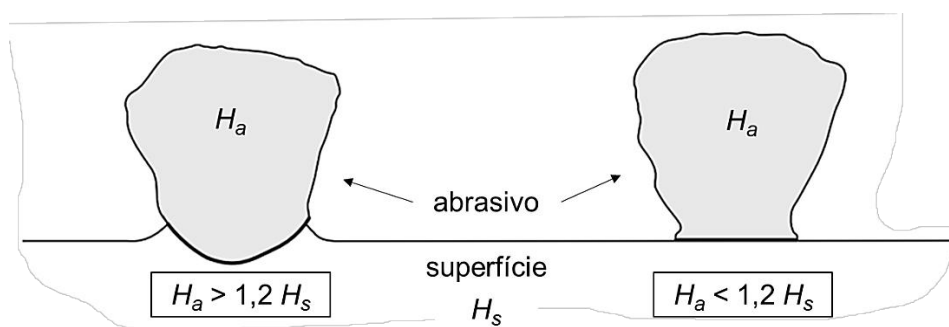


Figura 7 – Contato entre uma partícula do agente abrasivo sob carregamento normal e uma superfície plana com relação à razão das durezas dos materiais em contato.
Fonte: Adaptado de Hutchings e Shipway (2017).

Outra propriedade importante na resistência ao desgaste é a tenacidade de um material, definida como a capacidade de absorver energia antes de fraturar. Materiais com alta tenacidade são mais capazes de resistir a impactos e deformações plásticas, o que reduz a taxa de desgaste (AMURIN et al., 2022a; CENNA et al., 2001; KARUPPIAH et al., 2008).

A estrutura e a composição química de um material desempenham um papel fundamental na taxa de desgaste abrasivo. Polímeros com uma estrutura cristalina mais ordenada tendem a ser mais resistentes ao desgaste abrasivo, pois a estrutura proporciona uma maior resistência aos esforços aplicados durante o processo de desgaste. Os arranjos moleculares mais regulares facilitam a dispersão da energia de impacto e evitam a propagação de trincas ou deformações plásticas na superfície do material. Por outro lado, polímeros com uma estrutura mais desordenada, como os

amorfos, tendem a ser mais suscetíveis ao desgaste abrasivo. A falta de ordem estrutural resulta em maior propensão à fratura e deformação, onde as falhas na estrutura podem facilitar a penetração e o atrito das partículas abrasivas, acelerando o desgaste da superfície (AMURIN et al., 2022a; DASARI; YU; MAI, 2009; PETRICA et al., 2016).

A composição química do material também é importante na resistência ao desgaste abrasivo. Certos materiais podem ser adicionados a uma matriz polimérica para melhorar sua resistência ao desgaste. Por exemplo, a adição de materiais de carbono, como grafeno e nanotubo de carbono, podem aumentar a dureza, a resistência mecânica e a resistência ao desgaste. Esses aditivos promovem alterações estruturais ou microestruturais que aumentam a resistência mecânica e a capacidade do material de resistir ao atrito e à ação abrasiva das partículas (AMURIN et al., 2022a; DE OLIVEIRA AGUIAR et al., 2021; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

3.1.2 Tribologia de polímeros termoplásticos

Atualmente, os polímeros de engenharia estão tendo suas aplicações expandidas para diferentes campos tribológicos, devido a propriedades como baixa densidade, capacidade de autolubrificação e coeficiente de atrito (COF) relativamente baixo. Esses polímeros são amplamente utilizados em equipamentos industriais em setores da mineração, aeroespacial, automotivo e petroquímico (FRIEDRICH; SCHLARB, 2008; PETRICA et al., 2016).

Os polímeros podem fornecer alternativas viáveis para materiais muito duros, dependendo da sua massa molar e tipo de monômero para a formação da cadeia polimérica. Por exemplo, UHMWPE pode ser utilizado para a obtenção de chapas de revestimento de chutes, sistemas que transportam materiais particulados com baixa granulometria, oferecendo baixo atrito de deslizamento junto com resistência à abrasão adequada. Os poliuretanos também podem ser utilizados como chapas de revestimentos dos equipamentos de manuseio de pó. Em tubulações e bombas de polpa aquosa, fornecem proteção dupla contra corrosão e desgaste erosivo (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Além da elevada resistência ao desgaste desses tipos de polímeros, destacam-se, também, as características antiaderentes. Polímeros com propriedades antiaderentes tendem a ter um coeficiente de atrito mais baixo quando em contato

com outras superfícies. Isso significa que há menos resistência ao movimento relativo entre os materiais, resultando em menor taxa de desgaste por atrito (WIEBECK; HARADA, 2005).

3.2 POLIETILENO DE ULTRA ALTA MASSA MOLAR

O UHMWPE é um polímero linear sem ramificações, composto por cadeias poliméricas extremamente longas, que podem ter elevadíssima massa molar (superior a 3×10^6 g/mol). Apresenta somente ligações dos tipos C-C (carbono-carbono) e C-H (carbono-hidrogênio) (KURTZ, 2004).

O UHMWPE possui elevada resistência ao impacto, tornando-o capaz de absorver e dissipar energia de impacto sem sofrer deformação permanente, podendo ser utilizado como componentes de proteção, coletes à prova de balas, peças de transporte e revestimentos de dutos. Outra característica importante do UHMWPE é sua alta resistência ao desgaste abrasivo. Devido à sua massa molar muito elevada, as cadeias poliméricas do UHMWPE se acomodam de forma muito eficiente, formando uma estrutura altamente resistente ao deslizamento de partículas abrasivas. Isso torna o UHMWPE adequado para aplicações que envolvem desgaste intenso, como guias de deslizamento, rolos transportadores, revestimentos de silos e elementos de máquinas. Sua baixa aderência a outros materiais também contribui para a redução da taxa de desgaste (BUCKNALL et al., 2020; FERREIRA et al., 2021; KURTZ, 2004).

O UHMWPE é um polímero semicristalino, apresentando uma fase com estrutura lamelar cristalina e uma fase amorfa. Além disso, podem ser formadas estruturas fibrilares que atuam como pontes de ligação entre as estruturas cristalina e amorfa, e dentro da mesma fase, indicadas na Figura 8. As propriedades desse polímero são diretamente influenciadas pelas quantidades relativas de ambas as fases (KURTZ, 2004).

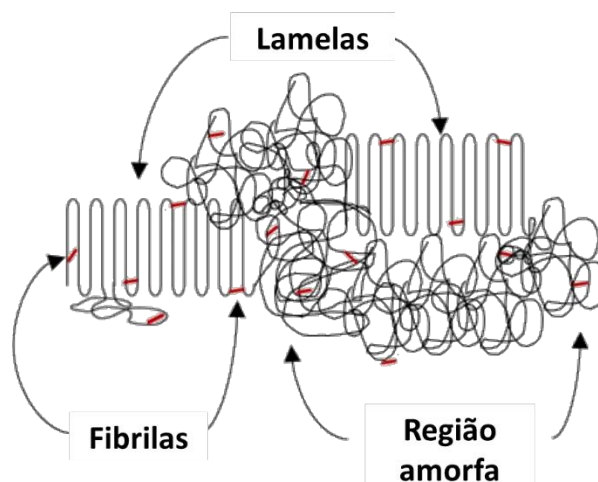


Figura 8 – Representação da estrutura do UHMWPE.
 Fonte: Adaptado de Amurin *et al.* (2022).

No entanto, a natureza de suas cadeias poliméricas muito longas e sua elevada massa molar causam um aumento do emaranhamento entre as cadeias poliméricas, reduzindo sua mobilidade e conferindo ao material uma viscosidade elevada, o que dificulta a fluidez do polímero no estado fundido e, conseqüentemente, o seu o processamento (ZHANG; LIANG, 2018). A processabilidade do UHMWPE é um grande desafio devido às dificuldades mencionadas. Sendo assim, muitos estudos têm buscado formas de diminuir custos de seu processamento, uma vez que processos convencionais como injeção e extrusão não podem ser utilizados. Por esta razão, a moldagem por compressão e a extrusão por pistão (extrusão *RAM*) são os principais processos de fabricação de peças de UHMWPE (KURTZ, 2015).

A moldagem por compressão foi o primeiro método utilizado para processar UHMWPE, e se originou na Alemanha na década de 1950. É um processo em batelada baseado na sinterização do material sem restrições de massa molar e viscosidade do fundido (BAENA; WU; PENG, 2015). Nesse processo, pressão, tempo e taxa de resfriamento de conformação são os principais parâmetros para de controle para obtenção das estruturas morfológicas.

Já a extrusão *RAM* (extrusão por pistão) consiste em um processo de prensagem que permite a produção contínua de perfis e é composta por uma matriz e um pistão hidráulico, representados na Figura 9. O UHMWPE é alimentado na extrusora *RAM* e aquecido a uma temperatura adequada para o processo de sinterização. Após o aquecimento, o pistão hidráulico é acionado, exercendo pressão sobre o polímero que é mantido na matriz da extrusora por tempo suficiente para a

fusão. Logo após, o extrudado sofre resfriamento (PITAYACHAVAL; BAOTHONG, 2018; ZHANG; LIANG, 2018). Neste tipo de processo podem ser produzidas chapas, tubos e hastes de UHMWPE, com boa qualidade superficial (KURTZ, 2015).

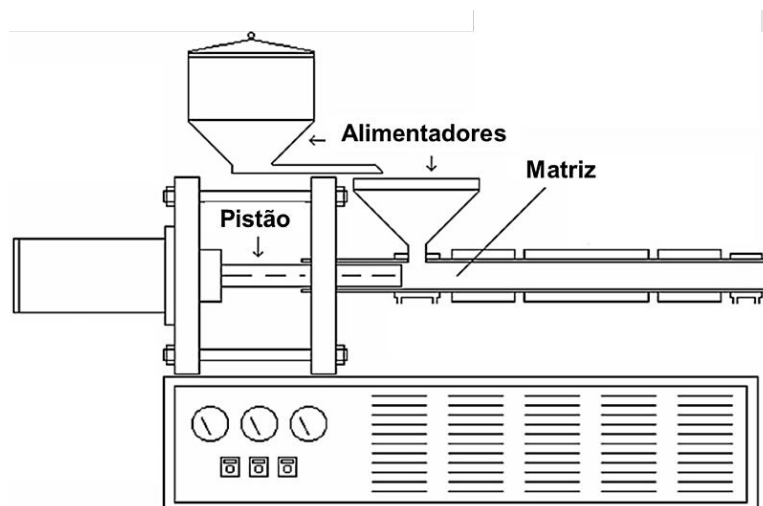


Figura 9 – Esquema da extrusora RAM.
Fonte: Adaptado de BRASKEM (2006).

Devido à difícil processabilidade do UHMWPE, várias alternativas têm sido exploradas para otimizar o processo de fabricação do material. Entre essas alternativas, a nanotecnologia tem se mostrado promissora.

A nanotecnologia oferece uma abordagem inovadora para melhorar as propriedades e o desempenho do UHMWPE, superando os desafios relacionados à sua processabilidade. Uma das estratégias mais adotadas é a incorporação de nanomateriais, como grafeno, nanotubos de carbono, nanofibras, nanopartículas metálicas e outros nanoaditivos (DALAI; SREEKANTH, 2020; GOVINDARAJ et al., 2019; SUÑER et al., 2015).

A adição de nanomateriais ao UHMWPE traz diversos benefícios. Primeiramente, os nanoaditivos têm o potencial de melhorar a processabilidade do UHMWPE, pois atuam como lubrificantes sólidos, melhorando seu fluxo durante o processamento. Isso facilita a moldagem e a extrusão do material, permitindo uma maior eficiência nos processos de fabricação (HERRERA-RAMÍREZ et al., 2017; ZHANG; LIANG, 2018).

Os nanoaditivos também atuam como agentes de reforço, modificando as propriedades mecânicas do polímero, como, aumento da resistência à tração, da tenacidade e da rigidez, de forma simultânea. Além disso, a dispersão uniforme dos

nanomateriais na matriz polimérica aumenta as resistências ao desgaste e ao atrito, resultando em um material mais durável e resistente (AMURIN et al., 2022a; KUMAR et al., 2022; SORRENTINO, 2018).

Outro aspecto relevante é a influência dos nanomateriais na formação da estrutura do UHMWPE. A adição de uma pequena quantidade de nanoaditivos à matriz polimérica é suficiente para fornecer sítios de nucleação heterogêneos para cristalização, uma vez que o polímero pode ser acomodado na superfície do nanomaterial, permitindo o crescimento de lamelas. Isso pode levar a propriedades mecânicas aprimoradas, como elevada dureza (ÇOLAK; GÖKTAŞ; MINDIVAN, 2020; PANG et al., 2018).

3.3 NANOCOMPÓSITOS DE UHMWPE

O crescente interesse em nanomateriais decorre principalmente de sua grande superfície específica, que lhes confere grande potencial para modificar as propriedades mecânicas e tribológicas dos materiais poliméricos (GOLCHIN; WIKNER; EMAMI, 2016).

O uso de cargas para modificar o comportamento tribológico de polímeros é bem revisado e documentado na literatura científica. Vários aditivos podem ser usados para alterar a resistência ao desgaste do UHMWPE, incluindo nanofibras de carbono (GALETZ et al., 2007; WANNASRI et al., 2009); nanoplaquetas de grafite (LIU; EYLER; ZHONG, 2016); nanoargilas (GUOFANG; HUAYONG; XIN, 2004; MOHAMMED; BIN ALI, 2016); nanopartículas de carboneto de silício (SHARMA et al., 2015); micro e nano-ZnO (CHANG; MD. AKIL; BT. MD. NASIR, 2013); nanohidroxiapatita (nano-HAP) (XIONG et al., 2011); partículas de zircônio (PLUMLEE; SCHWARTZ, 2009); nanotubos de carbono (TAI et al., 2012); e grafeno (AMURIN et al., 2022; PUÉRTOLAS; KURTZ, 2014; TAI et al., 2012; TRIPATHI et al., 2017).

Os nanomateriais de carbono, como o grafeno, quando introduzidos ao polímero, atuam em nível molecular, promovendo o fortalecimento da matriz (alta capacidade de carga), melhoria na capacidade de retenção de trincas abaixo da superfície (maior tenacidade), efeito lubrificante na interface por diminuição da tensão de cisalhamento (menor atrito) e aumento da condutividade térmica da matriz polimérica (FRIEDRICH; SCHLARB, 2008).

3.3.1 Nanomaterial de carbono bidimensional

O grafeno é constituído de estruturas formadas por uma única camada de átomos de carbono com hibridização sp^2 organizados em uma estrutura hexagonal plana. Este alótropo de carbono é a estrutura fundamental de outras formas gráficas, podendo se organizar em diferentes planos, como esquematizado na Figura 10 (GEIM; NOVOSELOV, 2007).

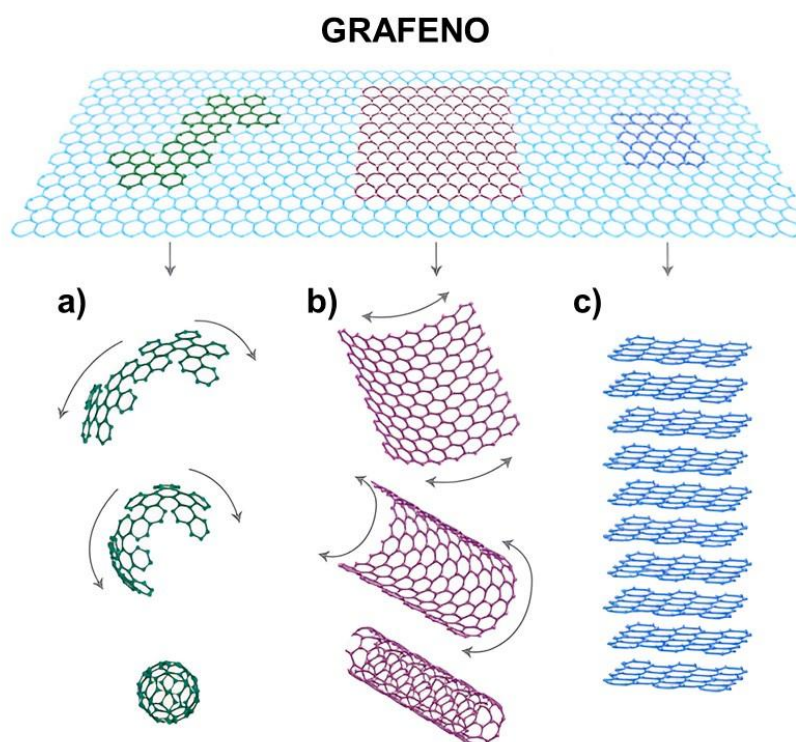


Figura 10 – Estruturas gráficas formadas pelo grafeno: (a) fullereno, (b) nanotubo de carbono e (c) grafite.

Fonte: Adaptado de Geim e Novoselov (2007).

As propriedades únicas do grafeno têm levado a uma ampla gama de aplicações em diversas áreas. Este material bidimensional (2D) exibe módulo de elasticidade na faixa de 0,5 – 1 TPa, resistência à tração em torno de 130 GPa e altas condutividades térmica ($\sim 5 \times 10^3 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) e elétrica ($\sim 10^8 \text{ S m}^{-1}$), além de elevada área superficial ($2360 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$) (SUN et al., 2021). Na eletrônica, por exemplo, o grafeno tem o potencial de substituir o silício como material base para dispositivos eletrônicos de alta velocidade e baixo consumo de energia. Sua alta condutividade elétrica e sua espessura extremamente fina permitem a criação de componentes eletrônicos ultrarrápidos e de alta densidade (NOVOSELOV et al., 2012; SHAHIL; BALANDIN,

2012). Na área de energia, o grafeno é utilizado em células solares devido à sua alta condutividade elétrica e transparência. Também é usado em supercapacitores, devido à sua alta capacidade de armazenar energia (IWAN; CHUCHMAŁA, 2012). O grafeno também é empregado na fabricação de sensores de alta sensibilidade e biossensores, devido à sua capacidade de detectar pequenas mudanças elétricas ou químicas (CAI et al., 2018; KUMAR et al., 2021; LU et al., 2020). Além disso, o grafeno também pode ser utilizado como reforço em polímeros, metais e cerâmicas, aumentando a resistência mecânica e melhorando o desempenho tribológico dos materiais (NOVOSELOV et al., 2012; POTTS et al., 2011; STANKOVICH et al., 2006).

O grafeno pode ser sintetizado por vários métodos, que podem ser divididos em dois grupos: i) *top-down* e ii) *bottom-up*, esquematizados na Figura 11 (LU et al., 2020).

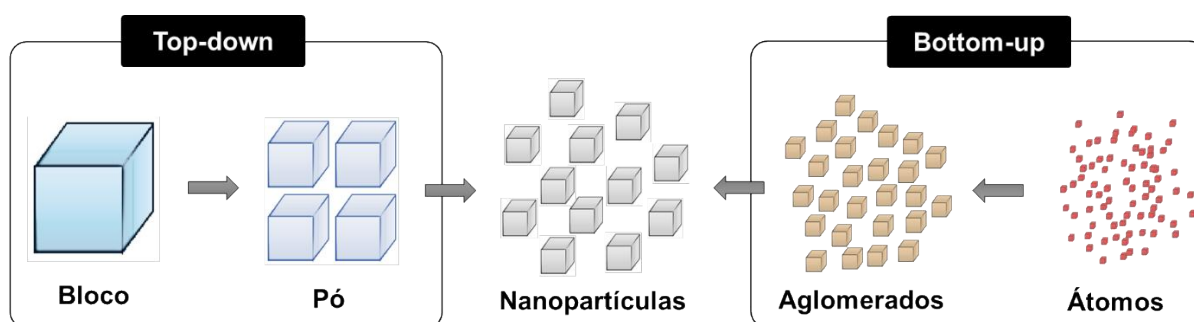


Figura 11 – Esquema de síntese de nanopartículas, como o grafeno, com base em processos top-down e bottom-up.

Fonte: Adaptado de Lu *et al.* (2020).

- i. Processos *top-down*: envolvem a obtenção do grafeno a partir de estruturas maiores, como o grafite, e a redução dessas estruturas para obter camadas individuais de grafeno. Dentre os métodos de obtenção, destacam-se a esfoliação mecânica e a esfoliação química. Na esfoliação mecânica, um adesivo é usado para “descascar” camadas finas de grafeno do grafite. Repetindo esse processo várias vezes, é possível obter camadas de grafeno cada vez mais finas. Já a rota química consiste no tratamento do grafite com reagentes para enfraquecimento das ligações de Van der Waals entre as camadas de carbono, promovendo o espaçamento entre as camadas e produção do grafeno. Esse método é relativamente simples e escalável, mas pode resultar em grafeno com algumas imperfeições estruturais (KUMAR et al., 2021; LU et al., 2020; MBAYACHI et al., 2021).

- ii. Processos *bottom-up*: envolvem a síntese do grafeno a partir de moléculas precursoras. Nesse processo, as moléculas precursoras são organizadas em escala atômica ou molecular para formar o grafeno. Dentre os métodos de obtenção, destaca-se o crescimento epitaxial e a deposição química de vapor (CVD). O crescimento epitaxial é um processo que envolve a deposição de camadas de material sobre um substrato de forma ordenada, onde as novas camadas replicam a estrutura cristalina do substrato. No caso do grafeno epitaxial (EG), é sintetizado termicamente sobre uma superfície de carbeto de silício (SiC) monocristalino. No entanto, esse método tem limitações, como a alta temperatura e a incapacidade de transferir o grafeno para outros substratos. Já na técnica de CVD, um gás precursor contendo carbono, como o metano, é introduzido em uma câmara de reação com um substrato metálico aquecido. O gás precursor se decompõe na superfície do substrato, permitindo que os átomos de carbono se juntem e formem uma camada de grafeno (GUTIÉRREZ-CRUZ et al., 2022; KUMAR et al., 2021; MBAYACHI et al., 2021).

Em geral, os métodos *top-down* são mais acessíveis em termos de custo e escala, mas podem levar à formação de grafeno com qualidade inferior em comparação aos métodos *bottom-up*. Ambos os processos têm suas vantagens e limitações e a escolha do método adequado depende das aplicações desejadas, dos recursos disponíveis e dos requisitos de qualidade do grafeno (GUTIÉRREZ-CRUZ et al., 2022).

A modificação e funcionalização do grafeno permite explorar novas propriedades e funcionalidades, ampliando as possibilidades de aplicação. Tal modificação com grupos funcionais oxigenados, como hidroxilas (-OH) e carboxilas (-COOH), produz o óxido de grafeno (GO). Devido às suas propriedades como alta reatividade química, isolamentos elétrico e térmico e hidrofobicidade, o GO é amplamente estudado como um material de destaque no campo industrial e na medicina (CHINTALAPUDI; PANNEM, 2020; GUTIÉRREZ-CRUZ et al., 2022).

O processo de produção do óxido de grafeno consiste, geralmente, nas etapas de oxidação e esfoliação. Primeiramente, o grafite é submetido a um processo de oxidação utilizando agentes oxidantes fortes, ocorrendo a introdução de grupos funcionais entre as camadas de grafeno, interrompendo a estrutura hexagonal regular e resultando no aumento do espaçamento entre as camadas. O material resultante é

o óxido de grafite (GrO), que pode ser esfoliado para obtenção de camadas individuais de óxido de grafeno (GO) e purificado por meio de técnicas como filtração, centrifugação e lavagem para remoção de resíduos ácidos e outros compostos indesejados. A purificação é importante para garantir a qualidade e a uniformidade das camadas de GO (AMURIN et al., 2022a; CHINTALAPUDI; PANNEM, 2020; GUTIÉRREZ-CRUZ et al., 2022).

A reparação da rede gráfitica e a remoção dos grupos oxigenados são alcançadas na etapa de redução do GrO, que pode ser realizado de diferentes maneiras, como tratamento térmico, químico ou eletroquímico, obtendo-se o óxido de grafite reduzido (rGrO). A esfoliação do rGrO resulta no óxido de grafeno (rGO) que apresenta baixo teor de grupos funcionais e uma estrutura mais próxima ao grafeno (AMURIN et al., 2022a). O esquema da obtenção do rGO é mostrado na Figura 12.

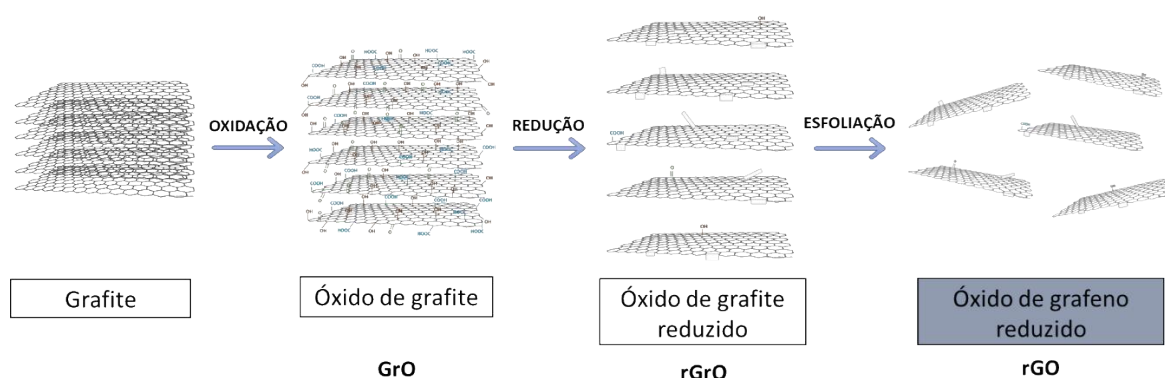


Figura 12 – Processos envolvidos na obtenção do rGO a partir do grafite.
Fonte: Adaptado de Amurin *et al.* (2022a)

Uma das principais vantagens do uso do rGO é a sua maior facilidade de produção em comparação com o grafeno. A produção do rGO é mais simples e acessível, permitindo uma escala de produção maior e mais econômica. Isso ocorre porque a produção do grafeno puro requer técnicas mais complexas e caras, como a deposição química de vapor (CVD) em substratos específicos. Além disso, o rGO mantém algumas das propriedades interessantes do grafeno, como alta condutividade elétrica e térmica, flexibilidade mecânica e elevada área superficial (COMPTON; NGUYEN, 2010; GUTIÉRREZ-CRUZ et al., 2022; PEI; CHENG, 2012).

3.3.2 Morfologia dos nanocompósitos de UHMWPE

Para termoplásticos semicristalinos, como o UHMWPE, a ação dos nanomateriais de carbono depende das mudanças físico-químicas da estrutura do polímero. A incorporação dos nanomateriais na matriz polimérica é considerada eficiente quando os nanomateriais estão devidamente dispersos de forma homogênea, proporcionando maior área de contato superficial com as cadeias poliméricas. Os nanomateriais de carbono podem atuar como ponto de nucleação, promovendo a formação da estrutura cristalina lamelar de longo alcance (FRIEDRICH; SCHLARB, 2008). Além disso, o aumento da cristalinidade de um material está associado à redução do coeficiente de atrito, devido à maior rigidez das regiões cristalinas, que dificulta a deformação das cadeias poliméricas. A menor capacidade de deformação gera menos dissipação de energia no contato entre superfícies, contribuindo para uma redução no atrito. (DASARI; YU; MAI, 2009; KARUPPIAH et al., 2008).

Amurin e colaboradores (2022) desenvolveram nanocompósitos de UHMWPE contendo rGO em concentrações de 0,10, 0,25 e 0,50% m/m e observaram através de imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) que em baixas concentrações de rGO a estrutura predominante nos nanocompósitos é lamelar bem ordenada e de longo alcance, com junções fibrilares conectadas entre elas. No entanto, concentrações mais altas de rGO (0,50 %m/m) resultaram em uma estrutura sem a presença das lamelas de longo alcance devido à presença de cargas aglomeradas, que dificultam o dobramento das cadeias poliméricas, conforme pode ser visto na Figura 13.

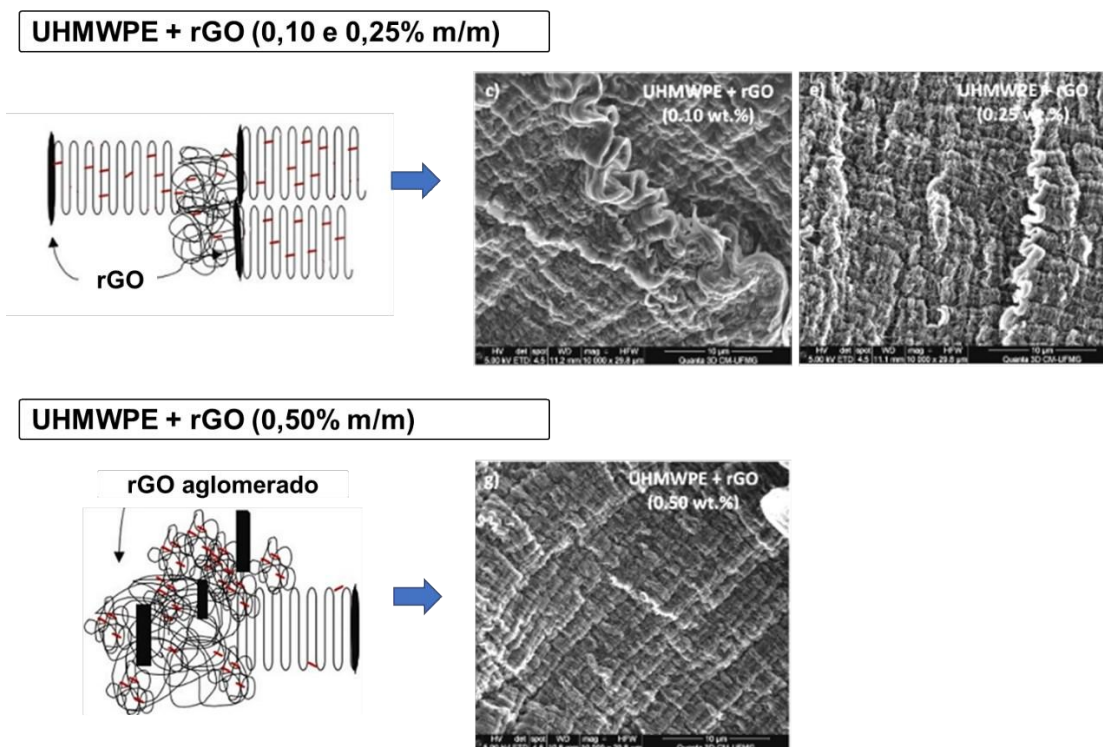


Figura 13 – Formação da estrutura de acordo com a concentração de rGO.
Fonte: Adaptado de Amurin *et al.* (2022).

3.3.3 Propriedades mecânicas de nanocompósitos de UHMWPE

A presença de nanoaditivos em matrizes de UHMWPE promovem modificações nas propriedades mecânicas como, por exemplo, o aumento da rigidez e da dureza do polímero, dificultando a deformação plástica e tornando-o mais resistente a riscos e deformações. Além disso, os nanoaditivos elevam a resistência ao impacto, dissipando a energia do impacto e prevenindo a propagação de trincas. Os nanocompósitos também exibem uma maior resistência à tração e tenacidade devido ao reforço proporcionado pelas nanopartículas, que distribuem as forças aplicadas e fortalecem as interações intermoleculares. Outros parâmetros, como resistência ao desgaste e resistência à fadiga, também podem ser influenciados pela presença dos nanoaditivos, bem como sua concentração e dispersão na matriz polimérica (PUÉRTOLAS; KURTZ, 2016).

Alam e colaboradores (2019) reportaram a influência de nanomateriais de carbono bidimensionais nas propriedades térmicas, elétricas e mecânicas de nanocompósitos de UHMWPE reforçados com nanoplaquetas de grafeno (GNP) em concentrações de 0,1% a 10% em massa, para aplicações em implantes biomédicos inteligentes. Os resultados indicam que houve um aumento significativo na

condutividade elétrica, devido à formação de uma rede condutora tridimensional. O módulo de elasticidade e a resistência ao escoamento aumentam em 30% e 21% para a adição de 0,5% e 1,0% em massa de GNP, respectivamente, enquanto a tenacidade e a resistência à tração diminuem para concentrações acima de 0,5% em massa de carga de GNP.

Suñer e colaboradores (2015) investigaram o efeito da adição de óxido de grafeno (GO) ao UHMWPE em concentrações de 0,1 a 2% em massa, em suas propriedades mecânicas. O módulo de elasticidade e a tensão de escoamento aumentaram aproximadamente 15% após adição de 0,3% de GO. A tensão de ruptura dos nanocompósitos aumentou até aproximadamente 25% em comparação com UHMWPE não aditivado, exceto para nanocompósito contendo 2% m/m de GO, que apresentou uma diminuição significativa em relação ao UHMWPE não aditivado. Em geral, as propriedades mecânicas dos nanocompósitos foram modificadas para amostras preparadas com um baixo teor de GO, atingindo um ótimo na concentração de 0,5% m/m.

Dalai & Sreekanth (2020) estudaram nanocompósitos de UHMWPE como material de substituição de juntas. Foi realizada uma investigação sobre a dureza e a flexão do UHMWPE aditivado com nanodiamante (ND) e grafeno. Os autores concluíram que devido à formação de uma boa ligação molecular, houve um aumento de 12% na dureza Vickers para o nanocompósito UHMWPE+ND contendo 0,5% m/m e, para o nanocompósito UHMWPE+grafeno (0,3% m/m) o aumento foi de 6%. Os nanocompósitos produzidos com 0,3% m/m de ND e com 0,5% m/m de grafeno apresentaram um aumento significativo na resistência à flexão e no módulo de flexão. Neste estudo, a fabricação de materiais nanoaditivados com ND e grafeno exibiram boas propriedades mecânicas e podem ser explorados para substituição total da junta.

Vadivel e colaboradores (2022) investigaram o desempenho tribológico de um compósito multiescala à base de UHMWPE, contendo 0,5% m/m de óxido de grafeno (GO), 0,5% m/m de nanodiamante (ND) e 10% m/m de fibras curtas de carbono (SCF), sob diferentes condições de lubrificação e cargas. Através do ensaio de desgaste pino-disco sob condições secas e lubrificadas com água do mar e com lubrificante ambientalmente aceitável, o compósito apresentou excelente desempenho, com redução de 77% no coeficiente de atrito e 88% na taxa de desgaste específico. O compósito demonstrou maior resistência ao desgaste, mantendo a integridade estrutural e exibindo menor absorção de água em comparação ao UHMWPE puro.

3.3.4 Tribologia de nanocompósitos de UHMWPE

As propriedades tribológicas do UHMWPE podem ser influenciadas pela rigidez, dureza, microdureza e resistência ao impacto. O aumento da rigidez e dureza resulta em uma maior resistência ao desgaste, enquanto uma elevada microdureza contribui para a resistência à deformação plástica localizada. Além disso, uma alta resistência ao impacto é fundamental para evitar falhas durante as aplicações tribológicas. Neste sentido, a adição de nanomateriais pode melhorar essas propriedades e oferecer um desempenho tribológico aprimorado para os nanocompósitos de UHMWPE (SOARES et al., 2022).

Um grupo de pesquisadores estudou nanocompósitos UHMWPE contendo GO para avaliação das propriedades mecânicas e tribológicas. Os resultados mostraram que, em concentrações inferiores a 1,0% m/m de GO, a resistência à indentação e ao desgaste dos nanocompósitos aumentaram consideravelmente. O comportamento tribológico dos nanocompósitos de UHMWPE+GO indicou mudança no mecanismo de desgaste, ou seja, inicialmente foi identificado o desgaste por fadiga e, após adição do GO, foi identificado o desgaste abrasivo associado à geração de uma camada de transferência na superfície de contato, o que reduziu em até 40% a taxa de desgaste dos nanocompósitos (TAI et al., 2012).

Baena e colaboradores (2015) aprimoraram as propriedades mecânicas e tribológicas do UHMWPE, usado em aplicações de artroplastia, através da inserção de nanocargas. O estudo investigou uma ampla variedade de nanomateriais, descritos na Tabela 1, que fornece uma visão geral dos nanomateriais de reforço comumente usados e seus efeitos nas propriedades mecânicas e no desempenho de desgaste.

Tabela 1 – Efeitos de nanocargas nas propriedades mecânicas e no desgaste do UHMWPE.

Carga	Concentração (% m/m)	Propriedades modificadas	Redução da taxa de desgaste (%)
Nanofibras de carbono (CNF)	0,5 – 5,0	Aumento da resistência à tração	56 – 58
Nanotubo de carbono (CNT)	0,1 – 5,0	Aumento da resistência à tração, do módulo de Young e da tenacidade	26 – 86

Grafeno	0,1 – 1,0	Maior lubricidade, maior resistência à tração, maior resistência ao escoamento e redução do coeficiente de atrito	60 – 78 (dependendo da carga)
---------	-----------	---	----------------------------------

Fonte: Baena *et al.* (2015)

Soares e colaboradores (2022) realizaram estudos tribológicos em nanocompósitos de UHMWPE reforçados com óxido de grafeno reduzido (rGO) em concentrações de 0,01% m/m, 0,1% m/m, 0,25% m/m e 0,50% m/m. O comportamento tribológico foi avaliado através de ensaio de desgaste por deslizamento no modo pino sobre disco. Os resultados mostraram que os nanocompósitos com teores de rGO de 0,10 e 0,25% m/m exibiram maior grau de cristalinidade se comparados ao UHMWPE não aditivado e, conseqüentemente, foi observada uma melhoria considerável nas respostas mecânica e tribológica. Nesse caso, foi reportado um aumento de cerca de 40% na dureza instrumentada e no módulo de elasticidade, assim como uma redução em torno de 48% no coeficiente de atrito quando comparados ao UHMWPE puro. Adicionalmente, a presença de rGO diminuiu o trabalho de adesão dos pares de superfície em contato dos discos constituídos por nanocompósitos e a contraface do pino constituída por liga metálica de cobalto com carbeto de tungstênio (WC/Co), resultando em mudanças nos mecanismos de atrito e desgaste em comparação com o polímero puro.

Os nanomateriais apresentam propriedades únicas e diferenciadas que podem influenciar significativamente o desempenho tribológico dos materiais, como o coeficiente de atrito, a resistência ao desgaste e a lubricidade. Os estudos envolvendo nanomateriais no campo tribológico têm o potencial de gerar grandes avanços na compreensão dos mecanismos de desgaste e na otimização dos materiais para aplicações específicas. Nesse sentido, a investigação teórica e experimental é de grande importância para o avanço no desenvolvimento de materiais mais resistentes e duráveis. Portanto, a pesquisa nessa área é essencial para o progresso da ciência e tecnologia dos materiais e para aprimorar a eficiência e a confiabilidade de sistemas tribológicos em diversos setores da indústria.

4. METODOLOGIA

Este trabalho foi dividido em três etapas:

- i. Preparação das amostras para os ensaios mecânicos e tribológicos;
- ii. Estudo das propriedades térmicas, morfológicas e mecânicas dos materiais investigados;
- iii. Estudo das características tribológicas, influência dos parâmetros dos ensaios de desgastes e análise superfície dos mecanismos de desgaste dos materiais investigados.

4.1 MATERIAIS

A matriz polimérica utilizada foi o UHMWPE, produzido pela empresa *Ticona-Celanese*, cujas características estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Informações específicas do UHMWPE utilizado neste trabalho.

Nomenclatura	Massa molar média (g mol⁻¹)	Densidade (g cm⁻³)	Viscosidade Intrínseca (dl g⁻¹)	Tamanho médio de particulado polimérico (µm)
GUR® 4152	7,6 x 10 ⁶	0,93	28	180

Fonte: Catálogo da *Celanese* (2022).

O nanomaterial de carbono bidimensional utilizado como material de partida para incorporação à matriz de UHMWPE foi o óxido de grafite reduzido (rGrO), produzido por expansão e redução térmica simultâneos do óxido de grafite (GrO) via forno de tubo rotativo, localizado no CTNano/UFGM (PEREIRA, 2023).

4.2 PROCESSAMENTO DO NANOCOMPÓSITO

A rota de esfoliação da nanocarga foi realizada conforme descrito no depósito de patente BR 10 2020 011701 7 (AMURIN et al., 2022b). Inicialmente, foi preparada uma suspensão de óxido de grafite reduzido (rGrO) em etanol na concentração de 5 g L⁻¹ que, por sua vez, foi pré-esfoliada em misturador mecânico de alto cisalhamento por 30 minutos com velocidade de 4500 rpm. Em seguida, a suspensão

foi esfoliada em banho ultrassônico por 2 horas a 60 °C com agitação mecânica simultânea de 300 rpm. O processo de aditivação da matriz polimérica foi realizado segundo a rota de desenvolvimento para aumento de escala, representado na Figura 14, em que a matriz polimérica em pó foi adicionada à suspensão esfoliada e permaneceu sob sonicação e interação com o nanomaterial por 1 hora a 60 °C e agitação de 450 rpm (PEREIRA, 2023). O solvente (etanol) foi removido em estufa a 70 °C por 12 horas. O pó polimérico nanoaditivado foi encaminhado para homogeneização no moinho de bolas, que também auxilia na esfoliação da nanocarga, onde permaneceu por 8 horas. Ao final do processo foi obtido um concentrado (*masterbatch*) do nanocompósito de UHMWPE+rGO (3% m/m).

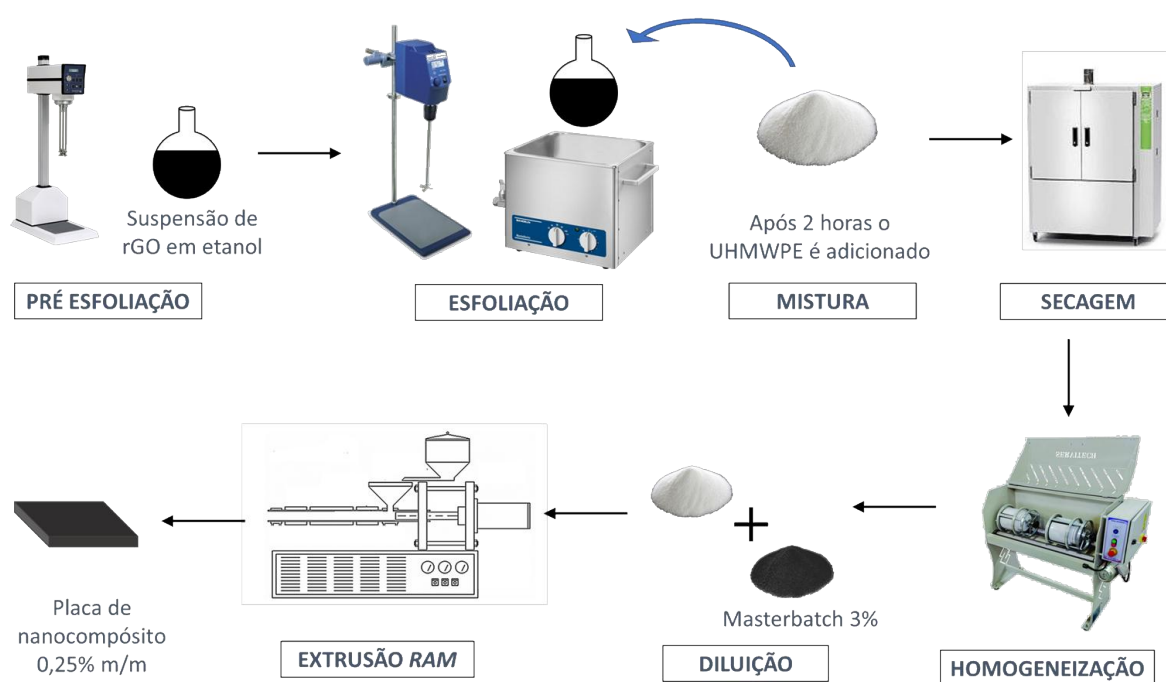


Figura 14 – Diagrama do processamento de produção do nanocompósito polimérico.
Fonte: Próprio autor.

O UHMWPE não aditivado e o nanocompósito de UHMWPE+rGO foram processados em ambiente industrial na empresa *Baron Revestimentos Industriais Antiaderentes*, em que o *masterbatch* foi submetido à etapa de diluição para obtenção do nanocompósito de concentração 0,25% em massa de rGO. Para diluição foi utilizado um misturador de pás em duas etapas por 40 minutos. As chapas foram conformadas via extrusão RAM para formar um perfil sólido contínuo, com dimensões de 1,25 metros de largura e 40 mm de espessura. Os corpos de prova foram

confeccionados em diferentes partes da chapa e usinados para realização dos ensaios, conforme mostrado na Figura 15.

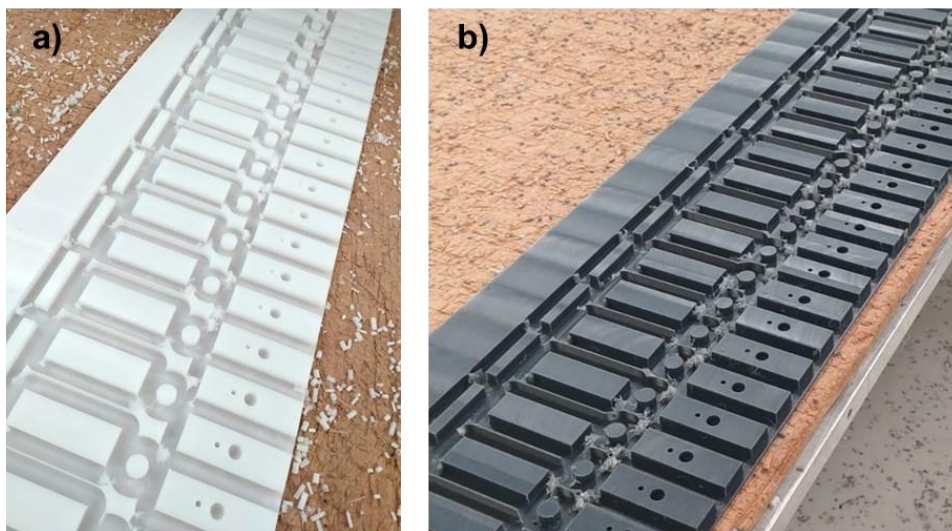


Figura 15 – Corpos de prova usinados na empresa Baron: (a) UHMWPE não aditivado e (b) nanocompósito de UHMWPE contendo rGO.

Fonte: Próprio autor.

4.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

4.3.1 Características da nanocarga

- **Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) possibilita a obtenção de imagens com alta profundidade de foco e oferece alta resolução, garantindo uma ampliação de até 500 000 vezes sem comprometer a nitidez das imagens. Essas características tornam o MEV uma das ferramentas mais amplamente utilizadas na pesquisa de materiais (CANEVAROLO JR., 2004)

Neste estudo em particular, utilizaram-se imagens obtidas por MEV para analisar a morfologia do rGrO após a etapa de redução e expansão em forno rotativo, antes da esfoliação em banho ultrassônico. Amostras em pó do rGrO foram depositadas sobre os *stubs* recobertos com fita de carbono. Os *stubs* foram submetidos ao processo de deposição de carbono com 15 nm de espessura para permitir a condução dos elétrons do feixe do MEV e conseqüente capturas das

imagens. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura *Quanta 3D FEG*, operando com uma tensão de aceleração de 5 kV, localizado no Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

- ***Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)***

A técnica de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) possibilita a determinação do tamanho e proporciona diferentes padrões de difração de elétrons, permitindo distinguir entre folhas de grafeno simples e multicamadas. Neste estudo, foram utilizadas imagens de MET para avaliar o tamanho lateral e a morfologia das folhas de rGO.

Após esfoliação em banho ultrassônico, uma alíquota da suspensão de rGO em etanol foi retirada e diluída em 10 vezes. Uma microgota da suspensão diluída foi depositada em grades de cobre de malha 200 mesh (75 μm) e mantida em temperatura ambiente até a evaporação completa do solvente. As imagens de MET e de alta resolução (HRTEM) das nanocargas foram obtidas no equipamento *Tecnai G2-20 - FEI SuperTwin* de 200 kV, da *Thermo Fisher*, do Centro de Microscopia da UFMG.

- ***Microscopia de Força Atômica (AFM)***

A Microscopia de Força Atômica (AFM) é uma técnica que possibilita obter imagens precisas e de alta resolução da superfície de materiais em escalas micro e nano. No modo de contato, uma sonda fina (ponta) é posicionada próxima à amostra para gerar um mapa detalhado da topografia da superfície do material, aspecto e defeitos. A interação entre a ponta e a superfície é medida por meio da deflexão de uma alavanca, detectada por sensores altamente sensíveis (CANEVAROLO JR., 2004). Neste trabalho, foram utilizadas imagens de AFM para determinar a espessura média do rGO. A amostra foi preparada diluindo-se a suspensão de rGO em etanol em 2,5 vezes e depositando-a em substrato de mica. O solvente foi removido por evaporação à temperatura ambiente. As imagens foram adquiridas no modo de contato usando um microscópio de força atômica da marca *Asylum Research MFP-3D-SA* no Centro de Microscopia da UFMG.

4.3.2 Propriedades térmicas e morfológicas do UHMWPE puro e nanoaditivado

- **Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)**

A técnica de DSC é uma ferramenta para caracterização das propriedades de transição térmica dos polímeros, sendo possível aferir as temperaturas de transição vítrea, fusão e cristalização, assim como, estimar o grau de cristalinidade (X_c) que influencia diretamente no desempenho mecânico e tribológico dos materiais.

Os ensaios de DSC foram realizados no Laboratório de Caracterização Térmica do CTNano/UFMG em equipamento *Perkin Elmer 8000*, com taxa de aquecimento e resfriamento em 10 °C/min, ambiente de gás hélio e cadinho de alumínio. As amostras foram submetidas ao primeiro ciclo de aquecimento na faixa de 25 °C até 200 °C. Em seguida, as amostras foram submetidas ao ciclo de resfriamento na faixa de temperatura de 200°C - 0 °C. Por fim, o segundo ciclo de aquecimento na faixa de temperatura de 0°C - 250 °C. Os graus de cristalinidade (X_c) do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito foram estimados a partir da entalpia de fusão do material analisado (ΔH_m) e da entalpia de fusão teórica para o polietileno 100% cristalino ($\Delta H_m^\circ = 293 \text{ J g}^{-1}$), calculado a partir da Equação (1) (PANG et al., 2018), onde φ representa a fração mássica de nanomaterial nos nanocompósitos, que para o polímero puro corresponde a zero:

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^\circ(1 - \varphi)} \cdot 100 \quad (1)$$

- **Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Fragmentos das amostras do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito foram submetidas à fratura criogênica para observação da morfologia. As superfícies das amostras poliméricas foram depositadas em *stub* com fita de carbono e recobertas com filme de carbono com espessura de 15 nm e, em seguida, observadas em microscópio eletrônico de varredura *Quanta 3D FEG*, com tensão de aceleração 5 kV no Centro de Microscopia da UFMG.

4.3.3 Propriedades mecânicas do UHMWPE puro e nanoaditivado

- **Ensaio de resistência ao impacto**

Para avaliar a capacidade dos materiais poliméricos em absorver energia e resistir à fratura sob impacto súbito, foram realizados ensaios em um equipamento *XJ Series* no modo *Charpy*, com pêndulo de 50 J no martelo de impacto, localizado no Laboratório de Caracterização Mecânica do CTNano/UFG. Os corpos de prova possuíam as seguintes dimensões: $9,6 \pm 0,1$ mm de largura, $8,5 \pm 0,1$ mm de espessura com entalhe em V e 60 mm de comprimento. Os entalhes apresentam profundidade de $1,7 \pm 0,1$ mm e raio de vértice de 0,25 mm para proporcionar concentração de tensão. Foram testados 15 corpos de prova de cada material.

- **Ensaio de dureza Shore D**

Medidas de dureza foram realizadas para avaliação da resistência que o material oferece à deformação plástica permanente. Foi utilizado um durômetro *Shore D* segundo a norma ASTM D2240 (ASTM, 2021a), sendo realizadas 50 medidas na superfície das amostras.

- **Ensaio de indentação instrumentada**

A avaliação do comportamento mecânico em microescala foi realizada em um Ultramicrodurômetro *Shimadzu*, modelo DUH-W201S instalado no Laboratório *Nanotech* de Tribologia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais (DEMET/UFG). O penetrador foi do tipo *Berkovich* de base triangular com ângulo de 115° entre as faces e $\epsilon = 0,75$. Foi aplicada força de 245 mN para todas as amostras com velocidade de aplicação de 8 mN/s e tempo de permanência de 15 s, conforme a metodologia descrita por Soares (2021). Foram realizadas 20 indentações na superfície de cada material polimérico.

O modo de aplicação gera curvas de carga e descarga, das quais podem ser determinados os seguintes parâmetros:

- **Dureza instrumentada (H_{IT}):** corresponde à resistência do material à deformação plástica localizada e é calculada a partir da profundidade de penetração do indentador e da força aplicada, considerando a área de contato durante o ensaio, conforme as Equações (2) e (3):

$$H_{IT} (MPa) = \frac{F_{max}}{A_p \cdot (h_c)} \quad (2)$$

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot (h_{max} - h_r) \quad (3)$$

Sendo:

F_{max} a força de medição máxima (mN);

$A_p \cdot h_c$ a área projetada de contato do penetrador (mm²);

h_c a profundidade de contato (nm);

h_{max} a profundidade de indentação máxima em F_{max} (nm);

h_r o ponto de interseção da tangente da curva b em F_{max} com a profundidade de indentação (nm);

ε o fator de correção dependente da geometria do penetrador.

- **Módulo elástico instrumentado (E_{IT}):** refere-se à rigidez do material durante a fase elástica da indentação. Ele é calculado a partir da curva de descarga do ensaio, refletindo a capacidade do material de se recuperar elasticamente após a remoção da carga, conforme as Equações (3), (4) e (5):

$$E_{IT} (MPa) = \frac{(1 - \nu_a^2)}{\frac{1}{E_r} - \frac{(1 - \nu_p^2)}{E_p}} \quad (4)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2 \cdot C_s \cdot \sqrt{A_p h_c}} \quad (5)$$

$$C_s = \frac{1}{S} = \frac{dh}{dF} \quad (6)$$

Sendo:

ν_a , o coeficiente de Poisson da amostra;

E_r , o módulo elástico reduzido (MPa);

ν_p , o coeficiente de Poisson do indentador;

E_p , o módulo elástico do indentador (MPa);

C_s , a deflexão elástica da amostra na indentação;

S , a rigidez no contato.

4.3.4 Avaliação do desempenho tribológico e análise de superfície de desgaste

- **Ensaio de desgaste abrasivo em tribômetro tipo pino sobre lixa**

A resistência ao desgaste abrasivo dos materiais poliméricos foi avaliada utilizando corpos de prova com 16 mm de diâmetro e 10 mm de espessura sobre tambor abrasivo, segundo a norma ISO 4649 (2010). O equipamento apresenta as seguintes características: 10 N de força no cabeçote, 40 m distância de deslizamento e 40 rpm de velocidade de rotação no tambor, e está apresentado na Figura 16.

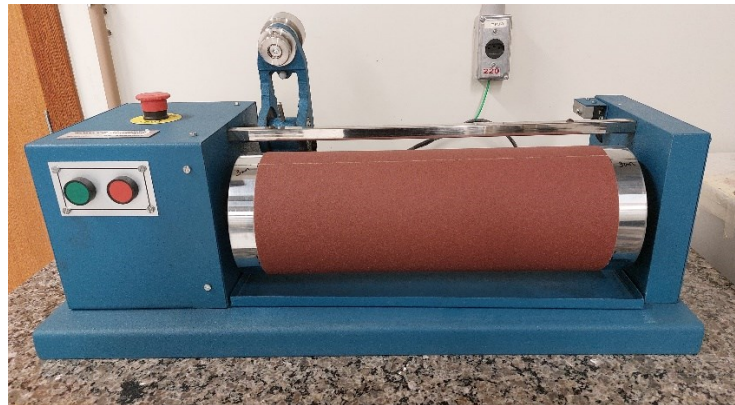


Figura 16 – Tribômetro pino sobre lixa.
Fonte: Próprio autor.

Foram avaliados 29 corpos de prova por composição. Os resultados são apresentados pela perda de volume relativo (ΔV_{rel}), em mm^3 , definida pela Equação (7).

$$\Delta V_{rel} = \frac{\Delta m_t \cdot \Delta m_{const}}{\rho_t \cdot \Delta m_r} \cdot 1000 \quad (7)$$

Onde:

Δm_t é a perda média de massa do material ensaiado (g);

ρ_t é a densidade do material ensaiado ($0,9250 \text{ g cm}^{-3}$);

Δm_{const} é a perda de massa constante do material de referência (0,200 g);

Δm_r é a perda de massa do material de referência (g).

- **Ensaio de desgaste abrasivo por deslizamento em tambor – Tamboramento**

Foi conduzida uma avaliação da resistência à abrasão dos materiais poliméricos em uma condição que simula aplicações em locais com leito deslizante, comumente encontradas em ambientes de chutes de transferência de minério, com base nos trabalhos de Pourasiabi e Gates (2022). O ensaio foi realizado em colaboração com o laboratório de Tribologia do Instituto Tecnológico Vale (ITV-MI) utilizando brita (gnaisse) de granulometria entre 12,5 e 22 mm com abrasivo.

Os corpos de prova, com dimensões de 60 mm de comprimento, 25 mm de largura e 10 mm de espessura, foram posicionados lado a lado para cobrir a superfície interna do arco do tambor, como ilustrado na Figura 17. Após essa etapa, o abrasivo foi adicionado e o tambor selado com uma tampa. No total, foram usados 48 corpos de prova: 6 de UHMWPE não aditivado, 6 do nanocompósito e 36 de outros materiais poliméricos, visando preencher completamente o tambor. O ensaio teve duração de 51 horas, com substituição do abrasivo a cada 3 horas e rotação de 48 rpm. As massas dos corpos de prova foram medidas após 3, 15, 27 e 51 horas de ensaio.

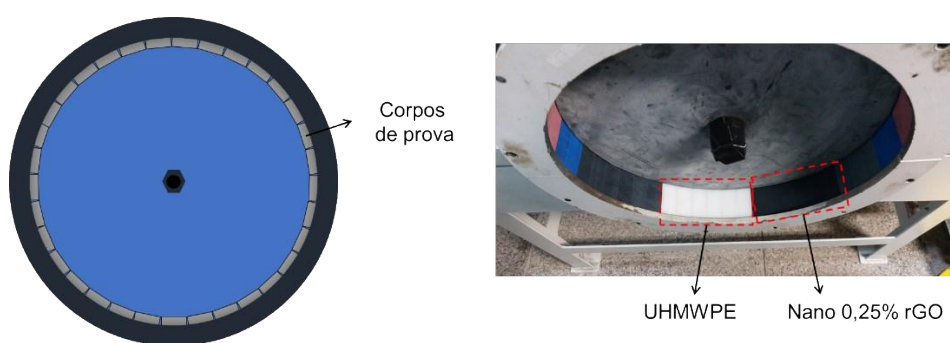


Figura 17 – Arranjo dos corpos de prova no equipamento de abrasão por deslizamento.
Fonte: Próprio autor.

A resistência ao desgaste abrasivo foi reportada em termos de volume perdido, representado pela Equação (8):

$$V_p = \frac{\Delta m}{\rho} \cdot 1000 \quad (8)$$

Onde:

V_P é a perda volumétrica (mm^3);

Δm é a perda de massa após o desgaste (g);

ρ é a densidade do material desgastado (g/cm^3).

- **Ensaio de desgaste abrasivo em tribômetro tipo roda de borracha**

Foi conduzida uma avaliação da resistência ao desgaste abrasivo por meio de um tribômetro do tipo roda de borracha, representado na Figura 18, em colaboração com o Laboratório de Tribologia do ITV-MI. O ensaio foi realizado de acordo com o procedimento B da Norma ASTM G65 (ASTM, 2021b), com uma duração de 10 minutos, rotação de 200 rpm e vazão de areia aproximada de 310 g min^{-1} .

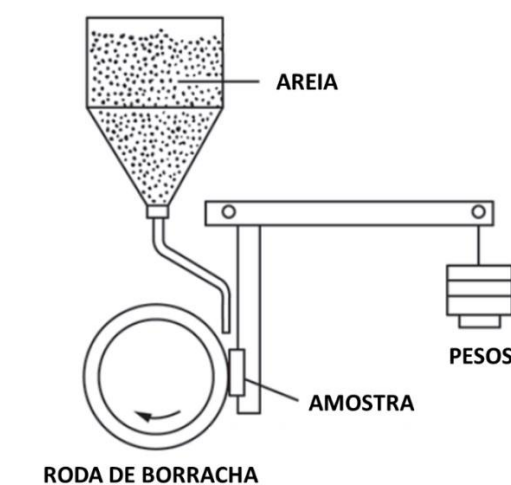


Figura 18 – Arranjo do equipamento roda de borracha.
Fonte: Adaptado de ASTM G65 (2021b)

O desempenho do material depende do nível de severidade do ensaio, pois podem ocorrer alterações nos mecanismos de desgaste. No equipamento roda de borracha, os parâmetros que alteram o nível de severidade são o tamanho da partícula abrasiva e força normal aplicada. O desgaste aumenta com o tamanho de abrasivo e com a carga normal. No presente trabalho, foi avaliado, de forma sistemática, o efeito dos parâmetros tamanho de abrasivo e força normal, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 3 – Parâmetros de ensaio do desgaste abrasivo no equipamento roda de borracha.

Severidade do ensaio	Tamanho médio da partícula abrasiva (mm)	Carga sobre o corpo de prova (N)
Baixo	0,30	45
Moderado	0,30	130
Moderado	0,60	45
Severo	0,60	130

A resistência ao desgaste abrasivo foi reportada em termos de volume perdido, calculada através da Equação (8).

- **Microscopia Óptica**

As superfícies dos materiais poliméricos antes e após o desgaste abrasivo em roda de borracha foram investigadas através da técnica de microscopia óptica, utilizando um microscópio óptico *Olympus BX53M*, com lente objetiva de 10x, localizado no ITV-MI.

- **Perfilometria**

Após os ensaios de desgaste abrasivo, a topografia das superfícies desgastadas foi analisada através de perfilometria em equipamento *Hommelwerke LV-100*, com sonda de ângulo de 90° e raio de 5 µm, localizado no Laboratório *Nanotech* de Tribologia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais (DEMET/UFMG). Foram realizadas 500 varreduras unidimensionais de 5 mm de comprimento, distância de 1 µm e velocidade de ensaio de 0,5 mm/s. Os resultados foram coletados no *software Turbo Wave* e tratados pelo *software HommelMap Expert* para gerar os mapas topográficos.

4.3.5 Tratamento estatístico dos resultados do ensaio de abrasão em roda de borracha

O ensaio de abrasão em roda de borracha permite variar alguns parâmetros que são importantes para a aplicação do nanocompósito como revestimento de chutes de mineração, como tamanho da partícula abrasiva e carga aplicada. Esses

parâmetros influenciam diretamente a resistência ao desgaste dos materiais e, por isso, é fundamental avaliá-los em um contexto controlado.

Para investigar a influência dessas variáveis, foi aplicada a análise de variância (ANOVA), uma técnica estatística que possibilita avaliar se as mudanças nos fatores de entrada (neste caso, a incorporação de rGO na matriz polimérica, a carga normal e o tamanho do abrasivo) afetam significativamente a variável de resposta, que, nesse ensaio, é a perda volumétrica. Além de quantificar o impacto individual de cada fator e das possíveis interações entre eles.

A análise foi realizada considerando dois níveis para cada parâmetro, conforme apresentado na Tabela 4. O nível de significância de 0,05 (5%) significa que a probabilidade de rejeitar incorretamente a hipótese nula (ou seja, de afirmar que há um efeito significativo quando, na verdade, não há) é limitada a 5%.

Tabela 4 – Fatores e níveis adotados no planejamento e análise dos experimentos.

Fatores			
	rGO (% m/m)	Carga normal (N)	Tamanho médio da partícula abrasiva (mm)
Nível 1	0	45	0,30
Nível 2	0,25	130	0,60

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir, serão apresentados os resultados da caracterização da nanocarga utilizada na produção do nanocompósito. As análises incluíram Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Microscopia de Força Atômica (AFM), fornecendo informações essenciais sobre a estrutura e morfologia da nanocarga.

Depois, os resultados obtidos para a avaliação dos materiais poliméricos serão apresentados, abrangendo análises térmicas e grau de cristalinidade por DSC, avaliação morfológica por MEV, resistência ao impacto, dureza *Shore D* e indentação instrumentada, desempenho tribológico sob abrasão em pino sobre lixa, abrasão em roda de borracha em diferentes severidades e abrasão por tamboramento, bem como a análise das superfícies desgastadas através de microscopia óptica, perfilometria e MEV. Também será apresentado o resultado do planejamento de experimentos para identificação de fatores significativos no ensaio de abrasão em roda de borracha.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA NANOCARGA

As imagens obtidas a partir do MEV do óxido de grafite reduzido, após o processo de redução e expansão em forno rotativo, são apresentadas na Figura 19. Nota-se um distanciamento significativo entre as camadas gráficas, formando uma rede tridimensional expandida (Figura 19b). Essa expansão é observada mesmo entre as camadas empilhadas, mantendo a estrutura preservada (Figura 19c), e resulta na formação de folhas ultrafinas levemente enrugadas (Figura 19d). O efeito de expansão é desejável, uma vez que facilita a posterior esfoliação do rGrO em banho ultrassônico.

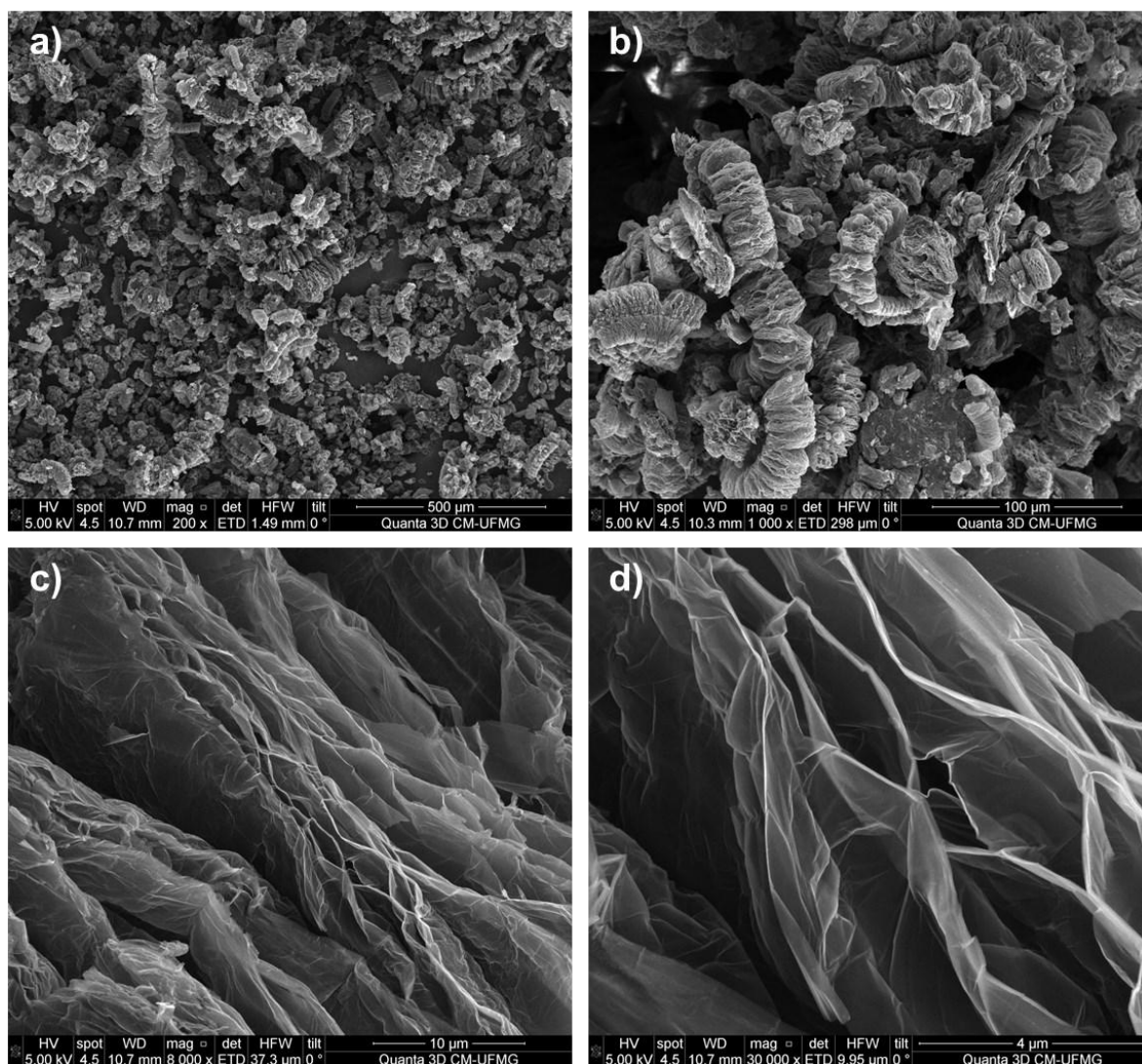


Figura 19 – Imagens de MEV do rGrO após redução em forno rotativo.
Fonte: Próprio autor.

Imagens de MET do rGO após a esfoliação em banho ultrassônico são apresentadas na Figura 20. Nas Figuras 20a e 20b, é notável a presença de algumas regiões da nanocarga com folhas dobradas e tamanho lateral aproximado de 6 μm. Já nas imagens de alta resolução, mostradas nas Figuras 20c e 20d, é possível observar o resultado do processo de esfoliação, evidenciando a separação das camadas gráficas expandidas desse nanomaterial de carbono, com apenas algumas camadas e tamanho lateral de alguns nanômetros, indicadas pelas setas amarelas.

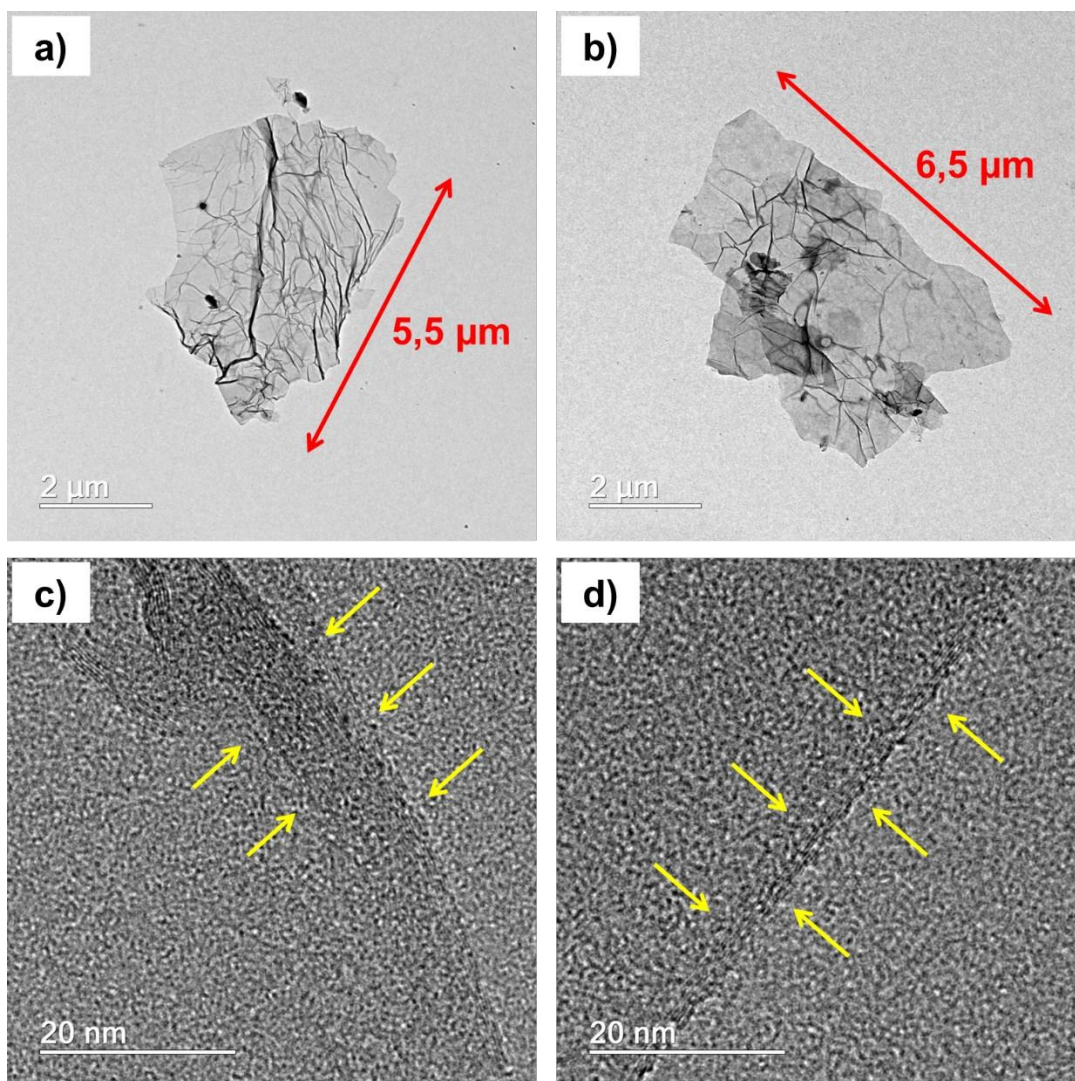


Figura 20 – Imagens de MET do óxido de grafeno reduzido após processo de esfoliação em etanol.
Fonte: Próprio autor.

A Figura 21 exibe imagens obtidas por AFM, juntamente com as medidas das espessuras do rGO após o processo de esfoliação em banho ultrassônico. As nanopartículas demonstram uma espessura que varia entre 4 e 13 nm. Os resultados evidenciam que o método de esfoliação empregado foi bem-sucedido em produzir nanocargas 2D com espessuras na escala nanométrica.

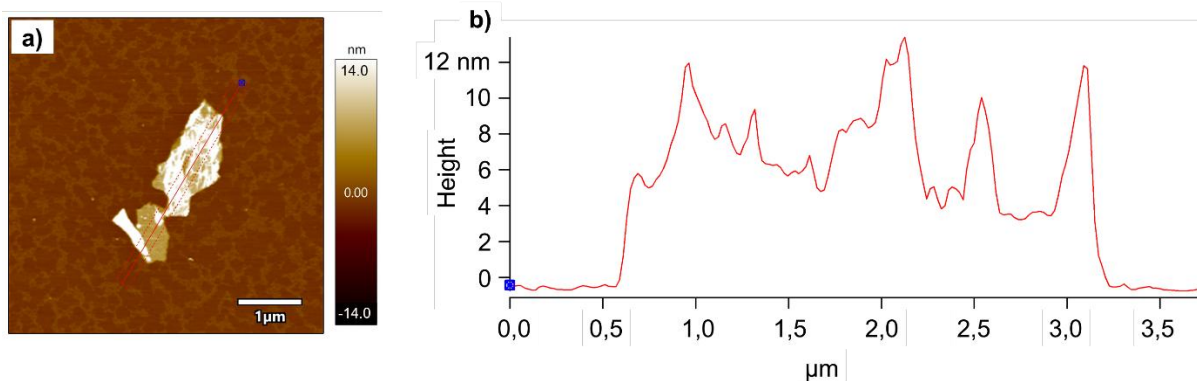


Figura 21 – Imagem de microscopia de força atômica do rGO para análise de tamanho da partícula produzida após esfoliação em banho ultrassônico.

Fonte: Próprio autor.

5.2 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA E MORFOLÓGICA DO UHMWPE NÃO ADITIVADO E DO NANOCOMPÓSITO POLIMÉRICO

A técnica de caracterização por DSC é amplamente utilizada para estudar as propriedades térmicas de polímeros semicristalinos, permitindo a análise das transições térmicas, como fusão e cristalização, que ocorrem durante os ciclos de aquecimento e resfriamento de polímero. Além disso, é possível estimar o grau de cristalinidade, que pode influenciar diretamente as propriedades mecânicas e tribológicas do polímero. É comum realizar um ciclo de aquecimento que envolve o aumento gradual da temperatura seguido por um ciclo de resfriamento controlado e outro ciclo de aquecimento. A principal diferença entre o primeiro e o segundo ciclo de aquecimento está relacionada à estrutura molecular do polímero semicristalino e ao histórico térmico prévio do material (GRAZIANO et al., 2020).

Análises de DSC foram feitas para o UHMWPE não aditivado e o nanocompósito, objetivando avaliar o grau de cristalinidade e as transições térmicas, bem como a influência do rGO sobre estas propriedades. As curvas de primeiro aquecimento, resfriamento e segundo aquecimento para os materiais poliméricos são mostradas na Figura 22. As medidas foram feitas em triplicata. Pode ser visto que o nanocompósito apresenta comportamento muito semelhante ao UHMWPE não aditivado.

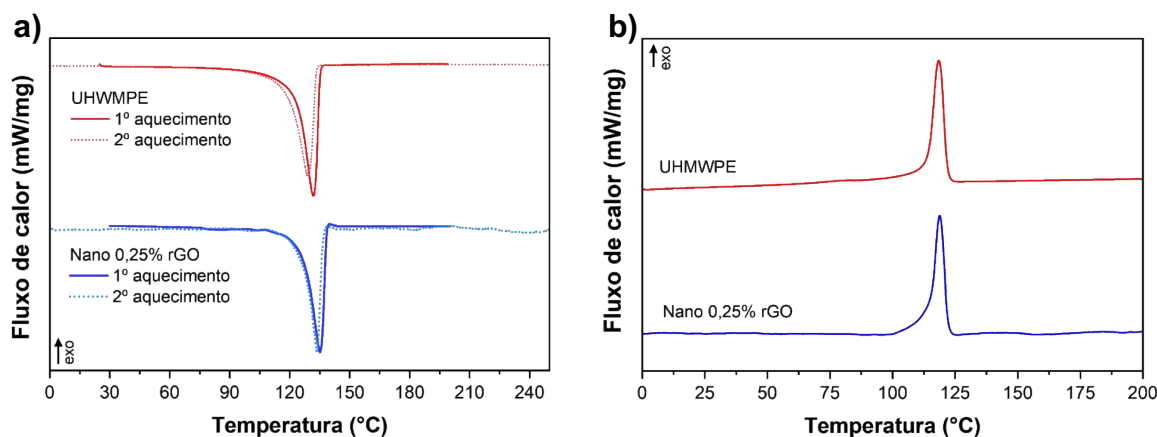


Figura 22 – Curvas de fluxo de calor em função da temperatura do UHMWPE não aditivado e nanocompósito contendo rGO: (a) 1º e 2º ciclos de aquecimento e; (b) ciclo de resfriamento.

Fonte: Próprio autor.

Na Tabela 5 são apresentados os resultados das medições de temperatura de fusão (T_{m1}), temperatura de cristalização (T_c), entalpias de fusão (ΔH_{m1}) e de cristalização (ΔH_c) dos materiais poliméricos obtidos durante o primeiro ciclo de aquecimento. O objetivo foi analisar os impactos do método de processamento, ou seja, a extrusão *RAM*. Além disso, são mostradas as temperaturas de fusão (T_{m2}) e entalpias de fusão (ΔH_{m2}) no segundo ciclo de aquecimento para avaliar os efeitos da presença da nanocarga na formação da estrutura cristalina da matriz polimérica. Pode ser visto que as temperaturas de fusão e de cristalização do nanocompósito são semelhantes ao UHMWPE não aditivado, indicando que as principais interações do nanomaterial de carbono com a cadeia polimérica são interações físicas.

Tabela 5 – Valores de temperaturas de fusão e cristalização e entalpia de fusão e cristalização do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito.

Amostra	1º ciclo de aquecimento		Resfriamento		2º ciclo de aquecimento	
	T_{m1} (°C)	ΔH_{m1} (J g ⁻¹)	T_c (°C)	ΔH_c (J g ⁻¹)	T_{m2} (°C)	ΔH_{m2} (J g ⁻¹)
UHMWPE	136 ± 1	144 ± 8	119 ± 1	-163 ± 6	134 ± 1	94 ± 11
Nano 0,25% rGO	136 ± 1	157 ± 10	117 ± 1	-137 ± 7	135 ± 1	142 ± 9

A entalpia associada à fusão cristalina pode ser correlacionada com a fração mássica da fase cristalina do UHMWPE. A Figura 23 apresenta os valores estimados do grau de cristalinidade das placas constituídas pelos materiais UHMWPE não aditivado e nanocompósito contendo 0,25% de rGO, obtidos a partir das análises de DSC e calculados conforme Equação (1). No primeiro ciclo de aquecimento, pode ser visto que a cristalinidade do nanocompósito aumenta em torno de 8% em relação ao UHMWPE não aditivado. Contudo, na segunda rampa de aquecimento, há um aumento de 53% na cristalinidade do nanocompósito se comparado ao UHMWPE não aditivado. Esse comportamento pode ser justificado pela elevada área superficial do rGO e sua dispersão uniforme na matriz polimérica, que possibilitam a acomodação das extensas cadeias moleculares do UHMWPE em sua superfície, criando locais de nucleação favoráveis à formação e crescimento da estrutura cristalina durante o processo de resfriamento e cristalização. Essa explicação corrobora com os estudos de Pang e colaboradores (2018).

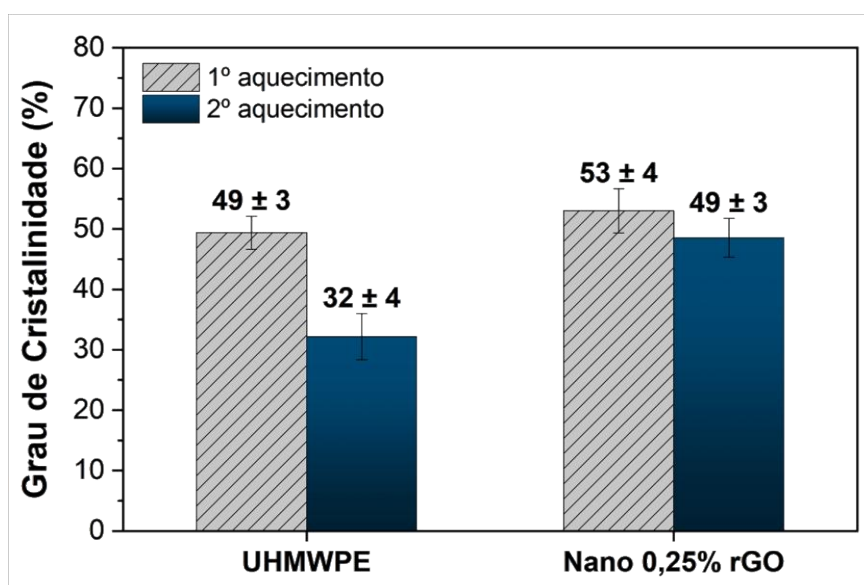


Figura 23 – Estimativas do grau de cristalinidade do UHMWPE não aditivado e nanocompósito contendo 0,25% m/m de rGO obtidas a partir da entalpia de fusão dos materiais em ambos os ciclos de aquecimento.

Fonte: Próprio autor.

Ademais, observa-se que ambos os materiais apresentaram uma diminuição no grau de cristalinidade durante o segundo aquecimento, o que provavelmente se deve às diferentes taxas de resfriamento entre o processamento inicial na extrusora RAM e o resfriamento após o primeiro aquecimento (DSC). Durante esse segundo

aquecimento, essa queda no grau de cristalinidade é atribuída às variações nas condições de resfriamento, que resultam em uma organização molecular distinta, reduzindo a capacidade do material de recristalizar com a mesma eficiência.

Imagens de MEV das estruturas morfológicas do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO são apresentadas na Figura 24. As três estruturas típicas do UHMWPE podem ser identificadas nas imagens, estrutura nodular, fibrilar e lamelar. A estrutura lamelar corresponde à fase cristalina do polímero, enquanto a estrutura nodular representa a fase amorfa, e as fibrilas atuam como estrutura de ligação em ambas as fases (KURTZ, 2004). Pode ser observada uma estrutura lamelar ordenada e de longo alcance no nanocompósito com 0,25% de rGO, corroborando com o aumento do grau de cristalinidade pela presença da nanocarga, calculado a partir do ensaio de DSC.

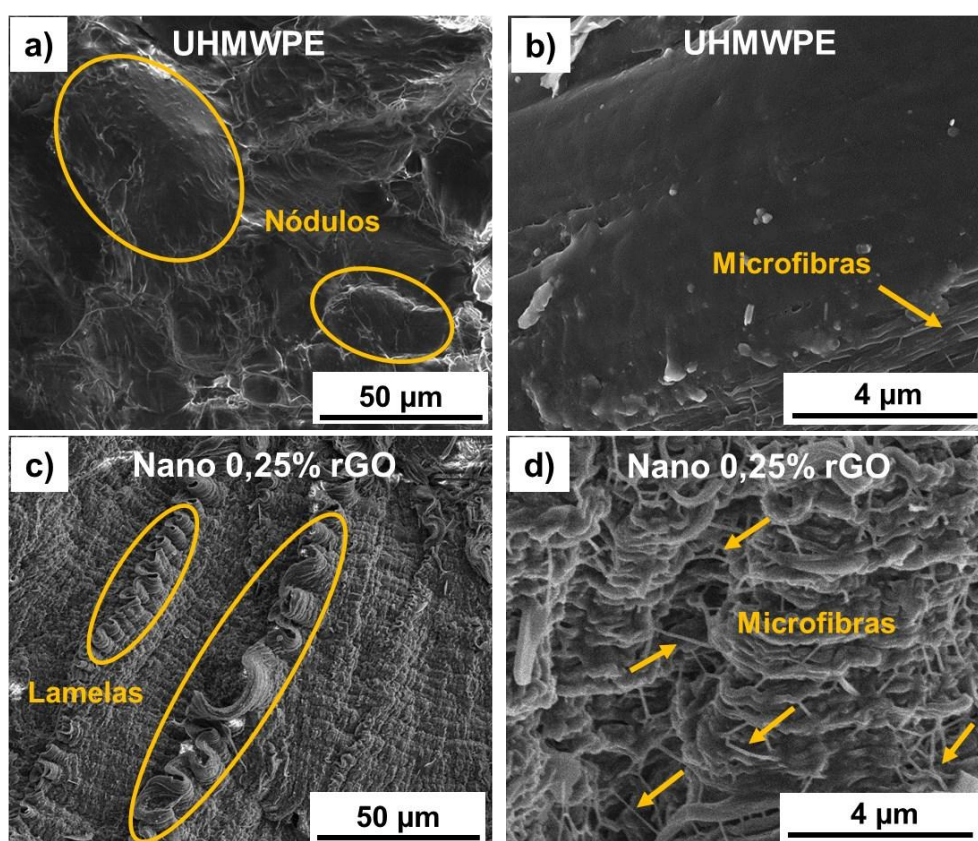


Figura 24 – Imagens de MEV das estruturas: a) e b) UHMWPE não aditivado; c) e d) nanocompósito contendo rGO.

Fonte: Próprio autor.

5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

As principais características de investigação dos materiais conformados são relacionadas às propriedades de interesse, visando a aplicação dos nanocompósitos como placas de revestimento de chute de transferência de minério de ferro. Assim sendo, foram avaliados o desempenho dos materiais com relação à resistência ao impacto, à dureza e rigidez do polímero puro e do nanoestruturado. O grau de cristalinidade e a estrutura formada no nanocompósito mostrados através dos ensaios de DSC e MEV, respectivamente, são essenciais para alcançar o desempenho esperado do nanocompósito, principalmente com a formação das fibrilas, que atuam como “pontes de ligação” e promovem maior resistência à danificação do material.

Na Figura 25 são apresentados os resultados da resistência ao impacto do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO. Os dados foram tratados estatisticamente através do teste de hipóteses, com nível de significância de 5% e revelam um aumento de aproximadamente 11% na resistência ao impacto do nanocompósito em comparação ao UHMWPE não aditivado. Esse resultado indica que a incorporação do nanomaterial de carbono ao polímero resulta em uma maior capacidade de resistir à propagação de trincas sob tensão de impacto. Esse efeito pode ser atribuído ao aumento da quantidade de lamelas e fibrilas no nanocompósito, juntamente com o incremento do grau de cristalinidade.

A resistência ao impacto é um fator importante na aplicação das placas de revestimento dos chutes de mineração, uma vez que essas estruturas estão sujeitas a colisões e cargas dinâmicas constantes. Portanto, é essencial que o material utilizado apresente tenacidade adequada, garantindo sua capacidade de absorver energia sem falhar. Embora o material puro já apresente boas propriedades de resistência ao impacto, a incorporação do rGO e as modificações na morfologia do UHMWPE resultou em uma melhora significativa nessa resistência, tornando-o ainda mais eficiente para essa aplicação.

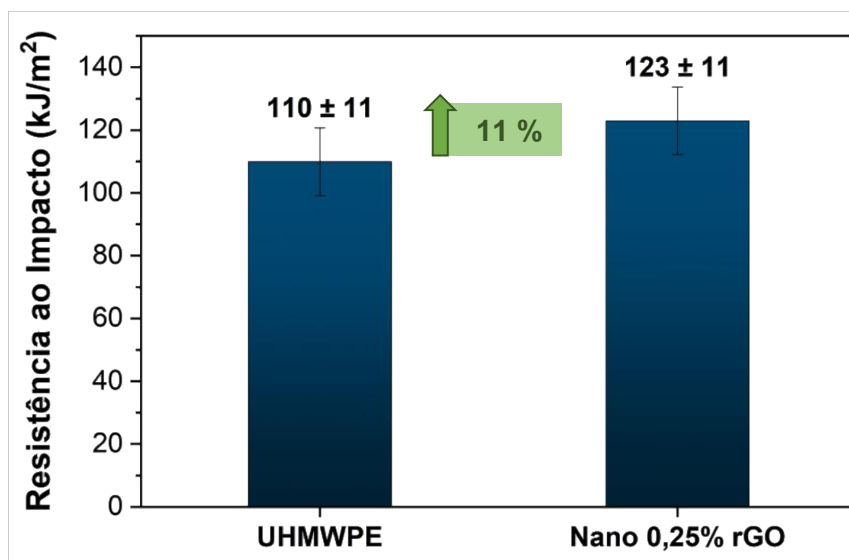


Figura 25 – Resistência ao impacto para o UHMWPE não aditivado e nanocompósito com 0,25% em massa de rGO.

Fonte: Próprio autor.

Para uma análise mais aprofundada, foram realizadas avaliações da superfície de fratura das amostras submetidas ao ensaio de impacto, visando investigar os detalhes da propagação e forma das trincas durante o impacto do pêndulo.

Imagens obtidas por MEV da superfície de fratura do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo rGO, após o ensaio de impacto, são apresentadas na Figura 26. A análise das imagens revela que a adição do rGO provoca alterações na ductilidade da matriz polimérica, resultando em uma superfície de fratura com topografia mais irregular. Além disso, é observado que as trincas na superfície de fratura do nanocompósito são mais descontínuas em comparação ao UHMWPE não aditivado (setas vermelhas), indicando que o rGO desempenha um papel na dispersão e desvio dessas trincas. Esses resultados indicam que a presença do rGO influencia as características da superfície de fratura, demonstrando seu potencial em aumentar a resistência ao impacto e a tenacidade à fratura do nanocompósito.

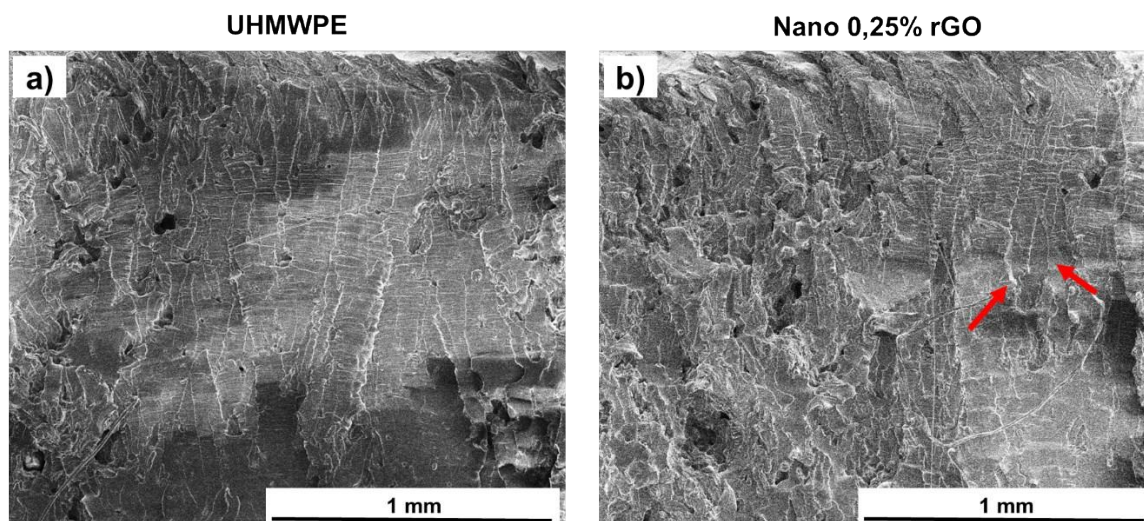


Figura 26 – Imagens de MEV das fraturas dos corpos de prova de impacto dos materiais poliméricos: a) UHMWPE não aditivado; b) nanocompósito.
Fonte: Próprio autor.

O nanocompósito e o UHMWPE não aditivado foram avaliados quanto à dureza *Shore D* e os resultados são apresentados na Figura 27. Pode ser vista uma tendência de aumento da dureza em 38% após a adição do rGO, indicando que houve aumento da resistência à indentação. Esse resultado foi estatisticamente significativo com um nível de significância de 5%, conforme teste de hipóteses realizado. Esse aumento pode ser atribuído à estrutura bidimensional do rGO, que favorece a formação de uma fase cristalina ordenada e de longo alcance na matriz polimérica e transfere eficientemente as forças durante o processo de indentação, impedindo uma indentação mais profunda na superfície do nanocompósito (PADHAN; GULHANE; BIJWE, 2020; SOMBERG et al., 2022; TAI et al., 2012).

A abrasão envolve a indentação de um abrasivo na superfície do material, seguida pelo ato de riscá-lo. Dessa forma, ao aumentar a dureza do material, por meio da incorporação do rGO, a profundidade da indentação causada pelo abrasivo é reduzida, o que contribui para um menor desgaste por abrasão.

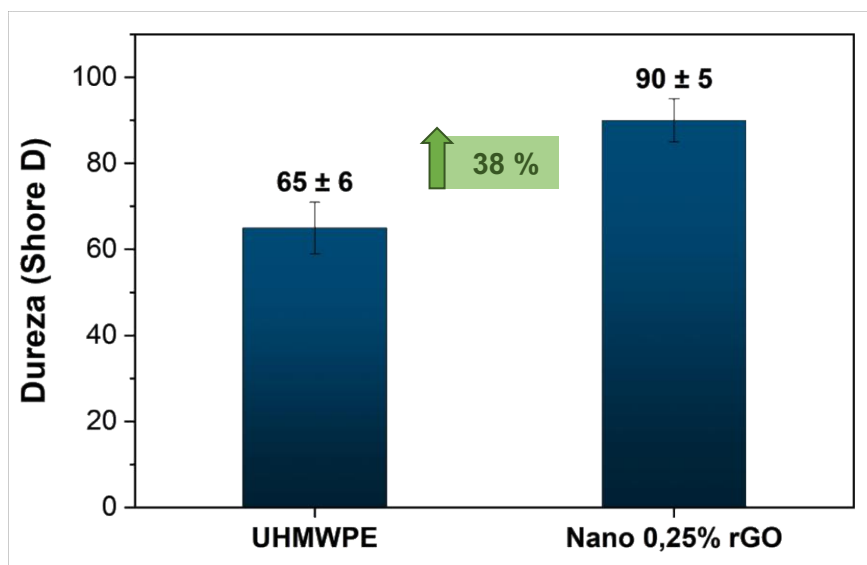


Figura 27 – Dureza *Shore D* do UHMWPE puro e nanocompósito contendo 0,25% de rGO.

Fonte: Próprio autor.

A dureza medida em macroescala, como a dureza *Shore*, não fornece informações detalhadas sobre a dureza em níveis mais refinados ou sobre variações em diferentes pontos da superfície, devido à maior força aplicada e ao tamanho da indentação. No entanto, medições em microescala podem fornecer informações detalhadas sobre variações locais na dureza, especialmente útil para a análise de materiais com diferentes tipos de estrutura ou fases de processamento (CENNA et al., 2003; GILBERT; WERNLE, 2009). Ensaio de indentação instrumentada, que consideram tanto as deformações plásticas quanto elásticas com mínima interferência do operador, são utilizados para caracterizar as propriedades mecânicas em níveis micro e nanométricos (OLIVER; PHARR, 2004). A Figura 28 apresenta os resultados do ensaio de indentação instrumentada. A dureza instrumentada do nanocompósito apresentou um valor 49% superior ao do UHMWPE não aditivado, o que pode ser explicado pelo maior grau de cristalinidade decorrente da presença de rGO bem disperso na matriz. A estrutura lamelar cristalina possui maior resistência à indentação em comparação com a fase amorfa, e a presença de fibrilas que "amarram" a estrutura do nanocompósito aumenta a resistência à deformação plástica e à indentação (KARUPPIAH et al., 2008; KURTZ, 2004). O módulo elástico instrumentado também apresentou um aumento de 13% no nanocompósito em relação ao UHMWPE não aditivado, associado ao maior grau de cristalinidade e à rigidez do material, uma vez que a estrutura cristalina é mais rígida do que a fase amorfa. Todos os resultados

foram avaliados estatisticamente por meio do teste de hipóteses com nível de significância de 5% e são estatisticamente diferentes.

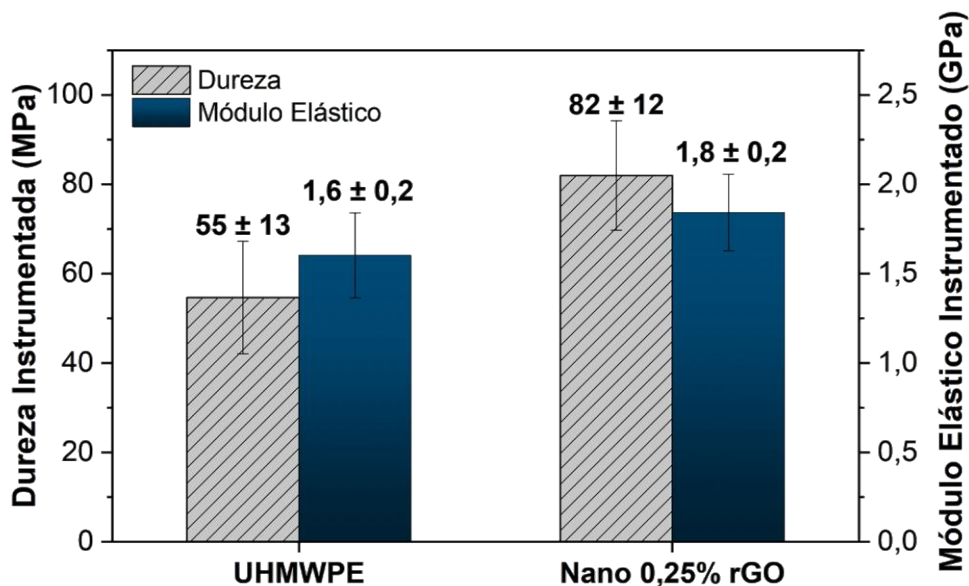


Figura 28 – Resultados do ensaio de Indentação Instrumentada: dureza e módulo elástico do UHMWPE não aditivado e nanocompósito.
Fonte: Próprio autor.

Os resultados de dureza Shore D e de resistência ao impacto foram consistentes com os valores reportados na literatura para materiais semelhantes (BHUSHAN, 2013; CHIH; ANSÓN-CASAOS; PUÉRTOLAS, 2017), confirmando a eficácia do rGO em melhorar essas propriedades mecânicas. Adicionalmente, as propriedades obtidas através do ensaio de indentação instrumentada mostraram semelhanças com os resultados relatados por Soares et al (2022). Esses autores realizaram seus testes com materiais produzidos em laboratório em escala reduzida. Em contrapartida, o presente estudo avaliou um nanocompósito produzido em escala industrial a partir de um *masterbatch*. A escala de produção pode influenciar as propriedades finais do material devido a variáveis como dispersão do aditivo e controle do processo de extrusão. Apesar dessas diferenças de escala, os resultados indicam que o nanocompósito produzido em ambiente industrial manteve as características de dureza e rigidez observadas em escala laboratorial, demonstrando a eficácia do processo de aumento de escala na preservação das propriedades mecânicas desejadas, em consonância com os achados de Amurin et al (2023).

5.4 ESTUDO TRIBOLÓGICO DA INFLUÊNCIA DO ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO NA MATRIZ DE UHMWPE

A fim de avaliar a resistência ao desgaste abrasivo do polímero nanoestruturado, foram realizados ensaios de abrasão do tipo pino sobre lixa, roda de borracha com variação de severidade e tamboramento. As superfícies desgastadas foram analisadas por microscopia óptica e perfilometria para identificação de mudanças de mecanismos de desgaste após a adição do rGO à matriz de UHMWPE. Os corpos de prova do ensaio de abrasão em roda de borracha também foram caracterizados por MEV.

5.4.1 Ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa

Na Figura 29 são apresentadas as perdas de volume relativo do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito obtidas por meio de ensaios de desgaste abrasivo do tipo pino sobre lixa. Os ensaios foram conduzidos sob condições controladas, onde os agentes abrasivos foram mantidos fixos na lixa. Esta configuração experimental fornece uma alta severidade no processo de desgaste de corpos mais macio (materiais poliméricos). No entanto, observa-se que o nanocompósito demonstrou melhorias de, aproximadamente, 15% na resistência ao desgaste abrasivo em comparação ao UHMWPE não aditivado. Essas melhorias podem ser atribuídas às propriedades do rGO e às modificações promovidas na estrutura do nanocompósito. A adição de rGO ao UHMWPE resulta no aumento da resistência às tensões geradas durante o dano pelas partículas abrasivas, reduzindo a deformação plástica e conseqüentemente, a perda de material.

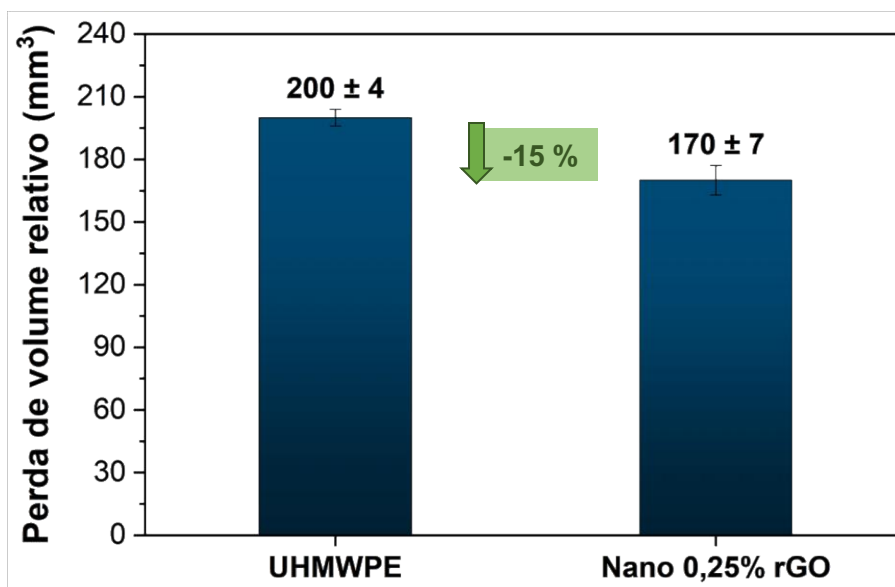


Figura 29 – Perda de volume relativo do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO após ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa.

Fonte: Próprio autor.

O ensaio é considerado severo em relação aos mecanismos de desgaste promovidos. São formados riscos contínuos e alinhados na superfície, pois o abrasivo é mantido fixo na lixa. Imagens de microscopia óptica das superfícies desgastadas do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO, após o ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa, são mostradas nas Figuras 30a e 30b. Pode ser vista a formação de riscos devido à remoção de material provocada pela passagem de partículas duras e cortantes. Nota-se que a superfície desgastada do UHMWPE não aditivado apresenta riscos mais profundos e largos, indicando uma maior remoção de material e a presença de desgaste abrasivo mais severo. Em contraste, a superfície do nanocompósito exibe riscos mais rasos e estreitos além de pontos de interrupção das trilhas de desgaste, uma vez que a morfologia promovida pela adição do rGO dificulta a penetração das partículas abrasivas, reduzindo a magnitude do desgaste.

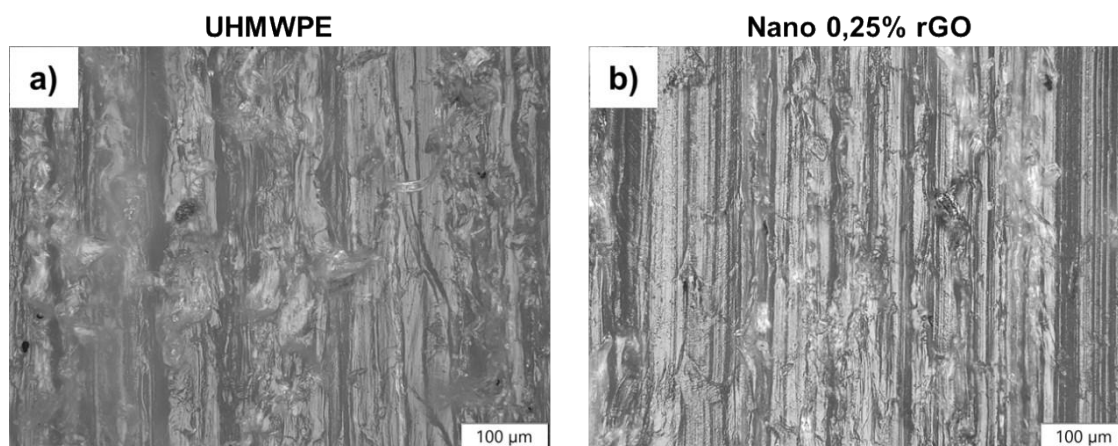


Figura 30 – Imagens de microscopia óptica da superfície das amostras após o ensaio de abrasão pino sobre lixa: (a) UHMWPE não aditivado e (b) nanocompósito contendo 0,25% de rGO.
Fonte: Próprio autor.

Na Figura 31 estão apresentados os mapas topográficos, obtidos por meio de perfilometria, das amostras de UHMWPE não aditivado (Figura 31a) e nanocompósito (Figura 31b) após o ensaio de abrasão. A análise dos mapas revela que o mecanismo de desgaste ocorreu de maneiras semelhantes nos materiais estudados, indicando mecanismos de desgaste caracterizados por microcorte. No entanto, é possível observar a presença de cavacos que não foram totalmente removidos da superfície do nanocompósito, após o ensaio de abrasão, indicado na Figura 31b.

Com base nos mapas topográficos obtidos através da perfilometria, realizou-se uma análise da distribuição da profundidade do desgaste nas amostras de UHMWPE não aditivado e no nanocompósito, como mostrado na Figura 31c. Ambos os materiais apresentaram trilhas de desgaste com profundidades semelhantes, entre 25 e 125 µm. No entanto, a proporção desses riscos mais profundos é menor no nanocompósito, fato corroborado com a diminuição da perda volumétrica após a abrasão.

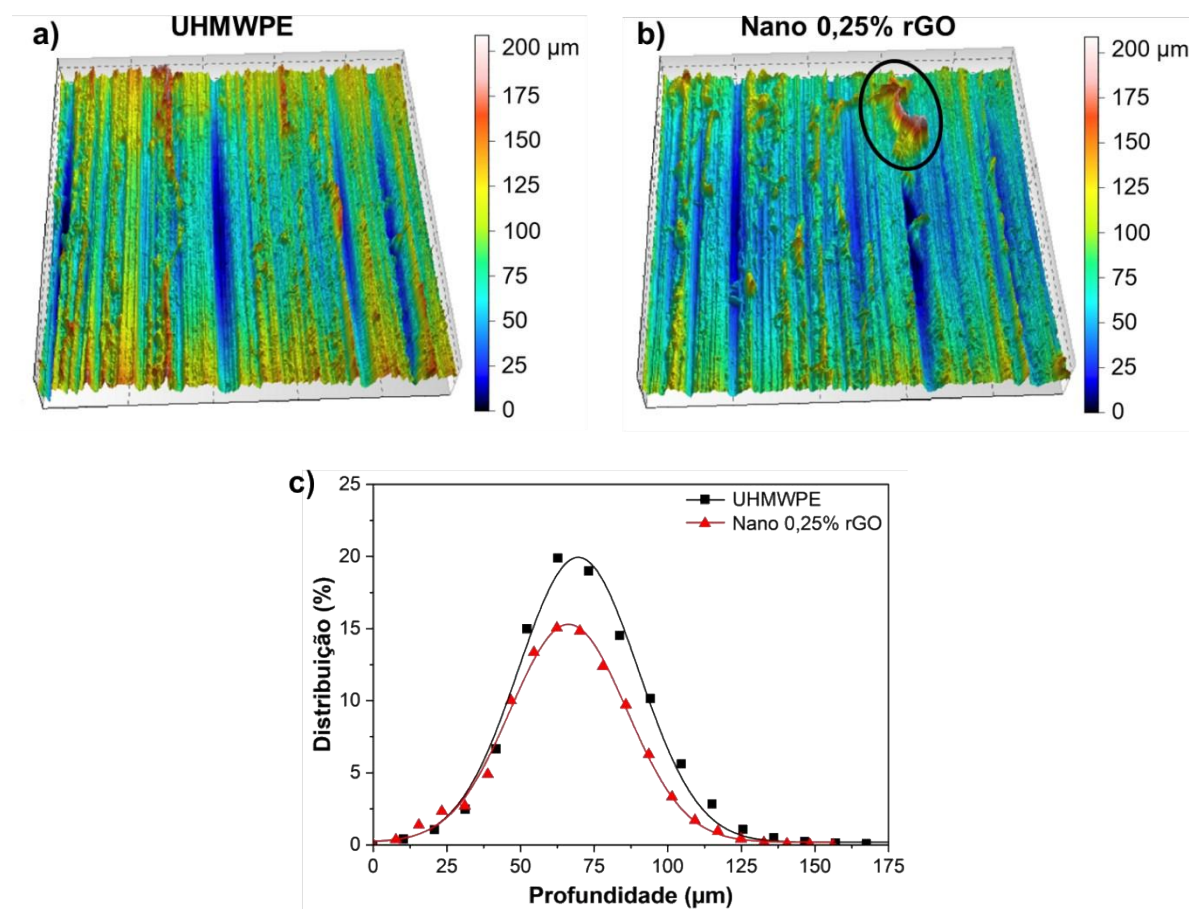


Figura 31 – Mapas topográficos das amostras após o desgaste abrasivo pino sobre lixa (a) UHMWPE não aditivado e (b) Nano 0,25% rGO. (c) Distribuição da profundidade do desgaste obtidos dos mapas topográficos da perfilometria.

Fonte: Próprio autor.

5.4.2 Ensaio de abrasão em roda de borracha

Na Figura 32 são apresentadas as perdas volumétricas do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito de UHMWPE, obtidas por meio do ensaio de abrasão em roda de borracha. Esses ensaios foram realizados em condições específicas, com cargas aplicadas de 45 N e 130 N e agentes abrasivos de granulometria de 0,30 mm e 0,60 mm, a fim de simular condições de desgaste com diferentes severidades. Além disso, esses parâmetros estão relacionados diretamente com a aplicação dos materiais como revestimentos de chutes.

Observa-se que o nanocompósito apresentou menores perdas volumétricas para todas as condições testadas. Embora a perda de volume tenha aumentado com a elevação da carga normal de 45 N para 130 N, o nanocompósito continuou a

apresentar menor perda de volume em comparação ao UHMWPE não aditivado, mostrando que a adição de rGO melhora a resistência ao desgaste abrasivo não apenas sob condições de carga leve, mas também sob cargas mais severas. Além disso, este aumento na resistência pode ser atribuído à maior capacidade de suportar cargas e ao aumento da resistência mecânica conferidos pelo rGO.

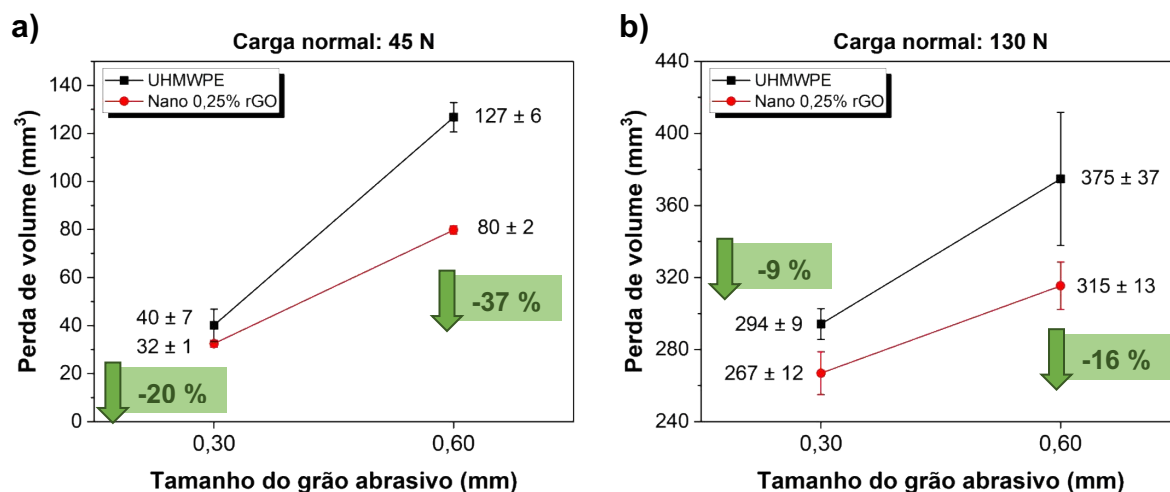


Figura 32 – Perdas volumétricas médias do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito contendo 0,25% de rGO, com aplicação de carga normal de (a) 45 N e (b) 130 N.

Fonte: Próprio autor.

No estudo realizado por Amurin e colaboradores (2023), foi conduzido um ensaio de abrasão sob a condição mais severa (130 N/0,60 mm), onde as placas de nanocompósito contendo 0,25% em massa de rGO apresentaram uma melhoria de até 24% na resistência ao desgaste abrasivo em comparação ao UHMWPE não aditivado. Tal melhoria foi atribuída à maior dureza do nanocompósito, característica fundamental para a redução do desgaste em condições severas.

Para uma carga mais baixa (Figura 32a), a diferença entre os materiais varia de 20% para 37% à medida que o tamanho do abrasivo aumenta. Já para a carga mais alta (Figura 32b), essa diferença diminuiu de 9% para 16%. Isso sugere que, sob condições de carga mais elevada, o efeito da nanocarga é menos pronunciado, possivelmente devido à severidade das condições de desgaste, que podem superar as vantagens proporcionadas pela adição de nanomateriais.

Adicionalmente, verificou-se que, em ambos os níveis de carga normal, a perda de volume aumentou com o tamanho dos grãos abrasivos. No entanto, uma observação relevante foi que o nanocompósito demonstrou uma resistência ao

desgaste superior quando testado com grãos abrasivos maiores, em comparação ao UHMWPE não aditivado, para ambas as cargas aplicadas, ou seja, o nanocompósito resiste mais para grãos maiores. Isso pode estar relacionado ao tamanho do dano que a partícula abrasiva está gerando na superfície e como a nanocarga está atuando para diminuir esse desgaste. A maior área de contato dos abrasivos maiores aumenta a probabilidade de encontrar regiões com rGO bem disperso e uma estrutura cristalina de longo alcance, mostrado na Figura 24c. A Figura 33 apresenta uma visão esquemática dessa interpretação. Essas regiões oferecem maior resistência à indentação e ao desgaste, melhorando o desempenho do nanocompósito. Por outro lado, abrasivos menores podem desgastar regiões preferenciais, onde não há o efeito de barreira proporcionado pela estrutura cristalina de longo alcance. A consistência desses resultados destaca a eficácia do rGO em aprimorar a resistência ao desgaste, o que pode ser atribuído ao aumento da dureza do UHMWPE e à melhor distribuição das tensões dentro do material, prevenindo a propagação de fraturas e, conseqüentemente, o destacamento de material durante o ensaio de abrasão.

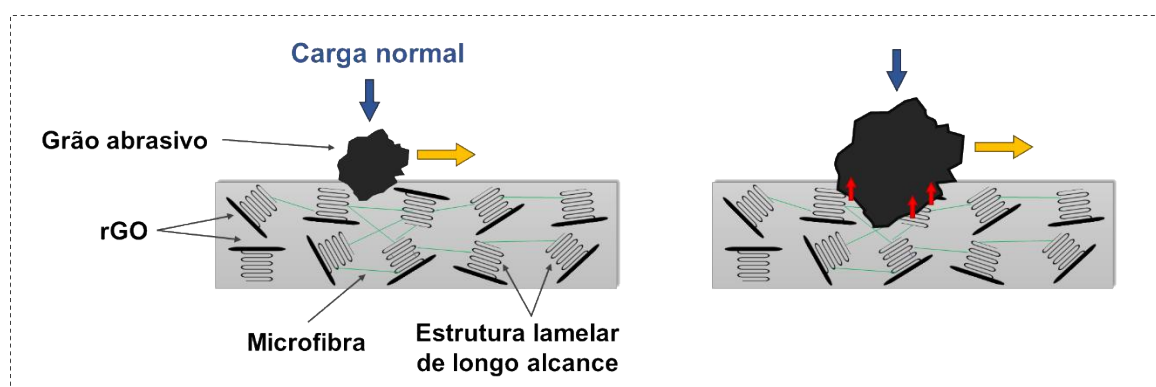


Figura 33 – Esquema resumindo a correlação entre a estrutura após a adição de rGO e o tamanho do abrasivo no comportamento tribológico do nanocompósito.

Fonte: Próprio autor.

Este modelo assume que o tamanho do dano causado pela partícula abrasiva é da mesma ordem de grandeza das estruturas lamelares de longo alcance promovidas pela adição de rGO, que podem atuar como barreiras a eventos abrasivos.

Nas Figuras 34a a 34h, são apresentados mapas topográficos das superfícies de UHMWPE não aditivado e do nanocompósito após os ensaios de abrasão em roda de borracha, realizados sob as diferentes condições testadas. As áreas em coloração azulada representam as regiões mais desgastadas e profundas (regiões de baixo

relevo), enquanto as áreas com coloração avermelhada indicam regiões de topografia mais elevada, correspondendo a um desgaste menos pronunciado. Ambos os materiais demonstram mecanismos de desgaste caracterizados por indentações e riscos provocados pela ação das partículas abrasivas.

A partir dos mapas topográficos, foi realizada uma análise detalhada da distribuição das profundidades de desgaste nas amostras de UHMWPE puro e do nanocompósito, conforme ilustrado nas Figuras 34i a 34l. Observa-se que a maioria das áreas desgastadas no nanocompósito são menos profundas em relação ao UHMWPE não aditivado. Esse resultado sugere que a adição de rGO à matriz polimérica dificultou a penetração das partículas abrasivas durante os ensaios de abrasão.

Além disso, a presença de fibras e uma estrutura mais organizada, como indicado na Figura 24d, desempenham um papel significativo na prevenção da penetração profunda das partículas abrasivas, contribuindo para uma melhor distribuição das cargas durante o processo de abrasão. Isso resulta em uma superfície mais resistente ao desgaste, confirmando a eficácia do reforço com rGO em melhorar as propriedades tribológicas do UHMWPE.

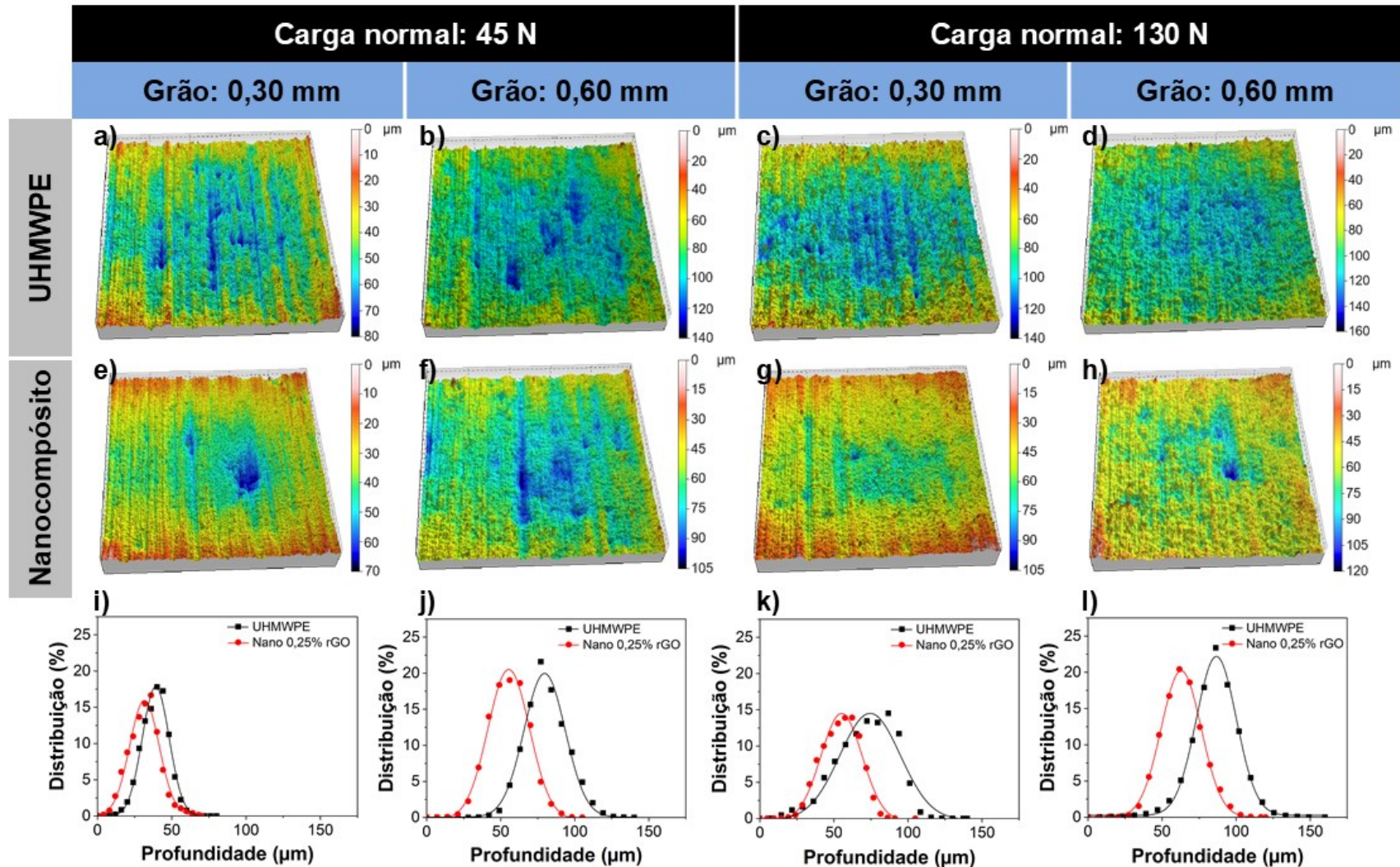


Figura 34 – (a) a (h): Mapas topográficos das amostras após os ensaios de abrasão em roda de borracha; (i) a (l): Distribuição da profundidade do desgaste obtidos dos mapas topográficos da perfilometria. (A carga normal e o tamanho do grão estão indicados na figura).

Fonte: Próprio autor.

Imagens de microscopia eletrônica de varredura das superfícies do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito após os ensaios de abrasão em roda de borracha, mostradas na Figura 35, revelam diversos mecanismos de desgaste que variam conforme as condições de teste e a presença de rGO. Com o aumento da carga normal e do tamanho dos grãos abrasivos, as superfícies se tornam mais desgastadas e heterogêneas, como era esperado. Em todas as amostras poliméricas, observa-se a presença de trincas pequenas e médias, independentemente das condições testadas. No entanto, essas trincas foram mais frequentes no UHMWPE não aditivado, indicando maior fragilidade desse material.

A atuação do rGO como agente de reforço melhora a distribuição de tensões e proporciona maior resistência à formação e propagação de trincas (AMURIN et al., 2022a). No nanocompósito, a presença de rGO contribuiu para a redução do número e da severidade das trincas (Figuras 35c e 35d), indicando uma melhora substancial na integridade estrutural do material. A delaminação, caracterizada pela separação das camadas do material e típica de desgaste adesivo, não foi observada sob condições brandas, mas tornou-se mais evidente tanto no UHMWPE não aditivado quanto no nanocompósito sob cargas elevadas e abrasivos maiores (Figuras 35g e 35h). No UHMWPE não aditivado, a delaminação é um claro sinal da incapacidade do material de manter a coesão interna sob condições severas de desgaste. Em contraste, no nanocompósito, a presença de rGO reduziu a delaminação (Figura 35g), indicando que o rGO auxilia na manutenção da integridade estrutural da superfície.

Sob as condições de maior severidade (carga normal de 130 N e abrasivos de 0,30 mm e 0,60 mm), mostradas nas Figuras 35e e 35h, os mecanismos de desgaste não apresentaram mudanças significativas causadas pela adição de rGO, embora diferenças tenham sido observadas nas imagens topográficas da Figura 34.

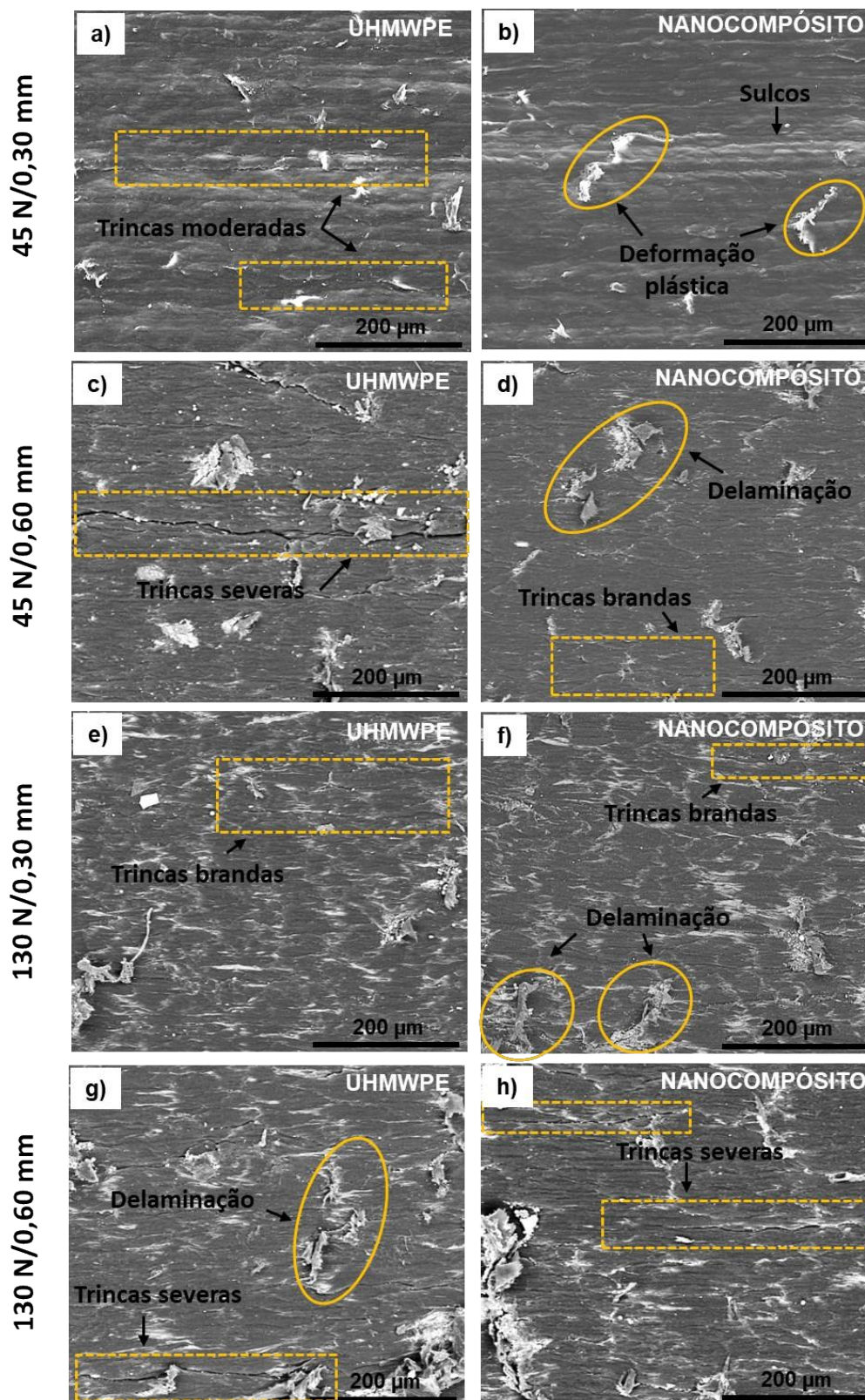


Figura 35 – Micrografias eletrônicas de varredura das amostras após os testes de abrasão por desgaste em roda de borracha – (a), (c), (e) e (g): UHMWPE não aditivado e (b), (d), (f) e (h): nanocompósito. Em todas as micrografias, a direção do desgaste é da esquerda para a direita. (A carga normal e o tamanho do grão são indicados na figura).

Fonte: Próprio autor.

5.4.2.1 Tratamento estatístico dos resultados do ensaio de abrasão em roda de borracha

Para identificar as variáveis que exerceram maior influência na perda de volume do UHMWPE nos testes de abrasão em roda de borracha, foi realizada uma análise estatística baseada na técnica de Planejamento de Experimentos (*Design of Experiments*). Três variáveis foram analisadas: a adição de rGO ao UHMWPE, a carga normal aplicada na amostra e o tamanho do agente abrasivo, sendo as duas últimas relacionadas ao ensaio de abrasão em roda de borracha. O Planejamento de Experimentos foi utilizado para investigar a existência de diferenças significativas entre os níveis estudados, e os resultados são apresentados na Figura 36.

A análise de Pareto dos efeitos padronizados (Figura 36a) demonstrou quais fatores e suas interações são estatisticamente significativos. Qualquer termo que exceda o valor crítico de $t = 2,11$ é considerado significativo e exerce uma influência relevante na variável de resposta, que neste caso é a perda de volume do UHMWPE. No gráfico normal (Figura 36b), qualquer termo que se afaste da linha de inclinação verde também é considerado significativo. Ambos os gráficos revelaram que os fatores com maior influência foram a carga normal (termo B), o tamanho do abrasivo (termo C), a presença de rGO (termo A) e a interação entre rGO e tamanho do abrasivo (termo AC).

Outro ponto observado no gráfico da Figura 36b é que a carga normal e o tamanho do abrasivo apresentaram efeitos padronizados positivos, indicando que um aumento nesses fatores resulta em um aumento na perda de volume. Esse comportamento é esperado, uma vez que cargas normais mais altas e abrasivos maiores exercem maior pressão de contato e força sobre o material, levando a um desgaste mais acentuado (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017). Por outro lado, a adição de rGO e a interação entre rGO e o tamanho do abrasivo mostraram efeitos padronizados negativos, significando que o aumento nesses fatores resulta em uma diminuição na perda de volume, o que é o efeito desejável neste trabalho.

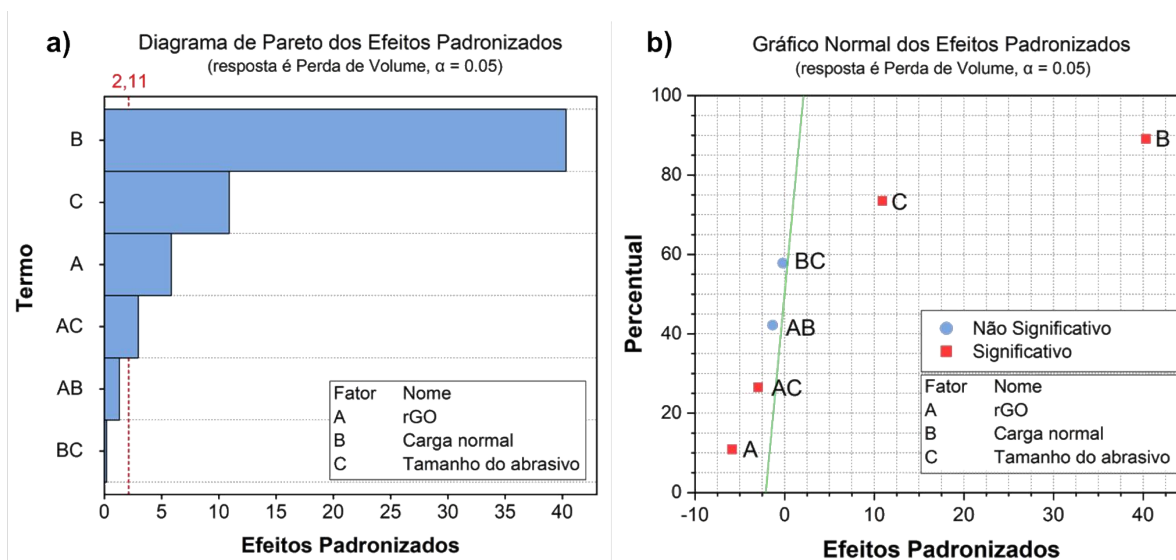


Figura 36 – (a) Diagrama de Pareto e (b) Gráfico Normal dos Efeitos Padronizados. Para ambos os diagramas, a resposta é a perda de volume e o nível de significância é 0,05.

Fonte: Próprio autor.

Os termos de interação, em particular a interação entre a presença de rGO e o tamanho do abrasivo, indicam que o efeito de uma variável pode ser modificado ou influenciado pela presença ou magnitude de outra variável. Isso sugere que o efeito da adição de rGO na resistência ao desgaste é modulado pelo tamanho do abrasivo utilizado. Em outras palavras, a eficácia do rGO em reduzir a perda de volume pode depender do tamanho das partículas abrasivas encontradas pelo material. Em situações de desgaste com abrasivos maiores, a adição de rGO é mais benéfica devido à maior probabilidade de os abrasivos encontrarem regiões reforçadas com rGO. Em contraste, com abrasivos menores, a dispersão uniforme do rGO e a formação de regiões cristalinas tornam-se mais críticas, pois pode haver áreas menos protegidas e mais suscetíveis ao desgaste, conforme mostrado no esquema da Figura 33.

5.4.3 Ensaio de abrasão por tamboramento

O ensaio de abrasão por deslizamento em tambor é relativamente recente, ainda não normatizado, mas já foi descrito em alguns estudos como o ensaio que mais se assemelha às condições encontradas nos chutes de transferência de minério (POURASIABI; GATES, 2022).

As perdas volumétricas acumuladas do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito obtidas durante os ensaios de abrasão por tamboramento, são apresentadas na Figura 37. Observa-se que o nanocompósito exibiu menores perdas volumétricas ao longo de todo o teste, indicando uma maior resistência ao desgaste abrasivo. A taxa de desgaste, expressa pela inclinação da curva, foi relativamente baixa nas primeiras três horas de ensaio para ambos os materiais, sugerindo uma fase inicial de desgaste mais controlada.

Após esse período inicial, a taxa de desgaste se intensificou, atingindo um regime estacionário, no qual a inclinação das curvas permaneceu constante. Entretanto, a inclinação das retas obtidas revela que a taxa de desgaste do nanocompósito é menor se comparado ao UHMWPE não aditivado, ou seja, o nanocompósito apresenta um mecanismo de resistência ao desgaste que se torna mais eficiente à medida que o ensaio progride, possivelmente devido à maior dureza proporcionada pela presença do rGO. Após as 51 horas de teste, a resistência do nanocompósito foi 21% superior. Tal resultado evidencia a eficácia da nano aditivação com rGO em conferir maior durabilidade ao material sob condições de desgaste abrasivo prolongado, o que é particularmente relevante para aplicações industriais que demandam materiais com elevada resistência ao desgaste, como no caso de revestimentos em equipamentos de mineração.

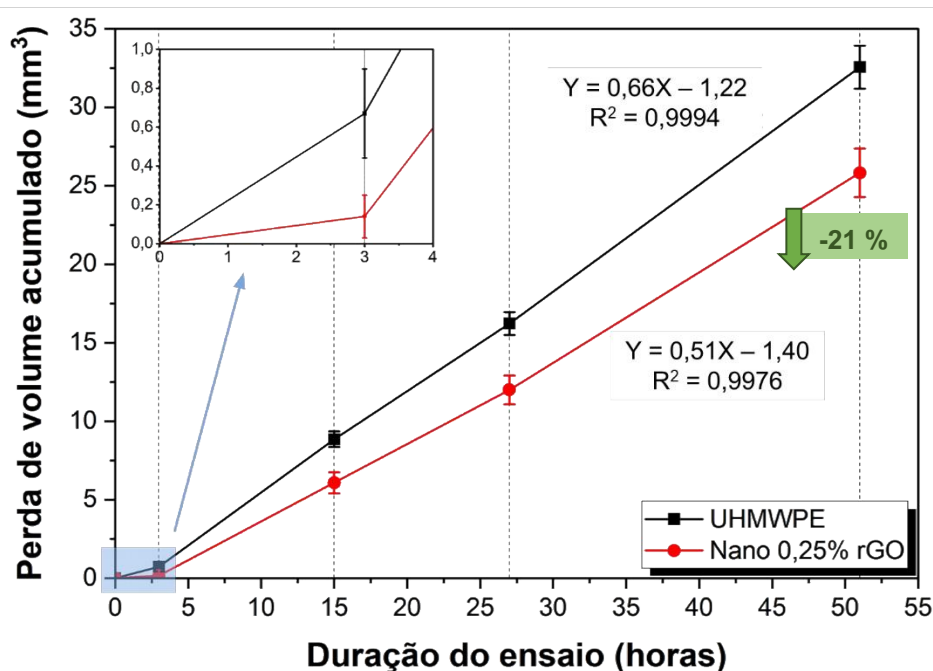


Figura 37 – Perda de volume acumulado após o ensaio de abrasão por tamboramento.
Fonte: Próprio autor.

As Figuras 38a e 38b apresentam imagens obtidas por microscopia óptica das superfícies desgastadas do UHMWPE não aditivado e do nanocompósito, após a realização do ensaio de abrasão por tamboramento. Observa-se que em ambas as imagens as superfícies desgastadas exibem características visuais similares, com a presença predominante de marcas deixadas pelas indentações dos abrasivos. Essas marcas indicam a ação repetitiva do abrasivo sobre o material, onde as partículas são pressionadas contra a superfície e geram deformações plásticas locais.

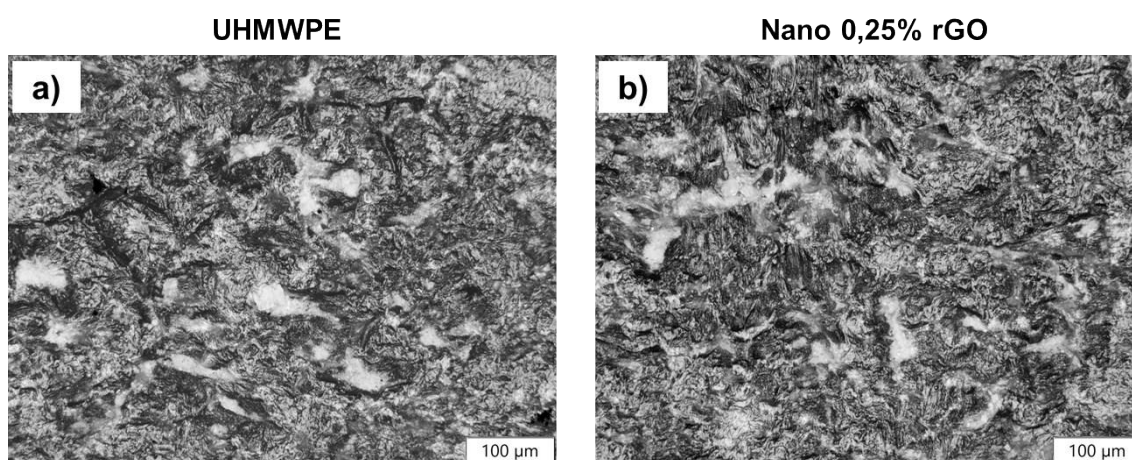


Figura 38 – Imagens de microscopia óptica da superfície das amostras após o ensaio de abrasão por tamboramento: (a) UHMWPE não aditivado e (b) nanocompósito contendo 0,25% de rGO.
Fonte: Próprio autor.

Na Figura 39 estão apresentados os mapas topográficos, obtidos por meio de perfilometria, das amostras de UHMWPE não aditivado (Figura 39a) e nanocompósito (Figura 39b) após o desgaste abrasivo por tamboramento. Com base nos mapas topográficos obtidos através da perfilometria, realizou-se uma análise da distribuição da profundidade do desgaste nas amostras de UHMWPE não aditivado e no nanocompósito, como mostrado na Figura 39c. A semelhança entre as imagens sugere que o mecanismo de desgaste predominante é o mesmo para ambos os materiais, sendo dominado pela ação direta das partículas abrasivas. Contudo, a diferença na profundidade e na distribuição das marcas de indentação entre o UHMWPE puro e o nanocompósito reforça a eficácia do rGO em melhorar a resistência ao desgaste abrasivo, confirmando os resultados quantitativos obtidos nos testes de volume perdido.

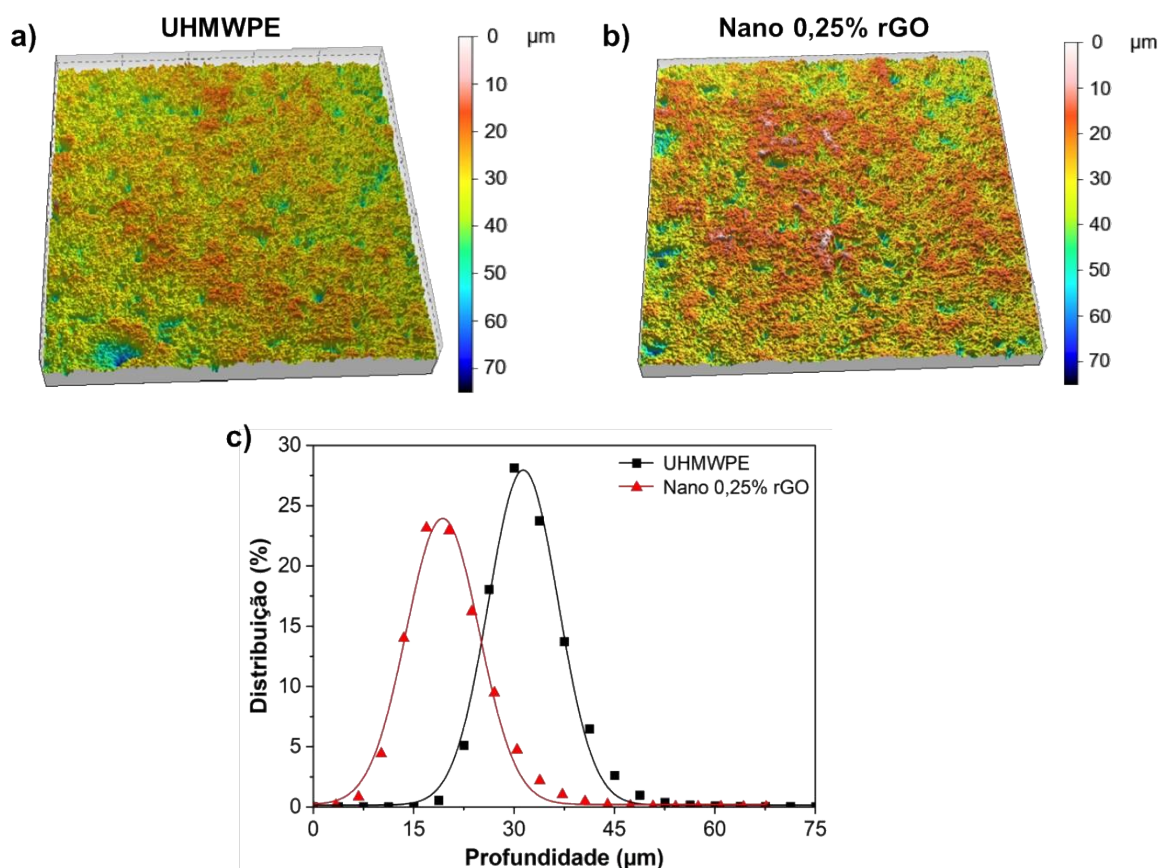


Figura 39 – Mapas topográficos das amostras após o desgaste abrasivo por tamboramento (a) UHMWPE não aditivado e (b) Nano 0,25% rGO. (c) Distribuição da profundidade do desgaste obtidos dos mapas topográficos da perfilometria.

Fonte: Próprio autor.

Ao comparar os três ensaios de desgaste (pino sobre lixa, roda de borracha e tamboramento), observa-se que a eficácia da nanocarga foi evidente em todos os ensaios, mas a extensão desse efeito depende da configuração e da severidade das condições de desgaste. O ensaio de abrasão do tipo pino sobre lixa, apesar de ser normatizado e amplamente utilizado pela indústria de plásticos, é considerado muito severo para simular com precisão as condições presentes nos chutes de transferência de minério. Mesmo assim, o nanocompósito apresentou aumento da resistência ao desgaste. Por outro lado, o ensaio de abrasão em roda de borracha, também normatizado, tenta simular de forma mais realista as condições *in situ*, embora o abrasivo ainda seja pressionado sobre a superfície de contato. Esse ensaio é de particular interesse, pois permite a variação de parâmetros como carga normal e tamanho do abrasivo, que são importantes para a aplicação de materiais como revestimentos de chutes. Observou-se que a nanocarga foi mais eficiente em melhorar as propriedades tribológicas do UHMWPE, especialmente sob condições moderadas.

Finalmente, o ensaio de tamboramento, embora não normatizado, oferece condições mais próximas à realidade dos chutes, onde o abrasivo está solto e a carga aplicada sobre a superfície é determinada pelo próprio peso do leito abrasivo. Sob essas condições de desgaste moderado, o nanocompósito apresentou uma melhoria de 20% na resistência ao desgaste. Além disso, foi constatado que os mecanismos de desgaste predominantes foram consistentes entre os ensaios, sendo caracterizados principalmente pela ação das partículas abrasivas que geram riscos e indentações nas superfícies dos materiais.

Em geral, a adição do rGO ao UHMWPE resultou em um nanocompósito com maiores resistência mecânica e dureza. As alterações estruturais, comprovadas pelo aumento da cristalinidade, e propriedades melhoradas ajudaram a reduzir as perdas de volume durante os ensaios de desgaste abrasivo do tipo pino sobre lixa, roda de borracha e tamboramento. Ademais, o aumento da vida útil de componentes como revestimentos de chutes, proporcionado pela adição de rGO, traz benefícios significativos, principalmente econômicos, devido à redução da necessidade de substituição e manutenção.

6. CONCLUSÕES

Foi realizada uma investigação com relação a influência da adição de 0,25% m/m de rGO no comportamento tribológico do UHMWPE, levando em consideração as alterações promovidas em sua morfologia e propriedades mecânicas, como dureza e resistência ao impacto. Com base na análise dos dados obtidos, as seguintes conclusões podem ser estabelecidas:

- A análise da topografia e espessura em escala nanométrica do rGO, juntamente com a avaliação da área lateral em escala micrométrica, demonstrou uniformidade e consistência nas dimensões do rGO obtido após a esfoliação.
- A incorporação de rGO à matriz de UHMWPE resultou em modificações na proporção entre a fase amorfa e cristalina de sua estrutura morfológica. Especificamente, a adição de 0,25% de rGO promoveu um aumento de 8% no grau de cristalinidade após a 1ª rampa de aquecimento, e 53% após a 2ª rampa de aquecimento, em comparação com o polímero não aditivado;

- Análises morfológicas obtidas por MEV das superfícies de fratura do nanocompósito mostraram a presença de lamelas e fibrilas, indicando uma estrutura mais cristalina e maior interação entre as fases. Essa melhoria na cristalinidade contribuiu para a resistência mecânica e a resistência ao desgaste do material;
- Os resultados obtidos no ensaio de resistência ao impacto indicaram um desempenho mecânico aprimorado em 11% para o nanocompósito em relação ao UHMWPE não aditivado;
- Os testes de indentação instrumentada mostraram que o nanocompósito teve um aumento de 49% na dureza e 13% no módulo elástico em comparação ao UHMWPE não aditivado. Esse aumento é atribuído ao maior grau de cristalinidade e à presença de fibrilas na matriz, que melhoraram a resistência à deformação e à indentação.
- A investigação do comportamento tribológico do nanocompósito após os ensaios de abrasão (pino sobre lixa, roda de borracha e tamboramento) permitiu uma caracterização mais abrangente das características tribológicas do material. Observou-se que o nanocompósito apresentou uma menor perda de volume em comparação ao UHMWPE não aditivado, mesmo em condições de desgaste mais agressivas. Essa melhoria foi atribuída à presença de rGO, que atuou na distribuição das tensões e na redução da propagação de trincas, resultando em um desempenho superior do nanocompósito.
- Além disso, a análise das superfícies desgastadas proporcionou *insights* sobre os mecanismos de desgaste envolvidos. Na avaliação sistemática do desempenho tribológico no ensaio de abrasão em roda de borracha, foram observadas trincas e delaminações mais frequentes no UHMWPE não aditivado, especialmente sob condições de maior severidade. Em contrapartida, o nanocompósito demonstrou uma redução significativa na formação de trincas e delaminações, indicando uma maior integridade estrutural e resistência ao desgaste, mesmo sob condições extremas.

Esses resultados destacam a eficácia do rGO na melhoria das propriedades tribológicas do UHMWPE, comprovando seu potencial como reforço em aplicações que exigem alta resistência à abrasão. A adição de rGO não só contribuiu para o

aumento da dureza e rigidez do material, mas também proporcionou uma maior durabilidade sob condições de desgaste severo, ampliando as possibilidades de aplicação do nanocompósito em ambientes industriais críticos.

7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Para aprimorar a compreensão do desempenho e da aplicabilidade do nanocompósito de UHMWPE com rGO, é essencial explorar algumas áreas adicionais.

Uma investigação sobre o desempenho do nanocompósito em condições reais, como exposição ao ambiente ou utilização de minério de ferro como agente abrasivo, pode oferecer informações valiosas sobre a durabilidade e a eficácia do material em situações desafiadoras. Esse estudo ampliaria o entendimento das capacidades do nanocompósito e asseguraria sua aplicabilidade em uma gama mais ampla de condições de uso.

Realizar testes de desgaste prolongado e análise de degradação ajudaria a compreender melhor o comportamento do nanocompósito ao longo do tempo, assim como sua resistência à fadiga. Essas informações são essenciais para garantir a durabilidade e a vida útil do material em aplicações práticas, proporcionando dados importantes sobre o desempenho a longo prazo.

O desenvolvimento de modelos de simulação para prever o desgaste e o comportamento do material em diferentes condições operacionais pode complementar os dados experimentais obtidos. Esses modelos podem acelerar o processo de otimização e desenvolvimento de novos materiais, oferecendo uma abordagem mais eficiente para a análise e previsão das propriedades tribológicas e mecânicas.

REFERÊNCIAS

ALAM, Fahad; CHOOSRI, M.; GUPTA, Tejendra K.; VARADARAJAN, K. M.; CHOI, D.; KUMAR, S. Electrical, mechanical and thermal properties of graphene nanoplatelets reinforced UHMWPE nanocomposites. **Materials Science and Engineering: B**, v. 241, p. 82–91, 2019.

AMURIN, L. G.; FELISBERTO, M. D.; FERREIRA, F. L. Q.; SORAES, P. H. V.; OLIVEIRA, P. N.; SANTOS, B. F.; VALERIANO, J. C. S.; MIRANDA, D. C.; SILVA, G. G. Multifunctionality in ultra high molecular weight polyethylene nanocomposites with reduced graphene oxide: Hardness, impact and tribological properties. **Polymer**, v. 240, p. 124475, 2022. a.

AMURIN, L. G.; FELISBERTO, M. D. V.; SILVA, G. G.; FERREIRA, F. L. Q.; SOARES, P. H. V.; SANTOS, B. F. S. “**Processo de Produção de Nanocompósito Polimérico, Nanocompósito Polimérico e Uso.**”, BR 10 2020 011701 7, 2022. b.

AMURIN, Leice Gonçalves; OLIVEIRA, Poliane Neves De; PEREIRA, Ana Flávia Tavares S.; RIBEIRO, Nirvana Cecília; REZENDE, Daniel Bastos De; SILVA, Glaura Goulart. Ultrahigh molecular weight polyethylene-reduced graphene oxide composite scaling up to produce wear resistant plates. **Frontiers in Carbon**, v. 2, n. November, p. 1–12, 2023.

ASTM. G40 - 22a: Standard Terminology Relating to Wear and Erosion. **American Society for Testing and Materials**, p. 9, 2022.

ASTM D2240 - Standard Test Method for Rubber Property - Durometer Hardness. **American Society for Testing and Materials**, p. 13, 2021.

ASTM G65 - Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus. **American Society for Testing and Materials**, p. 14, 2021.

BAENA, Juan C.; WU, Jingping; PENG, Zhongxiao. Wear performance of UHMWPE and reinforced UHMWPE composites in arthroplasty applications: A review. **Lubricants**, v. 3, n. 2, p. 413–436, 2015.

BAYER, R. G. **Wear Tests for Plastics: Selection and Use**. American Society for Testing and Materials, 1979.

BHUSHAN, Bharat. **Principles and Applications to Tribology**. 2nd. ed. West Sussex, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2013.

BORIK, Frank. **Using Tests To Define the Influence of Metallurgical Variables on Abrasion**. *Metals Engineering Quarterly*, 1972.

BRASKEM. **RAM Extrusion - Technical bulletin**. , 2006.

BRISCOE, B. Wear of polymers: an essay on fundamental aspects. *Tribology International*, v. 14, n. 4, p. 231–243, 1981.

BRISCOE, Brian J.; SINHA, Sujeet K. **Chapter 1. Tribological applications of polymers and their composites: Past, present and future prospects**. Elsevier Ltd, 2008.

BUCKNALL, Clive et al. Structure, processing and performance of ultra-high molecular weight polyethylene (IUPAC Technical Report). Part 2: Crystallinity and supra molecular structure. *Pure and Applied Chemistry*, v. 92, n. 9, p. 1485–1501, 2020.

BUDINSKI, Kenneth G. **Surface engineering for wear resistance**. Prentice Hall, 1988.

BUDINSKI, Kenneth G. Resistance to particle abrasion of selected plastics. *Wear*, v. 203–204, p. 302–309, 1997.

CAI, Zhengyang; LIU, Bilu; ZOU, Xiaolong; CHENG, Hui Ming. Chemical Vapor Deposition Growth and Applications of Two-Dimensional Materials and Their Heterostructures. *Chemical Reviews*, v. 118, n. 13, p. 6091–6133, 2018.

CANEVAROLO JR., Sabastião Vicente. **Técnicas de caracterização de polímeros**. 1ª ed. São Paulo: Artliber Editora, 2004.

CELANESE. **GUR® 4152 - PE-UHMW**. , 2022.

CENNA, A. A.; ALLEN, S.; PAGE, N. W.; DASTOOR, P. Modelling the three-body abrasive wear of UHMWPE particle reinforced composites. *Wear*, v. 254, n. 5–6, p.

581–588, 2003.

CENNA, A. A.; DASTOOR, P.; BEEHAG, A.; PAGE, N. W. Effects of graphite particle addition upon the abrasive wear of polymer surfaces. **Journal of Materials Science**, v. 36, n. 4, p. 891–900, 2001.

CHANG, Boon Peng; MD. AKIL, Hazizan; BT. MD. NASIR, Ramdziah. Comparative study of micro- and nano-ZnO reinforced UHMWPE composites under dry sliding wear. **Wear**, v. 297, n. 1–2, p. 1120–1127, 2013.

CHEN, Wei; BISWAS, Subhankar; ROBERTS, Alan; O'SHEA, Jayne; WILLIAMS, Kenneth. Abrasion wear resistance of wall lining materials in bins and chutes during iron ore mining. **International Journal of Mineral Processing**, v. 167, p. 42–48, 2017.

CHIH, A.; ANSÓN-CASAOS, A.; PUÉRTOLAS, J. A. Frictional and mechanical behaviour of graphene/UHMWPE composite coatings. **Tribology International**, v. 116, p. 295–302, 2017.

CHINTALAPUDI, Karthik; PANNEM, Rama Mohan Rao. An intense review on the performance of Graphene Oxide and reduced Graphene Oxide in an admixed cement system. **Construction and Building Materials**, v. 259, p. 120598, 2020.

ÇOLAK, Alime; GÖKTAŞ, Meryem; MINDIVAN, Ferda. Effect of reduced graphene oxide amount on the tribological properties of UHMWPE biocomposites under water-lubricated conditions. **SN Applied Sciences**, v. 2, n. 3, p. 1–7, 2020.

COMPTON, Owen C.; NGUYEN, Sonbinh T. Graphene oxide, highly reduced graphene oxide, and graphene: Versatile building blocks for carbon-based materials. **Small**, v. 6, n. 6, p. 711–723, 2010.

CORTIE, M. B.; MCEWAN, J. J.; ENRIGHT, D. P. Materials selection in the mining industry: Old issues and new challenges. **Journal of The South African Institute of Mining and Metallurgy**, v. 96, n. 4, p. 145–157, 1996.

DA SILVA, Washington Martins. **Simulação do Desgaste Abrasivo via Interações Múltiplas**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2008.

DALAI, Nilesh; SREEKANTH, P. S. Ram. Mechanical properties of graphene and

nano-diamond reinforced ultra high molecular weight polyethylene. **Materials Today: Proceedings**, v. 27, p. 1013–1016, 2020.

DASARI, Aravind; YU, Zhong Zhen; MAI, Yiu Wing. Fundamental aspects and recent progress on wear/scratch damage in polymer nanocomposites. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 63, n. 2, p. 31–80, 2009.

DE OLIVEIRA AGUIAR, Vinicius; ROGET RODRIGUEZ PITA, Victor Jayme; DE FATIMA VIEIRA MARQUES, Maria; SOARES, Igor Tenório; MARTINS FERREIRA, Erlon Henrique; OLIVEIRA, Michelle Souza; MONTEIRO, Sergio Neves. Ultra-high molecular weight polyethylene nanocomposites reinforced with novel surface chemically modified sonic-exfoliated graphene. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 11, p. 1932–1941, 2021.

FANG, L.; KONG, X. L.; SU, J. Y.; ZHOU, Q. D. Movement patterns of abrasive particles in three-body abrasion. **Wear**, v. 162–164, n. PART B, p. 782–789, 1993.

FERREIRA, Eder H. C.; VIEIRA, Angela Aparecida; VIEIRA, Lúcia; FECHINE, Guilhermino J. M. High-Tribological-performance polymer nanocomposites: An approach based on the superlubricity state of the graphene oxide agglomerates. **Polymers**, v. 13, n. 14, 2021.

FRIEDRICH, Klaus; SCHLARB, Alois K. **Tribology of Polymeric Nanocomposites**. 1st ed. Elsevier Science, 2008.

GAHR, Zum. Formation of wear debris by the abrasion of ductile metals. **Wear**, v. 74, n. 2, p. 353–373, 1981.

GAHR, Zum. **Microstructure and Wear of Materials 1st Edition**. Elsevier Science Ltd, 1987.

GALETZ, M. C.; BLAB, T.; RUCKDÄSCHEL, H.; SANDLER, J. K. W.; ALTSTÄDT, V.; GLATZEL, U. Carbon nanofibre-reinforced ultrahigh molecular weight polyethylene for tribological applications. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 104, n. 6, p. 4173–4181, 2007.

GATES, J. D. Two-body and three-body abrasion: A critical discussion. **Wear**, v. 214,

n. 1, p. 139–146, 1998.

GATES, J. D.; BENNET, P. J.; MCINNES, L. J.; TUNSTALL, B. R. The challenge of accurate prediction of industrial wear performance from laboratory tests. *In: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON WEAR RESISTANT ALLOYS FOR THE MINING AND PROCESSING INDUSTRY 2018*, **Anais** [...]. p. 289–350.

GATES, J. D.; GORE, G. J. Wear of metals: Philosophies and practicalities. **Metals forum**, v. 19, n. November, p. 53–89, 1995.

GEIM, A. K.; NOVOSELOV, K. S. The rise of graphene. **Nature Materials**, v. 6, n. 3, p. 183–191, 2007.

GILBERT, Jeremy L.; WERNLE, James D. **Nano-and Microindentation Testing of UHMWPE**. Second ed. Elsevier Inc., 2009.

GOLCHIN, Arash; WIKNER, Alfred; EMAMI, Nazanin. An investigation into tribological behaviour of multi-walled carbon nanotube/graphene oxide reinforced UHMWPE in water lubricated contacts. **Tribology International**, v. 95, p. 156–161, 2016.

GOVINDARAJ, Premika; FOX, Bronwyn; AITCHISON, Phillip; HAMEED, Nishar. A Review on Graphene Polymer Nanocomposites in Harsh Operating Conditions. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 58, n. 37, p. 17106–17129, 2019.

GRAZIANO, Antimo; DIAS, Otavio Augusto Titton; GARCIA, Christian; JAFFER, Shaffiq; TJONG, Jimi; SAIN, Mohini. Non-isothermal crystallization behavior and thermal properties of polyethylene tuned by polypropylene and reinforced with reduced graphene oxide. **Nanomaterials**, v. 10, n. 8, p. 1–16, 2020.

GUOFANG, Gong; HUAYONG, Yang; XIN, Fu. Tribological properties of kaolin filled UHMWPE composites in unlubricated sliding. **Wear**, v. 256, n. 1–2, p. 88–94, 2004.

GUTIÉRREZ-CRUZ, Adrián; RUIZ-HERNÁNDEZ, Ali Roberto; VEGA-CLEMENTE, José Fernando; LUNA-GAZCÓN, Daniela Guadalupe; CAMPOS-DELGADO, Jessica. A review of top-down and bottom-up synthesis methods for the production of graphene,

graphene oxide and reduced graphene oxide. **Journal of Materials Science**, v. 57, n. 31, p. 14543–14578, 2022.

HERRERA-RAMÍREZ, Luis C.; CASTELL, Pere; CASTILLO-RODRÍGUEZ, Miguel; FERNÁNDEZ, Ángel; GUZMAN DE VILLORIA, Roberto. The effect of a semi-industrial masterbatch process on the carbon nanotube agglomerates and its influence in the properties of thermoplastic carbon nanotube composites. **Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics**, v. 55, n. 2, p. 189–197, 2017.

HOLMBERG, Kenneth; KIVIKYTÖ-REPONEN, Päivi; HÄRKISAARI, Pirita; VALTONEN, Kati; ERDEMIR, Ali. Global energy consumption due to friction and wear in the mining industry. **Tribology International**, v. 115, p. 116–139, 2017.

HUTCHINGS, Ian; SHIPWAY, Philip. **Tribology - Friction and Wear of Engineering Materials**. Second ed. Elsevier, 2017.

ISO. 4649: Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of abrasion resistance using a rotating cylindrical drum device. **International Standardization Organization**, p. 20, 2010.

IWAN, Agnieszka; CHUCHMAŁA, Andrzej. Perspectives of applied graphene: Polymer solar cells. **Progress in Polymer Science**, v. 37, n. 12, p. 1805–1828, 2012.

KARUPPIAH, K. S. Kanaga; BRUCK, Angela L.; SUNDARARAJAN, Sriram; WANG, Jun; LIN, Zhiqun; XU, Zhi Hui; LI, Xiaodong. Friction and wear behavior of ultra-high molecular weight polyethylene as a function of polymer crystallinity. **Acta Biomaterialia**, v. 4, n. 5, p. 1401–1410, 2008.

KUMAR, M. S. Senthil.; SELVAN, Chithirai Pon; SANTHANAM, K.; KADIRVEL, A.; CHANDRAPRABU, V.; SAMPATHKUMAR, L. Effect of Nanomaterials on Tribological and Mechanical Properties of Polymer Nanocomposite Materials. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2022, 2022.

KUMAR, Neeraj; SALEHIYAN, Reza; CHAUKE, Vongani; JOSEPH BOTLHOKO, Orebotse; SETSHEDI, Katlego; SCRIBA, Manfred; MASUKUME, Mike; SINHA RAY, Suprakas. Top-down synthesis of graphene: A comprehensive review. **FlatChem**, v. 27, p. 100224, 2021.

KURTZ, Steven M. A Primer on UHMWPE. *In: The UHMWPE Handbook*. Elsevier, 2004. p. 1–12.

KURTZ, Steven M. (ORG.). **UHMWPE Biomaterials Handbook**. Third ed. Elsevier Inc., 2015.

LIU, Tian; EYLER, Allen; ZHONG, Wei Hong. Simultaneous improvements in wear resistance and mechanical properties of UHMWPE nanocomposite fabricated via a facile approach. **Materials Letters**, v. 177, p. 17–20, 2016.

LU, Hongda; TANG, Shi Yang; YUN, Guolin; LI, Haiyue; ZHANG, Yuxin; QIAO, Ruirui; LI, Weihua. Modular and Integrated Systems for Nanoparticle and Microparticle Synthesis - A Review. **Biosensors**, v. 10, n. 11, p. 1–34, 2020.

MBAYACHI, Vestince B.; NDAYIRAGIJE, Euphrem; SAMMANI, Thirasara; TAJ, Sunaina; MBUTA, Elice R.; KHAN, Atta ullah. Graphene synthesis, characterization and its applications: A review. **Results in Chemistry**, v. 3, p. 100163, 2021.

METSO. **Wear Parts Application Guide**. 2014. Disponível em: [http://www.metso.com/miningandconstruction/matobox7.nsf/docsbyid/23a0181e98d2fa3ac2257856002e27c2/\\$file/wear_and_materials_en.pdf](http://www.metso.com/miningandconstruction/matobox7.nsf/docsbyid/23a0181e98d2fa3ac2257856002e27c2/$file/wear_and_materials_en.pdf). Acesso em: 13 jun. 2023.

MISRA, A.; FINNIE, Iain. Classification of Three-Body Abrasive Wear and Design of a New Tester. **Electric Power Research Institute (Report) EPRI EL**, v. 60, p. 313–318, 1979.

MOHAMMED, Abdul Samad; BIN ALI, Annas. Investigating the Effect of Water Uptake on the Tribological Properties of Organoclay Reinforced UHMWPE Nanocomposites. **Tribology Letters**, v. 62, n. 1, p. 1–9, 2016.

NOVOSELOV, K. S.; FAL'KO, V. I.; COLOMBO, L.; GELLERT, P. R.; SCHWAB, M. G.; KIM, K. A roadmap for graphene. **Nature**, v. 490, n. 7419, p. 192–200, 2012.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. **Journal of Materials Research**, v. 19, n. 1, p. 3–20, 2004.

PADHAN, Meghashree; GULHANE, Akshay; BIJWE, Jayashree. Composites of

titanium nano and micro-particles and UHMWPE for enhanced performance properties. **Surface Topography: Metrology and Properties**, v. 8, n. 2, 2020.

PANG, Wenchao; NI, Zifeng; WU, Jia Liang; ZHAO, Yongwu. Investigation of tribological properties of graphene oxide reinforced ultrahigh molecular weight polyethylene under artificial seawater lubricating condition. **Applied Surface Science**, v. 434, p. 273–282, 2018.

PEI, Songfeng; CHENG, Hui Ming. The reduction of graphene oxide. **Carbon**, v. 50, n. 9, p. 3210–3228, 2012.

PENAGOS, Jose Jimmy. **Efeito do refinamento da microestrutura e da adição de nióbio na resistência ao desgaste abrasivo de ferros fundidos de alto cromo**. 140 f. Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo - USP, São Paulo, 2016.

PEREIRA, Ana Flávia Tavares Soares. **ESCALONAMENTO DE NANOCOMPÓSITO DE UHMWPE CONTENDO rGO: contribuição ao mapeamento e otimização de etapas experimentais**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2023.

PETRICIA, Marcela; DUSCHER, Bernadette; KOCH, Thomas; ARCHODOULAKI, Vasiliki Maria. Studies on tribological behavior of PEEK and PE-UHMW. **AIP Conference Proceedings**, v. 1779, n. October 2016, 2016.

PITAYACHAVAL, Paphakorn; BAOTHONG, Thanakhan. A Review of Process Parameters That Effect to Extrusion on Demand. **MATEC Web of Conferences**, v. 213, p. 1–4, 2018.

PLUMLEE, Kevin; SCHWARTZ, Christian J. Improved wear resistance of orthopaedic UHMWPE by reinforcement with zirconium particles. **Wear**, v. 267, n. 5–8, p. 710–717, 2009.

POTTS, Jeffrey R.; DREYER, Daniel R.; BIELAWSKI, Christopher W.; RUOFF, Rodney S. Graphene-based polymer nanocomposites. **Polymer**, v. 52, n. 1, p. 5–25, 2011.

POURASIABI, Hamid; GATES, J. D. Ball mill abrasion test (BMAT): Method

development and statistical evaluations. **MethodsX**, v. 9, p. 101900, 2022.

PUÉRTOLAS, J. A.; KURTZ, S. M. Evaluation of carbon nanotubes and graphene as reinforcements for UHMWPE-based composites in arthroplastic applications: A review. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 39, p. 129–145, 2014.

PUÉRTOLAS, José Antonio; KURTZ, Steven M. UHMWPE Matrix Composites. *In*: KURTZ, Steven M. (org.). **UHMWPE Biomaterials Handbook**. Third ed. William Andrew Publishing, 2016. p. 369–397.

RABINOWICZ, E.; DUNN, L. A.; RUSSELL, P. G. A study of abrasive wear under three-body conditions. **Wear**, v. 4, n. 5, p. 345–355, 1961.

RIBEIRO, Rubens. **Avaliação da resistência ao desgaste abrasivo de revestimentos soldados do tipo Fe-C-Cr utilizados na indústria sucroalcooleira**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, 2004.

SHAHIL, Khan M. F.; BALANDIN, Alexander A. Thermal properties of graphene and multilayer graphene: Applications in thermal interface materials. **Solid State Communications**, v. 152, n. 15, p. 1331–1340, 2012.

SHARMA, Sanjeev; BIJWE, Jayashree; PANIER, Stephane; SHARMA, Mohit. Abrasive wear performance of SiC-UHMWPE nano-composites - Influence of amount and size. **Wear**, v. 332–333, p. 863–871, 2015.

SHI, Zhiyuan; ZHU, Zhencai. Case study: Wear analysis of the middle plate of a heavy-load scraper conveyor chute under a range of operating conditions. **Wear**, v. 380–381, p. 36–41, 2017.

SHIPWAY, P. H.; NGAO, N. K. Microscale abrasive wear of polymeric materials. **Wear**, v. 255, n. 1–6, p. 742–750, 2003.

SILVA, Carlos Henrique Da. **Degradação De UHMWPE e De POM Devido À Ação Tribológica Contra Aço Inoxidável E Alumina**. Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo - USP, São Paulo, 2003.

SOARES, Pedro Henrique Vilela. **Efeito do Óxido de Grafeno Reduzido sobre o Comportamento Tribológico do UHMWPE em Condições de Contato por Deslizamento**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - CEFET-MG, Belo Horizonte, 2021.

SOARES, Pedro Henrique Vilela; OLIVEIRA, Poliane Neves De; VIÁFARA, Cristian Camilo; SILVA, Glaura Goulart; AMURIN, Leice Gonçalves; SILVA, Aline Bruna Da. Effect of the reduced graphene oxide on the tribological behavior of UHMWPE/rGO nanocomposites under sliding contact conditions. **Polymer Engineering and Science Science**, v. 62, n. 8, p. 2641–2656, 2022.

SOMBERG, Julian; GONÇALVES, Gil; SÁNCHEZ, María Soria; EMAMI, Nazanin. Chemically expanded graphite-based ultra-high molecular weight polyethylene nanocomposites with enhanced mechanical properties. **Materials and Design**, v. 224, p. 111304, 2022.

SORRENTINO, Andrea. Tribology of self-lubricating polymer nanocomposites. **Self-Lubricating Composites**, p. 105–131, 2018.

STANKOVICH, Sasha; DIKIN, Dmitriy A.; DOMMETT, Geoffrey H. B.; KOHLHAAS, Kevin M.; ZIMNEY, Eric J.; STACH, Eric A.; PINER, Richard D.; NGUYEN, Son Binh T.; RUOFF, Rodney S. Graphene-based composite materials. **Nature**, v. 442, n. 7100, p. 282–286, 2006.

SUN, Xianxian; HUANG, Chuanjin; WANG, Lidong; LIANG, Lei; CHENG, Yuanjing; FEI, Weidong; LI, Yibin. Recent Progress in Graphene/Polymer Nanocomposites. **Advanced Materials**, v. 33, n. 6, p. 1–28, 2021.

SUÑER, S.; JOFFE, R.; TIPPER, J. L.; EMAMI, N. Ultra high molecular weight polyethylene/graphene oxide nanocomposites: Thermal, mechanical and wettability characterisation. **Composites Part B: Engineering**, v. 78, p. 185–191, 2015.

TAI, Zhixin; CHEN, Yuanfeng; AN, Yingfei; YAN, Xingbin; XUE, Qunji. Tribological behavior of UHMWPE reinforced with graphene oxide nanosheets. **Tribology Letters**, v. 46, n. 1, p. 55–63, 2012.

TRIPATHI, Sandeep N.; RAO, G. S. Srinivas.; MATHUR, Ajit B.; JASRA, Rakshvir.

Polyolefin/graphene nanocomposites: A review. **RSC Advances**, v. 7, n. 38, p. 23615–23632, 2017.

UNAL, H.; SEN, U.; MIMAROGLU, A. Dry sliding wear characteristics of some industrial polymers against steel counterface. **Tribology International**, v. 37, n. 9, p. 727–732, 2004.

VADIVEL, Hari Shankar; SOMBERG, Julian; KALIN, Mitjan; EMAMI, Nazanin. Tribological performance of a UHMWPE-based multiscale composite under different lubrication and loads. **Lubrication Science**, v. 34, n. 7, p. 480–492, 2022.

VILLABÓN, L.; A. SINATORA. Construção e Instrumentação De Abrasômetro Do Tipo Roda-De-Borracha Para O Estudo Do Comportamento Tribológico De Aços. **Revista da Associação Portuguesa de Análise Experimental de Tensões**, v. 13, p. 1–11, 2006.

WAINER, Emílio; BRANDI, Sérgio Duarte; MELLO, Fábio Décourt Homem De (ORG.). **Soldagem: Processos e Metalurgia**. First ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1992.

WANNASRI, S.; PANIN, S. V.; IVANOVA, L. R.; KORNIENKO, L. A.; PIRIYAYON, S. Increasing wear resistance of UHMWPE by mechanical activation and chemical modification combined with addition of nanofibers. **Procedia Engineering**, v. 1, n. 1, p. 67–70, 2009.

WIEBECK, Hélio; HARADA, Júlio. **Plásticos de Engenharia - Tecnologia e Aplicações**. São Paulo: Artliber Editora, 2005.

XIONG, Lei; XIONG, Dangsheng; YANG, Yuanyuan; JIN, Jiabo. Friction, wear, and tensile properties of vacuum hot pressing crosslinked UHMWPE/nano-HAP composites. **Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials**, v. 98 B, n. 1, p. 127–138, 2011.

ZHANG, Haichen; LIANG, Yong. Extrusion Processing of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene. **Extrusion of Metals, Polymers and Food Products**, 2018.