

# CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE FIBRA DE CARBONO POR TITULAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM TRATAMENTO COM EFLUENTE

Renan Filipe dos Santos<sup>1</sup>  
Heide Heloise Bernardi<sup>2</sup>

Aluno do CPS - FATEC SJC Prof. Jessen Vidal; e-mail: renan.funes@outlook.com<sup>1</sup>  
Professor da FATEC SJC Prof. Jessen Vidal; e-mail: heide.bernardi@fatec.sp.gov.br<sup>2</sup>

**Área do Conhecimento:** 3.03.05.04-7 Polímeros e Aplicações

**Palavras-chave:** Fibra de Carbono; PAN; Caracterização Química.

## INTRODUÇÃO

Encontrado no grafite e no diamante, o carbono é um não metal em estado sólido, utilizado na fabricação de joias, lápis, combustíveis entre outros. Com o avanço tecnológico, a busca por novos materiais que apresentam grandes benefícios para a indústria, encontra-se a fibra de carbono, adequada para a fabricação de tecidos, telas e etc., apresentando resistência a altas temperaturas.

Para que os compósitos com fibra de carbono sejam eficientes mecanicamente, depende da característica da superfície da fibra. A engenharia de superfície é um campo da ciência de grande interesse da indústria e do setor acadêmico. Quantificar e qualificar grupos funcionais são imprescindíveis para prever interações entre superfícies e aditivos tais como: colas, matrizes poliméricas, adesivas e lubrificantes.

No caso da caracterização da superfície das fibras de carbono, é interessante, pois este material pode ser aplicado para tratamentos de efluentes como materiais absorvedores de contaminantes, seja no abastecimento de água ou na remoção de defensivos agrícolas e fármacos. Também pode ser aplicado no tratamento dos banhos utilizados em indústrias de tratamentos de superfície galvânica e similares.

## OBJETIVO

O objetivo geral deste trabalho foi a partir da produção de fibras de carbono usando como precursor as fibras PAN (poliacrilonitrila) têxteis, caracterizar quimicamente a superfície utilizando-se a metodologia de Boehm.

## METODOLOGIA

### Material

As fibras de carbono que foram utilizadas neste estudo têm como precursor a fibra PAN de origem têxtil. As fibras de carbono foram carbonizadas, e para realizar este processo é necessário tensionar as fibras. A carbonização foi realizada em uma temperatura de 1000°C durante 10 min em atmosfera inerte (com gás argônio), foi utilizada apenas uma taxa de aquecimento (30°C/min), pois estudos mostram que esse parâmetro não altera as características das fibras carbonizadas (MARCUZZO, 2012). No entanto, a tensão utilizada para tracionar a fibra durante a carbonização interfere nas características deste material, portanto foi utilizado cinco tensões diferentes durante a carbonização, sendo 0 N, 15,93 N, 15,95 N, 19,64 N e 42,50 N.

Antes e depois do processo de carbonização as fibras foram pesadas, a fim de avaliar a perda de massa que ocorre durante o processo de carbonização. Para isso, foi utilizada a Equação 1, onde m corresponde a massa em gramas da amostra.

$$\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

### Moagem mecânica das fibras

Após o processo de carbonização, as fibras de carbono foram submetidas a moagem manual utilizando um almofariz e pistilo, que servem para moer pequenas quantidades de amostras. No caso, foram necessários cerca de 1 g de fibra para realizar a titulação.

### **Caracterização das fibras**

Após os processos de carbonização e moagem, as fibras de carbono foram caracterizadas utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Foi utilizado um MEV VEGA3 Tescan no modo de elétrons secundários (SE).

Para realizar a caracterização da superfície do material foi utilizada a metodologia de Boehm que permite identificar e quantificar a família dos grupos funcionais, através de soluções ácidas em um processo de reação química. Para a identificação dos grupos funcionais na fibra de carbono foram utilizadas soluções de HCl, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaHCO<sub>3</sub> e Etóxido.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Após o processo de carbonização da fibra de carbono, foi realizado o cálculo da porcentagem de perda de massa que o material sofre. A Tabela 1 mostra os resultados dos parâmetros mecânicos utilizados durante a carbonização, a perda de massa e a umidade para cada condição.

Durante o processo de carbonização a fibra PAN oxidada sofre um encolhimento, e o controle desse encolhimento resulta em condições distintas de estrutura da fibra de carbono e da química de superfície. Para esse controle foram escolhidas quatro molas com constantes elásticas distintas ( $K_{mola}$ ), que refletem condições mecânicas de tracionamento distintos, como mostrado na Tabela 1. A Amostra 0 ( $F = 0 \text{ N}$ ) não teve nenhum tipo de tracionamento, ficando livre para seu encolhimento máximo.

Em relação à porcentagem de umidade, a capacidade de adsorção de água está relacionada com a característica de porosidade e química da superfície. Avaliando o conteúdo de água nas amostras em função da tração aplicada ao processo, é possível inferir qual amostra tem mais poros e/ou possui superfície hidrofóbica ou hidrofílica. Na Tabela 1 é possível observar, de forma geral, que as amostras condicionadas a uma tensão menor durante o processo de carbonização tendem a absorver mais água (maior porcentagem de umidade) e com o aumento da tensão a adsorção tende a diminuir.

No caso da Amostra 0 ( $F = 0 \text{ N}$ ), como a fibra não teve nenhuma tensão aplicada durante o processo de carbonização, a estrutura tende a colapsar, pois o material deforma livremente devido ao encolhimento e isso é refletido na adsorção de água.

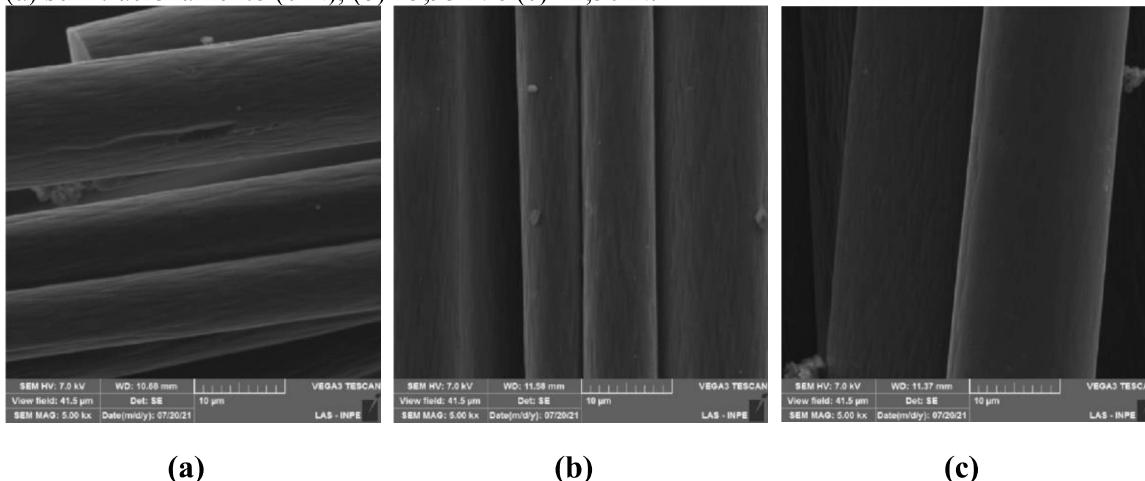
Tabela 1. Média dos parâmetros utilizados para cada amostra durante a carbonização e a respectiva perda de massa.

Amostra	Força (N)	Deformação (m)	K <sub>mola</sub> (N.m)	Perda de massa (%)	Umidade (%)
0	0	0,075	0	46,22	4,9
1	15,93	0,065	245	48,95	8,5
2	15,95	0,050	319	49,05	6,7
3	19,64	0,055	357	48,64	5,4
4	42,50	0,043	1000	49,14	5,3

Fonte: Autor (2021).

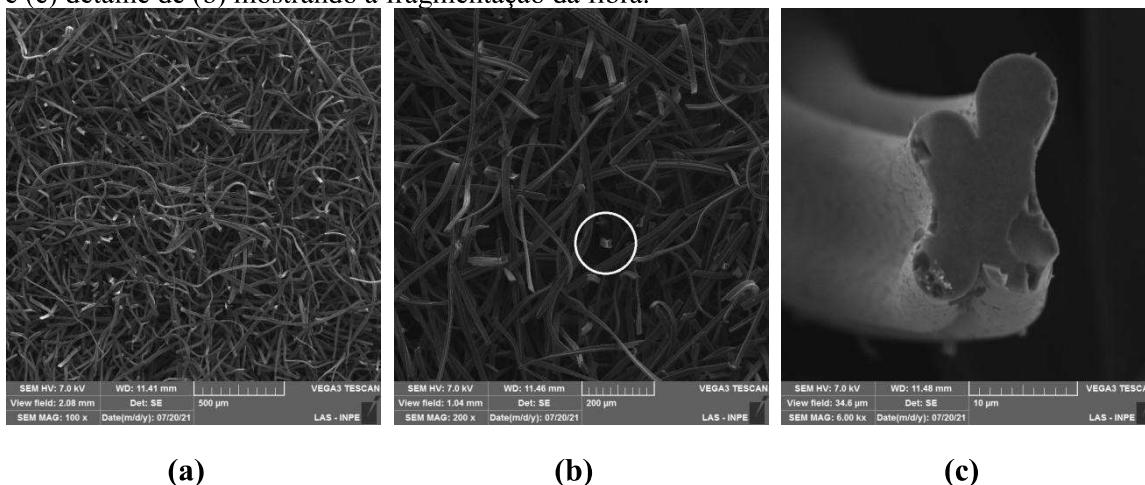
A Figura 1 mostra as imagens das fibras de carbono após o processo de carbonização. Foram selecionadas apenas três condições, pois foi observado que, mesmo com a aplicação de forças variáveis no tracionamento na fibra de carbono, não há nenhuma mudança na morfologia das fibras. Quando a fibra de carbono sofre o processo de moagem, essas mudanças ficam menos notáveis, por isso na Figura 2 é apresentado apenas uma condição de amostra, a fibra carbonizada sem tracionamento, pois as características das partículas/pó após moagem não são distinguíveis entre uma condição e outra. Pode-se apenas observar que o processo de moagem manual resulta em fibras de carbono com partículas menores que 1 μm.

Figura 1. Imagem das fibras de carbono após carbonização, utilizando uma força de tracionamento de (a) sem tracionamento (0 N), (b) 15,95 N e (c) 42,50 N.



Fonte: Autor (2021).

Figura 2. Imagens das fibras de carbono após moagem mecânica (a) visão geral; (b) ampliação de 200x e (c) detalhe de (b) mostrando a fragmentação da fibra.



Fonte: Autor (2021).

A Tabela 2 mostra os resultados obtidos na titulação de Boehm para determinar os grupos funcionais existentes na superfície da fibra de carbono carbonizada. 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 NaCO<sub>3</sub>, para determinar grupos carboxílicos NaHCO<sub>3</sub> e para determinar apenas grupos carbonila usou solução de etóxido. Observando os resultados, pode-se verificar que a fibra de carbono carbonizada tem característica predominantemente básica, pois apresenta grupos hidroxilas, carbonila, carboxílica e fenólico, tendo uma pequena variação em relação ao tipo de amostra com a tensão aplicada durante a carbonização.

Tabela 2. Dados da titulação de Boehm.

Amostra	HCl (mol/g)	NaOH (mol/g)	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (mol/g)	NaHCO <sub>3</sub> (mol/g)	Etoxido (mol/g)
0	6,562E-04	5,325E-04	0	0	9,909E-04
1	7,289E-04	5,734E-04	0	7,500E-05	1,413E-03
2	7,577E-04	5,481E-04	0	4,900E-05	1,258E-03
3	6,916E-04	5,927E-04	0	0	1,505E-03

4	9,477E-04	5,247E-04	0	0	1,390E-03
---	-----------	-----------	---	---	-----------

Fonte: Autor (2021).

## CONCLUSÕES

As conclusões que podem ser descritas nessa primeira etapa do desenvolvimento do trabalho são:

- (a) A tensão aplicada na fibra durante o processo de carbonização interfere na porcentagem de perda de massa e na adsorção de umidade do material.
- (b) Em nível microscópico a tensão aplicada na fibra durante o processo de carbonização não causa alterações significativas em relação ao aspecto superficial das amostras.
- (c) Após o processo de moagem, o pó e/ou partícula resultante, mostra-se em todas as condições de tração, com o mesmo aspecto, partículas/pó menores que 1 µm.
- (d) A técnica analítica utilizada, mostrou que a fibra de carbono carbonizada tem característica predominantemente básica.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MARCUZZO, J. S. **Produção ultrarrápida de fibras de carbono ativadas a partir de fibra PAN têxtil.** Tese de doutorado – Curso de Engenharia Aeronáutica e Mecânica, Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, 2012.

## AGRADECIMENTOS

O estudante agradece ao PIBITI-CNPq pela oportunidade e à concessão da bolsa de Iniciação Tecnológica à professora Dra. Heide Heloise Bernardi, pela dedicação nas orientações desta pesquisa. Os autores agradecem ao INPE-SJC pela disponibilização do equipamento MEV.