



**DEPOSIÇÃO DE FILMES METÁLICOS SOBRE FIBRA DE
CARBONO ATIVADA PELO PROCESSO DE
ELETRODEPOSIÇÃO E ELECTROLESS**

RELATÓRIO PARCIAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
(PIBIC/INPE/CNPq)

Bárbara da Silva Pinheiro (UNIVAP, Bolsista PIBIC/CNPq)
E-mail: barbara.pinheiro@inpe.br

Maurício Ribeiro Baldan (COCTE/LABAS, Orientador)
E-mail: mauricio.baldan@inpe.br

COLABORADORES

Dr. Jorge Tadao Matsushima (ETEP)
Dr. Sandro Fonseca Quirino (ETEP)

Julho de 2018

RESUMO

Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética, (MARE) são compostos que tem atraído grande interesse da comunidade científica devido aos fatores associados a compatibilidade e interferência eletromagnética que veem causando sérios problemas nos setores militares e civis. Neste contexto, o presente trabalho tem produzido compósitos à base de fibra de carbono ativada genuinamente brasileira aplicado à blindagem eletromagnética na banda-X relativa à faixa das micro-ondas. Foram avaliados o efeito do Níquel e Cobalto em forma reduzida obtidos por: eletrodeposição, fixando a corrente catódica aplicada em função de diferentes tempos de deposição, e eletroless no tempo de 3600s. A caracterização morfológica e estrutural dos filmes metálicos foram realizadas através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-FEG), Espectroscopia de Difração de Raio-X (DRX). A caracterização do potencial de atenuação do compósito, foi avaliado através do Analisador Vetorial de Redes (VNA) no espectro de 8,2 a 12,4 GHz, referente à banda-X. Os resultados obtidos demonstraram o aumento da presença de nanopartículas nas amostras de 10 a 100s e a presença de filmes uniformes nas amostras de 420s por eletrodeposição e filmes rugosos nas amostras de 3600s nas amostras por *electroless*. As análises eletromagnéticas revelaram que o efeito dissipativo é dominante em relação ao capacitivo e que o nível de refletividade foi aumentado, ambos mais pronunciados nas amostras com maiores tempos de deposição por eletroless.

Palavras-chave: Fibra de Carbono Ativada. Eletrodeposição. Eletroless. Materiais absorvedores de radiação eletromagnética.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 3.1 – Esquematização dos sinais do dispositivo.	5
Figura 4.1 – Suporte em teflon.	7
Figura 4.2. – Sistema eletroquímico utilizado. (1) eletrodo de referência Ag/AgCl; (2) contra-eletrodo de Pt na forma de espiral; (3) eletrodo de trabalho – FCA; (4) Eletrólito	8
Figura 4.3 – Sistema para eletroless utilizado. (1) Termômetro; (2) Suporte de teflon com FCA tratada; (3) Banho I/II e (4) Chapa de aquecimento.	10
Figura 5.1 – MEV-FEG dos compósitos FCA/Ni obtidas por eletrodeposição em diferentes tempos de deposição: (A) 10s, (B) 50s, (C) 100s e (D) 420s. Ampliação de 5000x.	12
Figura 5.2 – MEV-FEG dos compósitos FCA/Co obtidas por eletrodeposição em diferentes tempos de deposição: (A) 10s, (B) 50s, (C) 100s e (D) 420s. Ampliação de 5000x.	13
Figura 5.3 - MEV-FEG dos compósitos FCA/Ni obtidas por electroless durante 3600s. Ampliação de (A) 1000x e (B) 7000x.	14
Figura 5.4 - MEV-FEG dos compósitos FCA/Co obtidas por electroless durante 3600s. Ampliação de (A) 1000x e (B) 7000x.	14
Figura 5.5 - Difratoograma de raios X dos compósitos produzidos.	16
Figura 5.6 – Difratoograma de Raios-X da amostra FCA/Co.	16
Figura 5.7 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em peso de 99,5% Silicone – 0,5% compósito, com 2,0 mm de espessura.	17
Figura 5.8 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 99,5% Silicone – 0,5% compósito, com 2,0 mm de espessura.	19
Figura 5.9 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 99,5% Silicone – 0,5% compósito, com 2,0 mm de espessura.	20

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 3.1 – Componentes constituintes do banho por <i>electroless</i> e suas funções.....	4
Tabela 4.1 – Concentrações dos eletrólitos.	9
Tabela 4.2 – Concentrações do banho.....	9

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

Ag	Prata
AgCl	Cloreto de prata
C ₃ H ₆ O	Acetona
CH ₃ COONa	Acetato de Sódio
CNPq	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
Co(NO ₃) ₂	Nitrato de Cobalto
DRX	Difratometria de Raio-X
EDS	<i>Energy-Disperive X – Ray Spectroscopy</i>
FCA	Fibra de Carbono Ativada
FEG-SEM	<i>Fiel Emission Gun Scanning Microscopy</i>
H ₃ BO ₃	Ácido Bórico
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
KCl	Cloreto de potássio
LABAS	Laboratorio Associado de Materiais e Sensores
MARE	Materiais Atenuadores de Radiação Eletromagnética
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇	Citrato de Sódio
NaH ₂ PO ₂	Hipofosfito de Sódio
NH ₂ CSNH ₂	Tiouréia
NiSO ₄	Sulfato de Níquel
NRW	<i>Nicolson Ross Weir</i>
P.A	Pureza Analítica
PAN	Poliacrilatonitrila
RAM	<i>Radar Absorbing Material</i>

VNA

Vector Network Analyzer

LISTA DE SÍMBOLOS

ε	Permissividade
ε'	Parte real da permissividade
ε''	Parte imaginária da permissividade
μ	Permeabilidade
μ'	Parte real da permeabilidade
μ''	Parte imaginária da permeabilidade

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS.....	2
2.1 Objetivos específicos.....	2
3 Fundamentação teórica.....	3
3.1 Fibra de Carbono.....	3
3.2 Eletroquímica.....	3
3.2.1 Eletrodeposição.....	4
3.2.2 <i>Electroless</i>	4
3.3 Caracterização Eletromagnética.....	5
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	6
4.1 Produção da Fibra de Carbono.....	6
4.2 Limpeza das amostras.....	7
4.3 Deposição de Ni e Co sobre a FCA.....	7
4.3.1 Eletrodeposição.....	8
4.3.2 <i>Electroless</i>	9
4.3.3 Produção compósito à base de silicone.....	11
5 ANÁLISES E RESULTADOS.....	11
5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	11
5.2 Difratomia de Raio - X.....	15
5.3 Caracterização Eletromagnética.....	17
5.3.1 Permissividade elétrica complexa.....	17
5.3.1.1 Amostras obtidas por <i>Electroless</i>	17
5.3.2 Permeabilidade magnética complexa μ' e μ''	18
5.3.2.1 Amostras obtidas por <i>Electroless</i>	19
5.3.3 Refletividade.....	20
6 CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS.....	20
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	22

1 INTRODUÇÃO

Os Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética tradicionalmente chamados de MARE, têm despertado grande interesse da comunidade científica, principalmente para os setores militares e civis. Devido à crescente demanda e uso das ondas eletromagnéticas, gerando o aumento da IE pelo excesso de radiação, houve o aumento das legislações no que tange ao controle destas frequências, ocasionando grande moção destes setores [1].

Atualmente, os MARE são aplicados desde no revestimento externo de aviões militares, para torná-los "invisíveis" aos radares, tendo em vista que, a detecção é feita pelo fenômeno "eco-radar", onde o material atenuaria radiação, não havendo retorno para o emissor. No setor civil, pode-se citar os benefícios na área da telecomunicação em aparelhos celulares; médica, como a blindagem magnética de marca-passos; industriais, no revestimento de eletrodomésticos em geral [1].

Estes materiais, por sua vez, são constituídos por compostos que proporcionam perdas de energia da radiação eletromagnética em uma dada faixa de frequência através da interação onda/matéria, onde ocorre a transformação da energia incidente em calor – Efeito Joule, seja por mecanismos internos, magnéticos e/ou dielétricos [2]. A associação de propriedades, para alcançar bom desempenho, devem proporcionar boa permissividade elétrica e permeabilidade magnética, como também boas características de absorção e/ou reflexão de banda larga, além de propriedades físicas como baixa massa específica e resistência mecânica [1,3].

No cenário de materiais atenuadores, temos as FCs, que são utilizadas para aumentar a rigidez e resistência de compósitos leves, devido as suas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas. Assim, os MARE baseados em fibras de carbono têm sido explorados para melhorar as propriedades de absorção e peso em aeronaves [4].

Em questão de blindagem eletromagnética são usadas fibras de carbono revestidas com Níquel (FCN). Este metal apresenta boa aderência sobre a FC e permite a interação da parte magnética da onda [5]. O equivalente, para o revestimento com o Cobalto (FC/Co) e suas diferentes formas oxidadas, apresentando excelentes índices de absorção. [6]

Devido ao grande potencial do material em questão visa-se a fabricação e estudo de um compósito de Níquel e Cobalto à base de FCA/Ni e FCA/Co avaliando seu comportamento magnético na banda-X (8 à 12 GHz) através da variação do tempo de deposição e a técnica empregada.

2 OBJETIVOS

De forma geral, este trabalho tem como objetivo utilizar a FCA genuinamente nacional produzidas da matéria-prima (PAN) para deposição de filmes metálicos através das técnicas de eletrodeposição e *electroless*.

Em suma, será estudado a relação entre o tempo de deposição, e a influência das características morfológicas do compósito final aplicado em MARE.

2.1 Objetivos específicos

- Caracterizar a morfologia e a estrutura dos compósitos baseados em FCA/Ni e FCA/Co por microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo elétrico (MEV/FEG) e espectroscopia por Difração de Raios-X.
- Produzir amostras de compósito polimérico a base de fibra de carbono dispersos na matriz dielétrica de silicone.
- Caracterizar a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética das amostras do compósito polimérico a partir do filme com melhor característica morfológica.
- Caracterizar a refletividade das amostras na faixa de frequência referente a banda-X, analisando a potencial aplicabilidade deste compósitos como blindagem eletromagnética no setor aeroespacial.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Fibra de Carbono

As fibras de carbonos são fibras sintéticas em forma de filamentos finos compostas de átomos de carbonos unidos numa cadeia longa [7]. São caracterizados por uma combinação de baixo peso, grande durabilidade, altamente resistente e rígido, sendo comumente aplicados como elemento estrutural. [7,8]

A produção industrial de fibras carbônicas são realizadas por pirólise, ou seja, a decomposição por calor de algum material rico em carbono fixo. Estes materiais podem ser naturais ou sintéticos, nomeados como precursores. Normalmente, materiais de ordem natural possuem baixo rendimento e suas propriedades podem fragilizar a estrutura final da fibra. O mais utilizado atualmente é a PAN, similar ao acrílico, onde cerca de 90% das fibras produzidas no mundo são oriundas deste polímero [8].

Dependendo do tipo de tratamento recebido pela fibra básica, o qual inclui carbonização, oxidação e grafificação, é possível controlar e produzir diversas configurações de resistência e módulo de elasticidade [8].

As fibras utilizadas neste trabalho foram as FCAs, devido a sua alta porosidade e elevada área superficial.

3.2 Eletroquímica

A eletroquímica é o ramo da química que estuda os efeitos da relação entre os efeitos químicos e elétricos. A eletroquímica engloba vários segmentos, principalmente tecnológicos, desenvolvidos através da eletrodeposição, eletroformação e *electroless* [9].

3.2.1 Eletrodeposição

O processo de eletrodeposição é comumente utilizado para a obtenção de um revestimento denso, uniforme e aderente, geralmente de metais ou ligas sobre uma superfície. O principal elemento desse processo é conhecido como célula eletrolítica. Esta célula, é composta basicamente por dois terminais: negativo e positivo em meio a um eletrólito composto pelo íon de interesse.

O eletrólito é o condutor elétrico e completa o circuito elétrico entre os dois eletrodos. Após a aplicação de corrente elétrica, uma diferença de potencial é alcançada entre os eletrodos. Ocorre, então, a migração dos íons positivos, no eletrólito, em direção ao terminal negativo e os íons carregados negativamente em direção ao terminal positivo. Os íons metálicos carregam uma carga positiva e são atraídos em direção ao eletrodo de trabalho. E quando atingem a peça de trabalho carregada negativamente ocorre a redução desses íons para a forma metálica. [9,10,11]

3.2.2 *Electroless*

A deposição por *electroless* é uma técnica, na qual os íons metálicos são reduzidos em um processo autocatalítico impulsionado por um agente redutor sem a aplicação de uma fonte de energia externa. Assim, a deposição ocorre em superfícies catalíticas e o metal depositado também deve ser catalítico para a continuidade do processo de deposição. Processos de sensibilização e ativação são utilizados para a efetividade da reação [11].

Além do preparo da amostra, é necessário a formulação de um banho, onde seus constituintes possuem funções capazes de fornecer as condições químicas/eletricas necessárias para reação de redução. Os componentes estão sumarizados na Tabela 3.1

Tabela 3.1 – Componentes constituintes do banho por *electroless* e suas funções.

Componente	Função química
Íon metálico	Fonte

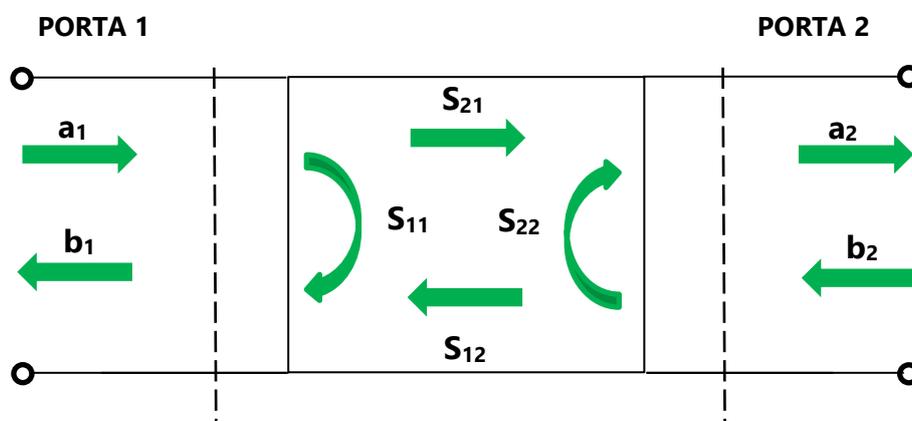
Agente redutor	Fornece elétrons aos íons metálicos
Complexante	Previne o excesso de íons livres
Aceleradores	Aumentam a taxa de deposição
Estabilizante	Equilíbrio químico do banho
Tampão	Estabilizador do pH

3.3 Caracterização Eletromagnética

As metodologias utilizadas na caracterização eletromagnética de materiais são divididas em três principais tipos: Espaço Livre, Linha de Transmissão e Não convencionais. O método utilizado neste trabalho foi o de Linha de transmissão – Guia de Onda.

O VNA, modelo N5232A, possibilita mensurar, através de métodos numéricos, os comportamentos referentes às propriedades elétricas e magnéticas do material. O analisador emite um pulso eletromagnético na faixa selecionada, e através de um guia de onda, este pulso atinge o material sendo detectados pelos diodos/receptores que captam o sinal que volta e realizam as medidas de magnitude e fase do sinal, informando quais são os parâmetros S [12]. A Figura 3.2 demonstra os sinais emitidos pela porta 1 e 2.

Figura 3.1 – Esquemática dos sinais do dispositivo.



Fonte: Produção do autor.

Analisando dispositivo constituído por duas portas, temos os parâmetros de reflexão (S_{11} e S_{22}) e os de transmissão (S_{21} e S_{12}). Cada porta é referenciada pelo índice subscrito sendo sequencialmente, a porta em que o sinal é analisado e emitido [13].

Com estes parâmetros é possível determinar por meio do método NRW, o compartimento relacionado à permissividade e permeabilidade do material analisado.

No método da refletividade, é utilizado um material condutor denominado placa metálica que irá interagir com a radiação eletromagnética e fazer com que tal radiação retorne a mesma porta em que o sinal foi emitido (S_{11}). Desta forma não ocorre o fenômeno de transmissão para porta 2, e define-se que a onda eletromagnética é dividida em apenas duas parcelas, a parcela refletida e a absorvida [12,13].

A atenuação está relacionada com a taxa de reflexão e absorção, como demonstrado na Equação 3.1, onde (E_r) é a Energia refletida e (E_i) a Energia incidente.

$$\text{Atenuação (dB)} = 10 \times \log\left(\frac{E_r}{E_i}\right) \quad (3.1)$$

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Produção da Fibra de Carbono

O conjunto de fibras foram introduzidos em um forno elétrico. O processo de carbonização foi realizado em atmosfera de Argônio a uma temperatura final de 1000°C usando uma taxa de aquecimento de 30°C/min. A ativação foi realizada na mesma temperatura, trocando somente a atmosfera por Monóxido de Carbono, durante 50 minutos. O tempo de ativação foi definido através de testes

mecânicos, o qual apresentou uma melhor propriedade mecânica entre outras temperaturas.

4.2 Limpeza das amostras

Após o processo térmico, as FCA foram submetidas a um processo de limpeza por imersão em C_3H_6O durante 10 minutos em sonificação com o auxílio de um Banho Ultrassônico da marca SANDERS, à frequência de 40kHz.

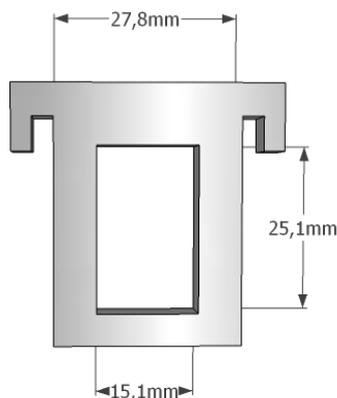
Em seguida, a amostra foi mergulhada em solução de HNO_3 40% (v/v) seguido de 15 minutos de sonificação no mesmo equipamento. Após a limpeza, todas as fibras foram lavadas em água deionizada para retirar qualquer resíduo ácido.

Esta etapa tem como finalidade remover contaminantes orgânicos na superfície, obtidos principalmente na síntese e manipulação da peça, além de proporcionar formação de n-grupos funcionais oxigenados através do processo de oxidação superficial causadas pelo ácido, melhorando o processo de adesão do filme metálico.

4.3 Deposição de Ni e Co sobre a FCA

No processo de deposição, em ambas as técnicas, a FCA foi inserida em um sistema de teflon, como mostra a Figura 4.1, expondo uma área de aproximadamente 8 cm^2 de contato.

Figura 4.1 – Suporte em teflon.

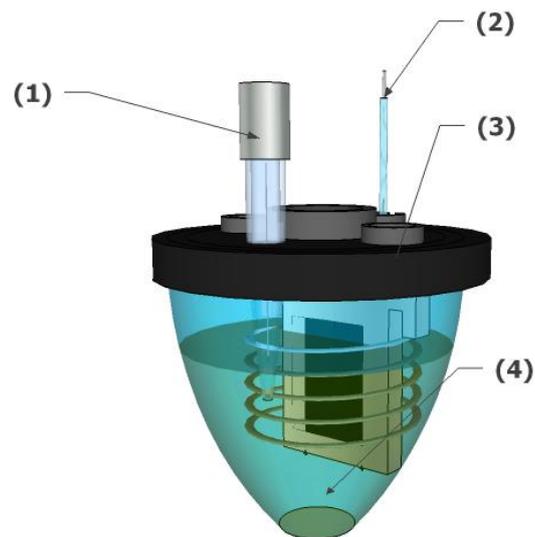


Fonte: Produção do autor.

4.3.1 Eletrodeposição

A eletrodeposição foi conduzida em uma célula eletroquímica composta por uma célula cônica em vidro com capacidade de 100 mL e uma tampa de acrílico construída com orifícios para a utilização de três eletrodos, como demonstrado na Figura 4.2. O sistema eletroquímico para deposição é composto três eletrodos como citado anteriormente, a FCA desempenha a função de eletrodo de trabalho, o eletrodo comercial de Ag/AgCl saturado com KCl foi utilizado como eletrodo de referência e um “espiral” de platina foi utilizado como contra-eletrodo.

Figura 4.2. – Sistema eletroquímico utilizado. (1) eletrodo de referência Ag/AgCl; (2) contra-eletrodo de Pt na forma de espiral; (3) eletrodo de trabalho – FCA; (4) Eletrólito



Fonte: Produção do autor.

A composição do eletrólito utilizada no processo de eletrodeposição de Ni (Eletrólito I) e de Co (Eletrólito II) sobre a FCA é descrita na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Concentrações dos eletrólitos.

Eletrólito I	Eletrólito II
0.1 mol.L ⁻¹ Co(NO ₃) _s .6H ₂ O	0.1 mol.L ⁻¹ NiSO ₄ .7H ₂ O
0.1 mol.L ⁻¹ H ₃ BO ₃	0.1 mol.L ⁻¹ H ₃ BO ₃

Fonte: Produção do autor.

A densidade de corrente aplicada para as deposições de Ni e de Co foi de - 0,1 mA.cm⁻² utilizando-se diferentes tempos de deposição (10s, 50s, 100s e 420s). Para a deposição foi utilizado um equipamento Potenciostato-Galvanostato AUTOLAB PGSTAT 302.

4.3.2 Electroless

A *electroless*, como citado anteriormente, é um processo espontâneo de deposição. Para uma melhor efetividade, a superfície da FCA deve ser previamente limpa, funcionalizada e ativada. A limpeza e a funcionalização foram realizadas utilizando uma solução desengraxante *Ridoline* a 60°C por 15 minutos. A ativação foi feita utilizando uma solução comercial *Neoganth*, contendo íons de paládio, fornecendo sítios ativos para o início da reação e redução do metal. Na Tabela 4.2 é apresentada a composição dos banhos de deposição.

Tabela 4.2 – Concentrações do banho.

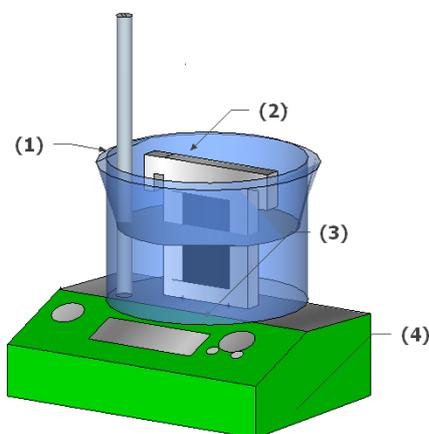
Reagente	Concentração Banho I	Concentração Banho II
Co(NO ₃) _s .6H ₂ O	0.1 mol.L ⁻¹	-
NiSO ₄ .7H ₂ O	-	0.1 mol.L ⁻¹
CH ₃ COONa	0.06 mol.L ⁻¹	0.06 mol.L ⁻¹
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ .2 H ₂ O	0.05 mol.L ⁻¹	0.05 mol.L ⁻¹

NaH_2PO_2	0.1 mol.L ⁻¹	0.1 mol.L ⁻¹
NH_2CSNH_2	1 mg/L	1 mg/L

Fonte: Produção do autor.

A deposição de Ni e de Co sobre a FCA foi realizada a 75°C por 3600s. O sistema utilizado é ilustrado na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Sistema para eletroless utilizado. (1) Termômetro; (2) Suporte de teflon com FCA tratada; (3) Banho I/II e (4) Chapa de aquecimento.



Fonte: Produção do autor.

Para melhorar as condições de equilíbrio térmico e distribuição de calor, foi adicionado esferas de polipropileno juntamente com um sistema de banho-maria, durante todo o processo.

Após o término, de ambos os processos de deposição, as amostras foram lavadas exaustivamente com água deionizada e colocadas em uma estufa à 50°C durante 30 minutos para secagem.

4.3.3 Produção compósito à base de silicone

Após a obtenção das amostras, as FCA/Ni e FCA/Co foram trituradas com o auxílio de um almofariz e pistilo, sendo agregados ao silicone adicionando 5% de catalisador para cura do material.

5 ANÁLISES E RESULTADOS

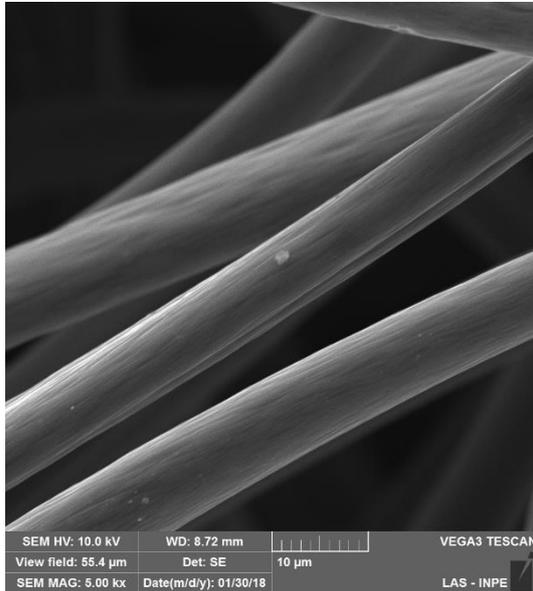
Nesta sessão será apresentado os resultados referentes as caracterizações morfológicas e estruturais das amostras FCA/Ni e FCA/Co seguida da caracterização eletromagnética e sua avaliação como material absorvedor.

5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

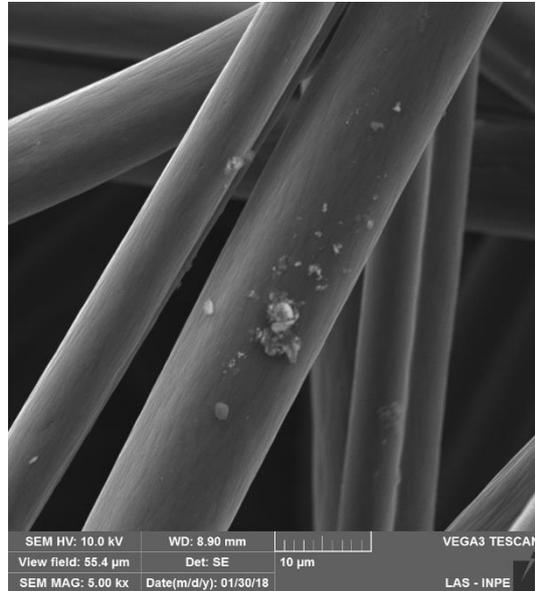
As Figura 5.1 e 5.2 apresentam as imagens de MEV-FEG dos compósitos FCA/Ni e FCA/Co obtidas por eletrodeposição em diferentes tempos de deposição, nas quais podem ser evidenciadas as etapas desde a nucleação até a formação de filmes finos (coalescência) sobre a FCA. Essas diferentes etapas envolvidas são de fundamental importância, uma vez que o comportamento magnético definido pela interação da amostra com a radiação eletromagnética é dependente do aspecto morfológico (geometria, forma e distribuição) bem como da frequência da radiação incidente. As amostras que contém tamanhos de particulados maiores podem refletir uma porção maior da radiação eletromagnética incidente quando comparados com as partículas menores, uma vez que você tenha uma área de superfície maior, possibilitando uma maior

Figura 5.1 – MEV-FEG dos compósitos FCA/Ni obtidas por eletrodeposição em diferentes tempos de deposição: (A) 10s, (B) 50s, (C) 100s e (D) 420s. Ampliação de 5000x

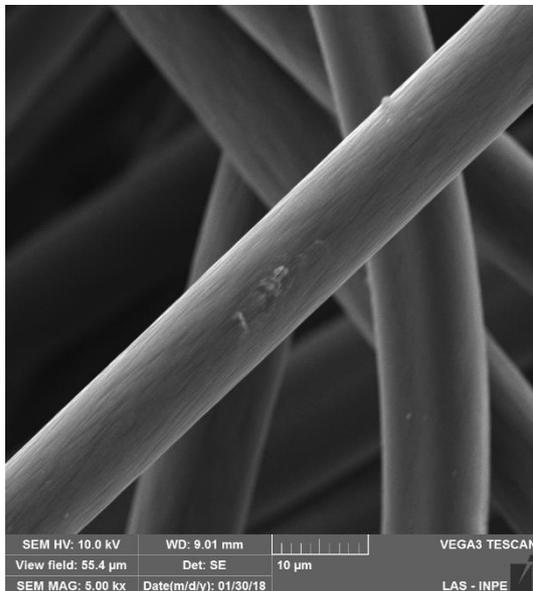
A)



B)



C)



D)

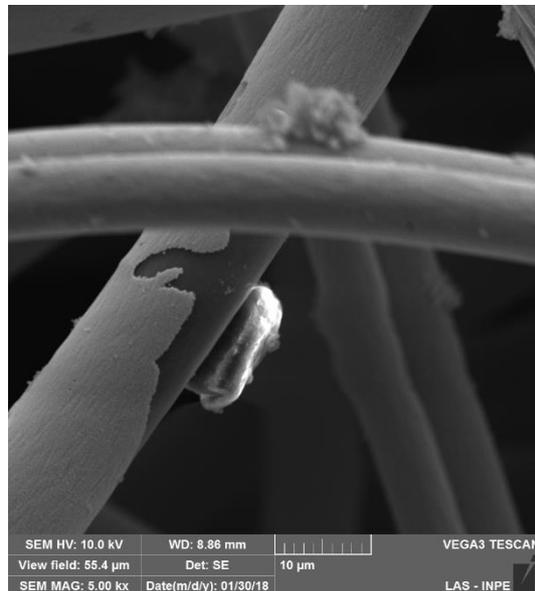
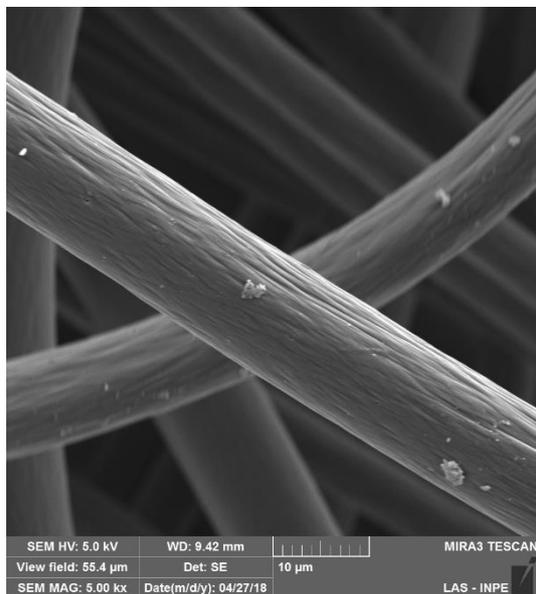
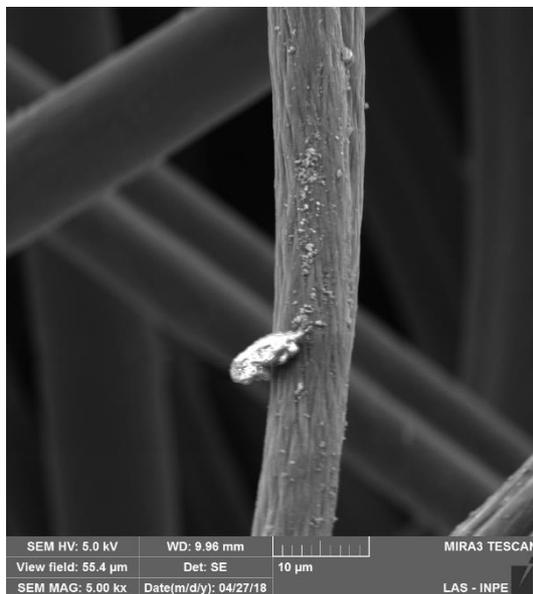


Figura 5.2 – MEV-FEG dos compósitos FCA/Co obtidas por eletrodeposição em diferentes tempos de deposição: (A) 10s, (B) 50s, (C) 100s e (D) 420s. Ampliação de 5000x

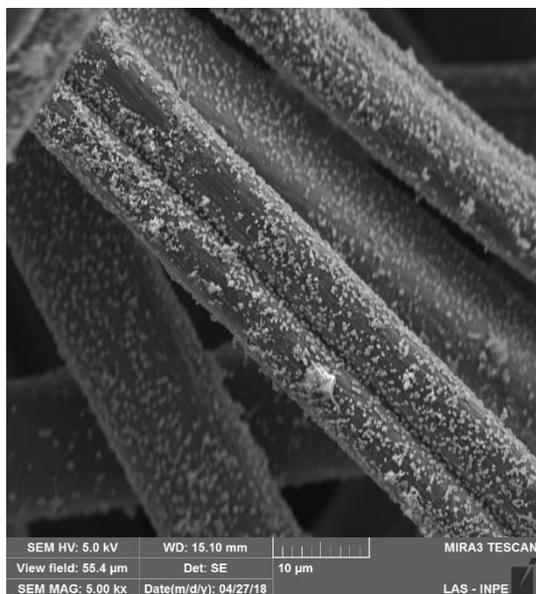
A)



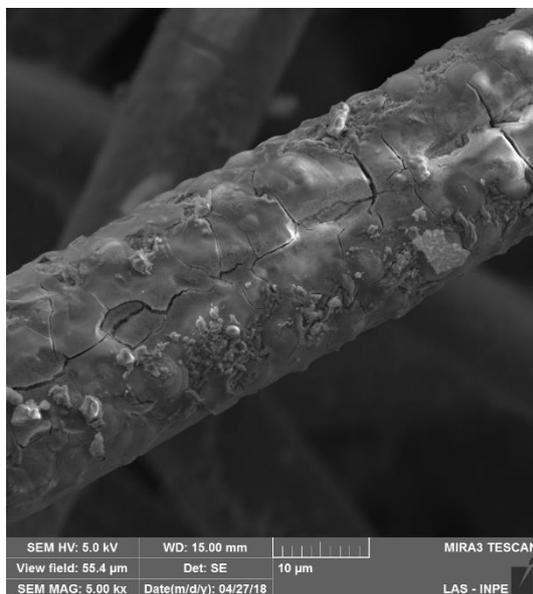
B)



C)



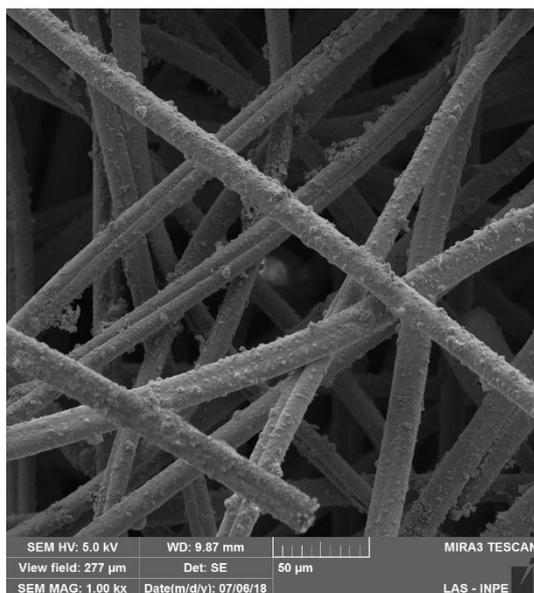
D)



Comparando-se as imagens MEV-FEG das amostras FCA/Ni e FCA/Co obtidas em tempos curtos de deposição verifica-se somente o aspecto morfológico da FCA com a presença de algumas partículas metálicas sobre a superfície. A medida que se aumenta o tempo de deposição, verifica-se uma variação morfológica com a formação de um filme mais homogêneo e uniforme para a deposição de Ni sobre a FCA. Com o processo de deposição em 420s nota-se a formação de filmes rígidos e quebradiços, sendo mais evidente para a amostra de FCA/Co que também é caracterizada por um aspecto rugoso.

Figura 5.3 - MEV-FEG dos compósitos FCA/Ni obtidas por electroless durante 3600s. Ampliação de (A) 1000x e (B) 7000x.

A)



B)

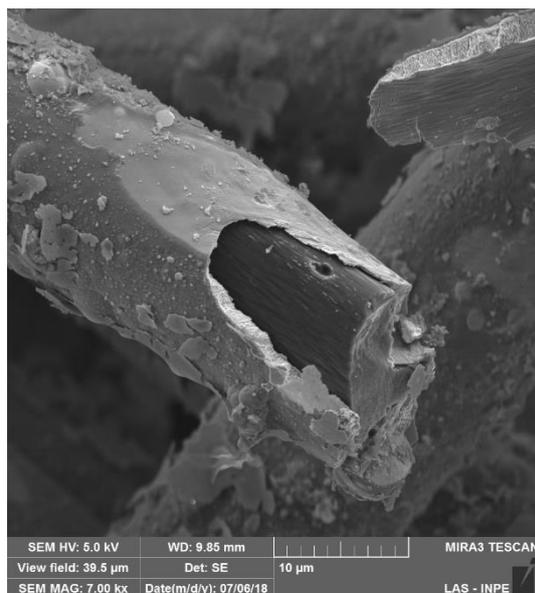
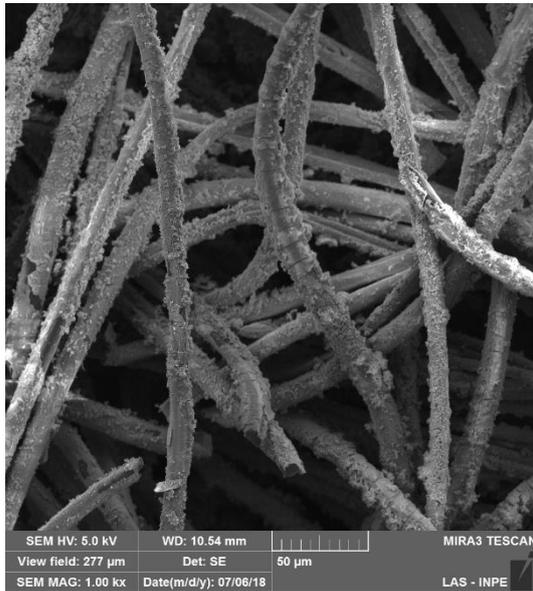


Figura 5.4 - MEV-FEG dos compósitos FCA/Co obtidas por electroless durante 3600s. Ampliação de (A) 1000x e (B)7000x.

A)



B)



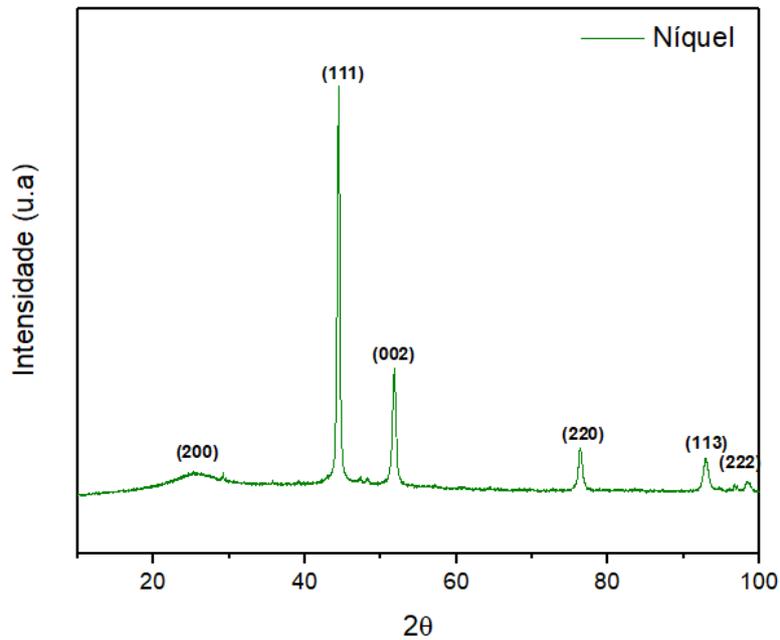
Tendo em vista os melhores aspectos morfológicos, os filmes produzidos por *electroless* foram escolhidos para caracterização eletromagnética em matriz de silicone.

5.2 Difractometria de Raio - X

A caracterização estrutural das amostras de FCA/Ni e de FCA/Co obtidas por eletrodeposição não foi efetiva devido a espessura dos filmes obtidos que limita o uso da técnica para tal propósito.

A Figura 5.1 apresenta o espectro de DRX para a amostra FCA/Ni obtida por *electroless* durante 3600s, onde houve uma maior quantidade de Ni depositada sobre FCA. No espectro pode ser visualizado que a amostra revestida com Níquel, obtiveram cinco picos característicos dos planos (111), (002), (220), (113) e (222), com perfil cristalino, sem a presença de outras características de pico de impurezas.

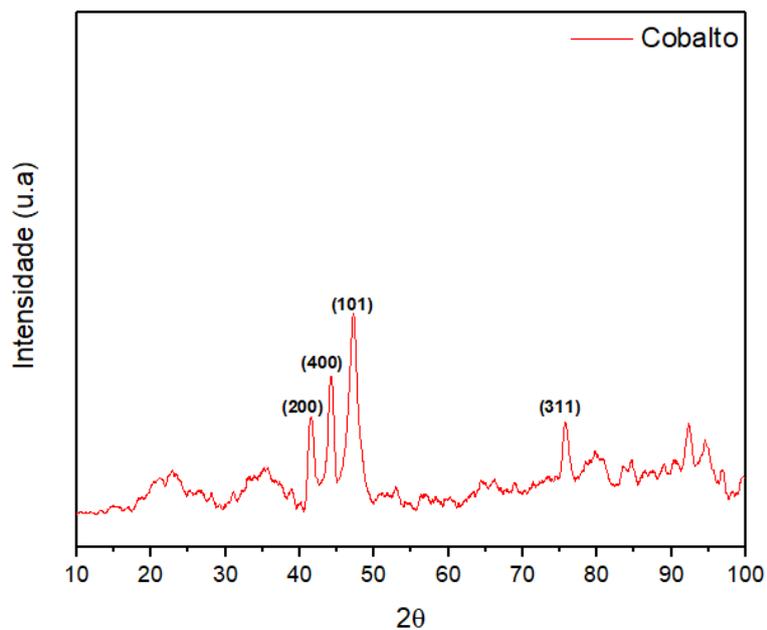
Figura 5.5 - Difratoograma de raios X dos compostos produzidos.



Fonte: Produção do autor.

Em contrapartida, a amostra FCA/Co apresentou picos mais evidentes de formas oxidadas do cobalto, como CoO e Co_3O_4 , representado pelos planos (200),(400) e (311) conforme podem ser visualizados na Figura 5.6

Figura 5.6 – Difratoograma de Raios-X da amostra FCA/Co.



Fonte: Produção do autor.

5.3 Caracterização Eletromagnética

Nessa etapa do trabalho foi estudado os comportamentos referente à permissividade elétrica complexa ϵ' e ϵ'' e à permeabilidade magnética complexa μ' e μ'' dos compósitos poliméricos produzidos com o intuito de agir como um material atenuador de radiação eletromagnética. Onde, através das medidas realizadas pelo VNA e por meio do método de NRW, foi estudado a influência do metal na matriz dielétrica com espessura fixa de 2mm.

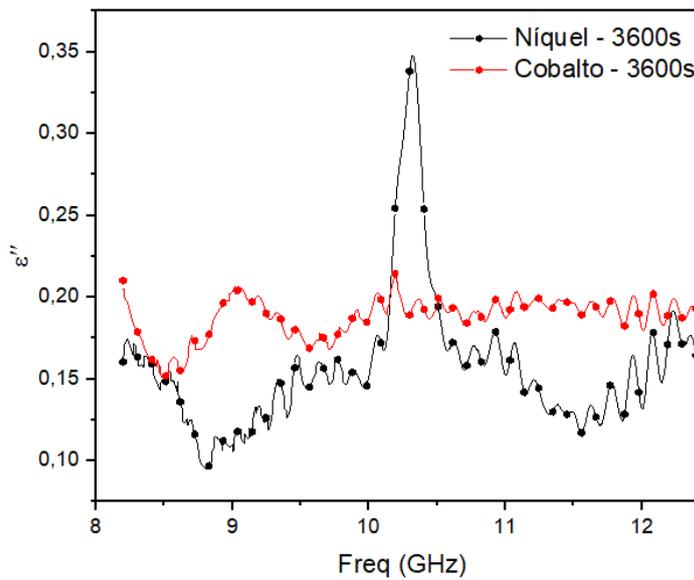
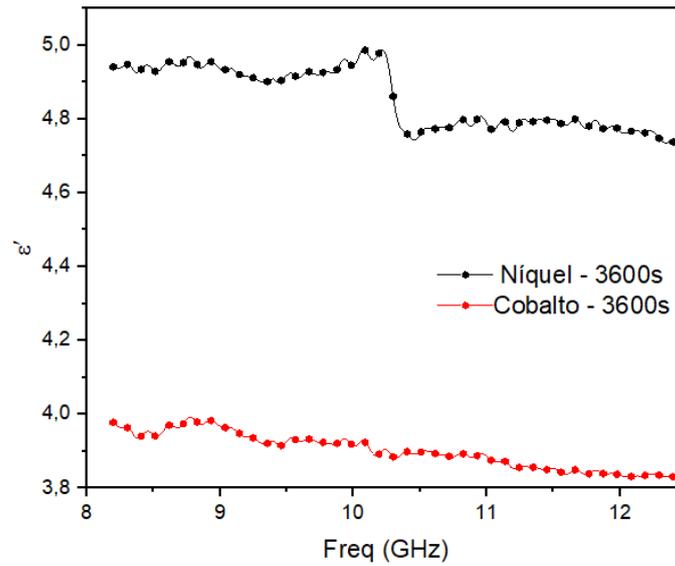
5.3.1 Permissividade elétrica complexa

Neste tópico serão demonstrados os resultados relativos a permissividade elétrica das amostras produzidas. O estudo deste tópico baseia-se na análise das variações da permissividade elétrica complexa em função das componentes, ϵ' e ϵ'' .

5.3.1.1 Amostras obtidas por *Electroless*

Na Figura 5.4, identifica-se a variação do comportamento da permissividade elétrica com o respectivo metal. Os valores da parcela do ϵ' (efeito capacitivo) são e aproximadamente 4,0 e 4,9 para os filmes de Níquel e Cobalto, respectivamente. Os valores da parcela do ϵ'' (efeito dissipativo) são de aproximadamente 0,2, foi identificado um pico de ressonância torno de 10 à 11 GHz para a amostra FCA/Ni.

Figura 5.7 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em peso de 99,5% Silicone – 0,5% compósito, com 2,0 mm de espessura.



Fonte: Produção do autor.

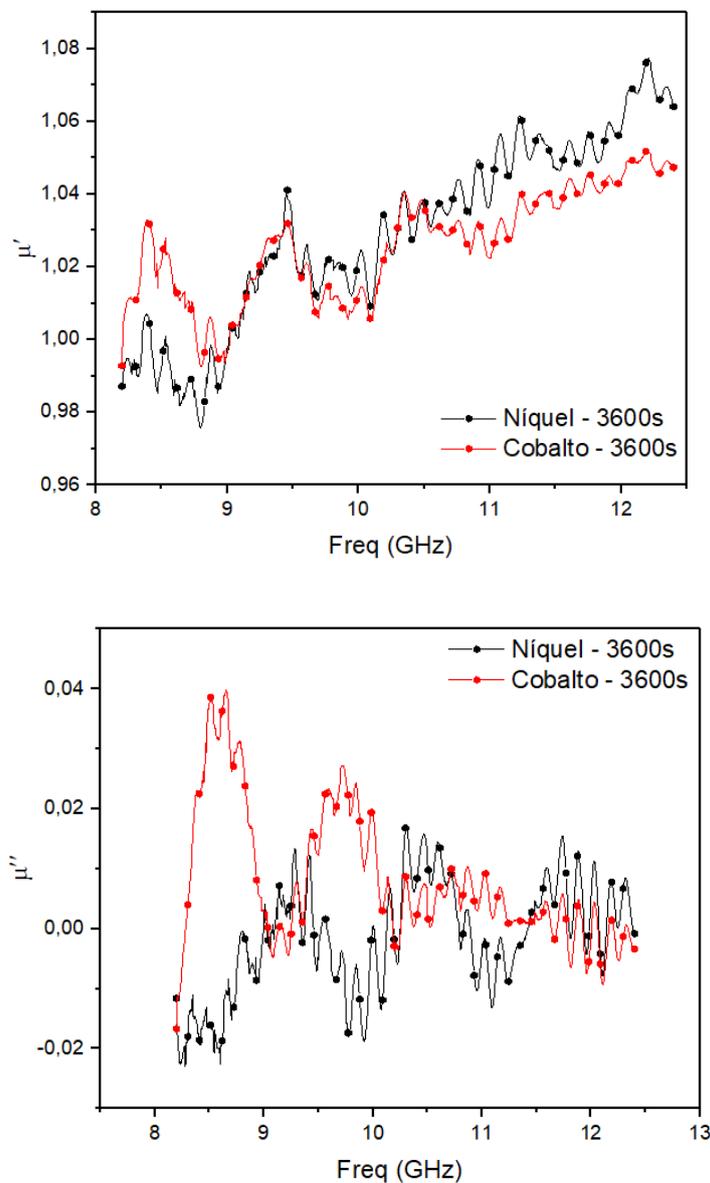
5.3.2 Permeabilidade magnética complexa μ' e μ''

Neste tópico do capítulo serão demonstrados os resultados relativos a permeabilidade magnética das amostras produzidas. O estudo deste tópico baseia-se na análise das variações da permissividade magnética complexa em função das componentes, μ' e μ'' .

5.3.2.1 Amostras obtidas por *Electroless*

Na Figura 5.5, identifica-se a variação da permissividade magnética das amostras. Os valores da parcela do μ' (efeito capacitivo) são de e aproximadamente 1,0 para ambas, não havendo aumento significativo em módulo com o aumento da frequência. Os valores da parcela do μ'' (efeito dissipativo) variaram de -0,02 a 0,04.

Figura 5.8 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 99,5% Silicone – 0,5% compósito, com 2,0 mm de espessura.

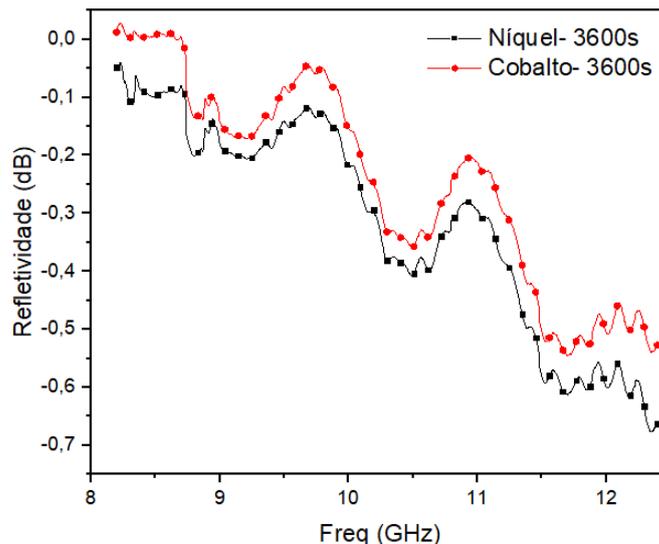


Fonte: Produção do autor.

5.3.3 Refletividade

Neste tópico do capítulo serão demonstrados os resultados relativos a refletividade. A relação entre a taxa de reflexão e absorção das amostras se dá a partir da Equação 3.1 citada anteriormente.

Figura 5.9 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 99,5% Silicone – 0,5% compósito, com 2,0 mm de espessura.



Na Figuras 5.9, é possível analisar taxa de atenuação por absorção de cada amostra. Ambas obtiveram comportamento semelhante, em torno de -0,1 a -0,7 decibel. Estes valores ainda são considerados baixos, baseando-se na literatura, onde há materiais que alcançam até -30dB [13].

6 CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS

O compósito à base silicone e fibra de carbono com filme metálico apresentou desempenho interessante quanto a análise de suas propriedades de permissividade elétrica complexa e permeabilidade magnética complexa. Para todas as amostras produzidas em diferentes tempos verificou-se o aumento da eficiência com filmes mais espessos. Sendo assim, amostras com maior tempo de deposição permite um melhor desempenho na faixa de frequência de 8,2 a 12,4 GHz visando aplicação em MARE.

Em vista aos resultados obtidos, seria de suma importância a continuidade deste projeto com variação de concentração, espessura, e um estudo mais aprofundado dos parâmetros para obtenção dos filmes visando um aumento da taxa de atenuação obtida neste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução**. 5ª. edição. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A, 2002, 589p.
- [2] L. Mikhailovski, et al. International Conference on Currentless SpinElectronics, Firsanovka. **Hexaferrites for radioabsorbing materials**. Rússia: Moscow Power Engineering Insitute, vol. 6, p. 3, 1997.
- [3] Drible no radar, Revista Pesquisa Fapesp, vol. 93, p. 72, 2003.
- [4] LUBIN, G. **Handbook of Composites**. — Ed Van Nostrand Reinhold, Nova York, 1982.
- [5] PIEROZYNSKI, B. **Electrodeposition of nickel onto 12K carbon fibre tow in a continuous manner**. Croatica Chemica Acta, v. 85, n. 1, p. 1-8, 2012.
- [6] LIU, Ying et al. **Preparation and properties of cobalt oxides coated carbon fibers as microwave-absorbing materials**. Applied Surface Science, v. 257, n. 17, p. 7678-7683, 2011.
- [7] Madehow .**How Products Are Made: Carbon Fiber**. 2012. Disponível em: <http://www.madehow.com/Volume-4/Carbon-Fiber>. Acesso em 15 de julho de 2018.
- [8] MORGAN, Peter. **Carbon fibers and their composites**. CRC press, 2005.
- [9] BARD, A. J.; FAULKNER, L. R. **Electrochemical methods: fundamentals and applications**. 2. ed. New York: Wiley, 2000. 864 p. ISBN-10: 0471043729.
- [10] ERB, U.; AUST, K. T.; PALUMBO, G. **Electrodeposited nanocrystalline metals, alloys, and composites**. In: KOCH, C. C. (Org.). Nanostructured materials. 2. ed. Norwich, NY: William Andrew Publishing, 2007. Cap. 6, p.235-292.
- [11] LOU, H. H.; HUANG, Y. Electroplating. In: LEE, S. (Ed.). **Encyclopedia of chemical processing**. Boca Raton, FL: CRC Press, 2005. p. 839–848.
- [12] LAVERGHETA, T. S. **Modern microwave measurements and techniques**. Norwood: Artech House, 1988

[13] AMARAL, A. M. Jr; **Obtenção e caracterização de compósitos a base de fibra de carbono e fibra de carbono ativada aplicados a materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de 8,2 à 12,4 GHz (Banda-X)**; thesis; INPE-SJC, 2018.