

AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA IRRADIAÇÃO POR FEIXE DE ELÉTRONS COM ALTAS DOSES EM FIBRA DE POLIACRILONITRILA

Clarissa Povia Zelinschi de Arruda e Claudia Giovedi
Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo - CTMSP

INTRODUÇÃO

Fibra de carbono e seus respectivos materiais compósitos são utilizados na área nuclear para a fabricação das máquinas rotativas para separação isotópica.

Fibras de carbono utilizadas para fins estruturais devem ser obtidas a partir de fibras precursoras de poliácrlonitrila (PAN). A metodologia tradicional para a produção de fibra de carbono a partir de fibras PAN consiste no tratamento térmico [1]. No entanto, a literatura cita a irradiação como uma metodologia alternativa visando à melhoria das propriedades de fibras PAN precursoras de fibra de carbono [2].

A interação da radiação ionizante com os materiais poliméricos promove basicamente dois processos [3]: a reticulação, isto é, a formação de estruturas tridimensionais resultantes de ligações cruzadas entre as cadeias moleculares, e a degradação, que consiste na quebra das cadeias poliméricas, com a conseqüente destruição da estrutura molecular. Embora estes efeitos ocorram simultaneamente, a predominância de um deles dependerá da estrutura do material, da dose utilizada e das condições gerais de irradiação [4].

As modificações induzidas pela radiação em materiais poliméricos podem ser avaliadas por diferentes metodologias, dentre as quais merecem destaque as técnicas de análise térmica, em particular, a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), a partir da qual é possível, utilizando metodologia adequada, obter parâmetros cinéticos [5].

OBJETIVO

Avaliar os efeitos induzidos pela irradiação por feixe de elétrons com altas doses nas

propriedades de fibra PAN importada precursora de fibra de carbono.

METODOLOGIA

As amostras analisadas consistiam em fibra PAN comercial importada.

A irradiação das amostras foi realizada nas instalações do Centro de Tecnologia das Radiações (CTR) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) utilizando um acelerador de elétrons *Dynamitron Electron Accelerator* modelo JOB-188, cuja tensão varia de 0,5 MeV a 1,5 MeV. As amostras foram irradiadas em ar aplicando-se as seguintes doses: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 e 2,0 MGy.

As amostras de fibras não irradiada e irradiadas com diferentes doses foram caracterizadas utilizando as seguintes técnicas: Espectrometria de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), DSC e TG.

As curvas FTIR foram obtidas para as amostras na forma de pastilhas de KBr utilizando um Espectrômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier da marca Thermo-Nicolet, modelo 4700.

As curvas DSC foram obtidas utilizando um equipamento da marca Mettler-Toledo, modelo DSC 823^e. As condições de ensaio foram: massa de amostra de 3,5 mg; intervalo de temperatura de 25°C a 400°C; razão de aquecimento de 5°C min⁻¹; e atmosfera de N₂ UP com vazão de 50 mL min⁻¹.

As curvas TG foram obtidas utilizando um analisador termogravimétrico da marca Mettler-Toledo, modelo STDA 851^e. As condições de ensaio foram: massa de amostra de 5,0 mg; intervalo de temperatura de 30°C a 1500°C; razão de aquecimento de 10°C min⁻¹; e atmosfera de N₂ UP com vazão de 50 mL min⁻¹.

O estudo cinético foi realizado a partir das curvas DSC obtidas em diferentes razões de aquecimento utilizando o programa *Model Free Kinetics* (MFK), o qual possui recursos que permitem realizar estudos de reações clássicas de ordem n, nos quais se considera que a energia de ativação é constante ao longo de toda a reação, ou de reações complexas, que ocorrem em diversas etapas simultâneas.

RESULTADOS

Após o processo de irradiação, observou-se uma mudança significativa na coloração das fibras e um encurtamento do material.

A comparação dos espectros de FTIR obtidos para as amostras sem irradiar e irradiadas com diferentes doses indica que os principais grupos funcionais presentes originalmente na amostra permanecem mesmo após a irradiação com a mais alta dose estudada.

Curvas DSC de amostras PAN apresentam um pico exotérmico entre 200 e 300°C dependendo da composição do polímero, do método de polimerização e da sua morfologia. As curvas DSC obtidas para as amostras irradiadas mostraram que o intervalo de ocorrência da exoterma se amplia (tem início em temperaturas mais baixas e acaba em temperaturas mais altas), ocorre o desdobramento do pico e o calor de reação diminui cerca de 10%.

As curvas TG mostraram que a fibra irradiada com 1,2 MGy inicia a perda de massa em temperatura inferior à da fibra não irradiada. No entanto, todas as curvas apresentam quatro eventos e ao final do experimento a fibra não irradiada perde cerca de 4% mais massa que a fibra irradiada com 1,2 MGy.

O estudo cinético evidenciou uma tendência de diminuição do tempo necessário para atingir um mesmo grau de conversão à medida que aumenta a dose de irradiação.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos confirmaram o fato de a fibra PAN ser afetada pelo processo de

irradiação com feixe de elétrons e as maiores alterações serem observadas ao utilizar doses de até 0,4 MGy. Para doses superiores a esta o efeito produzido no material é menos sentido.

Tais resultados indicam a formação de novas espécies que reagem em condições diferentes daquelas observadas para o material sem irradiar. Estes dados representam uma importante ferramenta na otimização das condições de tratamento por irradiação das fibras PAN.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] C. R. Thomas, *Essentials of Carbon-carbon Composites*, The Royal Society of Chemistry, Cambridge (1993), p. 37-66.
- [2] E. A. Turi, *Thermal Characterization of Polymeric Materials*, Academic Press, Orlando (1981), p. 776-779.
- [3] C. E. Hoyle e J. F. Kinstle, *Radiation Curing of Polymeric Materials*, ACS Symposium Series, American Chemical Society, Washington (1990), p. 19-23.
- [4] R. L. Clough, *Nuclear Instruments and Methods in Physical Research B*, 185 (2001) p.8-13.
- [5] P. J. Haines, *Thermal Methods of Analysis: Principles, Applications and Problems*, Blackie Academic & Professional, London (1995).

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq