

Síntese e Caracterização de Nanofolhas de Grafite e Espuma de Carbono para Desenvolvimento de Compósitos Poliméricos como Material de Proteção Contra Efeitos Ambientais

Roberto Portes 1, Gisele Amaral-Labat 1,2 e Maurício Baldan 1,2

1 Instituto Tecnológico de Aeronáutica – CTE-Q, 2 Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - LABAS

Resumo — Equipamentos e veículos aeronáuticos, espaciais, terrestres ou marítimos são comumente expostos à diferentes condições e esforços ambientais durante todas as fases de sua vida útil. Sistemas eletrônicos ou mecânicos podem possuir grande sensibilidade quando expostos aos diferentes esforços ambientais. Problemas como interferência eletromagnética, controle de temperaturas, intempéries e esforços mecânicos são frequentemente enfrentados. Na linha de materiais compósitos, este trabalho abrange desde a fase de pesquisa, síntese e caracterização físico-química das matérias-primas até as fases de fabricação de compósitos poliméricos e testes de performance contra efeitos ambientais. Para o desenvolvimento dos compósitos, foram utilizadas as seguintes matérias-primas: (1) Borracha de polidimetilsiloxano como matriz polimérica, (2) Nanofolhas de grafite (NG) e (3) Espumas de Carbono (EC) de origem sustentável como materiais aditivos. As nanofolhas de grafite e as espumas de carbono foram respectivamente sintetizadas através do método de Hummers modificado e da polimerização e carbonização de um resíduo da indústria de papel e celulose. Através das técnicas de síntese química, fabricação de compósitos poliméricos, caracterização de materiais e testes de qualificação ambiental, este trabalho visa desenvolver materiais compósitos com capacidade de isolar e proteger sistemas aeroespaciais contra esforços gerados pela exposição a diferentes condições ambientais como interferências eletromagnéticas e exposição térmica.

I. INTRODUÇÃO

- Compósitos poliméricos para proteção contra efeitos ambientais em aplicações aeroespaciais.
- Síntese de materiais carbonosos avançados (nano materiais / sustentáveis);
- Efeitos ambientais são quaisquer esforços gerados no ambiente de aplicação (radiação, temperaturas, intempéries, mecânicos);

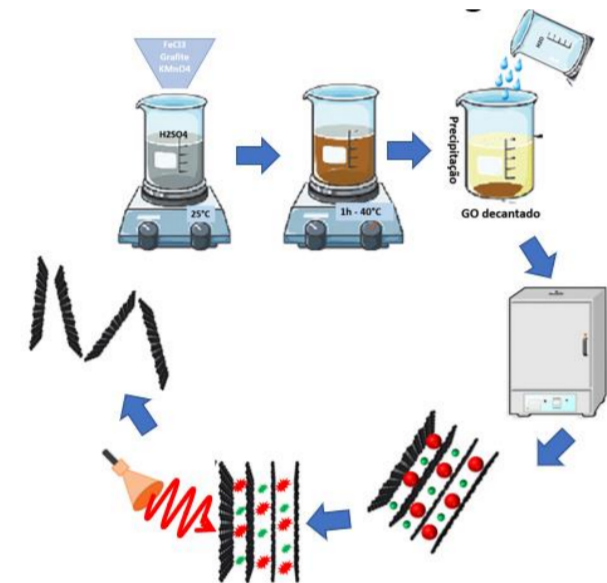


Fig. 1 – Processo de síntese das Nanofolhas de Grafite.

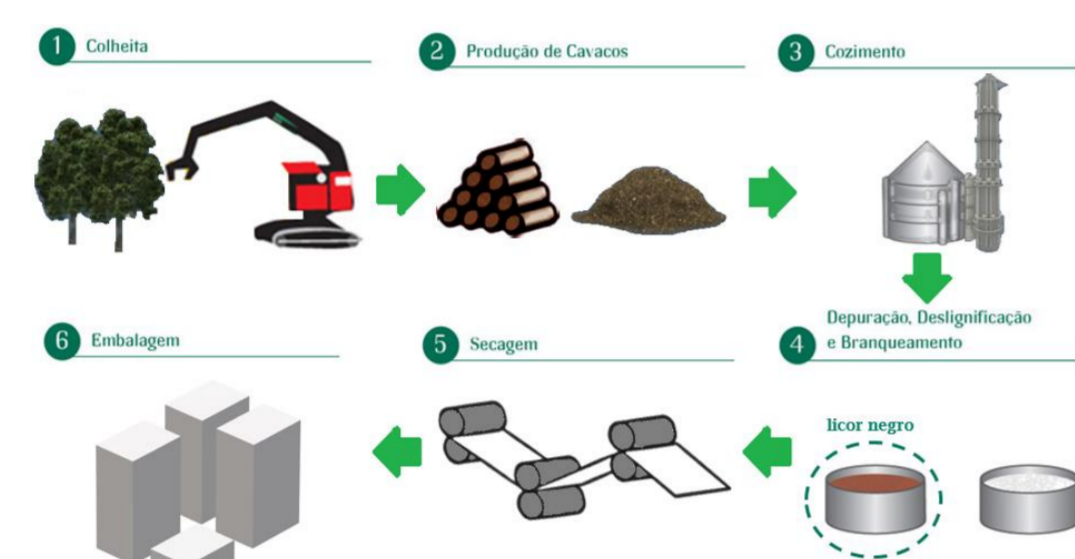


Fig. 2 – Processo de polpação Kraft.



Fig. 3 – Condições ambientais.

❖ SÍNTESE E EXFOLIAÇÃO DE NANOFOLHAS DE GRAFITE

A síntese das NG foi realizada seguindo o método de Hummers modificado, com a oxidação e intercalação de compostos entre as lamelas de grafeno do precursor Grafite Natural em Flocos (GNF).

A exfoliação do óxido de grafite foi realizada através de dois diferentes tipos de tratamento térmico com uma quantidade de 1,0 g por tratamento.

REAGENTES	QUANTIDADE
H ₂ SO ₄ (75,0 ± 2 % m/m)	100 mL
KMnO ₄ (99,0 % m/m)	7,2 g
FeCl ₃	3,4 g
GNF de granulometria >300 µm (99,9 % de carbono)	20,0 g
Água deionizada	3,0 L

Tab. 1 - Reagentes e quantidades a serem utilizadas na síntese química por método de Hummers modificado.

EXFOLIAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFITE

Tipo de tratamento térmico	Temperatura / Potência	Tempo
Forno industrial	300 °C	10 min
	400 °C	10 min
	500 °C	10 min
Forno microondas	700 W	15 s
	700 W	30 s
	700 W	60 s

Tab. 2 - Processos de exfoliação do óxido de grafite.

❖ SÍNTESE E CARBONIZAÇÃO DAS ESPUMAS DE CARBONO

A síntese das EC foi realizada por meio da polimerização e carbonização da lignina (estrutura fenólica) presente no resíduo "licor negro" proveniente da indústria de papel e celulose.

A carbonização foi realizada em forno industrial à 900 °C em atmosfera inerte de argônio (200 scfm). Ao final as EC foram lavadas com extração Soxhlet em água DI por 24 h, para remoção de excessos de sais provenientes do processo de polpação.

COMPONENTE	MATERIAL	MASSA
1	Licor negro	100 g
2	Tanino	15 g
3	Formaldeído	44 g
4	PMMA	45 g

Tab. 3 - Reagentes e quantidades a serem utilizadas na síntese de EC.

CARBONIZAÇÃO DAS EC

Tipo de EC	Temperatura	Tempo
EC com PMMA	900 °C	2 h
EC sem PMMA	900 °C	2 h

Tab. 4 – Processo de carbonização das EC.

II. RESULTADOS

❖ MEV e BET

A Figura 4, apresenta os resultados de MEV das amostras de NG e EC, onde, as imagens (c) e (d) são respectivamente as amostras "MO_15 s" e "FI_500 °C", amostras do processo de tratamento térmico para NG que apresentaram maior resultado de área superficial caracterizada por BET. A Tabela 5, apresenta os resultados de área superficial de todas as amostras utilizadas no projeto.

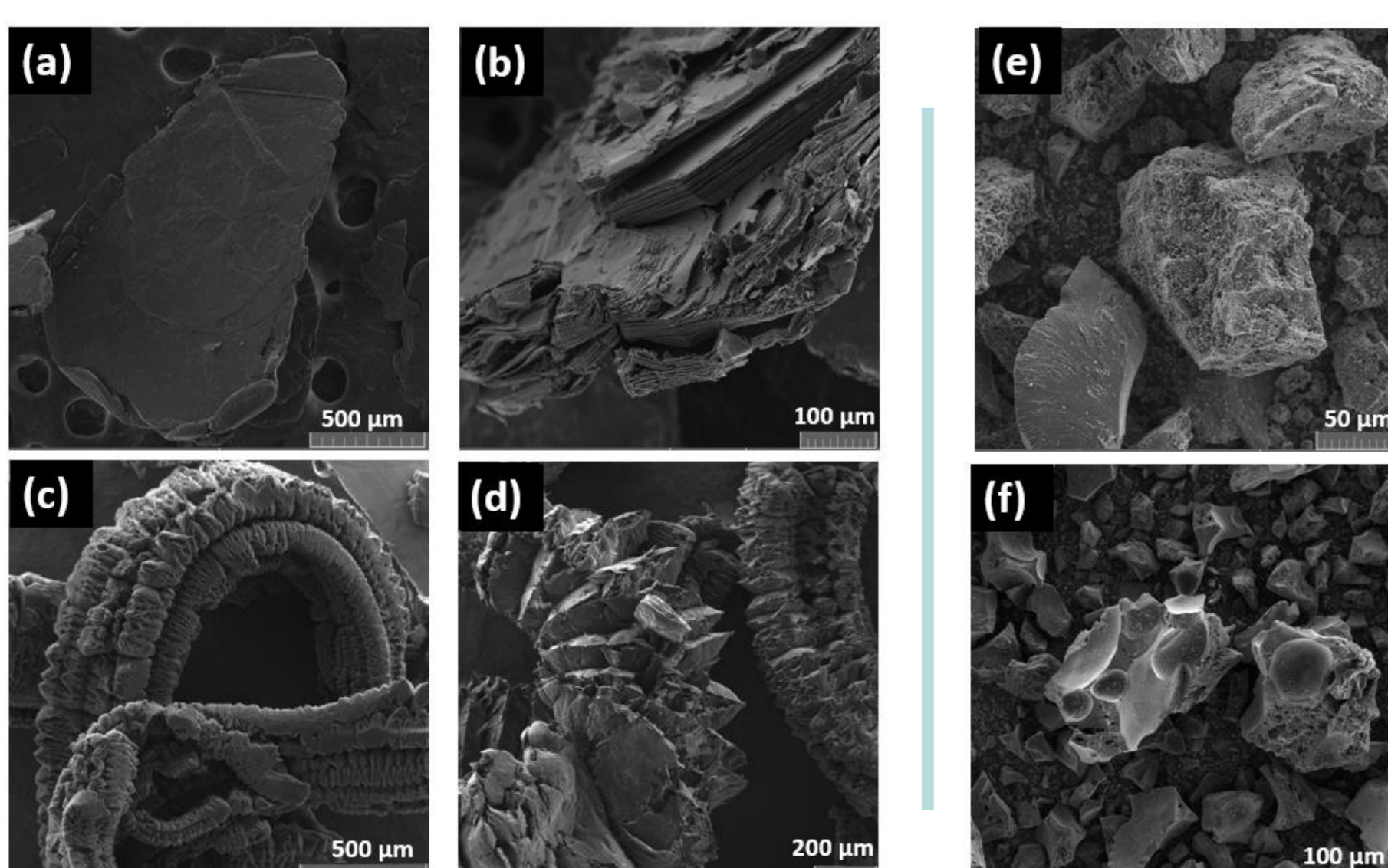


Fig. 4 – MEV dos materiais sintetizados, (a) GNF, (b) GIC, (c) MO_15 s, (d) FI_500 °C, (e) EC sem PMMA e (f) EC com PMMA.

AMOSTRAS	BET (m ² /g)
GNF	1,3
GIC	1,9
15 s	108,7
30 s	42,0
60 s	65,7
300 °C	5,4
400 °C	9,4
500 °C	10,2
EC sem PMMA	353,0
EC com PMMA	607,0

Tab. 5 – BET dos materiais sintetizados.

❖ Espectroscopia Raman

A Fig.5 apresenta os resultados da caracterização estrutural das amostras de NG. Destaca-se a similaridade entre as bandas dos índices "D" e "G" das amostras GNF com as amostras de NG tratadas por microondas. Tal similaridade demonstra que o tratamento com microondas gera menores defeitos estruturais na comparação com as amostras tratadas termicamente.

A Fig. 6 apresenta a caracterização das amostras de EC e confirmam os picos característicos para materiais carbonosos em ~1300 e ~1600 cm⁻¹.

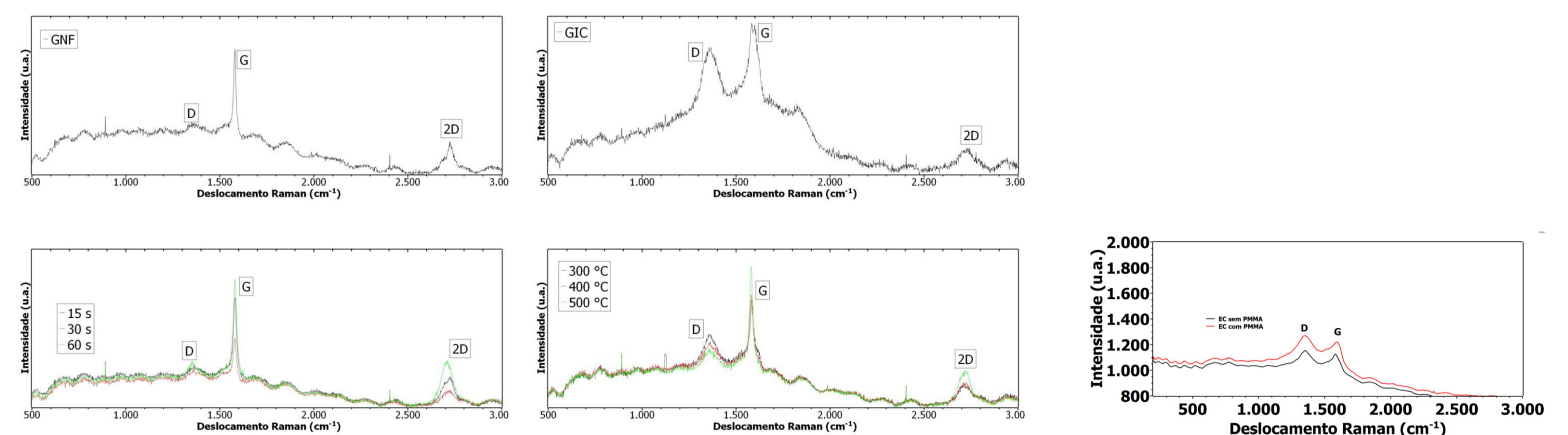


Fig. 5 – Raman das amostras, (a) GNF, (b) GIC, (c) NG (microondas) e (d) NG (forno industrial).

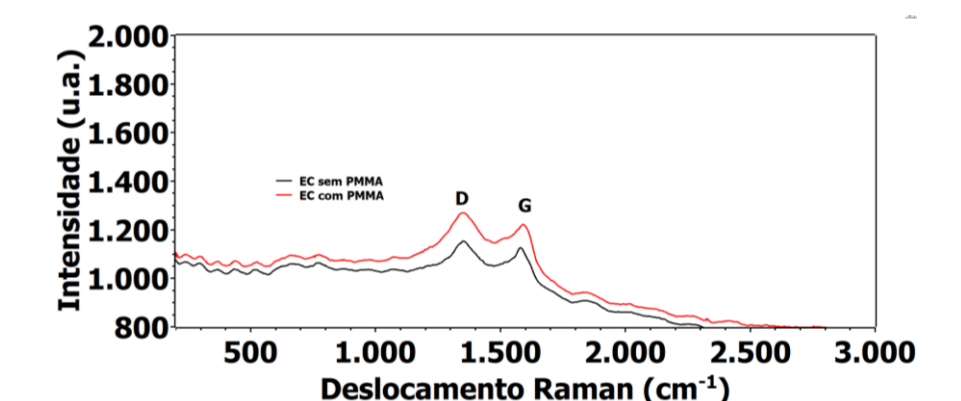


Fig. 6 – Raman das amostras de EC.

❖ DRX

A Fig.7 apresenta os resultados da caracterização estrutural das amostras de NG. Independentemente do método de exfoliação, todas as amostras mantiveram os índices hkl 002, 004 e 110 em ~ 26,5°, 54,6° e 77,4°, respectivamente, são característicos da organização gráfica cristalina hexagonal.

A Fig. 8 apresenta a caracterização das amostras de EC, ambas as amostras com ou sem PMMA apresentam um padrão similar ao característico de uma estrutura de carbono amorfo com os índices hkl 002 e 101 em ~ 25° e 44°, respectivamente.

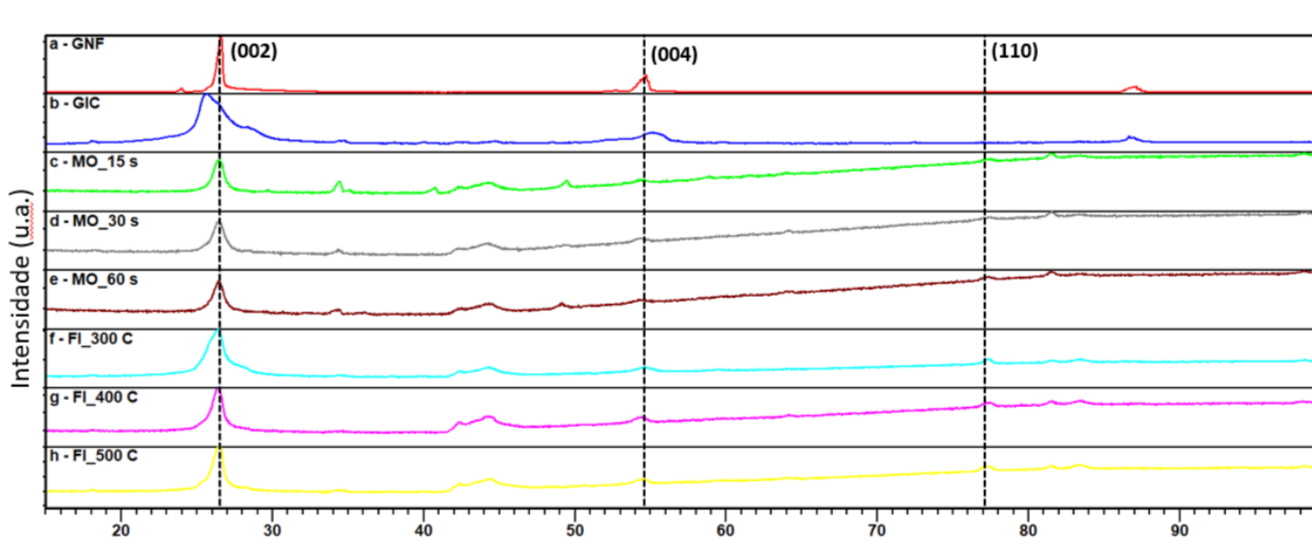


Fig. 7 – DRX das amostras de NG.

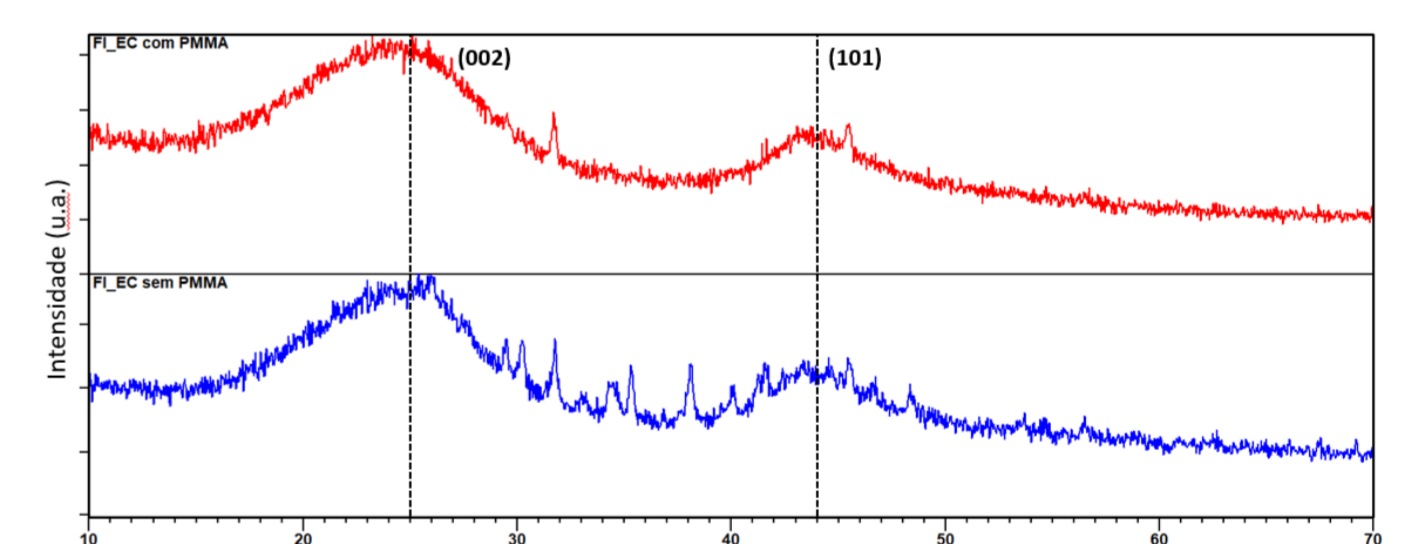


Fig. 8 – DRX das amostras de EC.

III. CONCLUSÃO

Este trabalho apresenta os processos de síntese do nanomaterial "NG" obtido pelo método de Hummers modificado com exfoliação térmica e do material "EC" de origem sustentável obtido pelo método de polimerização e carbonização do resíduo "Licor Negro" da indústria de papel e celulose. Ambos materiais foram fisicamente caracterizados e apresentaram resultados característicos de materiais carbonosos com propriedades texturais e estruturais de caráter vantajoso para aplicações como aditivos em materiais compósitos para aplicações aeroespaciais que requerem capacidade de resistência contra efeitos ambientais como radiação eletromagnética e transferência de calor.

REFERÊNCIAS

1. K. Jayakrishna, V.R. Kar, M.T.H. Sultan, M. Rajesh, Materials selection for aerospace components, Sustain. Compos. Aerosp. Appl. (2018) 1–18. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-7-102131-6.00001-3>.
2. J. Clerk Maxwell, "A Treatise on Electricity and Magnetism", 3ed., vol. 2. Oxford: Clarendon, 1892, p.68–73.
3. W.S. Hummers, R.E. Offeman, Preparation of Graphitic Oxide, J. Am. Chem. Soc. 80 (1958) 1339. <https://doi.org/10.1021/ja01539a017>.
4. X. Van Heerden, H. Badenhorst, The influence of three different intercalation techniques on the microstructure of exfoliated graphite, Carbon N. Y. 9. 88 (2015) 173–184. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.03.006>.
5. B.I. Kharisov, O.V. Kharissova, Carbon Allotropes: Metal-Complex Chemistry, Properties and Applications, 2019. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-03505-1>.
6. D.E. Flórez Vergara, Espumas De Carbono De Origem Sustentável Como Material Absorvedor De Radiação Eletromagnética Na Faixa Microondas 8 , 2 - 12 , 14 Ghz (Banda X), 2019.
7. M.A. do Amaral Junior, J.S. Marcuzzo, B. da S. Pinheiro, B.H.K. Lopes, A.P.S. de Oliveira, J.T. Matsushima, M.R. Baldan, Study of reflection process for nickel coated activated carbon fiber felt applied with electromagnetic interference shielding, J. Mater. Res. Technol. (2019) 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.07.014>.
8. I. RTCA, DO-160G Environmental Conditions and Test Procedures for Airborne Equipment, 2010. www.rtca.org.
9. US-Department of Defense, Mil-STD-810G: Department of Defense Test Method Standard for Environmental Engineering Considerations and Laboratory Tests, US Dep. Def. MIL-STD-81 (2008).