

# **PREPARAÇÃO DE FIBRA DE CARBONO COM EPOXI E NANOTUBOS FUNCIONALIZADOS E AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES COMPLEMENTARES**

Erika Lie Izawa<sup>1</sup>; Guilherme Wolf Lebrão<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Aluno de Iniciação Científica da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT)

<sup>2</sup> Professor da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT)

## **Resumo**

Com o aumento do interesse por nanotubos uma vez que são materiais extremamente susceptíveis a tensões mecânicas e de alta superfície de adsorção e possui estruturas altamente estáveis, há um grande interesse em associar essas propriedades em outros materiais. Com esse trabalho estudamos as propriedades mecânicas e térmicas de um compósito fibra de carbono epóxi através de ensaios realizados no laboratório da Universidade de São Paulo. E sua matriz será um nano-compósitos epóxi/nanotubo de carbono funcionalizado com 3-aminopropiltri-etoxisilano, oxidado por micro-ondas, que foi preparado no laboratório de micro-ondas do Instituto Mauá de Tecnologia.

## **Introdução**

O carbono é um elemento muito versátil, assim se apresentando em diversas formas alotrópicas estáveis. Dentre essas inúmeras estruturas os nanotubos de carbono (NTC), que devido a seu arranjo atômico apresenta baixa densidade, excelente resistência mecânica, magnéticas, ópticas, condutibilidade elétrica, térmica e ótima resistência à corrosão, têm um grande potencial no fortalecimento de polímeros (Kathi, 2009).

Apenas um nanotubo pode ser considerado uma longa folha de grafeno enrolada, com diâmetro na ordem de 10 a 30 nanometros e seu comprimento de 300 a 500 nanometros, assim podendo ser considerado próximo à uma estrutura unidimensional (Fangan, 2007).

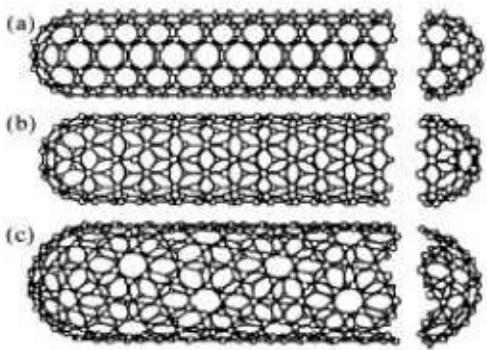


Figura 1. Estruturas dos nanotubos. (a) estrutura de poltrona (b) estrutura de zig-zag (c) estrutura quiral (Reynhou, 2003).

Porém a dispersão do nanotubos no polímero e a ligação entre eles e os polímeros que procura-se reforçar, são grandes problemas, assim através de um processo de oxidação, utilizando ácido sulfúrico e ácido nítrico, na presença de micro-ondas, no qual sítios funcionais de hidroxila e carboxila serão formados no nanotubos, em seguida é feita sua funcionalização através do 3-aminopropiltri-etoxisilano (Figura 2) (Kathi, 2009).

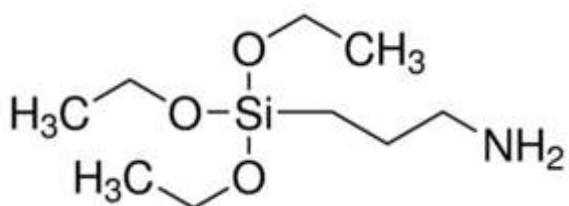


Figura 2. Estrutura química do 3-aminopropiltri-etoxisilano

Assim que funcionalizados inseriu-se os nanotubos na resina epóxi, polímero que possui aplicações em compósitos por causa da sua estabilidade em elevadas temperaturas, da sua excelente resistência térmica e química, da sua alta força mecânica e da facilidade do seu processamento (reforçando as propriedades dos nanotubos), e aplicou-se na fibra de carbono (fibra sintética composta de finos filamentos de 5 a 10 micrometros de diâmetro e composta principalmente de carbono, possui resistência alta a impactos, além de ser um material leve), obtendo o corpo de prova para a avaliação de propriedades.

Analisaremos as propriedades do compósito onde a matriz será um nanocompósito. A máxima tensão que um material pode suportar ao ser esticado ou puxado antes de falhar ou quebrar (limite a resistência de tração), a rigidez que o material oferece em situações de tensão (módulo de elasticidade), resistência do compósito multicamadas a forças internas que induzem o movimento paralelo entre as camadas (resistência ao cisalhamento), variação de temperatura crítica para a

propagação de trincas sob a ação de choque térmico e a consequência em suas características térmicas (DSC) e a perda ou a agregação de massa à amostra em temperaturas variadas (TGA).

## Materiais e Métodos

### I. Oxidação

Em frascos de teflon para uso em micro-ondas, pesou-se aproximadamente 0,25 g de nanotubos de carbono e adicionou-se 5 mL de uma solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HNO<sub>3</sub> 3:1 (v/v). Esta solução foi colocada no forno micro-ondas (Microwave Labstation, modelo Milestone ML 1200 mega; vaso de 100 mL teflon com PEEK; 2,5 GHz) por 10 minutos a 150W. Os frascos foram resfriados em um banho de água corrente por 30 minutos. Depois na capela, as soluções foram solubilizadas em água desionizada.

Para a separação dos NTCs das soluções, estas foram centrifugadas (Centrífuga Micropressurizada – Quimis) por 5 minutos a 4000 rpm. Repetiu-se o processo três vezes. Os nanotubos sedimentados nos frascos cônicos das centrífugas foram lavados com água desionizada.

### II. Funcionalização

Para a funcionalização com 3-aminopropiltrietoxisilano, adicionou-se à solução de NTC e água desionizada aproximadamente 50mL de etanol, para que dessa forma obter-se uma solução de NTC e etanol (devido a menor densidade da água, retirou-se a por decantação).

Com a nova solução, utilizou-se um banho de ultrassom por 30 minutos a 60 C para a melhor dispersão dos nanotubos, melhorando a área de contato do 3-aminopropiltrietoxisilano com os nanotubos. Em uma chapa com aquecimento e agitação, logo que a solução estabilizou-se a uma temperatura de 60 C, adicionou-se 0,25 mL de 3-aminopropiltrietoxisilano e manteve-se o aquecimento e a agitação da solução por 4 horas.

Como o 3-aminopropiltrietoxisilano degrada-se facilmente em água, retirou-se o excesso lavando e centrifugando com água desionizada por 5 minutos a 4000 rpm. Repetiu-se o procedimento três vezes.



Figura 3. Solução de NTC e etanol sendo aquecida

### III. Corpos de prova de fibra de Carbono.

A solução de NTC e etanol foi aquecida `a 60 °C com agitação, para que a resina Araldite 5052 pudesse ser adicionada em forma de gotejamento. Adicionou-se resina para que a fração de massa de NTC fosse equivalente a 0,5 % da fração de resina. Ao final da adição da resina aumentou-se a temperatura para 90 °C manteve a agitação até que todo o volume de etanol fosse evaporado. No final temos somente a resina com os NTC funcionalizados.

A solução de resina foi dispersa em ultrassom por 40 minutos a 30 °C. Então se adicionou o catalisador Aradur 5052, a proporção de resina e catalisador foi de 100:38 (m/m), com 0,5% de NTC.

Aplicou-se a resina com nanotubos em telas sobrepostas de tecido de fibra de carbono 1x1, com gramatura 140g/m<sup>2</sup>. As telas de carbono molhadas com a resina preparada, foram colocadas em um saco de polietileno fechado hermeticamente e aplicado um vácuo de 0,7 atm, para que se retire todo o ar de dentro da estrutura produzida, formando placas de aproximadamente 43 cm, 32 cm e 3,4 mm, de comprimento, largura e espessura, respectivamente, após aguardou-se por um dia em vácuo a sua cura. Também foi feito um corpo de prova de mesmo comprimento e largura, mas espessura de 2,2 mm com resina epóxi e fibra de carbono mas sem os nanotubos. Após a cura de 24 horas as

placas foram levadas para o laboratório de ensaios CTMSP-IPEN, onde serão cortadas e submetidas aos ensaios mecânicos e térmicos, uma vez que não há todos estes equipamentos no IMT.

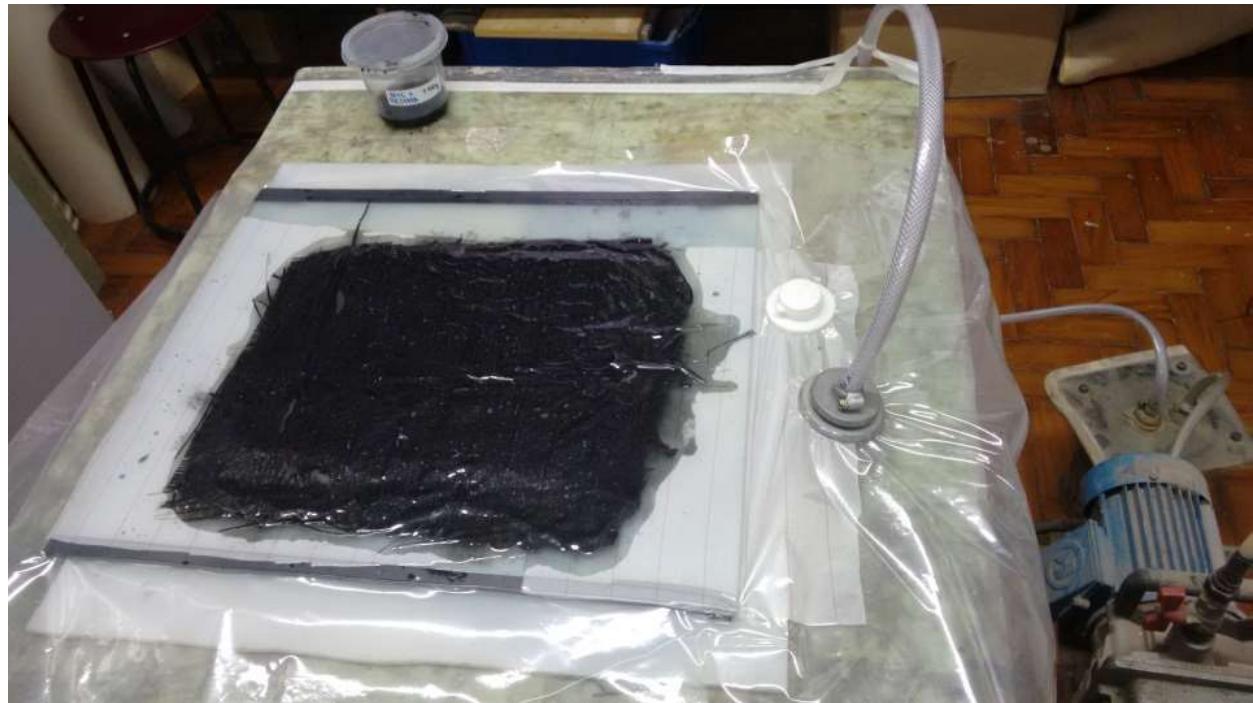


Figura 4. Placa de fibra de carbono com epóxi e NTC sendo curado à vácuo

## **Conclusões**

Até o momento, conseguiu-se oxidar em micro ondas os e adicionar o silano nas paredes externas dos nanotubos, isto pode ser comprovado através de um experimento de solução do material. Quando os nanotubos são funcionalizados mudam o caráter da sua superfície de apolar para polar. Ao dissolver os nanotubos em agua destilada, após a funcionalização eles permaneceram em suspenção. Indicando o sucesso da funcionalização.

Os corpos de prova com epóxi + nanotubos e aqueles somente com epóxi curaram por uma semana e adquiriram um aspecto vítreo e rígido, indicando um alto grau de ligações cruzadas observado neste tipo de resina.

Aguarda-se os demais ensaios que ainda não puderam ser realizados no CTMSP.

## Referências

- Kathi, J.; Rhee, K. Y.; Lee, J. H. (2009) Effect of Chemical Functionalization of Multi-Wall Carbon Nanotubes with 3-Aminopropyltriethoxysilane on Mechanical and Morphological Properties of Epoxy Nanocomposites. *Composites: Part A* 40, 800-809
- Daenen, M; de Fouw, R. D.; Hamers, B.; Janssen, P. G. A.; Schouteden, K.; Veld, M. A. J.(2003) The Wondrous World of Carbon Nanotubes
- Souza Filho, A. G.; Fagan, S.B. (2007) Funcionalização de Nanotubos de Carbono. Química Nova, 30 nº 7
- Conssolino, L. C.; Pereira, A. H. A. (2010) Módulos Elásticos: Visão Geral e Métodos de Caracterização, ITC03-ATCP
- Costa, M. L.; de Almeida, S. F. M.; Rezende, M. C. (2001) Interlaminar Shear Strength of Composites with Epoxy Resin with Different Arrangement of Fibers in the Presence of Voids. Polímeros vol.11 no. 4 São Carlos
- Beim, K. F. (2008) Estudo Comparativo Das tensões Cisalhantes na Interface entre Camadas de um Compósito Polimérico de Fibra de Carbono pelos Métodos Numérico e Experimental