

FABRICAÇÃO DE FIBRAS DE CARBONO UTILIZANDO FIBRAS TÊXTEIS

Andreia Nunes

Fatec São José dos Campos - andreia.nunes01@fatec.sp.gov.br

Jossano Saldanha Marcuzzo

JMHP Carbon LTDA

Heide Heloise Bernardi

Fatec São José dos Campo - heide.bernardi@fatec.sp.gov.br

1. Introdução

As fibras de carbono podem ser fabricadas a partir de fibras sintéticas ou naturais (fibras precursoras) por meio de tratamentos térmicos de carbonização e grafitação [1].

As fibras de carbono desempenham um papel crucial devido à suas propriedades de alta resistência e rigidez, estabilidade dimensional, baixo coeficiente de expansão térmica, compatibilidade biológica e resistência à fadiga, porém, o fator custo de produção limita suas aplicações. Portanto, alguns estudos têm sido feitos na tentativa de diminuir o custo de produção das fibras de carbono, utilizando, por exemplo, fibras de poliacrilonitrila (PAN) de aplicação têxtil. Outra opção seria o uso de fibras naturais (algodão e o linho) ou de fibras manufaturadas artificiais (viscose), pois o valor da poliacrilonitrila é em torno de US\$ 33/kg [2], enquanto o da fibra de algodão é em torno de US\$ 1,05/kg [3].

Além disso, segundo a Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais, a ABRELPE, em 2022 foram descartados 4 milhões de resíduos têxteis no Brasil [4], o que representa 5% do total de resíduos sólidos produzidos no país. Estudos como os de Zonatti [5] buscam alternativas para a reciclagem destes resíduos.

Para este estudo foram obtidas fibras de carbono sendo utilizados como precursores tecidos têxteis de algodão, linho e viscose, após o processo de carbonização, foram ativadas e caracterizadas a fim de avaliar as propriedades obtidas e, assim, verificar a possibilidade do uso de alguns resíduos têxteis para a produção de fibras de carbono de baixo custo.

2. Metodologia

Neste estudo, determinamos a caracterização de densidade pelo método de sink float e picnômetro de hélio, onde finaliza a caracterização física.

A determinação da massa específica pelo método sink float, foi realizada seguindo a norma ASTM D3800 [6].

Para determinação da massa específica

utilizando picnômetro de hélio, as amostras moídas foram inicialmente secas em 100°C/1h, depois pesou-se em torno de 0,1 g de material (com o auxílio de uma balança de precisão). Em seguida, as amostras foram colocadas no equipamento da marca Micromeritics modelo AccuPyc II 1340 (Processo Fapesp PIPE 12/51087-6). A densidade é dada em g/cm³.

Para a caracterização química do material foi utilizada a titulação de Boehm para a determinação de grupos de superfície além do pH e PZC. Estas análises

foram realizadas com o material convertido em pó por meio de moagem mecânica em almofariz.

A titulação de Boehm permite identificar a família dos grupos funcionais ácidos e básicos, no qual foram utilizadas as soluções: HCl, bicarbonato de sódio (NaHCO₃), carbonato de sódio (Na₂CO₃), Etóxido e NaOH.

Para a determinação do pH e PZC (ponto de carga zero) foi pesado 0,5 g de cada amostra, colocado em um erlenmeyer com 250 ml de água deionizada, deixado sob agitação (agitador magnético) durante 1 hora e depois foi medido o pH. A mesma solução, ficou em agitação durante sete dias, e após esse período foi medido novamente o pH (dados referentes ao PZC da fibra). A medição do pH é feita com o pHmetro digital.

3. Resultados e Discussões

3.1. Titulação de Boehm

A Tabela 01 mostra os pesos das amostras para a realização da titulação. Para que haja um padrão dos resultados obtidos as amostras devem seguir um peso próximo, para cada solução e para cada tecido, no qual o valor médio foi de $0,5014 \pm 0,0012$ g. Tal pesagem também serve como parâmetro para a determinação de milimol por grama dos grupos funcionais.

Tabela 01 – Peso das amostras (carbonizadas e ativadas) de tecidos em relação aos grupos funcionais.

Grupos	Algodão (g)	Linho (g)	Viscose (g)
Básico	0,4997	0,5032	0,5013
Carbonila	0,5002	0,5026	0,5016
Carboxila	0,5012	0,5003	0,4994
Lactona e Carboxila	0,5036	0,5008	0,5017
Fenólico Carboxila Lactona	0,5010	0,5023	0,5015

Fonte: Autor (2023).

Na titulação das amostras, para que se tenha um fator de comparação, é feito uma solução sem a adição do tecido carbonizado/ativado, no qual é denominado de branco. O ponto de equilíbrio da solução do branco é verificado na Tabela 02.

Tabela 02 – Ponto de equilíbrio das soluções (carbonizadas e ativadas) a serem tituladas.

Grupos	Branco (ml)
Básico	9,60
Carbonila	5,50
Carboxila	14,10
Lactona e Carboxila	9,20
Fenólico Carboxila Lactona	5,30

Fonte: Autor (2023).

Durante o processo de titulação, as amostras foram tituladas com solução de NaOH 0,1 N, usando-se a fenolftaleína como indicador, chegando nas quantidades em ml titulado (Tabela 03).

Tabela 03 – Quantidade em ml de NaOH 0,1 N titulado, (amostras carbonizadas e ativadas).

Grupos	Algodão (ml)	Linho (ml)	Viscose (ml)
Básico	7,7	8,3	8,3
Carbonila	7,3	6,9	6,8
Carboxila	13,5	9,4	13,9
Lactona e Carboxila	9,2	9,2	9,2
Fenólico Carboxila Lactona	5,9	5,7	6,0

Fonte: Autor (2023).

Os resultados obtidos pela titulação de Boehm são usados para determinar os grupos funcionais existentes na superfície das fibras de carbono carbonizada e ativada, utilizando como precursores tecidos têxteis (algodão, linho e viscose). Para determinar grupos funcionais associados a hidroxila utilizou-se HCl, para determinar grupos fenólicos, lactonas e carboxílica utilizou-se NaOH, para determinar carboxílica e lactona usou-se NaCO₃, para determinar grupos carboxílicos NaHCO₃ e para determinar apenas grupos carbonila usou solução de etóxido.

A quantidade de grupos básicos (QB), em mol/g, foi determinada usando a Equação 1 [7]:

$$Q_B(\text{mol/g}) = \frac{|Vb - (Vam - Val)| MVe}{Valm} \quad (1)$$

Onde:

Vam é o volume gasto para titular a amostra (ml);

Vb é o volume gasto para titular o branco (ml);

M é a concentração real da solução de NaOH (M);

Ve é o volume de solução utilizado inicialmente (L);

Val é o volume da alíquota retirado do filtrado (ml);

m é a massa da amostra (g).

Já, a quantidade de grupos carboxílicos (QC), lactônicos (QL) e fenólicos (QF) é dada pelas Equações 2, 3 e 4 [7]:

$$Q_C(\text{mol/g}) = \frac{|Vb - (Val - Vam)| MVe}{Valm} \quad (2)$$

$$Q_L(\text{mol/g}) = \frac{|Vb - (Val - Vam)| MVe}{Valm} - Q_C \quad (3)$$

$$Q_F(\text{mol/g}) = \frac{|Vb - (Val - Vam)| MVe}{Valm} - Q_L \quad (4)$$

Onde:

Vam é o volume gasto para titular a amostra (ml);

Vb é o volume gasto para titular o branco (ml);

M é a concentração real da solução de NaOH (M);

Ve é o volume de solução utilizado inicialmente (L);

Val é o volume da alíquota retirado do filtrado (ml);

m é a massa da amostra (g).

O número de grupos ácidos é determinado a partir da consideração de que NaOH neutraliza grupos carboxila, lactonas e fenólicos; Na₂CO₃ neutraliza grupos carboxílicos e lactonas e NaHCO₃ neutraliza somente os grupos carboxílicos. O número de sítios básicos é determinado pela quantidade de HCl que reage com a amostra [8].

Na Tabela 04 estão os resultados obtidos da titulação de Boehm com base nas Equações 1 a 4. No qual pode-se verificar que as fibras de carbono carbonizadas e ativadas, independentemente do tipo de precursor, tem característica levemente ácidas, pois apresenta grupos carbonila,

carboxílica, fenólico e lactônico, tendo uma pequena variação em relação ao tipo de amostra. Porém, todas as amostras também apresentam uma grande quantidade de grupos hidroxilas (característica neutra). Os resultados sofrem uma pequena oscilação, devido a diferença de peso.

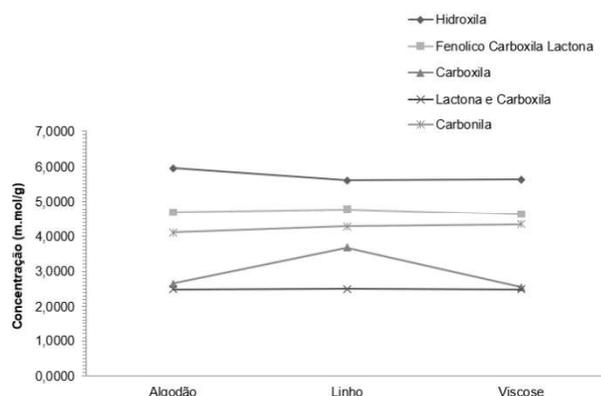
A Figura 01 mostra a variação da concentração dos grupos funcionais na superfície das fibras ativadas em função do tipo de tecido usado como precursor, no qual pode ser observado que a maior concentração dos grupos funcionais na superfície das fibras são hidroxila. A principal diferença é a menor concentração nos grupos ácidos de carboxila e lactona nas amostras, ou seja, os grupos funcionais presentes nas superfícies das amostras são hidroxílicas, fenólicos e carbonila.

Tabela 04 – Dados da titulação de Boehm para as amostras carbonizadas e ativadas.

Amostra	HCl (mol/g)	Etóxido	NaHCO ₃ (mol/g)	Na ₂ CO ₃ (mol/g)	NaOH (mol/g)
Algodão	5,9536	4,0984	2,6437	2,4821	4,6906
Linho	5,6141	4,2778	3,6728	2,4960	4,7780
Viscose	5,6353	4,3361	2,5531	2,4915	4,6361

Fonte: Autor (2023).

Figura 01 – Variação na concentração das superfícies em relação aos diferentes tecidos carbonizados e ativados.



Fonte: Autor (2023).

Na Tabela 5 estão os resultados obtidos da titulação de Boehm com base nas Equações 1 a 4 para as amostras que foram apenas carbonizadas (Projeto Pibit 2021-2022). A principal diferença que pode ser notado nas amostras, em relação aos processos de carbonização e ativação, é que as amostras apenas carbonizadas possuem poucos grupos funcionais fenólicos, carbonilas e lactonas na superfície das fibras.

Essa diferença é melhor visualizada na Figura 02, no qual é mostrado a variação da concentração dos grupos funcionais na superfície das fibras em

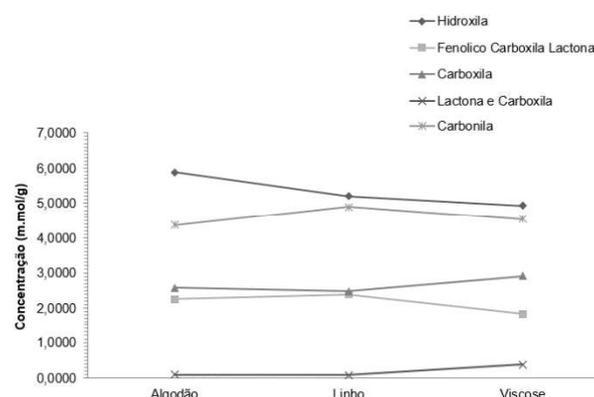
função do tipo de tecido apenas carbonizado, no qual pode ser observado que a maior concentração dos grupos funcionais na superfície das fibras são hidroxila e carbonila. Isso mostra, que o processo de ativação dos tecidos muda a química de superfície das fibras de carbono. Ou seja, como resultado da titulação de Boehm observa-se que há uma menor concentração dos grupos de lactona e fenólicos se desenvolvendo a partir do processo de ativação. Os grupos básicos, representados pela hidroxila, são os que aparecem em maior quantidade.

Tabela 05 – Dados da titulação de Boehm para as amostras somente carbonizadas.

Amostra	HCl (mol/g)	Etóxido	NaHCO ₃ (mol/g)	Na ₂ CO ₃ (mol/g)	NaOH (mol/g)
Algodão	5,8853	4,3597	2,5740	0,0923	2,2481
Linho	5,1980	4,8902	2,4738	0,0865	2,3902
Viscose	4,9317	4,5344	2,9030	0,3835	1,8395

Fonte: Autor (2023).

Figura 02 – Variação na concentração das superfícies em relação aos diferentes tecidos somente carbonizados.



Fonte: Autor (2023).

3.2. Determinação do pH e PZC dos tecidos de fibra de carbono

Os resultados obtidos de pH e PZC (Tabela 06) adicionam informações aos resultados obtidos pela titulação de Boehm. Tais resultados indicam que os tecidos de fibra de carbono ativados têm um potencial ácido. Tais resultados indicam um caráter potencial diferente do obtido na titulação.

Na medição do ponto de carga zero (PCZ), pode-se verificar um caráter neutro na superfície da viscose e do linho, enquanto no algodão é verificado uma característica básica. Tais diferenças mostram que mesmo com características básicas verificadas nos grupos funcionais, ainda há a presença de potencial ácido na amostra.

Quando comparado os processos de

carbonização e ativação, os tecidos apenas carbonizados possuem pH básico ou neutro, quando submetidos ao processo de ativação, possuem pH ácido, mostrando que a ativação do tecido de fibra de carbono modifica a química de superfície do material.

Tabela 06 – Dados dos ensaios de pH e PCZ.

	Carbonizada			
	pH	Escala	PCZ	Escala
Algodão	9,20	Básico	9,60	Básico
Linho	8,30	Básico	7,40	Neutro
Viscose	7,70	Neutro	7,40	Neutro

	Carbonizada + Ativada			
	pH	Escala	PCZ	Escala
Algodão	6,00	Ácido	7,63	Básico
Linho	5,00	Ácido	6,50	Neutro
Viscose	5,50	Ácido	6,95	Neutro

Fonte: Autor (2023).

3.3. Massa Específica das amostras

Na Tabela 07 verifica-se que o *Sink Float* varia entre os materiais, o que já é esperado em função da natureza distinta entre eles. As setas para cima indicam a flutuação e para baixo o afundamento da fibra. Setas para cima e para baixo indica que teve uma dispersão do material.

Com o processo de ativação, houve um aumento da massa específica da amostra, independentemente do tipo de precursor utilizado. Esse aumento, está relacionado com a formação de poros na superfície da fibra com o processo de ativação.

Tabela 07 – Dados dos ensaios de *Sink Float*.

	Sink Float - Carbonizada						
	Solução com densidade estabelecida						
	1,64	1,66	1,68	1,70	1,72	1,74	1,76
Algodão	↓	↓	↓	↓	↑	↑	↑
Viscose	↓	↓	↓	↑	↑	↑	↑
Linho	↓	↓	↓	↓↑	↑		↑

	Sink Float - Carbonizada + Ativada						
	Solução com densidade estabelecida						
	1,80	1,82	1,84	1,86	1,88	1,90	1,92
Algodão	↓	↓	↓	↓	↓	↓↑	↑
Viscose	↓	↓	↓	↓↑	↑	↑	↑
Linho	↓	↓	↓	↓	↓	↓↑	↑

Fonte: Autor (2023).

Os resultados de massa específica obtidos pelo picnômetro de hélio (Tabela 08), em comparação com a técnica *sink float*, permite a avaliação da existência ou não de porosidade do material. No

picnômetro de hélio, as moléculas gasosas são de dimensões muito menores do que as moléculas dos solventes orgânicos utilizados na técnica *sink float*. Portanto, o aumento da massa específica caracteriza uma maior quantidade de poros na superfície da fibra de carbono.

Tabela 08 – Comparação da massa específica utilizando a técnica de *sink float* e picnômetro de hélio.

Amostra	Sink float	Picnômetro de hélio
Algodão	1,91 g/cm ³	2,07 g/cm ³
Viscose	1,87 g/cm ³	2,02 g/cm ³
Linho	1,91 g/cm ³	2,06 g/cm ³

Fonte: Autor (2023).

4. Conclusões

A pesquisa obteve os resultados previamente apresentados neste relatório, podendo-se colocar como destaque, as seguintes observações:

- (a) Resíduos de tecidos tais como retalhos de algodão, linho e viscose apresentam potencial em sua conversão em material carbonizado e ativado;
- (b) Os tecidos carbonizados apresentaram alta densidade e baixa presença de porosidade. Estas características são desejadas a materiais destinados à fabricação de compósitos não estruturais ou cosméticos;
- (c) A ativação física utilizando-se CO₂ mostrou ser eficaz para a produção de um material poroso;
- (d) Observa-se que a química de superfície é modificada pelo processo de ativação, mostrando que esta variável é um interessante componente para o controle de grupos funcionais de superfície.

5. Referências

- [1] PARK, S.J. Carbon Fibers. Springer Series in Materials Science, 2^oed. Springer, v. 210, 2018.
- [2] OLIVEUX, G.; DANDY, L.O.; LEEKE, G.A. Status of recycling of fiber reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties. Progress in Materials Science, v.72, p.61-99, 2015.
- [3] CONAB. A Cultura do Algodão: análise dos custos de produção e da rentabilidade nos anos-safra 2006/07 a 2016/17. Compêndio de estudos Conab, v.8, 2017.
- [4] CNN BRASIL. Disponível em <<https://www.cnnbrasil.com.br/economia/brasil-descarta-mais-de-4-milhoes-de-toneladas-de-residuos-texteis-por-ano/>>. Acessado em: 02/08/2023.

- [5] ZONATTI, W.F. Geração de resíduos sólidos da indústria brasileira têxtil e de confecção: materiais e processos para reuso e reciclagem. Tese de Doutorado – Programa de Pós-Graduação em Sustentabilidade, Escola de Artes, Ciências e Humanidades, Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, 2016.
- [6] ASTM D3800-22. Standard Test Method for Density of High-Modulus Fibers. Rev. 10 de maio de 2022.
- [7] ROCHA, P.D. Avaliação comparativa de tratamentos termo-químicos visando a produção de adsorvente a partir de resíduos agroindustriais para remoção de fenol em soluções aquosas. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.
- [8] BOEHM, H. P. Some aspects of the surface

chemistry of carbon blacks on other carbons. Carbon, v. 32, p. 759-769, 1994.

Agradecimentos

A autora agradece ao CNPq pela bolsa de iniciação tecnológica (Processos PIBIT/CNPq CNPq 164278/2022-2).

À instituição FATEC (Faculdade de Tecnologia de São José dos Campos – Prof^o Jessen Vidal), pela liberação do Laboratório de Ensaios de Materiais Carbonosos e Metálicos, onde foram elaborados todos os testes e ensaios.

Ao instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, onde foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da TESCAN VEGA3 da Shimatzu instalado no Departamento de Materiais e Processos, para a análise microscópica dos aspectos das amostras nos diferentes tecidos e processos.