

Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Síntese e caracterização mecânica de cabos de fibra de carbono dopado com polianilina
Bolsista: Renata Harumi Oshiro
Orientador(a): Dra. Adriana Medeiros Gama
Período a que se refere o relatório: Agosto de 2017 a Julho de 2018

Resumo

A fibra de carbono é um material muito resistente e tem sido aplicado, principalmente, no processamento de compósitos estruturais utilizados em aeronaves. Já a polianilina é um polímero condutor com aplicabilidade tanto na área civil quanto na militar devido as suas propriedades elétricas. Neste trabalho, foi utilizada a eletrossíntese para dopar os cabos de fibra de carbono com polianilina para elaboração das amostras de monofilamento e de compósito a fim de se estudar a influência da polianilina nas propriedades mecânicas da fibra de carbono. Foram realizadas ensaio de tração de monofilamento, ensaio de flexão do compósito e análise de microscopia eletrônica de varredura. A presença da polianilina aumentou a força de tração do monofilamento, porém causou uma reação química com a resina epóxi durante a preparação do compósito que resultou na cura parcial da resina. Na análise morfológica foi possível verificar a formação de estruturas alongadas da PANI em grande quantidade que supostamente auxiliou no aumento da tensão máxima dos filamentos.

1. Introdução

A polianilina (PANI) é um polímero condutor que tem sido estudada para diversas aplicações, principalmente, nas áreas civil e militar devido as suas propriedades eletromagnéticas, estabilidade química, facilidade de dopagem e alta condutividade [1] [2]. Já a fibra de carbono é um material extremamente leve e apresenta grande resistência mecânica pelo fato de cada filamento ser a união de milhares de fibras. Este material é amplamente utilizado na indústria aeroespacial, pois além de diminuir o peso da aeronave por volta de 25%, mantém a resistência mecânica dos compósitos estruturais e pode ser utilizado em alta temperatura [3]. Neste trabalho, o objetivo foi verificar se a polianilina incorporada ao cabo

de fibra de carbono altera as suas propriedades mecânicas, e conseqüentemente, do compósito polimérico. Para tal, foi utilizada a análise de tensão de monofilamento e análise de flexão do compósito.

2. Materiais e Métodos

Foram utilizados cabos de fibra de carbono (FC) Tenax®-E HTS40 F13 12k 800tex da empresa Toho Tenax. O cabo possui 12000 filamentos de 7 μm de diâmetro. A resina epóxi utilizada na preparação do compósito foi a EPOCAST 50-A1 e o catalisador HARDNER 9816, ambos da empresa HANTSMAN. A cola utilizada nas amostras para ensaio de tração foi a CL-103 – AEROBRAS. A polianilina (PANI) foi sintetizada no cabo de fibra de carbono através de eletrossíntese utilizando-se o Potenciostato Diferencial Electrometer Amplifier PGSTAT12/30/302 da empresa Metrohm Autolab. A voltametria cíclica foi realizada com a velocidade de varredura de 5 mV/s durante 4 ciclos utilizando cabo de fibra de carbono como eletrodo de trabalho e cesto de platina como contra eletrodo, conforme ilustra a Figura 1. O cabo de fibra de carbono recoberto com PANI foi secado a temperatura ambiente durante 24 horas.



Figura 1. Célula eletroquímica utilizado na eletrossíntese da polianilina no cabo de fibra de carbono.

Para a preparação da amostra de ensaio de tensão de monofilamento, foi extraído um filamento do cabo de fibra de carbono com 60 mm de comprimento e colado no molde produzido de acordo com a norma ASTM C1557-14 [4], conforme ilustra a Figura 2. Foram ensaiadas 30 amostras de monofilamento de FC puro (sem PANI) e 30 amostras de monofilamentos de FC com PANI.

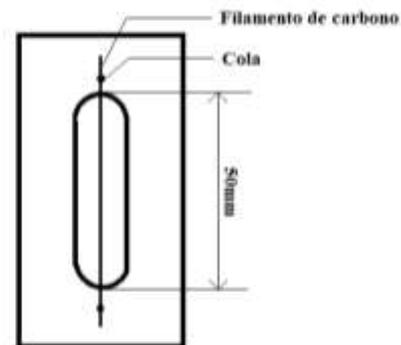


Figura 2. Esquema de montagem da amostra de monofilamento de FC para ensaio de tensão.

O ensaio foi feito no tribômetro Universal Macro Tester (UMT-2) da Inc. Center for Tribology (CETR), utilizando-se uma morsa pequena para fixar a parte inferior e uma garra para segurar a parte superior (Figura 3). A amostra fixada teve as laterais do molde cortadas para que a força vertical pudesse ser aplicada somente no monofilamento. A força de 10 mN foi aplicada com a velocidade de 0,008 mm/s até a ruptura do mesmo.



Figura 3. (a) Tribômetro Universal Macro Tester (UMT-2), (b) Amostra fixada na garra e na morsa para o ensaio de tensão.

Para o ensaio de flexão foram preparadas as amostras utilizando-se duas chapas de metais fixadas em uma chapa maior para produzir cinco amostras com a dimensão de 18 x 6 x 3mm (comprimento x largura x espessura), que foi calculado de acordo com a norma ASTM D2344/D 2344M – 00 [5]. Primeiramente, foi posicionado em uma chapa de metal, um filme desmoldante e um cabo de fibra de carbono de 150 mm. Após isto, com um pincel, foi pincelada uma pequena quantidade de mistura de resina epóxi e catalizador para cobrir os filamentos dos dois lados. O cabo revestido foi posicionado entre o vão das duas chapas de metais e suas extremidades foram fixadas com fita adesiva (Figura 4). Este processo foi repetido até formar 15 camadas de fibra de carbono até a espessura de 3 mm. A mistura de resina epóxi e catalizador foi feita na proporção de 100:14. Em seguida, foi sobreposto um filme desmoldante e montado uma bolsa de vácuo (Figura 5) para melhor dispersão da resina na fibra de carbono e para compactar as camadas através da pressão de vácuo. Após interromper a aplicação de vácuo, foi sobrepostos uma placa e um peso para que a amostra não apresente saliência após a cura. A cura foi realizada durante 48 horas em temperatura ambiente.

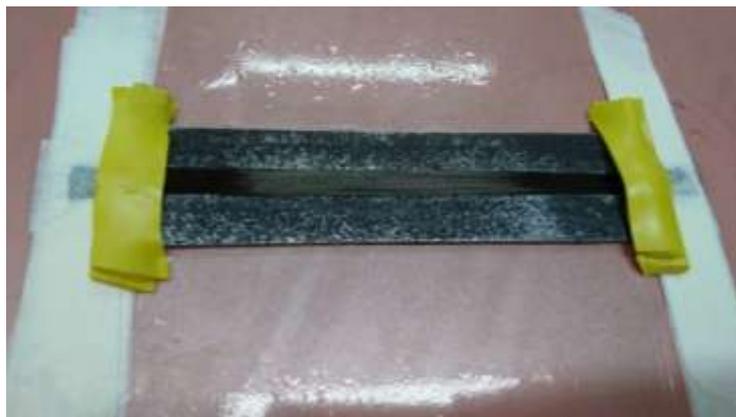


Figura 4. Esquema de preparação da amostra para ensaio de flexão.

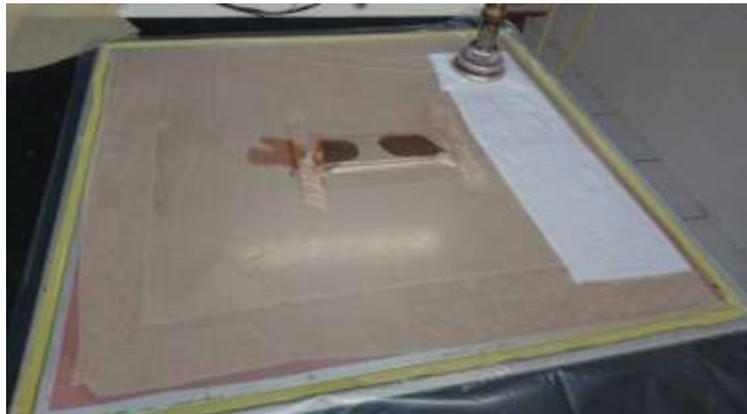


Figura 5. Bolsa de vácuo.

Para a preparação da amostra com cabo de fibra de carbono recoberto com PANI, foi repetido o mesmo processo utilizando-se os cabos de FC com PANI eletrossintetizada de 15 cm de comprimento e espessura de 15 camadas. Foi utilizado o mesmo procedimento anterior para o ensaio de tração.

Cinco amostras de FC com e sem PANI foram cortadas no comprimento de 18 mm. O ensaio de flexão das amostras de FC sem PANI foi realizado na máquina Universal Testing System 4301 da empresa INSTRON. E das amostras de FC com PANI na máquina EMIC DL 1000, da empresa INSTRON/EMIC, devido ao fato da máquina Universal Testing System 4301 (usada no ensaio anterior) estar inoperante. A amostra foi posicionada em cima de dois cilindros com o espaçamento de 14 mm e pressionada com um cilindro superior a uma velocidade de 1 mm/min. O diâmetro do cilindro inferior foi de 3 mm e do cilindro superior de 6 mm na máquina Universal Testing System 4301 (Figura 6a). Para a máquina EMIC DL1000 não havia cilindro de 6 mm, com isso foram utilizados cilindros inferior e superior de 3 mm (Figura 6b).



(a)



(b)

Figura 6. Dispositivo do ensaio de flexão. (a) Universal Testing System 4301, (b) EMIC DL 1000.

Para a análise morfológica das amostras foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura com Emissão de Campo (MEV-FEG) modelo MIRA3 da empresa TESCAN.

3. Resultados e discussão

A Figura 7 apresenta a distribuição da força máxima obtida no ensaio de tração das amostras de monofilamento de fibra de carbono com e sem PANI.

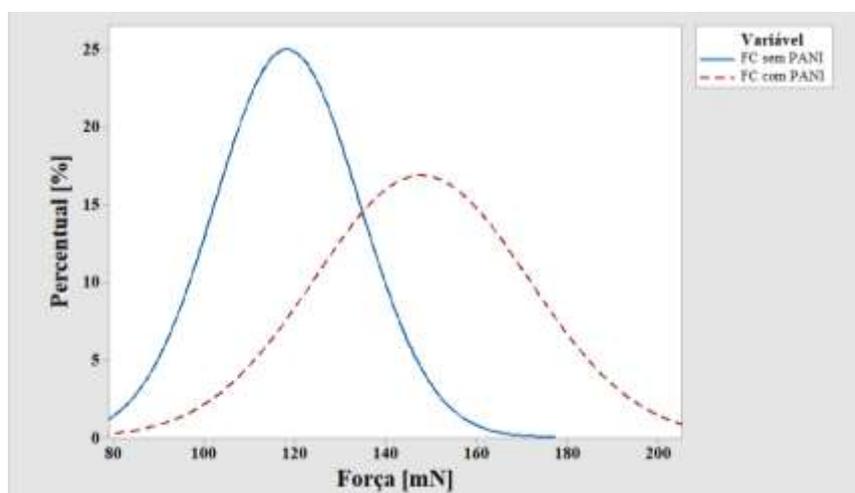


Figura 7. Histograma do resultado do ensaio de tração de monofilamentos de FC com e sem PANI.

A resistência média de tração da FC sem PANI foi de 118,4 mN e para FC com PANI foi de 148,0 mN. Este resultado foi obtido através da média de trinta amostras ensaiadas e mostrou que a PANI aumentou em 29,6 mN a resistência média de tração. O gráfico mostra também que o monofilamento de FC com PANI é mais resistente a uma força maior, porém para o monofilamento de FC sem PANI, este apresenta uma estabilidade melhor no valor da tensão máxima.

A Figura 8 apresenta o gráfico de flexão do compósito polimérico à base de fibra de carbono sem PANI (Figura 8a) e recoberto com PANI (Figura 8b). O ensaio foi realizado em cinco amostras.

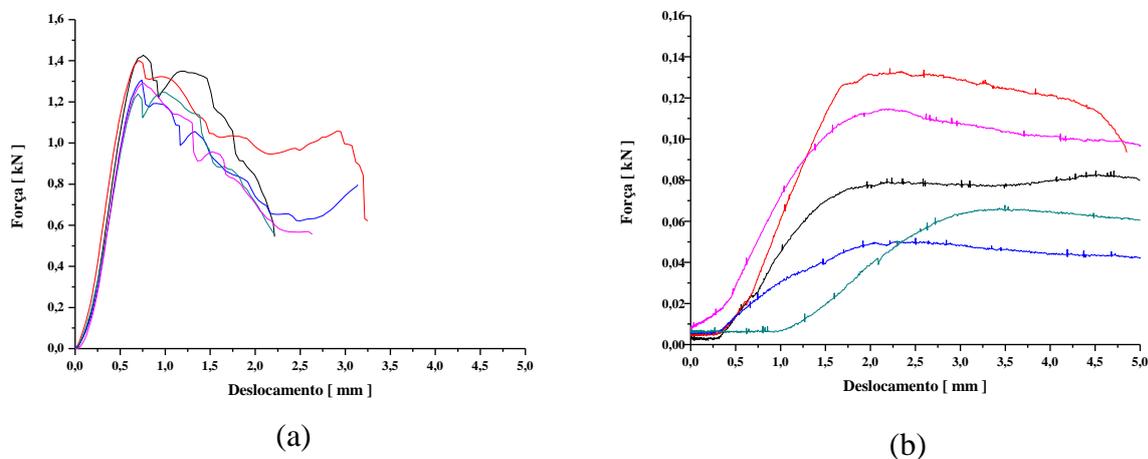
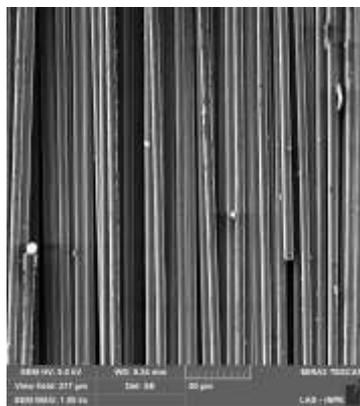


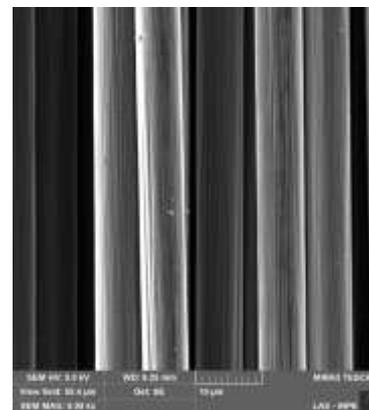
Figura 8. Ensaio de flexão das amostras (a) FC sem PANI e (b) FC com PANI.

A tensão máxima média do compósito à base de FC sem PANI foi de 1,334 kN, enquanto que para a amostra do compósito à base de FC recoberta com PANI foi de 0,906 kN. Entretanto, devido à diferença nas condições do ensaio (máquinas de ensaio de tração diferentes), não foi possível comparar os valores da força. A curva do gráfico do compósito à base de FC recoberta com PANI (Figura 8b) apresenta um comportamento elástico que pode estar relacionado ao fato da resina não estar totalmente curada, mesmo após uma semana. A mesma apresentou uma grande quantidade de separação das camadas do compósito em comparação com as amostras de compósito à base de FC sem PANI.

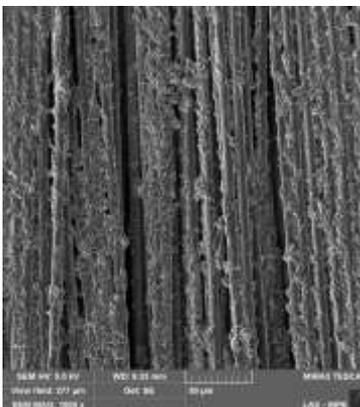
A Figura 9 apresenta as micrografias do cabo de fibra de carbono com e sem PANI obtidas pelo Microscópio Eletrônico de Varredura com Emissão de Campo em uma ampliação de 1000 e 5000 vezes.



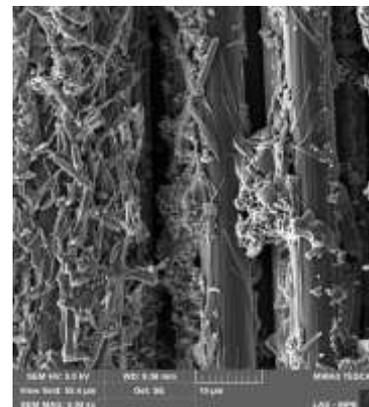
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 9. Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras (a) Fibra de carbono sem PANI (1000x), (b) Fibra de carbono sem PANI (5000x), (c) Fibra de carbono recoberta com PANI (1000x), (d) Fibra de carbono recoberta com PANI (5000x).

As Figuras 9c e 9d apresentam aglomerados de polianilina com poucas estruturas granulares e plana, e muitas estruturas alongadas envolvendo os filamentos de FC. Estas estruturas alongadas estão relacionadas a polimerização da PANI na fase inicial da síntese, enquanto que as estruturas aglomeradas estão relacionadas a polimerização da PANI em seu estágio final [6]. A formação da estrutura alongada em grande quantidade, possivelmente, favoreceu o aumento da tensão média no ensaio de tensão de monofilamento por criar um reforço maior

nas direções dos filamentos, devido a uma área de contato maior com o filamento em comparação a área de contato com a PANI no formato granular. O fato da FC recoberto com PANI (Figura 9c e 9d) apresentar um brilho menor que FC sem PANI (Figura 9a e 9b) indica a formação de um filme fino de PANI na superfície.

4. Próximas Etapas

- Investigação da reação entre a resina epóxi atual e a PANI;
- Teste e estudo de outras resinas epóxi.

5. Conclusões

Neste trabalho foi possível verificar que a PANI aumentou em torno de 29,6 mN a força média de tração do monofilamento. O valor da tensão máxima do monofilamento recoberto com PANI é maior que para o monofilamento sem PANI, porém apresenta uma diversificação no valor da tensão, resultando em pouca estabilidade. No ensaio de flexão não foi possível comparar os valores da força, porém foi possível verificar que a resina não curou totalmente no compósito à base de FC recoberto com PANI. Na análise morfológica foi possível verificar a formação de PANI no formato alongado para os ciclos iniciais da sintetização eletroquímica. Esta estrutura possivelmente auxiliou no aumento da tensão média dos filamentos de FC recoberto com PANI.

6. Divulgação dos Resultados

O trabalho “Obtenção e caracterização de cabos de fibra de carbono dopado com polianilina” de autoria de Renata Harumi Oshiro, Emerson Sarmiento Gonçalves, Maurício Ribeiro Baldan, Andreza de Moura Cardoso, Adriana Medeiro Gama foi apresentado na modalidade pôster, no 7º Congresso Brasileiro de Carbono, realizado de 24 a 27 de outubro de 2017.

Referências

- [1] MATTOSO L. H. C. Polianilinas: Síntese, Estrutura e Propriedades, Química Nova, vol. 19, nº 4, p. 388-399, 1996.
- [2] AMARAL T. et al. Estudo das Propriedades de Compósitos de Polianilina e Resina Epóxica, Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 11, nº 3, p. 149-157, 2001.



- [3] MIRABEL C. R. O Uso de Compósitos Estruturais na Indústria Aeroespacial, Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 10, nº 2, p. E4-E10, 2000.
- [4] ASTM C1557-14 Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers, 2014
- [5] ASTM D2344/D 2344M – 00 (Reapproved 2006) Standard Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates, 2006
- [6] MAZZEU M. A. C. Estudo da Variação Estruturais e Morfológicas em Função do Tempo de Síntese e da Cinética de Polimerização da Polianilina. 2016. 145f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologias Espaciais) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos. 2016.