

## Relatório Parcial

Título do projeto de pesquisa: Eletrossíntese quase estacionária de polianilina em compósitos estruturais de fibra de carbono para dispositivos eletrônicos embarcados

Bolsista: Richelmy Magi Sanches

Orientador(a): Emerson Sarmento Gonçalves

Período a que se refere o relatório: Agosto de 2016 à Julho de 2017

### Resumo

Este trabalho apresenta o estudo da obtenção de polianilina sobre a superfície filamentosa de fibra de carbono estrutural, por meio de processo eletroquímico em meio ácido, visando à obtenção de um compósito com características mecânicas e elétricas pertinentes a aplicação deste material nas indústrias aeroespacial, militar e de telecomunicações. Para este fim, utilizou-se fibra de carbono estrutural, produzida e comercializada pela empresa Hexcel Composite. Devido à aplicação de uma finíssima camada de resina epoxídica sobre a fibra de carbono estrutural durante o processo de produção, denominada *sizing*, utilizada para facilitar o manuseio do material durante os processos de conformação de objetos industriais, realizou-se preliminarmente um estudo da influência do processo de limpeza do *sizing* da fibra de carbono em acetona sobre o crescimento eletroquímico do filme de polianilina, utilizando banho de ultrassom em temperatura ambiente durante 30 minutos, visando verificar possíveis variações nas características elétricas da fibra de carbono nas propriedades microestruturais e morfológicas do compósito fibra@polianilina a ser aplicado em compósito com resina epoxídica de aplicação aeroespacial.

### 1. Introdução

Os polímeros condutores representam um novo patamar da Ciência moderna. Desde sua descoberta em 1976, nos laboratórios do Instituto Tecnológico de Tóquio, as pesquisas destinadas a caracterização e aplicação destes materiais, apresentam avanços

significativos[1]. A facilidade de processamento e o baixo custo das matérias primas tornaram os materiais poliméricos um atrativo para o mercado, que associados às características de atividade elétrica, seja pela condutividade ou dissipação de energia, seja pela capacitância, devido à existência de alternância entre simples e duplas ligações da cadeia polimérica, apresentam grande eficiência na implementação destes materiais em diversos sistemas, como sensores, blindagem eletromagnética, atenuação de micro-ondas e proteção antiestática de circuitos eletrônicos [2], [3].

A polianilina (PAni), assim como outros polímeros derivados da anilina, vem recebendo grande atenção nos últimos anos, devido sua estabilidade química, facilidade de processamento, baixo custo, estabilidade ambiental entre outras. Essas vantagens viabilizam aplicações tecnológicas em diversos segmentos da indústria, inclusive na indústria aeroespacial civil e militar [4].

Este trabalho tem como objetivo a obtenção de compósitos poliméricos eletromecânicos para aplicações no setor aeroespacial, utilizando a eletrossíntese de polianilina sobre cabos de fibra de carbono estrutural.

## 2. Materiais e métodos

Para atender os objetivos deste trabalho, realizou-se uma sequência de atividades visando a obtenção do compósito de polianilina e cabos de fibra de carbono estrutural (PANI@CF). A Figura 1 apresenta a esquematização das atividades propostas para a obtenção do material final.

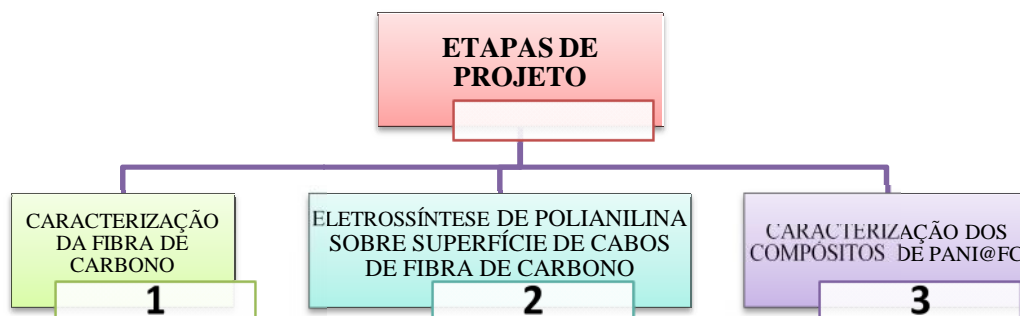


Figura 1. Etapas de projeto.

Para a realização da primeira fase deste trabalho, realizaram-se atividades descritas na Figura 2, a fim de se obter a real contribuição das características intrínsecas da fibra de carbono nos resultados obtidos a partir de ensaios do compósito final.

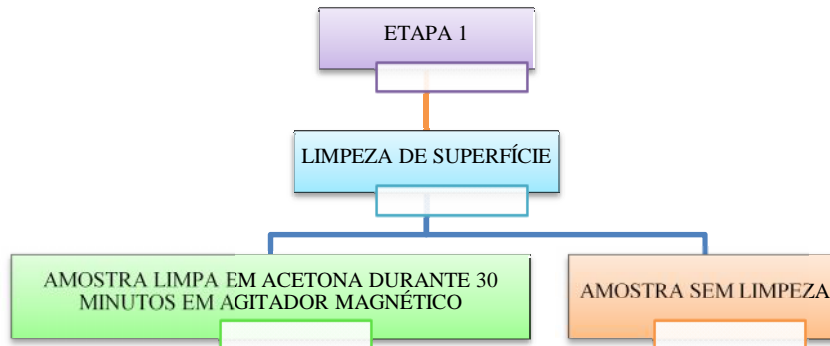


Figura 2. Esquematização das atividades da Etapa1.

Segundo[4], durante o processo de fabricação da fibra de carbono, é realizada a aplicação de uma pequena camada de resina epoxídica, denominada comercialmente como *sizing*, com o objetivo de facilitar o manuseio do material na conformação de objetos. Devido às características amorfas da resinaepoxídica, realizou-se uma limpeza de superfície da fibra de carbono estrutural com o objetivo de obter dados comparativos da influência da aplicação de resina epoxídica no processo de deposição de polianilina sobre o material.

Após a realização da limpeza superficial da fibra de carbono estrutural, realizou-se a eletrossíntese de polianilina sobre superfície de cabos de fibra de carbono. A sequência de execução dos procedimentos encontram-se na Figura 3.

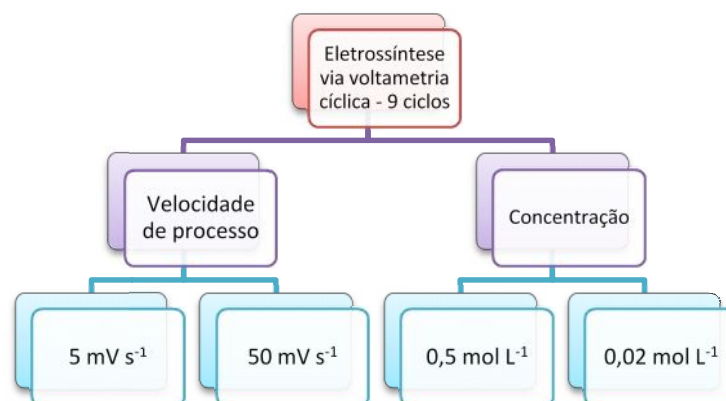


Figura 3. Esquematização da eletrossíntese de polianilina sobre superfície de fibra de carbono.

Para realizar a eletrossíntese de polianilina sobre a matriz filamentosa de fibra de carbono foram fixados os seguintes parâmetros:

- Eletrodo auxiliar de platina, em forma de cesto permeável;
- Eletrodo de trabalho 5 cm de cabo com 3000 filamentos de fibra de carbono;
- Nove ciclos voltamétricos;
- Janela de potencial elétrico -0,5 até 1,05V<sub>vs</sub> Ag/AgCl;
- Concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de 1 mol/L<sup>-1</sup>.

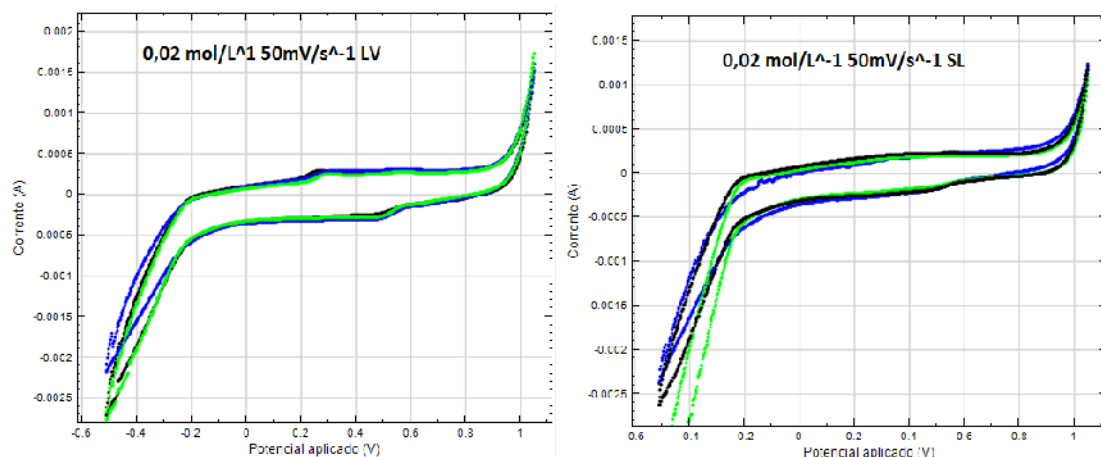
São variáveis de estudo:

- Concentrações de anilina: 0,5 mol/L<sup>-1</sup> e 0,02 mol/L<sup>-1</sup>;
- Velocidades de varredura de potencial elétrico: 5 mVs<sup>-1</sup> e o segundo a 50 mVs<sup>-1</sup>;
- Processo de limpeza da fibra com acetona em banho de ultrassom por 30 s.

Oito processos foram gerados e sofreram triplicata, com o intuito de proporcionar maior reprodutibilidade de resultados.

### 3. Resultados e discussões

A Figura 4 apresenta o segundo ciclo voltamétrico dos compósitos de cabos de fibra de carbono e polianilina.



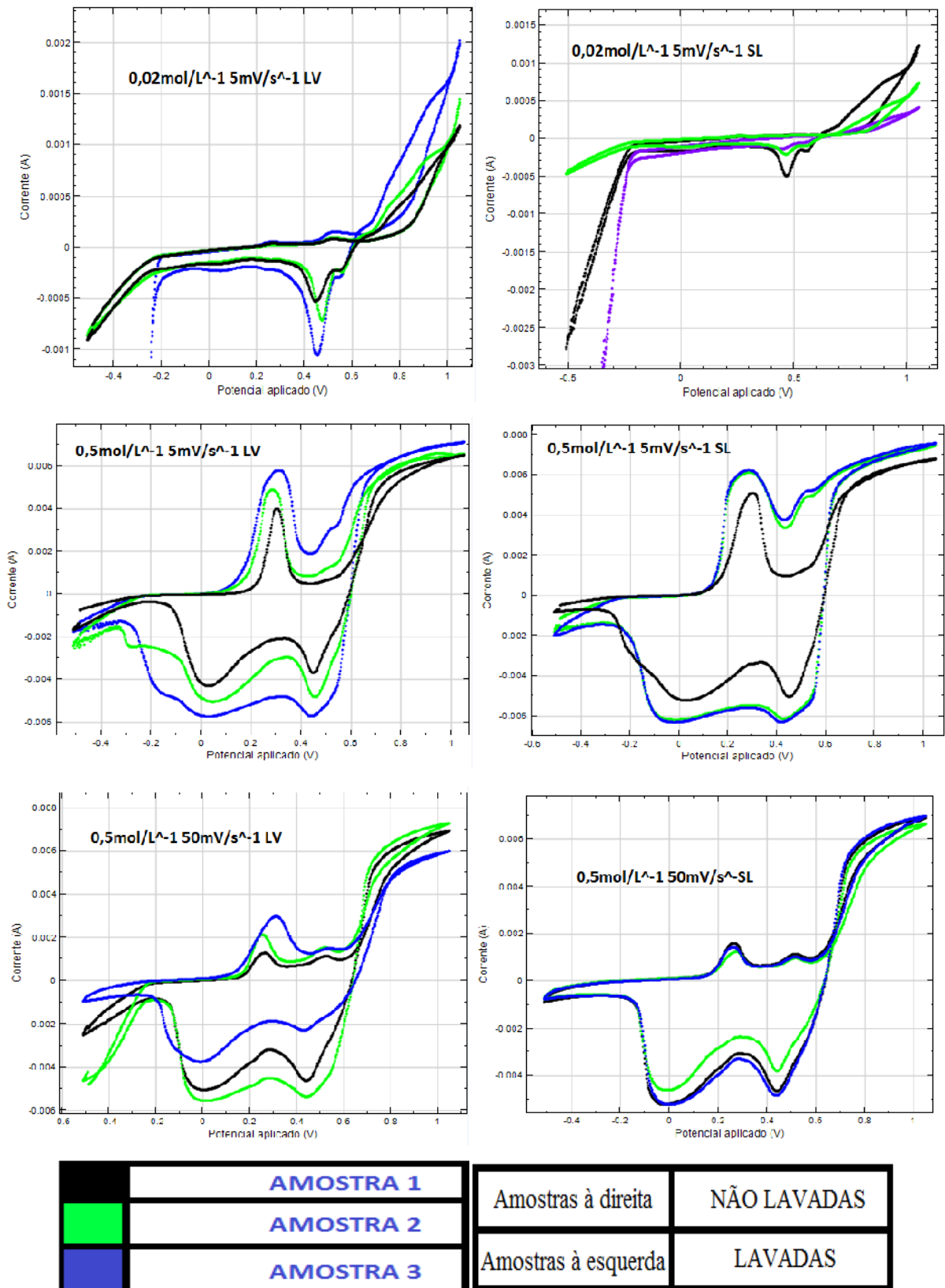


Figura 4. Voltametria cíclica.

Analisando a Figura 4, verificou-se que as amostras “0,02 mol L<sup>-1</sup> 5mV s<sup>-1</sup> LV” não apresentam reprodutibilidade de dados. Em termos de corrente elétrica, as amostras “0,5 mol L<sup>-1</sup> 5 mV s<sup>-1</sup>LV” apresentaram valores superiores aos encontrados nas amostras “0,02mol L<sup>-1</sup> 5 mV s<sup>-1</sup>LV” e “0,02mol L<sup>-1</sup> 5 mV s<sup>-1</sup> SL”, o que comprova a dependência do meio de produção com a concentração de monômero anilina.

Adicionalmente, foi possível verificar que nos primeiros ciclos de processo o crescimento foi incipiente sobre a fibra de carbono, tendendo a crescer mais sobre o catodo de platina, diferindo dos resultados obtidos nas amostras “0,5 mol L<sup>-1</sup> 5 mV s<sup>-1</sup> LV”, “0,5 mol L<sup>-1</sup> 5 mV s<sup>-1</sup> SL”, “0,5 mol L<sup>-1</sup> 50 mV s<sup>-1</sup> LV” e “0,5 mol L<sup>-1</sup> 50 mV s<sup>-1</sup> SL” que devido ao aumento da concentração de monômero anilina apresentaram crescimento significativo a partir do segundo ciclo de processo.

Comparando as amostras em relação à lavagem dos cabos de fibra de carbono, percebeu-se que, em baixa disponibilidade e em altas velocidades de processo, a resina epoxídica presente no procedimento de fabricação da fibra de carbono, influencia na produção do polímero. Além disso, verificou-se que o processo de obtenção de polianilina está sujeito a detecção mais sensível de fenômenos ocorridos sob aplicações de baixas velocidades, porém, quando associados com a alta disponibilidade de monômero, o tempo de obtenção de um compósito de mesma massa pode ser reduzido em 90%.

Após a finalização da deposição do polímero condutor sobre a superfície de cabos de fibra de carbono, realizaram-se análises de Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV. A Figura 5 apresenta os resultados dos ensaios realizados com ampliação de 10.000 vezes. Analisando as imagens, verificou-se que a concentração do monômero anilina impacta diretamente na morfologia do compósito de fibra de carbono e polímero condutor. Comparando as imagens, percebeu-se que as amostras que durante os processos de eletrossíntese foram expostas a baixa velocidade e baixa disponibilidade não apresentaram mudanças morfológicas significativas [5]. Verificou-se ainda que as amostras “0,02 mol L<sup>-1</sup> 5mVs<sup>-1</sup> SL”, devido a baixa disponibilidade de monômero, apresenta características de aglomeração de polianilina nas extremidades dos filamentos do cabo de fibra de carbono estrutural, ocasionado pelo

aumento do atrito proveniente da aplicação de resina epoxídica durante o processo de produção da fibra de carbono.

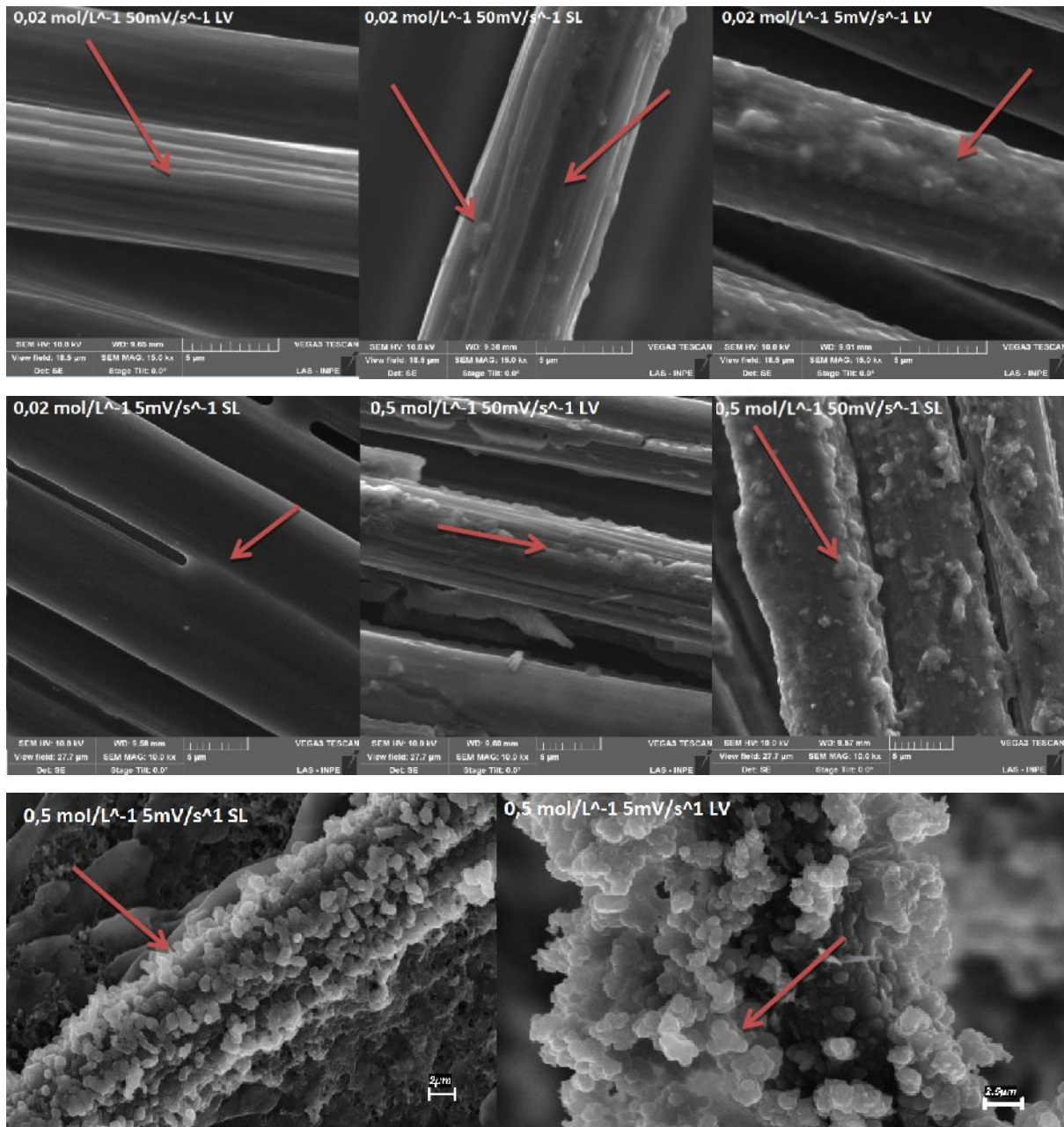


Figura 5: Micrografias do crescimento da polianilina sob várias condições de ensaio.

Após a finalização das caracterizações citadas anteriormente, realizou-se ensaio de Espectroscopia de Espalhamento Raman, a fim de se obter as propriedades estruturais da polianilina obtida em cada caso (Figura 6).

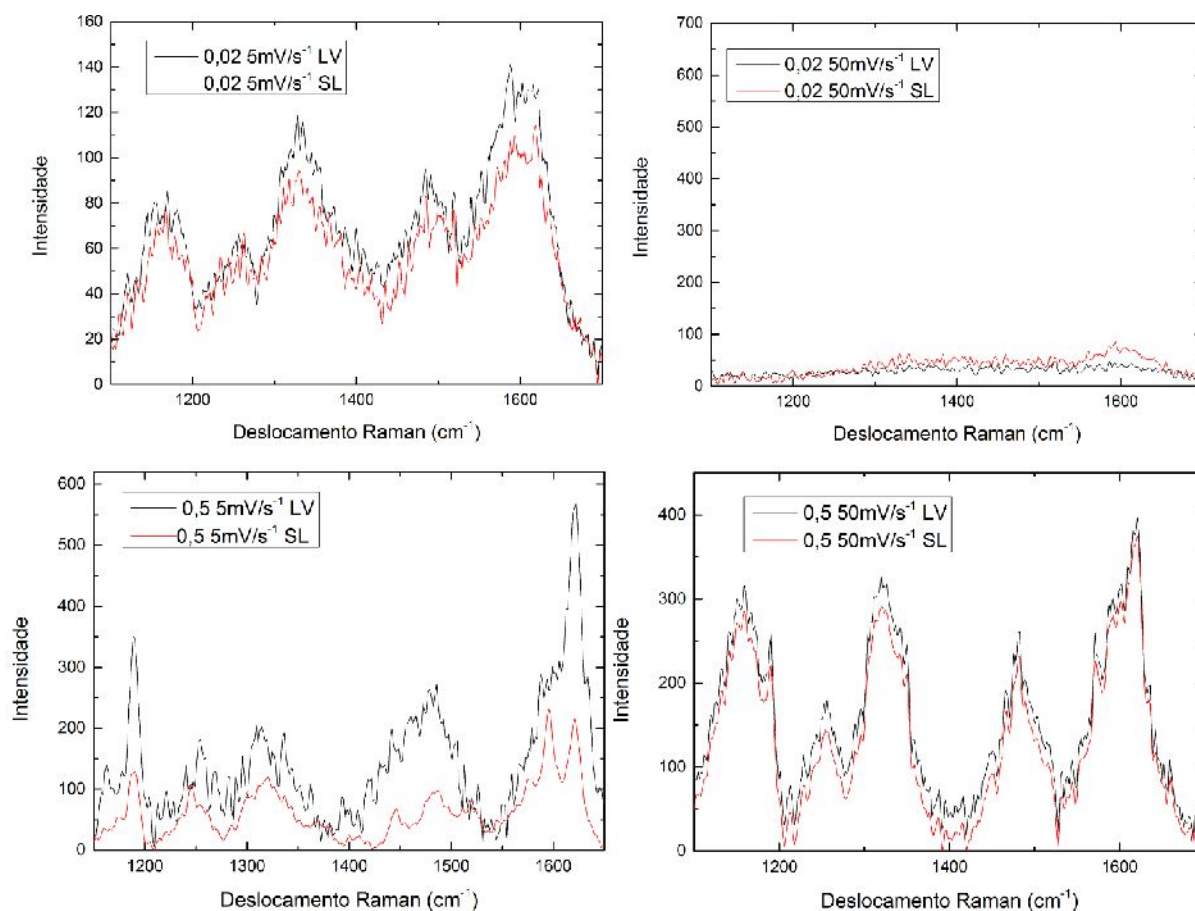


Figura 6- Espectroscopia Raman

Analisando a Figura 6, verificou-se que as amostras “0,02 mol L<sup>-1</sup> 50 mV s<sup>-1</sup>” não apresentaram formação de polianilina sobre a superfície de fibra de carbono, confirmando as imagens obtidas com a realização de Microscopia eletrônica de Varredura.

Além disso, a velocidade de processo impacta diretamente na formação do polímero condutor sobre os cabos de fibra de carbono estrutural, sendo confirmado nos espectros das amostras “0,02 5mVs<sup>-1</sup>”, onde, mesmo com menor disponibilidade de monômero anilina, após o processo de eletrodeposição, apresentaram os picos característicos do material, assim como as suas características elétricas.

Comparando as amostras perante a lavagem superficial dos cabos de fibra de carbono, verificou-se que as amostras que não foram submetidas a limpeza de superfície, apresentaram



valores inferiores de intensidade, comprovando a influência da resina epoxídica na formação das características elétricas do compósito final.

## 5. Conclusões

Analisando os resultados e discussões citados anteriormente, verificou-se que os parâmetros de processo, velocidade e concentração de monômero, influenciam diretamente nas características morfológicas e estruturais do compósito PANI@CF.

Além disso, em maiores velocidades, a baixa disponibilidade de monômero afeta na produção de polianilina, que apresenta formações de maneira não uniforme sobre os cabos de fibra de carbono, sendo comprovado com os ensaios em Espectroscopia Raman que apresentaram quantidades elevadas de pontos sem polianilina.

Ainda foi possível concluir que a presença de resina epoxídica aplicada durante o processo de fabricação da fibra de carbono não apresenta influência nas caracterizações dos cabos, mas no compósito PANI@CF em baixas velocidades e disponibilidade de monômero, devido ao aumento do atrito entre os filamentos de fibra do cabo estrutural, provocado pela viscosidade do *sizing* aplicado, impacta na quantidade obtida do polímero condutor, já que a polianilina não consegue aderir nas regiões onde se apresenta aglomerados de resina epoxídica.

Enfim, as amostras obtidas a partir de maior disponibilidade de monômero e usando menor velocidade de variação de potencial estão acompanhadas de maior quantidade de polímero condutor, podendo ser modificado o processo para aumentar o tempo de produção sem alterações nas características intrínsecas do compósito final.

### 5.1 Nota

Os resultados citados anteriormente, referenciando a caracterização de fibra de carbono estrutural, foram apresentados no relatório parcial enviado no mês de Janeiro para a comissão avaliadora. Portanto, os resultados não foram replicados neste trabalho, para proporcionar aos leitores uma visão mais geral dos resultados e das influências gerais da limpeza superficial realizada para a redução das características amorfas do material.



## Referências

1. Faez, R., Reis, C., Freitas, P., Kosima, O., Ruggler, G., Paoll, M., “Polímeros condutores” Química Nova, N° 11, 2000;
2. Barros, R., “Síntese, Caracterização e Aplicação de Polianilina obtida através de uma Nova Rota Fotoquímica” Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco, 2006;
3. Mattoso, L., “Polianilinas: Síntese, Estrutura e Propriedades” Química Nova, 1996;
4. Fláminio, L., Neto, C., “Compositos Estruturais- Ciência e Tecnologia” Editora Edgar Blucher, 2006;
5. Xavier, M., “Eletrossíntese de Nanoestruturas de polianilina”, Tese de doutorado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP 2010.