



Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Obtenção e caracterização de feltros de carbono dopado com polianilina

Título atual do projeto de pesquisa: Obtenção e caracterização de cabos de fibra de carbono dopado com polianilina

Bolsista: Renata Harumi Oshiro

Orientadora: Dra. Adriana Medeiros Gama

Período a que se refere o relatório: Março de 2017 até Julho de 2017

Resumo

A fibra de carbono é um material muito resistente que tem sido aplicado, principalmente, no processamento de compósitos estruturais utilizados em aeronaves, e a polianilina é um polímero condutor com aplicabilidade na área civil e militar devido as suas propriedades eletromagnéticas. Neste trabalho, foi utilizado um aparato do tipo tear para a elaboração dos compósitos a base de resina epóxi, fibra de carbono pura e fibra de carbono com polianilina, a fim de se estudar a influência da polianilina nas propriedades mecânicas da fibra de carbono. As análises foram feitas através de microscopia eletrônica de varredura e a análise termo e dinamomecânica. As micrografias mostraram um filme e alguns aglomerados de polianilina sobre a fibra de carbono. A presença da polianilina sobre a fibra de carbono pode facilitar a delaminação e a diminuição da temperatura de transição vítrea. Através da análise termo e dinamomecânica foi verificada a influência da polianilina sobre os módulos de armazenamento e perda, assim como na diminuição da temperatura de transição vítrea. Além disso, foi percebido a influência do espaçamento dos cabos de fibra de carbono nas propriedades mecânicas do compósito.

1. Considerações Iniciais

A proposta inicial do trabalho foi a obtenção e caracterização de feltros de carbono recobertos com polianilina na forma salina obtidas via eletrossíntese. E previa as seguintes etapas relativas à execução da mesma: 1) revisão bibliográfica; 2) obtenção dos eletrodos compósitos sobre matrizes porosas; 3) estudo de janela de potencial elétrico dos feltros não tratados; 4) estudo de janela de potencial elétrico dos feltros tratados no forno; 5) estudo de

janela de potencial elétrico dos feltros tratados quimicamente em banho ácido quente; 6) estudo de janela de potencial elétrico dos feltros tratados eletroquimicamente, em potencial catódico e anódico extremos; 7) determinação de área eletroquímica em cada tratamento; 8) eletrossíntese do compósito; 9) determinação de capacidade de armazenamento/dissipação de carga e adsorção (estudo dos fenômenos eletroquímicos sobre o material); 10) aplicação de filtro de micro-ondas sobre formas geométricas simples; 11) elaboração de relatórios. Porém o trabalho sofreu alteração no material a ser utilizado e no objetivo e, com isso, as etapas de 2 – 10 foram alteradas para: 2) montagem dos cabos de fibra de carbono no tear; 3) Processamento do compósito polimérico alterando o número e a direção dos cabos; 4) Incorporação da polianilina ao cabo de fibra de carbono; 5) Caracterização termomecânica dos compósitos.

2. 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 [2]. 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 e o direcionamento das fibras alteram as propriedades mecânicas do compósito polimérico. Para tal, foi utilizado a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). O DMTA é um equipamento que mede a resposta mecânica sob uma carga oscilatória em função do tempo e temperatura.

3. Materiais e métodos

Foram utilizados cabos extraídos do tecido de fibra de carbono 282-50” GRAPHITE *plain-weave* da empresa HEXCEL. Cada cabo contém 3000 filamentos. A resina epóxi utilizada foi a EPOCAST 50-A1 e o catalisador HARDNER 9816, ambos da empresa HANTSMAN. A polianilina (PANI) utilizada foi obtida via síntese química através do trabalho de outro aluno.

Foi montado um aparato com aspecto de um tear (figura 1) com vários pregos de diâmetro de 1mm fixados nas extremidades laterais, com o espaçamento de 1mm e com a distância entre as duas extremidades de 25cm. Neste tear, foi posicionado um suporte com a espessura de 1,5mm em cada lado para que os cabos de fibra de carbono ficassem no meio da amostra com 3mm de espessura final. Os cabos extraídos do tecido de fibra de carbono foram traçados de modo que até a metade do tear estivessem a uma distância entre os cabos de 1,5mm e a outra metade com uma distância de 2,5mm. Após traçar os cabos, foi aplicada a mistura de 100g de resina epóxi e 14 g de catalizador. A cura foi feita a temperatura ambiente por 3 dias. As amostras foram cortadas no tamanho de 12x35mm na direção transversal e longitudinal (figura 2), gerando corpos de prova para as medidas no analisador dinâmico mecânica (DMTA).



Figura 1. Aparato com aspecto de tear utilizado no processamento dos compósitos

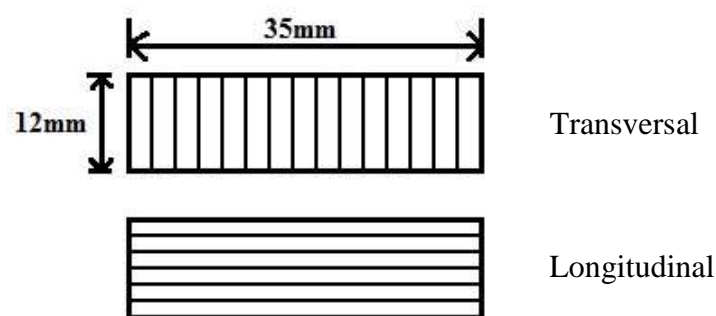


Figura 2. Esquema de montagem e distribuição dos cabos de fibra de carbono para medidas no DMTA.

Para a preparação das amostras com cabos de fibra de carbono com PANI, após traçar os cabos foi pincelada uma solução contendo PANI. Tal material foi seca na temperatura

ambiente durante 4 dias, a fim de se obter uma PANI impregnada nas fibras de carbono (figura 3). Após a secagem, foi aplicada a resina e curada nas mesmas condições de preparação das amostras sem PANI durante 3 dias (figura 4).



Figura 3. Esquema de preparação dos cabos de fibra de carbono impregnadas com polianilina.

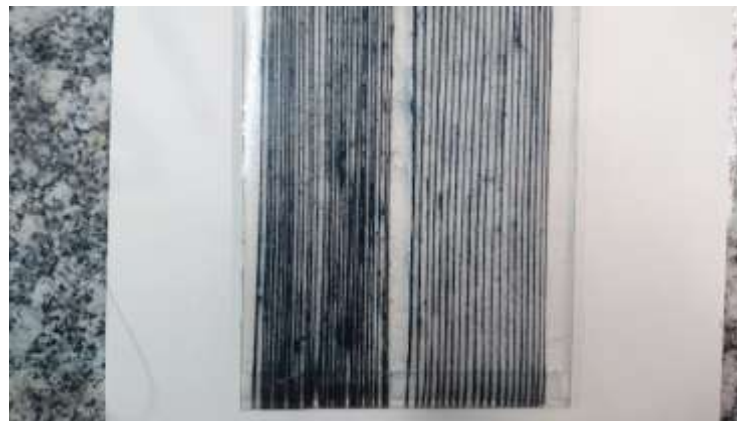


Figura 4. Compósito polimérico à base de fibra de carbono impregnada com polianilina.

Para a análise morfológica foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo LEO 435VP da empresa Zeiss, e para a análise das propriedades mecânicas foi utilizado o DMTA modelo 2980 da TA Instrument. O ensaio foi feito com single cantilever (figura 5) na frequência fixa de 1Hz, pré-carga fixa de 0,01N e temperatura de 25°C a 170°C com a taxa de aquecimento de 3°C/minuto.



Figura 5. Single cantilever beam mechanical (DMTA).

A tabela 1 apresenta a nomenclatura utilizada na identificação das amostras.

TABELA 1 – Legenda utilizada na identificação das amostras.

Amostra	PANI	Direção	Espaçamento entre cabos	Quantidade de cabos
Amostra A	Sem	Transversal	1,5mm	18
Amostra B	Com	Transversal	1,5mm	22
Amostra C	Sem	Transversal	2,5mm	12
Amostra D	Com	Transversal	2,5mm	14
Amostra E	Sem	Longitudinal	1,5mm	6
Amostra F	Com	Longitudinal	1,5mm	7
Amostra G	Sem	Longitudinal	2,5mm	5
Amostra H	Com	Longitudinal	2,5mm	5

4. Resultados e discussões

A figura 6 apresenta as propriedades mecânicas das amostras de A – H e da epóxi pura através da técnica de DMTA.

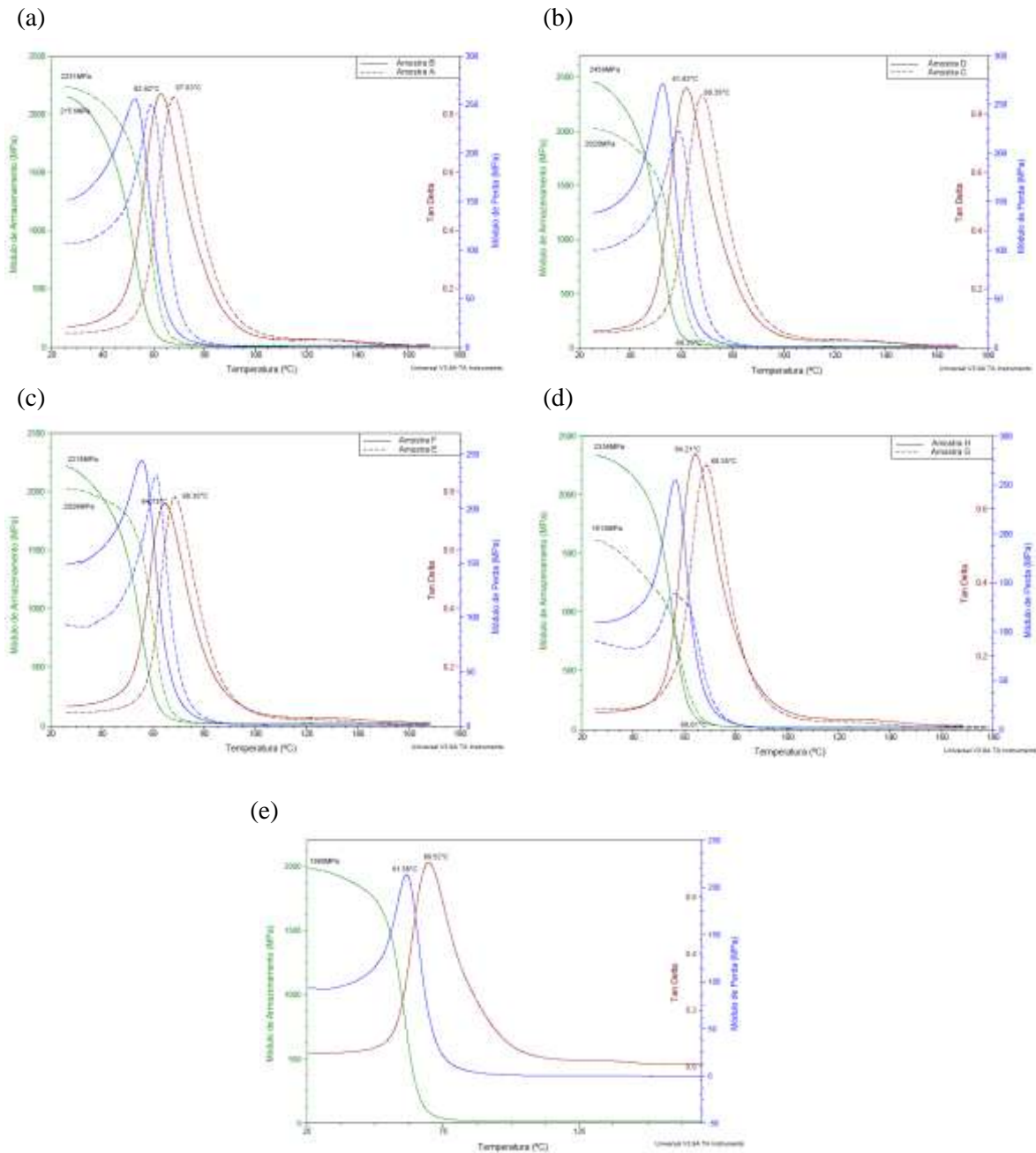


Figura 6. Análise Térmica Dinâmico-Mecânica das amostras (a) Amostras A e B, (b) Amostras C e D, (c) Amostras E e F, (d) Amostra G e H, (e) Epóxi pura

A PANI diminui a temperatura de transição vítrea do compósito cerca de 4°C, aproximadamente, para todas as amostras. Alguma queda seria esperada porque a mistura reacional ácida da PANI tende a atacar a superfície da fibra, atacando o “sizing” para poder aderir a fibra. Além disso, já é consolidado o fenômeno de interação de superfície entre a fibra e a resina epoxídica. Uma vez que a PANI atue como intermediário, surgiu

outras interações que, em princípio, perturbam o equilíbrio de interação entre as superfícies originais, gerando outras interfaces: PANI@fibra de carbono e PANI@resina epoxídica. Essas novas interfaces apresentam novos valores de energia, proporcionando, nesse caso, o favorecimento do escoamento nas interfaces do compósito.

A figura 6(d) ainda revela a diferença nos módulos de armazenamento e perda quando se aplica longitudinalmente uma pequena quantidade de cabos no interior do compósito. A PANI tem um papel fundamental em ambos os módulos, apresentando assim um material mais sensível a solicitações mecânicas. Alguma diferença também é notável nas figuras 6(a) a 6(c), porém com menor intensidade. Nota-se particularmente a figura 6(b), onde o espaçamento é igual ao da figura 6(d), e a diferença inicial entre os módulos é maior do que sua homóloga na figura 6(a). Assim, o espaçamento influencia principalmente sobre a sensibilidade do material de maneira oposta à presença de PANI. Assim, necessita-se obter um compósito de baixo espaçamento, com presença de PANI necessária e suficiente para que o compósito não delamine. A tabela 2 apresenta os valores de módulo de armazenamento, pico do módulo de perda e $\tan \delta$.

Tabela 2 – Valores da Análise Térmica Dinâmico-Mecânica

Amostra	Módulo de Armazenamento	Pico de módulo de perda	Tan delta
A	2232 MPa	59,21°C	68,11°C
B	2151 MPa	52,66°C	62,73°C
C	2026 Mpa	58,98°C	68,11°
D	2457 Mpa	52,66°C	62,26°C
E	2025 Mpa	61,09°C	68,58°C
F	2215 MPa	55,47°C	64,60°C
G	1611MPa	56,64°C	68,35°C
H	2332 Mpa	56,40°C	64,37°C
Epóxi pura	1980 Mpa	61,56°C	69,52°C

Tendo esses aspectos em consideração, através das micrografias apresentadas na figura 7, é possível observar as morfologias dos cabos de fibras de carbono nas condições experimentadas. A presença de PANI cria um filme sobre os cabos, porém, em algumas regiões são formados certos aglomerados, o que pode facilitar ainda mais a delaminação e a diminuição da temperatura de transição vítrea.

A análise morfológica foi feita através de MEV e foram obtidas a seguintes imagens (figura 7) da fibra de carbono pura, sem PANI, e da fibra de carbono com PANI, cada uma com a ampliação de 1000x e 5000x.

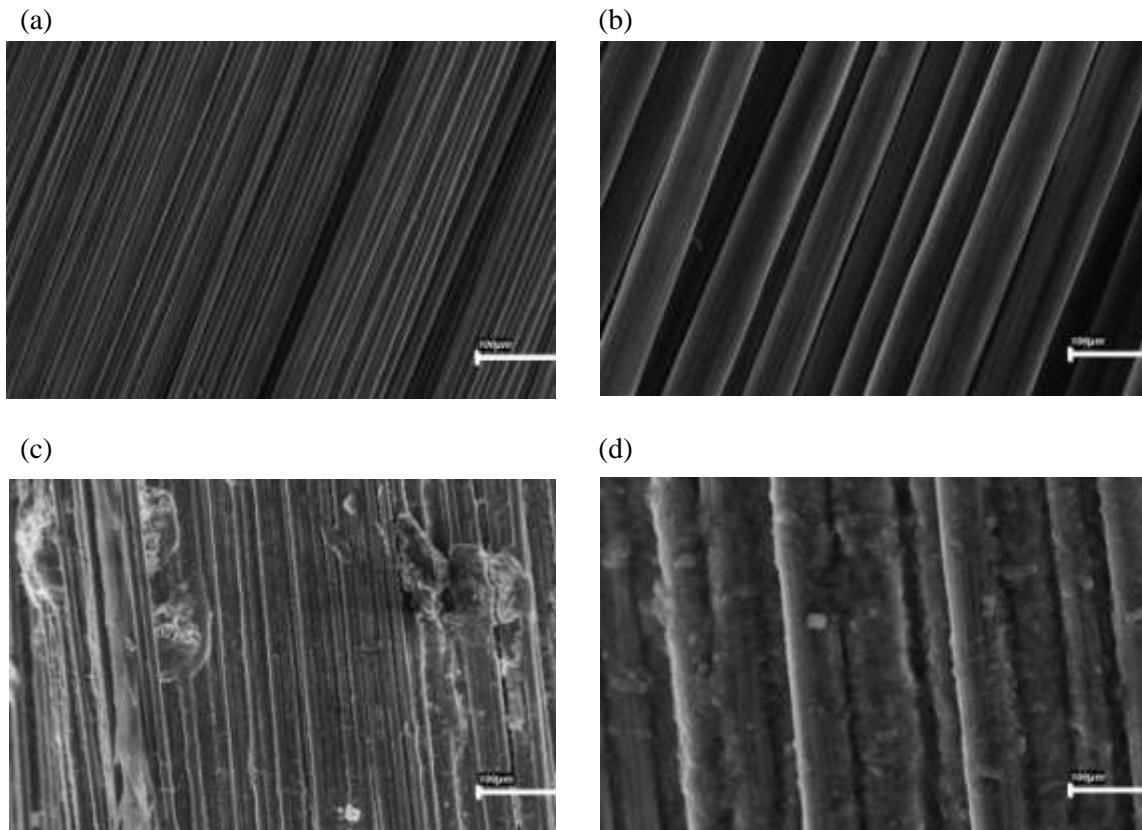


Figura 7. Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras (a) Fibra de carbono pura (1000x), (b) Fibra de carbono pura (5000x), (c) Fibra de Carbono com PANI (1000x), (d) Fibra de carbono com PANI (5000x)

5. Próximas etapas

Como trabalho futuro, sugere-se:

- 1) Processamento do compósito de fibra de carbono variando o número e o espaçamento entre os cabos com e sem a presença de PANI;
- 2) Obtenção de PANI na fibra de carbono através da síntese eletroquímica;
- 3) Medidas de outras propriedades mecânicas como: tração, resistência e cisalhamento.



6. Conclusões

Neste trabalho foi possível observar que a PANI diminui a temperatura de transição vítrea em aproximadamente 4°C e, além disso, criou-se um filme e alguns aglomerados sobre o cabo de fibra de carbono. A concentração de PANI pode facilitar a delaminação e causar a queda na temperatura de transição vítrea. A PANI tem uma função essencial nos módulos de armazenamento e perda, isto é, ela o transforma em um compósito mais sensível a solicitações mecânicas. Notou-se também a influência do espaçamento entre os cabos de fibra de carbono nas propriedades mecânicas do compósito.

7. Divulgação de Resultados

Durante os cinco meses de projeto, não foi possível divulgar os resultados obtidos em outras plataformas de meio científico.

8. 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 Epóxidica, 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.