

RESUMO

Com este trabalho pretendeu-se produzir e caracterizar fibras de obtidas em fase gasosa a partir de mistura de metano e hidrogénio, segundo o método utilizado no Laboratório de Catálise e Materiais da FEUP. Utilizaram-se substratos de Grafoil® para produzir fibras curtas, e uma rede metálica para produzir fibras longas. Produziram-se fibras com tempos de espessamento de 0, 3, 15, 30, 60 e 120 min. A caracterização morfológica e a determinação da distribuição de diâmetros das fibras curtas fez-se utilizando a técnica SEM. A identificação e quantificação dos grupos funcionais superficiais (e determinação da razão O/C) foi feita por XPS. Para a avaliação das propriedades mecânicas realizaram-se ensaios de tracção, segundo a norma ASTM D3379-89. Finalmente, realizaram-se ensaios de difracção de raios X para avaliar o grau de grafitação das fibras.

Todas as fibras apresentam uma estrutura interna em “tronco de árvore”, formada por de anéis concêntricos de carbono pirolítico depositado por CVD, e uma superfície lisa homogénea. Obtiveram-se fibras “cilindros perfeitos”, “cilindros quase-perfeitos” e “crenuladas” e algumas ramificadas. No geral, as fibras produzidas no substrato de Grafoil® são mais finas e mais curtas do que as produzidas na rede de aço. Para um dado tempo de exposição das fibras, as fibras curtas (produzidas no substrato) apresentam diferentes valores de diâmetro (considerando o mesmo procedimento) porque dificilmente se consegue garantir que a pulverização do precursor seja sempre igual. O diâmetro médio das fibras aumenta com o tempo de espessamento, pois quanto maior a exposição à mistura reaccional mais camadas de carbono pirolítico se vão formando. A partir da análise de XPS determinaram-se as razões O_{tot}/C_{tot} , cujos valores são algo dispersos. Para tempos de espessamento baixos, a razão O_{tot}/C_{tot} aumenta com o tempo. A tensão de ruptura diminui quando o tempo de espessamento aumenta (para fibras com o mesmo valor de diâmetro), de uma forma não linear. A fractura sob tracção destas fibras é do tipo “espada na bainha”, na qual os anéis concêntricos deslizam uns dentro dos outros como a lente de um telescópio. Os valores de d_{002} situam-se entre 0,3509 nm e 0,3481 nm, para as fibras curtas com 0 e 120 min de espessamento, respectivamente, decrescendo entre estes dois valores. No caso das fibras longas verifica-se a mesma tendência. As fibras produzidas com tempo de espessamento de 0 min também apresentam uma estrutura com anéis concêntricos de carbono pirolítico, podendo-se concluir que ocorreu algum espessamento durante a etapa de crescimento dos filamentos de carbono iniciais.

ABSTRACT

With this work we tried to produce and characterise vapour-grown carbon fibres, using a reactional mixture of 30 % CH₄ / 70 % H₂, by the method used at the Laboratório de Catálise e Material, FEUP. The substrates used were Grafoil®, to produce short fibres, and a metallic grid, to produce long fibres. The VGCF were produced with thickening times of 0, 3, 15, 30, 60 and 120 min. SEM was used for the morphological characterization and the determination of the diameter distribution of the short fibres. The identification and quantification of the surface functional groups were made by XPS. The mechanical properties were evaluated by tensile strength tests, following the ASTM D3379-89 standard. Finally, X-Ray diffraction tests were performed to evaluate the graphitic ordering of the fibres.

All fibres show an internal “tree-trunk” structure, formed by concentric rings of pyrolytic carbon deposited by CVD, as well as a homogeneous surface. The shapes of the obtained fibres are “perfect cylinder”, “quasi-perfect cylinder” and “crenulated”, and some of them show some degree of branching. The fibres produced on the Grafoil® substrate are thinner and shorter than those produced on the grid. For a given thickening time, the short fibres show different diameters because it is difficult to obtain always the same degree of pulverisation of the precursor. The mean diameter of the fibres increases with the thickening time. The values of the ratio O_{tot}/C_{tot} are somewhat disperse. For low thickening times, this ratio increases with increasing time. The tensile strength decreases in a non-linear way as the thickening time increases (for fibres with the same diameter). The fibres fail in a “sword in sheath” fracture, the consecutive concentric rings telescoping. The interlayer distances, d_{002} , vary between 0,3509 nm and 0,3481 nm, for short fibres with thickening times of 0 and 120 min, respectively, decreasing between these two values. For the long fibres the results were similar. The fibres of 0 min thickening time show concentric pyrolytic carbon rings, which seems to indicate that there was some thickening of the fibre during the catalytic stage.