

INSTITUTO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**



**Conselho Nacional de Desenvolvimento  
Científico e Tecnológico**

## **ESTUDO DA EFICÁCIA NO PROCESSO DE PURIFICAÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO**

**RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA  
(PIBIC/INPE/CNPq)**

**Andressa Zabaleta Alves Corrêa (UNESP, Bolsista PIBIC/CNPq)  
E-mail: andressazac@yahoo.com.br**

**Dr. Maurício Ribeiro Baldan (LAS/INPE. Orientador)  
E-mail: baldan@las.inpe.br**

Julho de 2011

# **SUMÁRIO**

|  |          |
|--|----------|
| <b>CAPÍTULO I – PARTE TEÓRICA .....</b>      | <b>3</b> |
| I.1. RESUMO DO PLANO INICIAL.....            | 3        |
| I.2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....             | 3        |
| I.2.1. <i>Fibra de Carbono</i> .....         | 3        |
| <br>   |          |
| <b>CAPÍTULO II – PARTE EXPERIMENTAL.....</b> | <b>7</b> |
| II. 1. CONTRUÇÃO DO REATOR.....              | 7        |
| <br>   |          |
| <b>CAPÍTULO III – CONCLUSÃO .....</b>        | <b>7</b> |

## **Capítulo I**

### **I.1 Resumo do plano inicial**

A pesquisa em questão tem como objetivo específico a purificação dos nanotubos de carbono. O cronograma de atividades foi separado em quatro partes, começando com a revisão bibliográfica, seguida pela familiarização das etapas de obtenção dos nanotubos e crescimento de diamante, depois pela obtenção dos nanotubos e de diamante CVD e finalizada com as caracterizações.

No período compreendido entre Fevereiro de 2011 a Julho de 2011. Demos início aos primeiros testes no novo reator construído. Tivemos vários problemas como vazamento na linha de gás, vários outros vazamentos no próprio reator construído. Foram feitos vários ajustes e demos início em alguns testes com o objetivo de definir os melhores parâmetros de crescimento para diamante micro-cristalino. Também nesse período demos início a construirmos um novo reator de filamento quente tipo CVD não dopado, para a finalidade deste projeto. No relatório anterior foram obtidos, através da espectroscopia Raman, os espectros das amostras de fibra de carbono. Neste relatório, fizemos um estudo mais sistemático destas amostras para que possamos entender melhor como a fibra é obtida.

### **I.2 Revisão Bibliográfica**

Estudos de Espectroscopia Raman foram feitos no relatório anterior, no entanto nenhum estudo teórico foi apresentado. Fizemos uma pequena revisão bibliográfica sobre as fibras.

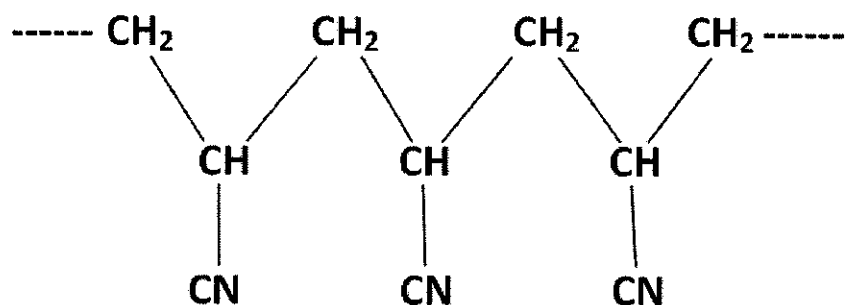
#### **I.2.1 Fibra de Carbono**

As fibras de carbono são materiais altamente resistentes. Elas podem ser descritas como fibras que contêm pelo menos 90% de carbono obtido pela carbonização controlada de precursores apropriados, tais como o precursor poliácridonitrila (PAN), o piche, o rayon, etc. São obtidas pela carbonização destes precursores numa faixa de temperatura final que pode variar entre 1000 e 2000°C. Além da temperatura final de carbonização da fibra de carbono, outros fatores também influenciam as suas propriedades, como: etapas de cura antes da carbonização a diferentes temperaturas e atmosferas, natureza da fibra orgânica precursora utilizada, e tensionamento da fibra na etapa de carbonização.

Para o desenvolvimento deste trabalho foi utilizado como precursor da fibra de carbono o polímero poliácridonitrila (PAN).

O precursor PAN é o mais utilizado para obtenção de fibras de carbono. A PAN é um polímero atáctico (polímero regular cujas moléculas possuem distribuição aleatória de

possíveis unidades configuracionais básicas), linear que contém grupos nitrila altamente polares pendurados na estrutura principal de carbonos. Veja abaixo:



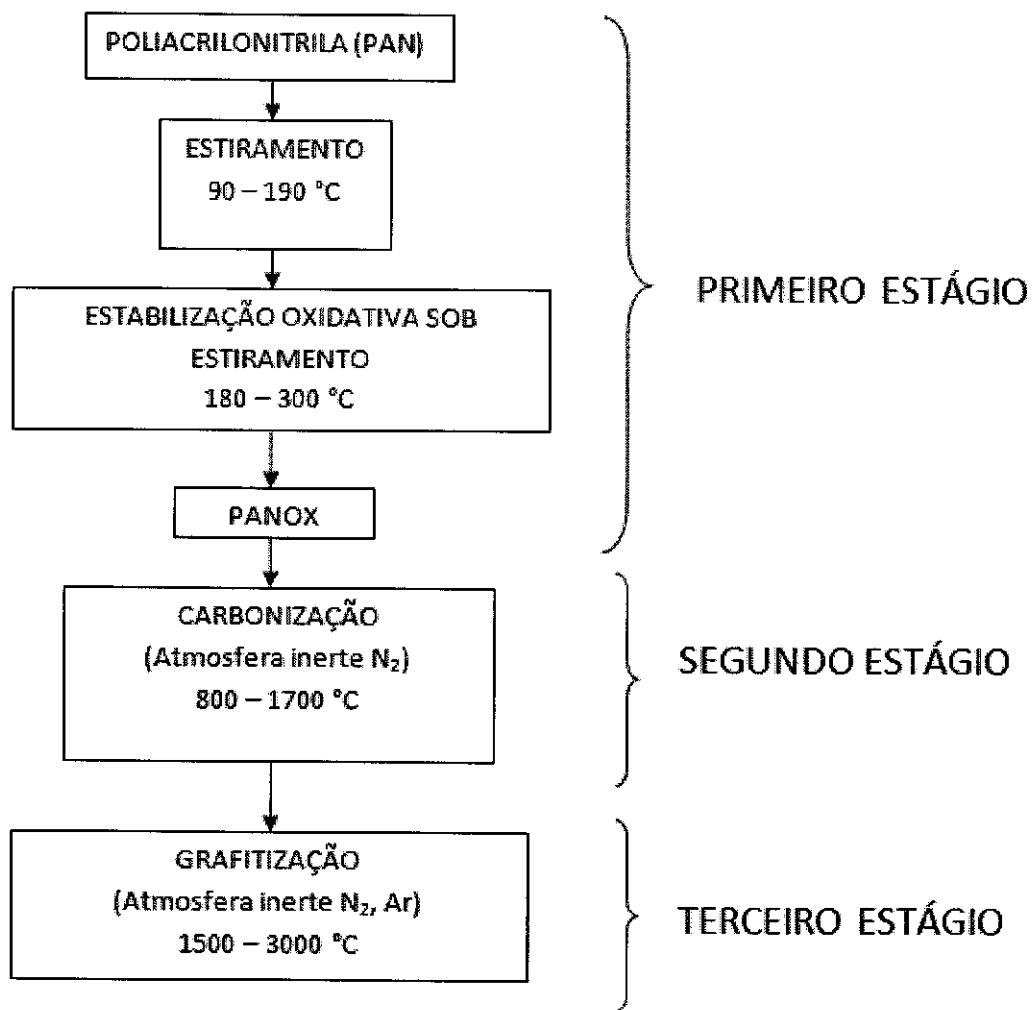
**Figura 1** - Estrutura química do polímero poliacrilonitrila (PAN)

São utilizados dois processos para a obtenção das fibras PAN. No processo a seco, o precursor é fundido e pressionado através de uma fieira (chapa de metal com orifícios, pelos quais se passa qualquer tipo de material maleável que vai se estirando em fios), que contém um determinado número de pequenos capilares. Ao deixar a fieira o polímero resfria e solidifica na forma de fibras.

No processo de fiação a úmido, uma solução concentrada do polímero é dissolvida em um solvente apropriado, que forma uma solução com viscosidade adequada ao processo de fiação. Essa solução é pressionada através de uma fieira em um banho de coagulação. O solvente é mais solúvel na solução de coagulação do que no precursor, dessa forma a solução do polímero que emerge dos capilares precipita na forma de fibras. Cada um destes processos a seco e a úmido vai gerar fibras PAN com morfologias diferentes.

Há ainda três estágios sucessivos que ocorrem na conversão do precursor PAN em fibras de carbono. O processo tem início com a estabilização oxidativa do precursor PAN, que é estirado e simultaneamente oxidado na faixa de temperatura entre 200-300 °C. Esse tipo de fibra é conhecida como PANOX e pode resistir a tratamentos térmicos em temperaturas na faixa entre 1000-2000 °C, em atmosfera inerte (nitrogênio ou argônio). Esse processo é conhecido como carbonização. O último estágio é a grafitização, as fibras são tratadas em temperaturas entre 1500-3000 °C resultando em fibras com alta resistência a tração.

Veja o esquema abaixo que trás os estágios do processo de formação da fibra de carbono:



**Figura 2** – Representação esquemática da representação das fibras de carbono a partir do precursor PAN.

As técnicas utilizadas para o estudo característico e morfológico das Fibras de Carbono serão feitas por Mev (Microscopia Eletrônica de Varredura), a Espectroscopia de Espalhamento Raman e o EDS. A seguir é descrito como essas técnicas podem ajudar nas pesquisas realizadas em materiais.

## **Capítulo II**

### **II.1 Construção do Reator**

O segundo reator montado segue o mesmo princípio do primeiro. No entanto, a experiência adquirida no primeiro reator facilitou muito a montagem e acompanhamento das peças na oficina mecânica e solda. O processo de construção se deu pela montagem do painel, as ligações elétricas, a montagem das linhas de gases e a parte hidráulica. O novo reator está sendo instalado em um laboratório LAQUATEC (mesmo lugar do anterior, a linha de gás foi projetada para receber até 3 reatores, no entanto foram feitas várias adaptações.)

O reator está pronto para funcionar. As linhas de gases foram todas montadas e testadas neste período, o que possibilitou encontrar varios vazamentos tanto na linha quanto na montagem do reator.

## **Capítulo III**

### **Conclusão**

Neste período foi possível construir dois reatores dedicados ao crescimento de filmes de diamante. A fase de calibração dos mesmos teve início porém sem nenhum resultado conclusivo uma vez que tivemos muitos problemas de ajustes dos reatores. A expectativas são boas uma vez que a linha de gás foi concluída e os reatores estão prontos para serem otimizados para o crescimento de filmes de diamante.