


**unesp**  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**  
**CAMPUS DE GUARATINGUETÁ**

**DANIEL MOLINA GIL**

**OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS NANOESTRUTURADOS DE  
PSU/FERROCARBONILA A PARTIR DO PROCESSO DE ELETROFIAÇÃO**

Guaratinguetá - SP  
2016

**DANIEL MOLINA GIL**

**OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS NANOESTRUTURADOS DE  
PSU/FERROCARBONILA A PARTIR DO PROCESSO DE ELETROFIAÇÃO**

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho  
Coorientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr. Lília Müller Guerrini

Guaratinguetá-SP  
2016

Gil, Daniel Molina  
G463o Obtenção de compositos nanoestruturados de PSU/Ferrocbonila a partir do processo de eletrofição / Daniel Molina Gil – Guaratinguetá, 2016.  
83 f. : il.  
Bibliografia: f. 78-82

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016.  
Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

1. Eletrofição. 2. Materiais nanoestruturados. 3. Ferro. I.Título


CDU 620.1


DANIEL MOLINA GIL

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO  
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE  
"GRADUADO EM ENG DE MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE GRADUAÇÃO EM NOME  
DO CURSO

BANCA EXAMINADORA:

  
Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho  
Orientador/UNESP-FEG

  
Prof. MSc. Daniel Consoli Silveira  
UNESP-FEG

  
Prof. Dr. Bruno Ribeiro  
UNESP-FEG

Setembro 2016

## **DADOS CURRICULARES**

**DANIEL MOLINA GIL**

**NASCIMENTO** 12.03.1993 – Araraquara / SP

**FILIAÇÃO** João Luis Molina Gil  
Maria Valeria Ramponi Molina

**2011/2016** Curso de Graduação  
Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” UNESP /FEG

## **DEDICATÓRIA**

Aos meus pais João Luís e Maria Valeria que abriram mão de muito de seus desejos e sonhos para que eu pudesse viver o meu.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus amigos de infância *Lucas, Sidinei, Diego e Almir* que me acompanham desde criança, sempre acreditaram em mim e me deram a força necessária para sempre seguir em frente.

Aos meus amigos e companheiros *Turco, Net, Finazi, Termo, Linguí, Fruta, Pic e Coitado* por toda a amizade, apoio e confiança que me forneceram sempre que necessário, tendo a plena certeza que essas são as pessoas mais inconvenientes desrespeitosas e idiotas quem um dia irei conhecer.

A todos os integrantes da Republica Amoribunda, em especial ao *Bongô*, que se tornaram minha segunda família durante todos esses anos na faculdade, me ensinaram valores que jamais esquecerei em toda minha vida, e vivenciaram comigo as melhores experiências de minha vida.

A todos os meus companheiros de classe durante a faculdade, em especial a *Daniela* e a *Mancada*, no qual tive o prazer de dividir a sala nos momentos de alegria e de exame durante minha graduação.

Ao meu irmão *Rafael* presente em todos os momentos da minha vida, sempre sendo uma âncora, mesmo nos momentos mais difíceis.

Aos meus pais e familiares que me forneceram tudo o necessário para que pudesse ter condições de chegar até aqui.

## EPÍGRAFE

*“Siga o caminho arriscado do pensador independente. Exponha suas ideias aos perigos da controvérsia. Diga o que você pensa e tenha menos receio do rótulo de louco do que do estigma da conformidade. E, nos assuntos que são importantes para você, levante-se e faça-se ouvir, a qualquer custo.”*

Thomas J. Watson

## RESUMO

Materiais nanoestruturados vêm sendo estudados e desenvolvidos cada vez mais para serem aplicados no setor aeroespacial. Dentre os diversos processos disponíveis com grande potencial de crescimento para a obtenção de compósitos nanoestruturados, destaca-se a eletrofiação, pois este tem a vantagem de obter fibras de tamanhos nanométricos, aumentando, de forma significativa, diversas propriedades tais como: resistência mecânica; flexibilidade da funcionalidade das superfícies (que em outras palavras pode ser descrito como a síntese de outro polímero em cima do material eletrofiado, ou ainda a possível adição de grupos funcionais ao material eletrofiado) e razão de aspecto (comprimento/diâmetro). Este consiste em um processo onde são produzidas mantas constituídas por nanofibras a partir da aplicação de um campo elétrico na solução polimérica, permitindo a obtenção de uma grande variedade de materiais, com diversas aplicações, podendo até mesmo ser utilizado como material absorvedor de radiação eletromagnética. Os materiais conhecidos como MARE (Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética) são assim chamados por possuírem propriedades que lhes permitem a troca de energia da radiação eletromagnética incidente pela energia térmica. Desta forma, este trabalho de graduação visa estudar a influência dos parâmetros de processamento via eletrofiação (concentração, distância de trabalho e tensão) combinados com um aditivo ferromagnético, na produção de nanofibras para aplicação como materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE). As mantas foram produzidas por eletrofiação utilizando como solução o N-Ndimetil-acetamina (PSU/DMAc), e esta mesma solução com ferrocarbonila. As mantas foram caracterizadas quanto ao comportamento térmico (DSC e TGA), morfologia (MEV), reologia, e resistividade elétrica e refletividade, sendo este último analisado na faixa de micro-ondas entre 1-30 GHz. Os parâmetros de processamento que influenciam o resultado final do material foram mapeados, chegando-se a um conjunto de parâmetros ótimos, possibilitando a melhor rota de processo para os materiais e equipamentos presentes no trabalho. O material final processado não apresentou características absorvedores independentemente da porcentagem de aditivo usado neste estudo.

**PALAVRAS – CHAVES:** Eletrofiação. N-Ndimetil-acetamina. Comportamento térmico, Nanofibras. Compósitos nanoestruturados, MARE.

## ABSTRACT

Nanostructured materials have been studied and developed increasingly to be applied in the aerospace sector.. Among the various processes available with great growth potential for obtaining nanostructured composites, stands out electrospinning, which has the advantage of obtaining nanometric sizes fibers, increasing significantly, various properties such as mechanical strength; flexibility of functionality of areas (which in another words can be described as the synthesis of another polymer upon electrospinning material, or the possible addition of functional groups to the electrospinning material) and aspect ratio (length /diameter). This is a process where blankets are produced consisting of nanofibres from the application of an electric field in the polymer solution, allowing to obtain a wide range of materials with various applications, and can even be used as the absorbing material of electromagnetic radiation. The materials known as MARE (Electromagnetic Radiation Absorbing Material) are named in this way because it have properties that allow them to exchange energy of the incident electromagnetic radiation by heat energy. Thus, this graduate work aims to study the influence of processing parameters through electrospinning (concentration, working distance and voltage) combined with a ferromagnetic additive in the production of nanofibers in order to be apply as absorbing materials of electromagnetic radiation (RAW). The blankets were produced by electrospinning using as solution N-Ndimetil-acetamina (PSU / DMAc), and this same solution with ferrocarbonila. The blankets were characterized by thermal behavior (DSC and TGA), morphology (RAW), rheology, electric resistivity and reflectivity, being the last parameter analyzed in the microwave range between 1-30 GHz. The processing parameters that influence the final result of the material were mapped, coming to conclusion of optimal parameters, enabling the best process route for the materials and equipment present in the work. The final processed material did not show absorbing characteristics regardless of the percentage of additive used in processing.

**KEYWORDS:** Electrospinning. N-N-Dimethyl-acetamide. Thermal behavior. Nanofibers. Nanostructured composites. MARE.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Fluxograma de atividades. – Ilustração do funcionamento de um compósito dotado de tecnologia MARE .....	18
Figura 2 – Ilustração do funcionamento de um compósito dotado de tecnologia MARE .....	23
Figura 3 – Pirâmide de Polímeros. ....	24
Figura 4 – Formula estrutural da unidades de repetição da Polissulfona. ....	26
Figura 5 – Formula química estrutural do DMAc. ....	28
Figura 6 – Representação tridimensional do modelo barra e bola da Ferropentacarbonila Fe(CO) <sub>5</sub> (vermelho - oxigênio, preto - carbono e roxo – ferro) [WIKIPEDIA, 2007a]. .....	29
Figura 7 – Estrutura física (a) e química (b) da ferrocarbonila. (a) seção transversal mostrando a estrutura tipo cebola. (b) regiões compostas de Fe- $\alpha$ (magnéticas e condutoras) e regiões dispostas radialmente compostas de FexN e FexC (não magnéticas e não condutoras) [NOHARA, 2002]. ....	30
Figura 8 - Processo de produção do Ferrocarbonila .....	31
Figura 9 – Sistema de Eletrofição .....	33
Figura 10 – Jato eletrofiado .....	34
Figura 11 – Representação de um analisador vetorial de redes e parâmetros S considerando duas portas ativas .....	37
Figura 12 – Polissulfona em pellets .....	38
Figura 13 – Ferrocarbonila em pó utilizada neste trabalho .....	39
Figura 14 – Microscopia de Varredura eletrônica PSU/Ferrocarbonila .....	39
Figura 15 – Equipamento de Eletrofição .....	40
Figura 16 – Ponteira ultrassônica .....	43
Figura 17 – Microscópio de Varredura Eletrônica .....	44
Figura 18 – Aparelhos e dispositivos utilizados na caracterização eletromagnética: (a) analisador vetorial de redes; (b) guia de ondas e adaptadores; (c) porta-amostra retangular .....	45
Figura 19 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 8%, 15Kv, 15cm, 200x; (b) 8%, 15Kv, 15cm, 3000x. ....	46

Figura 20 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 12%, 10Kv, 15cm, 200x; (b) 12%, 10Kv, 15cm, 3000x .....	47
Figura 21 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 20%, 10Kv, 15cm, 200x; (b) 20%, 10Kv, 15cm, 3000x .....	47
Figura 22 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 20Kv, 5cm, 500x; (b) 26%, 20Kv, 5cm, 3000x .....	48
Figura 23 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 15Kv, 5cm, 500x; (b) 26%, 15Kv, 5cm, 3000x .....	49
Figura 24 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 20Kv, 10cm, 500x; (b) 26%, 20Kv, 10cm, 3000x .....	49
Figura 25 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 18Kv, 10cm, 500x; (b) 26%, 18Kv, 10cm, 3000x .....	50
Figura 26 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 15Kv, 15cm, 500x; (b) 26%, 15Kv, 15cm, 3000x .....	50
Figura 27 – Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 20Kv, 15cm, 500x; (b) 26%, 20Kv, 15cm, 3000x .....	51
Figura 28 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 15Kv, 5cm, 200x; (b) 28%, 15Kv, 5cm, 3000x .....	52
Figura 29 Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 15Kv, 10cm, 500x; (b) 28%, 15Kv, 10cm, 3000x .....	52
Figura 30 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 15Kv, 15cm, 500x; (b) 28%, 15Kv, 15cm, 3000x .....	53
Figura 31 Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 18Kv, 5cm, 500x; (b) 28%, 18Kv, 5cm, 3000x .....	53
Figura 32 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 18Kv, 10cm, 500x; (b) 28%, 18Kv, 10cm, 3000x .....	54
Figura 33 - Figura 35 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 18Kv, 15cm, 500x; (b) 28%, 18Kv, 15cm, 3000x .....	54
Figura 34 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 20Kv, 5cm, 500x; (b) 28%, 20Kv, 5cm, 3000x .....	55

Figura 35 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 20Kv, 10cm, 500x; (b) 28%, 20Kv, 10cm, 3000x .....	55
Figura 36 Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: 28%, 20Kv, 10cm, (500x, 3000x e 1000x .....	57
Figura 37 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 2% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x .....	59
Figura 38 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 3% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x .....	61
Figura 39 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 5% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x .....	61
Figura 40 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 8% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x .....	62
Figura 41 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 11% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x .....	63
Figura 42 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 13% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x .....	64
Figura 43 - Manta eletrofiada retirada do papel alumínio. ....	66
Figura 44 – Corpo de prova final utilizado para o ensaio de Guia de Onda .....	66
Figura 45 – Material com 100% transmissibilidade.....	67
Figura 46 – Material 100% refletor .....	67
Figura 47 - Material com uma parcela de transmissibilidade e uma parcela refletora ....	68
Figura 48 – Material 100% absorvedor de radiação eletromagnética. ....	68
Figura 49 - Material com 100% de transmissibilidade.....	68
Figura 50 - Material parcialmente absorvedor.. ....	69
Figura 51 – Material 100% absorvedor .....	69
Figura 52 – Material com 3% de Ferrocabonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova .....	70

Figura 53 – Material com 3% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	70
Figura 54 – Material com 5% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	71
Figura 55 – Material com 5% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	71
Figura 56 – Material com 8% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	72
Figura 57 – Material com 8% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	72
Figura 58 – Material com 11% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	73
Figura 59 – Material com 11% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova.....	73
Figura 60 – Material com 13% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	74
Figura 61 – Material com 13% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova. ....	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades gerais da Polisulfona.....	26
Tabela 2 – Propriedades do DMAc.....	28
Tabela 3 – Porcentagem em massa de soluto e solvente na solução polimérica .....	41
Tabela 4 – Parâmetros de eletrofição .....	42
Tabela 5 – Parâmetros de eletrofição .....	65

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	16
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS. ....	16
1.2 OBJETIVOS .....	16
1.3 METODOLOGIA.....	17
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	20
2.1 NANOTECNOLOGIA E COMPÓSITOS POLIMÉRICOS NANOESTRUTURADOS .....	20
2.2 MATERIAIS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA .....	22
2.3 POLISULFONA (PSU).....	23
2.4 N-N-DIMETILACETAMIDA (DMAc).....	27
2.5 FERROCARBONILA .....	30
2.6 PROCESSO DE ELETROFIAÇÃO .....	31
2.7 GUIA DE ONDA .....	35
<b>3 MATERIAIS E METODOS</b> .....	38
3.1 MATERIAIS UTILIZADOS.....	38
3.2 OBTENÇÃO DA SOLUÇÃO DE POLISULFONA E N-N- DIMETILACETAMIDA (PSU/DMAc) .....	40
3.3 ELETROFIAÇÃO DAS MANTAS DE PSU/DMAc .....	41
3.4 ADIÇÃO DE FERROCARBONILA NA SOLUÇÃO POLIMÉRICA .....	43
3.5 MICROSCOPIA ELETRONICA DE VARREDURA (MEV) .....	43
3.6 GUIA DE ONDA. ....	44
<b>4 RESULTADOS E DISCUSÕES</b> .....	46
4.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOLOGICA .....	46
4.2 ADIÇÃO DE FERROCARBONILA E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO NANOESTRUTURADO .....	58
4.3 CARACTERIZAÇÃO DA ABSORÇÃO ELETROMAGNÉTICA.....	65

<b>5 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	<b>76</b>
5.1 CONCLUSÕES .....	76
<b>REFERÊNCIA BIBLIOGRAFICA</b> .....	<b>78</b>
<b>REFERÊNCIA CONSULTADA</b> .....	<b>83</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Os materiais nanoestruturados vêm ganhando grande visibilidade e notoriedade desde a última década, assim uma grande variedade de estudos e pesquisas, visando suas aplicações, vêm apresentando elevado crescimento e alto investimento por diversas instituições. A partir do entendimento e manipulação desta escala nanométrica é possível obter materiais de alto desempenho por meio do controle de propriedades intrínsecas como, por exemplo, térmicas, magnéticas, mecânicas e até mesmo quanto a sua coloração (APPARECIDO, 2015).

A obtenção de materiais nanoestruturados pode se dar por uma variedade de processos, que vem se desenvolvendo de forma contínua ao longo dos últimos anos. Atualmente, uma das técnicas utilizadas, tanto no meio científico quanto em empresas de alta tecnologia, para se obter este material é a partir da eletrofiação. A eletrofiação é um processo que consiste basicamente na aplicação de um potencial elétrico com tensões que podem variar dependendo do material eletrofiado (SATO, 2011). Este potencial pode ser aplicado em soluções poliméricas, ou diretamente no polímero em estado fundido, produzindo assim um aumento significativo na tensão superficial das partículas onde por consequência ocasiona um alongamento da partícula transformando-a em uma fibra de dimensão micro a até nanométrica.

As inúmeras aplicações das mantas produzidas a partir do processo de eletrofiação, podem ir deste a área médica, envolvendo pele artificial, liberação controlada de fármacos, membranas seletivas, elementos estruturais na formação de órgãos e tecidos, até compósitos reforçados com elementos estruturais e absorvedores de radiação eletromagnética aplicados a diversos setores como aeronáutico ou isolamento de comunicação de lugares estratégicos (APPARECIDO, 2015).

## 1.2 OBJETIVO

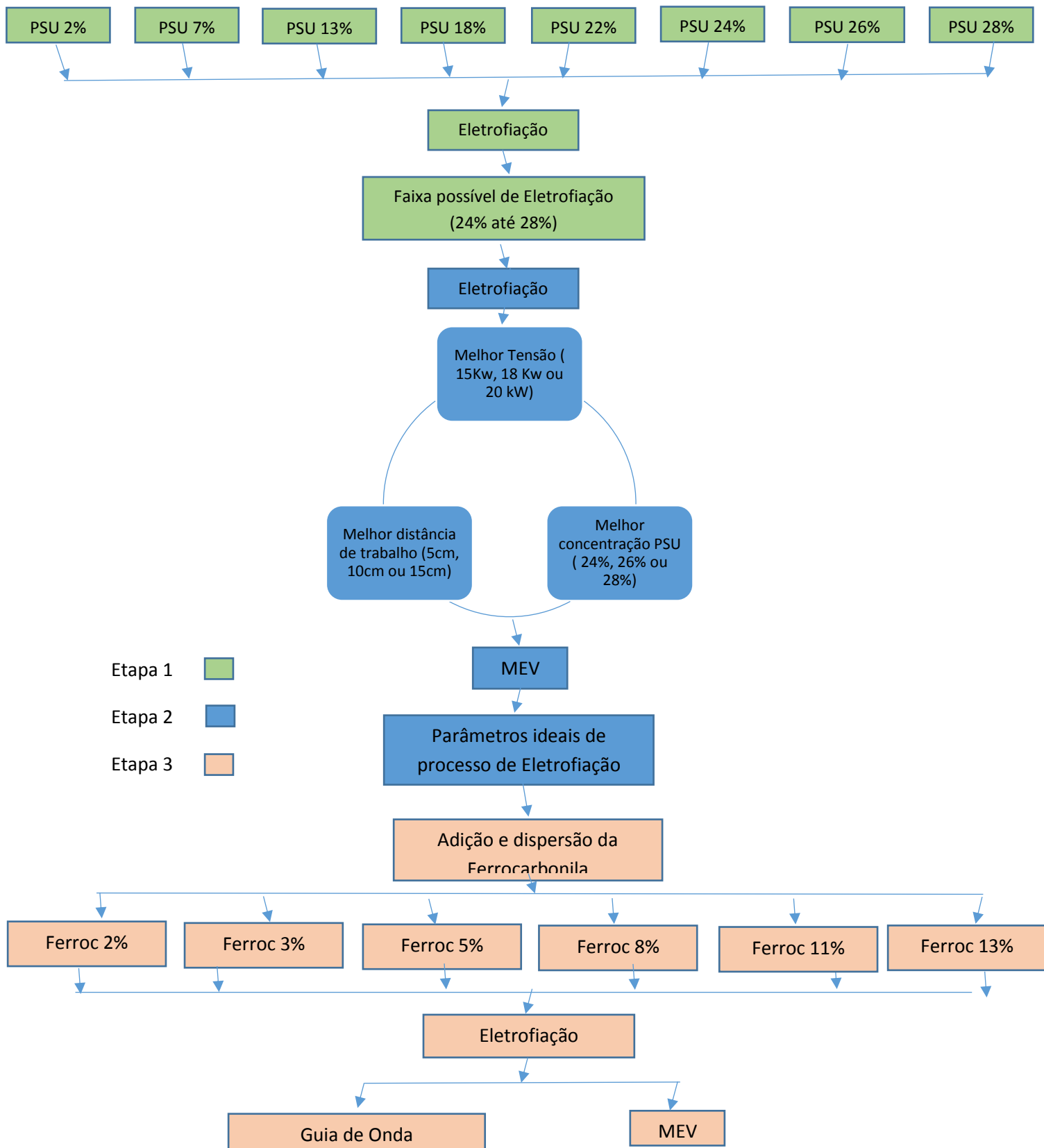
Este trabalho apresenta como objetivo principal a obtenção dos parâmetros de eletrofiação da Polisulfona (PSU), via solução polimérica, com ou sem a presença de um aditivo absorvedor de radiação eletromagnética. O presente trabalho também tem como objetivo determinar a influência do aditivo ferromagnético nas propriedades finais do compósito nanoestruturado. Para isso, serão utilizadas soluções de Polisulfona e N-N dimetil acetamina (PSU/DMAc) puras e reforçadas com ferrocobalita. Em ambos os casos, foram analisadas as seguintes condições de processamento: distância de trabalho; concentração da solução polimérica; tempo de exposição e tensão aplicada. Posteriormente, estes materiais foram avaliados a partir de ensaios de condutividade elétrica e de caracterização eletromagnética utilizando a porcentagem de Ferrocobalita

previamente definida para definir o comportamento do material frente a incidência de micro-ondas com frequências de 8,2 a 12,4 Ghz (Banda X).

### 1.3 METODOLOGIA

A Figura 1 apresenta o fluxograma com a metodologia utilizada neste trabalho, onde as porcentagens são referentes a massa total da solução

Figura 1 - Fluxograma de atividades



Fonte: (PRODUÇÃO DO AUTOR)

De acordo com a figura apresentada o trabalho foi dividido em três principais etapas. A primeira consiste, a partir de testes experimentais, em se conhecer qual a faixa possível de eletrofição da solução de Polisulfona em N-N-dimetilacetamina. Desta forma, a porcentagem em massa do polímero foi sendo aumentada gradativamente na solução, e eletrofiada, até atingir um mínimo necessário para que haja a formação de nanofibras, e um máximo onde ainda seja possível de ocorrer a produção da manta eletrofiada.

Após verificada qual a faixa possível de eletrofição, relação solvente *versus* soluto, deu-se início a segunda etapa, e mais teste experimentais no equipamento de eletrofição foram realizados com a finalidade de se descobrir qual a melhor relação existente entre os principais parâmetros de processo sendo estes: concentração de soluto em massa na solução; distância de trabalho (distância da ponta da agulha até o coletor) e voltagem aplicada. Todos estes parâmetros foram variados entre si, e após a análise realizada por microscopia eletrônica de varredura de todas as amostras eletrofiadas, a que apresentou melhor homogeneidade, melhor dispersão de fibras e presença mínima de defeitos foi a escolhida para a continuidade do trabalho.

A terceira etapa deste trabalho consistiu em adicionar ferrocarbonila em diferentes concentrações a solução escolhida na etapa anterior e analisar e comparar a influência deste aditivo em suas propriedades como absorvedores de radiação eletromagnética e quanto a sua condutividade elétrica.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

### 2.1 NANOTECNOLOGIA E COMPÓSITOS POLIMÉRICOS NANOESTRUTURADOS

Nanotecnologia pode ser entendida como a habilidade de manipular átomos e moléculas de forma individualmente com o objetivo de produzir materiais nanoestruturados e micro-objetos com aplicações no mundo real (MILLER, 2005 apud BASTOS, 2006). Diversos tipos de materiais podem ser estudados em nanoescala, exemplo disto são os polímeros, cerâmicas, metais, semicondutores, compósitos e biomateriais (DURAN, 2006).

Segundo Cimitile (2009) “Diferentemente de outras, esta não é uma tecnologia específica, mas todo um conjunto de técnicas, baseadas na Física, na Química, na Biologia, na Ciência e Engenharia de Materiais, e na Computação, que visam estender a capacidade humana de manipular a matéria até os limites do átomo”. Nanotecnologia, em outras palavras, não pode ser classificada apenas como algo unitário, mas sim como um conjunto de diferentes técnicas e teorias que juntos fornecem uma gama vasta de possibilidades no que se diz respeito a tecnologia.

Esta moderna tecnologia compreende um conjunto de técnicas, com aplicações potenciais na maioria dos setores industriais existentes na atualidade e com potencial de ajudar a criar novas indústrias, envolvendo a produção e aplicação em sistemas físicos, químicos e biológicos em escalas que variam de um átomo individual a moléculas de cerca de 100 nanômetros, assim como a integração das nanoestruturas resultantes em sistemas mais complexos (MILLER, JOHN.C, 2005 apud BASTOS, 2006)

A primeira citação a respeito da nanotecnologia ocorreu na palestra “There ‘ splenty of room at the bottom”, de Richard Feynman, ganhador de dois prêmios Nobel, na American Physical Society, em 29 de dezembro de 1959 (DURAN, 2006). Richard defendeu a hipótese de que não existe qualquer obstáculo teórico à construção de pequenos dispositivos compostos por elementos muito pequenos, no limite atômico, nem mesmo o princípio da incerteza. Ele nasceu no ano de 1918 e faleceu em 1988, poucos anos após a nanotecnologia ter sido difundida.

O esforço de Richard P. Feynman fez com que outros físicos alçassem voos mais altos e então no ano de 1974 o termo nanotecnologia foi utilizado pela primeira vez pelo professor Norio Taniguchi em um artigo cujo título era: “Sobre o conceito básico de nanotecnologia”, este artigo descreve as tecnologias que permitem a construção de objetos em uma escala de um nanômetro (BIELLO, 2008).

---

<sup>1</sup> MILLER, JOHN C., SERRATO, R., KUNDAHL, G. **The Handbook of Nanotechnology: Business, Policy and Intellectual Property Law**: First Edition. New Jersey: Wiley, 2005.

Na década de 80 a partir da publicação do livro "Engines of Creation" (*Motores da Criação*), tendo como autor Eric Drexler, houve a popularização do conceito de nanotecnologia. Hoje, essa tecnologia está presente em diversas áreas do conhecimento, tais como: medicina; eletrônica; ciência da computação; física; química; biologia; e engenharia dos materiais e promete revolucionar o futuro da humanidade (MARTINS, P.R, 2007).

O grande interesse por esses novos materiais surge uma vez que estes têm suas propriedades alteradas em escala nanométrica. Por isso a nanotecnologia está sendo considerada uma nova revolução da tecnologia dos materiais (PAUL, 2008).

As aplicações possíveis para nanotecnologia segundo Silva (2009) “Incluem: aumentar a capacidade de armazenamento e processamento de dados dos computadores; criar novos mecanismos para aplicação de medicamentos, mais seguros e menos prejudiciais ao paciente do que os atualmente disponíveis; e criar materiais mais leves e mais resistentes do que metais e plásticos, para prédios, automóveis e aeronaves”. Resta ainda, a possibilidade de economia de energia, proteção ao meio ambiente, e menor uso de matérias primas escassas como itens muito concretos nos desenvolvimentos em nanotecnologia que estão ocorrendo hoje com o desenvolvimento desta tecnologia. Evidente que com o passar dos anos, e do avanço tecnológico, as aplicações para esta tecnologia se alteram, e novas oportunidades de aplicação surgem e se desenvolvem, nas mais diferentes campos da ciência.

Compósitos poliméricos nanoestruturados constituem uma classe formada por híbridos de materiais orgânicos e inorgânicos, onde a fase inorgânica encontra-se dispersa em nível nanométrico em uma matriz polimérica (PAIVA et al., 2006 apud RIBEIRO, 2015). A inserção de partículas em escala nanométrica em matrizes poliméricas possibilita a esses materiais a obtenção de propriedades como baixa densidade, elevada resistência mecânica, excelentes condutividades elétrica e térmica, etc, direcionando suas aplicações a diversos setores industriais, tais como: espacial; aeronáutico; nuclear; médico; automobilístico; esportivo; eletrônico; químico e siderúrgico. No entanto, um dos grandes desafios no que se diz respeito a produção de tais nanoestruturas encontra-se relacionado à otimização da interface entre matriz (polímero) e reforço (partículas nanométricas) (FARAHANI et al., 2012; MA et al., 2010; SUN et al., 2010; TANG et al., 2012 apud RIBEIRO, 2015). Dentro deste contexto, a busca nos dias de hoje encontra-se na descoberta de métodos de preparação, caracterização e manipulação dessas nanoestruturas para um uso específico, como no caso da nanotecnologia associada aos materiais compósitos

---

1 PAIVA, L. B. DE; MORALES, A. R.; GUIMARÃES, T. R. **Propriedades mecânicas de nanocompósitos de polipropileno e montmorilonita organofílica**. *Polímeros*, São Carlos, v. 16, n. 2, p. 136–140, 2006.

2 FARAHANI, R. D.; DALIR, H.; BORGNE, V. LE; et al. **Reinforcing epoxy nanocomposites with functionalized carbon nanotubes via biotin–streptavidin interactions**. *Composites Science and Technology*, Amsterdam, v. 72, n. 12, p. 1387–1395, set. 2012.

3 RIBEIRO, B. **Obtenção e caracterização de compósitos nanoestruturados de Poli(sulfeto de Fenileno) reforçados com nanotubos de carbono.**, Guaratinguetá, p 19, 2015.

## 2.2 MATERIAIS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA

Materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE) têm recebido atenção crescente devido a intensificação do controle, normatização e regulamentação dos níveis de radiação eletromagnética espúria por parte de governos em todo mundo. Estes materiais geram também grande interesse na indústria de defesa, caracterizando o MARE como uma tecnologia tipicamente dual-use (dual-use se refere a qualquer tecnologia que pode satisfazer mais de um propósito, independentemente do momento, assim, tecnologias caras que de outra forma só serviriam a fins militares podem também ser usadas para beneficiar interesses comerciais civis). Como seria de se esperar para esta tecnologia, o acesso ao MARE é limitado pois este encontra-se intimamente ligado a área estratégica e militar. Por este motivo a literatura disponível não traz informações detalhadas sobre formulações e caracterizações eletromagnéticas de MARE (PEREIRA, 2007).

Esta específica e complexa classe de materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE), é denominada assim por possuir propriedades que lhe permite a troca de energia da radiação eletromagnética incidente pela energia térmica. Dentre os materiais utilizados, como centro absorvedores, destacam-se o negro de fumo, ferrocarbonila e as ferritas de micro-ondas (LEE, 1991).

Alguns setores tais como aeroespacial, telecomunicações e médico utilizam esses materiais, visando obter o controle do nível de radiação eletromagnética espúria dos equipamentos, sendo este tipo de ruído prejudicial ao meio ambiente, ao homem e a precisão de medidas experimentais na faixa de micro-ondas (PEREIRA; REZENDE; NOHARA, 2006; SILVIA, 2000). No setor militar as plataformas terrestres, aéreas e marítimas são revestidas com este material visando a não detecção por radares inimigos. No setor civil, a utilização deste material envolve, principalmente, o controle de interferência e compatibilidade eletromagnética (EMC/EMI – electromagnetic compatibility / electromagnetic interference), podendo ser citado como exemplos materiais aplicados no revestimento de aparelhos cardíacos como marcapasso (TAN; HINBERG; WADHWANI, 2006) e na área de telecomunicações os MARE utilizados em circuitos e elementos eletrônicos.

O desenvolvimento e a pesquisa deste material concentra-se principalmente em países como: Grã-Bretanha; Estados Unidos da América; Japão; Itália; França; Alemanha e Rússia. Porém segundo Nohara (2003), a Índia e o Brasil buscam a autonomia na tecnologia de obtenção de MARE, uma vez que o acesso a essas informações é restrito por se tratar de tecnologia “*stealth*” ou furtiva, de estratégia militar.

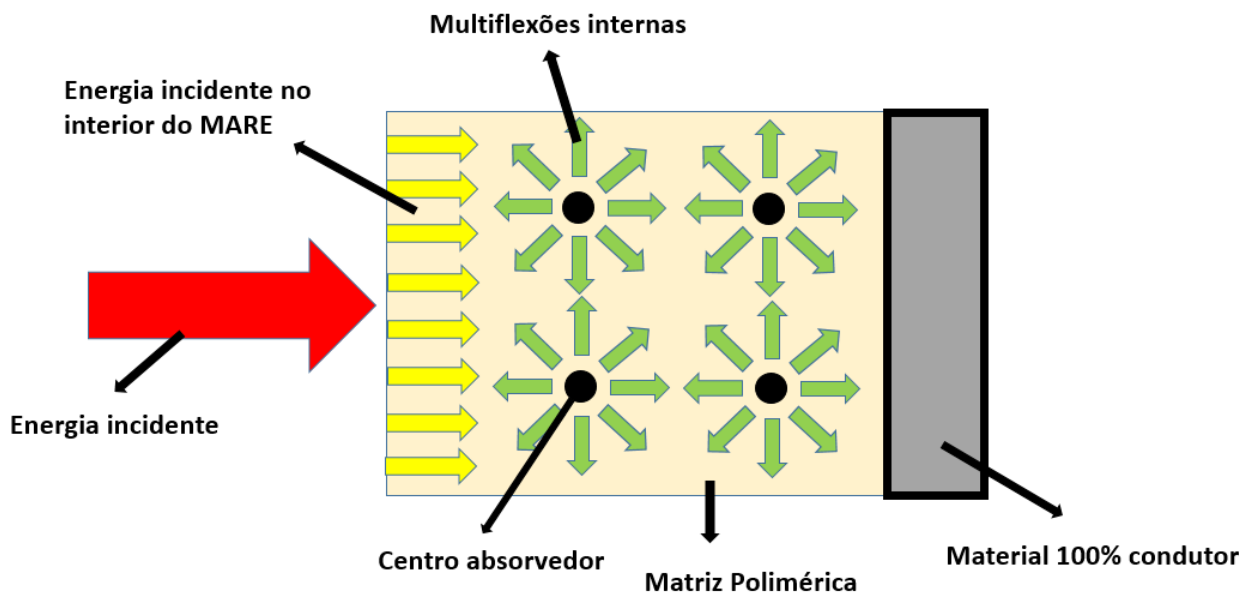
No Brasil, a tecnologia MARE, vem ganhando destaque cada vez maior, e estudos envolvendo esta tecnologia veem sendo desenvolvidos e estudados para as mais diversas aplicações e setores comerciais. Grande parte dos MARE processados se encontram na forma de compósitos, constituídos principalmente por uma matriz polimérica que tem como principal função, estrutural, fornecer ao material compósito final propriedades, mecânicas, inerentes dos polímeros, como; alta tenacidade, resistência mecânica e baixa densidade, juntamente com um reforço absorvedor de radiação eletromagnética,

encontrado quase sempre na forma de pequenas partículas, o que ajuda principalmente, em sua dispersão no matriz durante o processamento. ,

Os reforços absorvedores de radiação eletromagnéticas são subdivididos em dois grupos; os dielétricos e ferromagnéticos. Ambos se diferenciam no que se diz respeito aos mecanismos, químicos e físicos, de absorção de radiação eletromagnética, responsável por transformar a radiação incidente em energia térmica, impedindo a reflexão da radiação incidente. Independentemente de seus mecanismos, tanto os dielétricos quanto os ferromagnéticos podem desempenhar a função de absorvedores se processados corretamente.

A Figura 2 mostra, de forma esquemática, o funcionamento de absorção de um compósito de matriz polimérica e reforço absorvedor de radiação eletromagnética.

Figura 2 - Ilustração do funcionamento de um compósito com tecnologia MARE



Fonte: (Próprio do autor)

### 2.3 POLISULFONA (PSU)

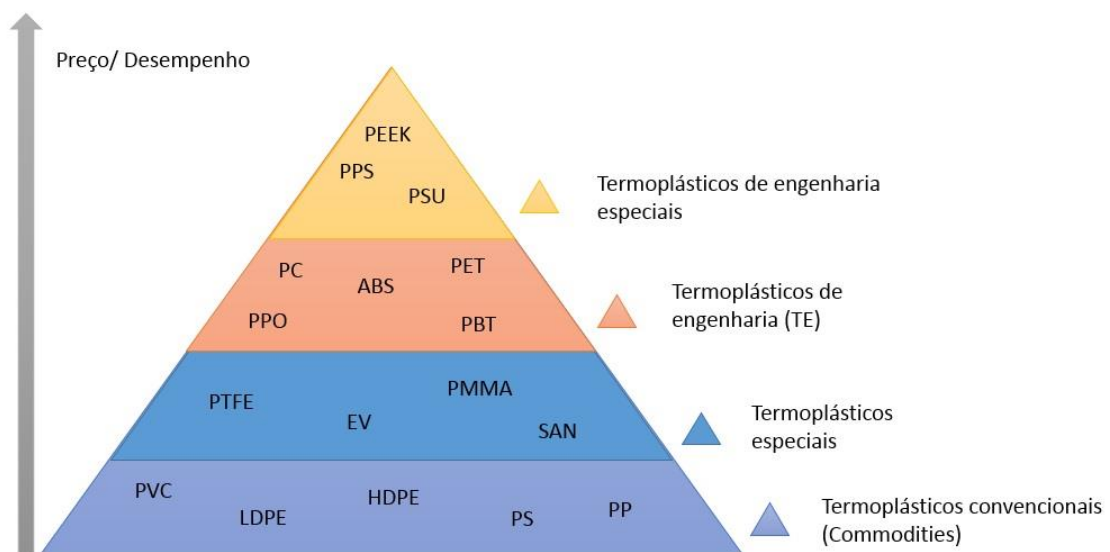
A palavra polímero origina-se do grego poli (muitos) e mero (unidade de repetição). Assim, um polímero é uma macromolécula composta por muitas (dezenas de milhares) unidades de repetição denominadas meros, ligadas por ligação covalente. A matéria prima para produção de um polímero é um monômero, isto é, uma molécula com uma (mono) unidade de repetição. (CANEVAROLO, 2003).

Os polímeros podem ser materiais orgânicos ou inorgânicos, naturais ou sintéticos. São classificados como termoplásticos, quando podem amolecer e fluir em presença de

elevadas temperaturas e pressão e quando são resfriados endurecem adquirindo o formato que lhe é imposto, sofrendo transformação química reversível. Já os termorrígidos são polímeros que com o aquecimento e/ou utilização de catalizador ou agente de cura sofrem o processo de cura, ou seja, uma transformação química irreversível (FELIPETTO, 2014)

Muito comumente na engenharia os polímeros são divididos em quatro principais grupos. Esses grupos levam em consideração o desempenho mecânico dos polímeros quando usados em um item ou peça, onde em sua grande maioria estão ligados diretamente com o custo de produção dos mesmos. A Figura 3 apresenta a pirâmide envolvendo os principais parâmetros de classificação para materiais poliméricos.

Figura 3 - Pirâmide de Polímeros



Fonte: (Produção do autor).

- i) Termoplásticos convencionais (Commodities): são polímeros de baixo custo, baixo nível de exigência mecânica, alta produção, facilidade de processamento, etc. A produção destes termoplásticos somados corresponde a aproximadamente 90% da produção total de polímeros do mundo. Como exemplos, podem ser citados as poliolefinas (LDPE, HDPE, PP), o poliestireno (PS) e o policloreto de vinila (PVC)(PORTO, 2013).
- ii) Termoplásticos especiais: são polímeros com um custo superior aos convencionais, mas com algumas características um pouco melhores. Nesta classe têm-se os copolímeros de etileno-acetato de vinila (EVA) e estireno-acrilonitrila (SAN) e os homopolímeros de politetrafluoro-etileno (PTFE) e polimetacrilato (PMMA). Em dois destes (PMMA e SAN), procura-se alta

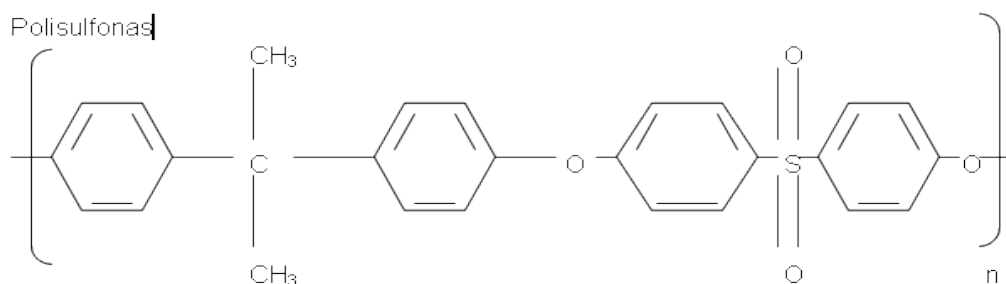
transparência e em outro (PTFE), alta estabilidade térmica e química (CARVALHO, 2007).

- iii) Termoplásticos de engenharia (TE): a confecção de peças de bom desempenho para aplicações em dispositivos mecânicos (engrenagens, peças técnicas para a indústria eletroeletrônica e automobilística, etc.) exige do polímero alta resistência mecânica, boa tenacidade e excelente estabilidade dimensional. Estas características podem ser observadas nos TE podendo-se citar como exemplos: as poliamidas (náilons em geral), os poliésteres termoplásticos (polietileno-tereftalato PET e polibutileno-tereftalato PBT), poliacetais (homopolímeros e copolímeros), policarbonato (PC), copolímero de estireno-butadieno-acrilonitrila (ABS) e polioxi-fenileno (PPO)(PORTO, 2013).
- iv) Termoplásticos de engenharia especiais: em aplicações em que alta temperatura é a exigência maior, são empregados polímeros com grande quantidade de anéis aromáticos na cadeia principal, a qual aumenta a estabilidade térmica para uso ininterrupto a temperaturas acima de 150°C. Como exemplos, têm-se polímeros contendo enxofre (polisulfonas PS e polisulfeto de fenileno PPS), poliimidas (poliimida-poliamida), alguns poliutermanos, poli(éter-éter-cetona) (PEEK) e polímeros de cristal líquido (CARVALHO, 2007).

As Polisulfonas (PSU e PPSU) descrevem famílias de termoplásticos amorfos e polares, na qual contém a subunidade aril-SO<sub>2</sub>-arilo, característica do grupo sulfona. Devido ao elevado custo das matérias-primas e processamento, as polisulfonas são usadas em aplicações de especialidade, e frequentemente são uma substituição superior para policarbonatos.

A unidade de repetição apresenta a fórmula estrutural representada na Figura 4 (EBEWELE, 1996).

Figura 4 - Fórmula estrutural da unidade de repetição da Polissulfona



Fonte: (SIGMA-ALDRICH, 2014).

Este é um termoplástico, semi transparente, possui excelente resistência a oxidação e a hidrólise além de alta resistência mecânica mesmo a elevadas temperaturas. O grupo sulfona confere um grau de hidrofobicidade a polissulfona, fato desta ser tão empregada em aplicações com fluxos contínuos de água quente ou vapor de água em temperaturas que podem chegar até 150°C (EBEWELE, 1996).

A polissulfona pode ser obtida a partir da reação de condensação do 4,4'-diclorofenil sulfona com o sal alcalino de bisfenol A, em solventes polares como, por exemplo, dimetilsulfóxido ou sulfolano. Este polímero pode ser sintetizado pela reação de Friedel-Crafts de cloreto sulfônico aromático usando ácidos de Lewis como catalisadores (CANEVAROLO, 2002; EBEWELE, 1996). A Tabela 1 apresenta as principais propriedades da Polissulfona.

Tabela 1 - Propriedades gerais da Polissulfona

Densidade	1,24 g/cm <sup>3</sup>
Constante dielétrica	3,14
Resistência a tração	70,3 MPa
Relação de atrito dinâmico (coef)	0,37
Elasticidade	2,6 GPa
Alongamento na ruptura	75%
Módulo de flexão	2,7 GPa
Temperatura de transição vítrea	185°C
Massa Molecular Média	22x10 <sup>3</sup>
Temperatura máxima de trabalho	160°C
Temperatura de deflexão térmica	175°C
Capacidade térmica específica	1000 J/Kg
Condutividade térmica a T amb	0,25 w/m
Absorção de água (após 24 horas)	0,22%

Fonte:(APARECIDO, 2015; <http://search.totalmateria.com/PlusMaterialDetails/MaterialDetailsContainer?vkKey=64059&group=Polymers&keyNum=1&type=2&hs=0>).

Uma das propriedades deste polímero é sua diversidade no que se diz respeito a solventes, sendo este solúvel em um grande número de solventes orgânicos e completamente solúvel em solventes polares apróticos. A solubilidade é maior nos solventes cujo parâmetro de solubilidade é bem próximo ao do polímero que se deseja dissolver. O parâmetro de solubilidade ( $\delta$ ) da PSU é de  $21,8 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$ , levando-se em conta o parâmetro de solubilidade, é possível chegar a conclusão que os melhores solventes para a polisulfona são: N-metil-2 pirrolidona (NMP); dimetilformamida (DFM); dimetilacetamida (DMAc) e o dimetilpropilnouréia (APPARECIDA, 2015 apud EBEWELE, 1996).

As PSU possuem elevada resistência aos mais diferentes tipos de fluidos como, por exemplo, ácidos, sais, gases e óleos. Esta classe de polímero podem ser processadas por diferentes processos no qual se destacam processos como extrusão e moldes por injeção, o que confere a PSU uma grande variedade de aplicações. São muito utilizadas na fabricação de membranas e resinas que são utilizadas na área médica e nos setores automotivo, aeroespacial, elétrico e eletrônico (EBEWELE<sup>1</sup>, 1996 apud APPARECIDO, 2015).

#### 2.4 N-N-DIMETILACETAMIDA (DMAc)

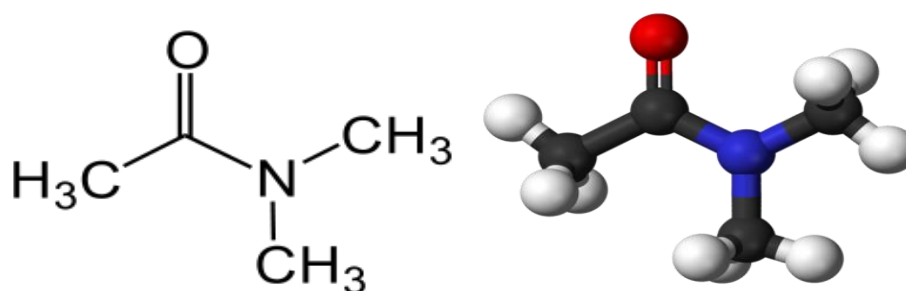
Os solventes podem ser classificados em diversas formas, mas são mais comumente classificados com relação a sua polaridade na qual se subdividem em polares e não polares. Os solventes polares são compostos, tal como a água, dimetilacetamida (DMAc) e a amônia líquida, que possuem momentos dipolares e conseqüentemente constantes dielétricas elevadas. Estes solventes são capazes de dissolver compostos iônicos ou compostos covalentes que se ionizam. Os solventes não polares são compostos, tal como o etoxietano e o benzeno, que não possuem momentos dipolares permanentes. Estes não dissolvem compostos iônicos mas dissolvem compostos covalentes não polares (<https://pt.wikipedia.org/wiki/Dimetilacetamida>).

A dimetilacetamida (DMAc) é o composto orgânico com a fórmula  $\text{CH}_3\text{C(O)N(CH}_3\text{)}_2$  conforme ilustrado na Figura 5. Este líquido incolor, miscível com água, com alto ponto de ebulição é comumente utilizado como um solvente polar em química orgânica. DMAc é miscível com a maioria dos outros solventes, embora seja pouco solúvel em hidrocarbonetos alifáticos.

---

<sup>1</sup>EBEWELE, R. O. **Polymer science and technology**. Florida: CRC Press LLC, 1997 apud

Figura 5 - Fórmula química estrutural do DMAc



Fonte (<https://pt.wikipedia.org/wiki/Dimetilacetamida>)

As principais propriedades do DMAc se encontram na Tabela 2;

Tabela 2 - Propriedades do DMAc

Propriedades	
Fórmula química	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> NO
Massa molar	87.11 g mol <sup>-1</sup>
Aparência	Líquido incolor com odor fraco de amônia
Densidade	0.94 g/cm <sup>3</sup>
Ponto de fusão	-20 °C, 253 K, -4 °F
Ponto de ebulição	164-166 °C
Viscosidade	1.956 cP @ 25 °C 1.279 cP @ 50 °C 0.896 cP @ 75 °C 0.661 cP @ 100 °C

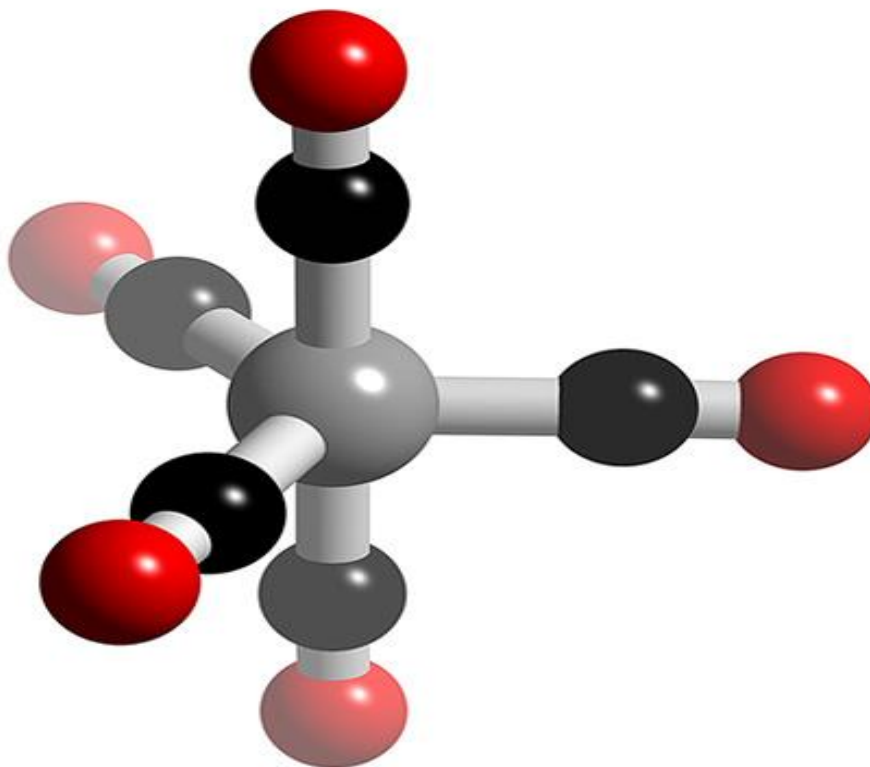
Fonte (<https://pt.wikipedia.org/wiki/Dimetilacetamida>).

Pode-se citar ainda como os principais riscos de uso desse solvente sua toxicidade associada a seu ponto de fulgor (70°C) e também ao seu ponto de autoignição (490°C).

## 2.5 FERROCARBONILA

A ferrocarbonila ou ferrocarbonilo, é constituída de ferro com pureza entre 97,0 e 99,5%, produzida pela decomposição térmica da ferro pentacarbonila ou ferro zero pentacarbonila  $\text{Fe}(\text{CO})_5$ . O composto ferro pentacarbonila é denominado em inglês *iron carbonyl* ou *iron pentacarbonyl*, com número 13462-40-6 registrado no *Chemical Abstracts Service - CAS* (PEREIRA, 2007 apud BAHADOOR; WANG; AFSAR, 2005). Este consiste em um líquido inflamável, tóxico, solúvel na maioria dos solventes orgânicos e se decompõe na presença de luz visível. O modelo tridimensional do composto  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  pode ser ilustrado como apresentado na Figura 6.

Figura 6 – Representação tridimensional da ferropentacarbonila  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  (vermelho - oxigênio, preto - carbono e cinza – ferro)



Fonte: ([www.chemtube3d.com/gallery/structurepages/feco5.html](http://www.chemtube3d.com/gallery/structurepages/feco5.html)).

---

1 PEREIRA, J. J. **Caracterização eletromagnética de materiais de microondas via medidas de permissividade e permeabilidade complexas na banda x**. Taubaté, 2007.

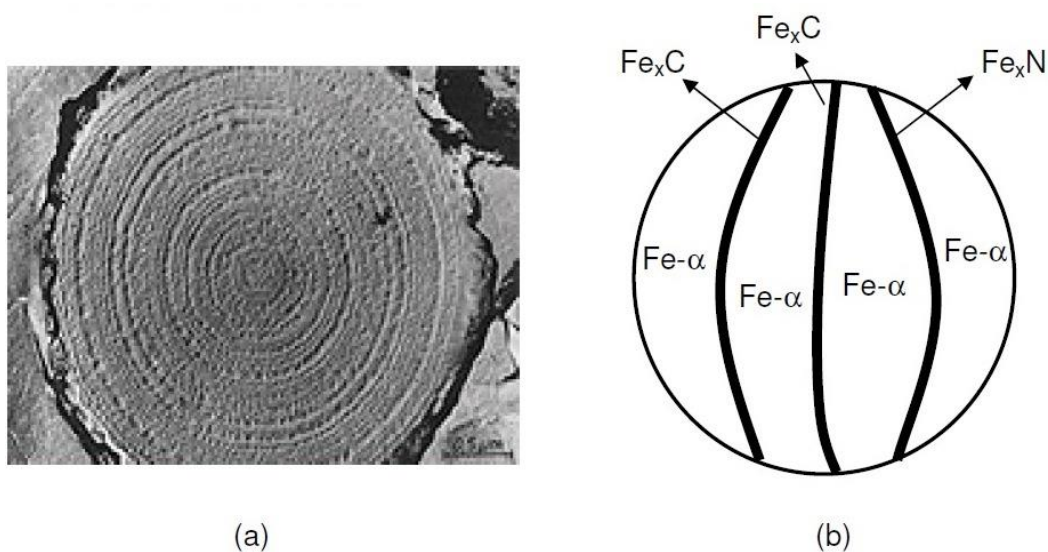
2 BAHADOOR, A; WANG, Y; AFSAR, M. **Complex permittivity and permeability of hexaferrite and carbonyl iron powder using rectangular waveguide technique from 8,0-40 GHz**. Proc. IEEE, P. 446, 2005.

A Ferrocarbonila possui registro CAS 7439-89-6, sendo o registro para o elemento químico ferro, com porcentagem em massa de ferro acima de 97%. A Ferrocarbonila é comercializada na forma de pó, com partículas na forma, aproximadamente, esférica e tamanho de partícula entre 3 – 20  $\mu\text{m}$ , massa específica de 7,8  $\text{g}/\text{cm}^3$  e com presença dos elementos químicos nitrogênio (0,01% -1% em massa) e oxigênio (0,2 – 0,7% em massa) na sua composição química [BASF CORPORATION, 2007; BAHADOOR; WANG; AFSAR, 2005; READE ADVANCED MATERIALS, 2006].

Este consiste em um material magnético, com propriedades de absorção da energia da onda eletromagnética na faixa de frequências compreendidas entre 1 – 30 GHz (PEREIRA, 2007 apud NOHARA, 2002).

Sua estrutura física é composta por uma arquitetura do tipo cebola, isto é, camadas sobrepostas (Figura 7 (a) – vista da seção transversal). Sua estrutura química encontra-se esquematizada na Figura 7 (b), onde se pode observar a presença de regiões compostas de Fe- $\alpha$  (magnéticas e condutoras), e regiões dispostas radialmente compostas de  $\text{Fe}_x\text{N}$  e  $\text{Fe}_x\text{C}$  (não magnéticas e não condutoras) [NOHARA, 2002]. Os domínios magnéticos possuem tamanho médio em torno de 0,01  $\mu\text{m}$ , inferiores em relação às ferritas de microondas (em torno de 0,1 – 1,0  $\mu\text{m}$ ) (PEREIRA, 2007 apud NOHARA, 2002).

Figura 7 – Estrutura física e química da Ferrocarbonila: (a) seção transversal mostrando a estrutura tipo cebola; (b) regiões compostas de Fe- $\alpha$  (magnéticas e condutoras) e regiões dispostas radialmente compostas de  $\text{Fe}_x\text{N}$  e  $\text{Fe}_x\text{C}$  (não magnéticas e não condutoras).;



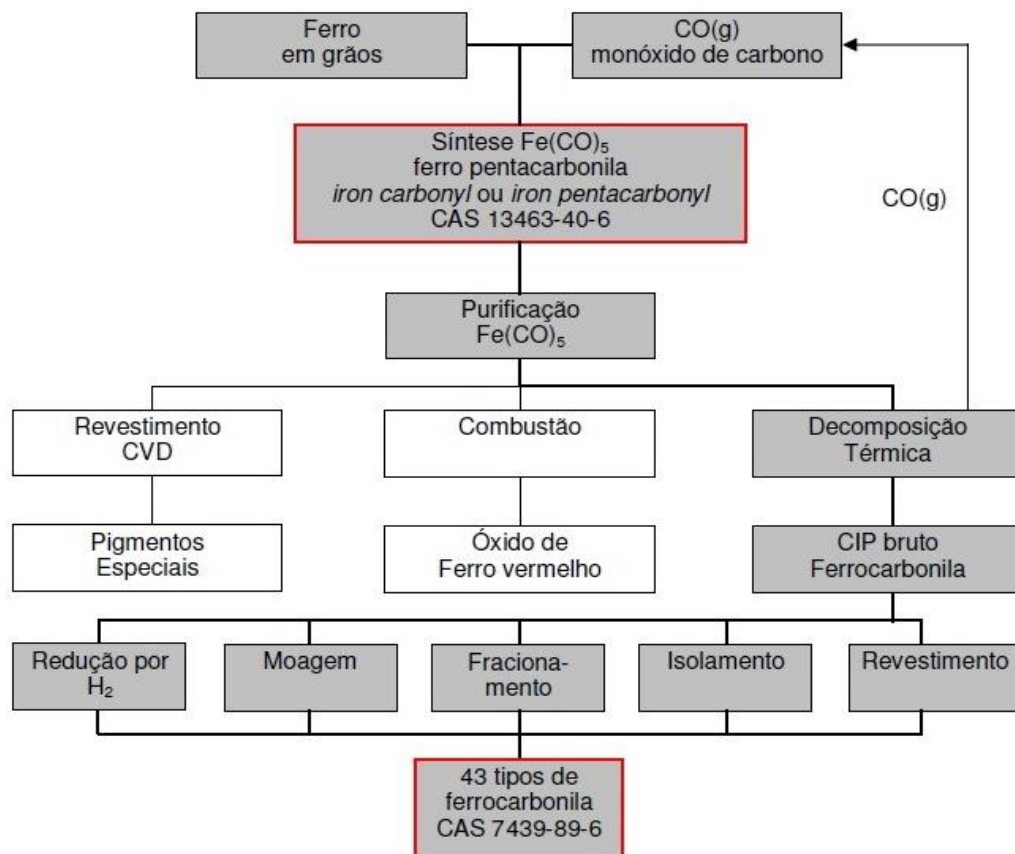
Fonte: (NOHARA, 2002).

1 PEREIRA, J. J. **Caracterização eletromagnética de materiais de microondas via medidas de permissividade e permeabilidade complexas na banda x**. Taubaté, 2007.

2 NOHARA, E. L.; REZENDE, M. C **Materiais Absorvedores de Radiação (8-12GHz) Obtidos pela Combinação de Compósitos Avançados Dielétricos e Revestimento Magnéticos**. 3º relatório anual de atividades de doutorado – descrição das atividades desenvolvidas na Rússia, FAPESP, 10 ago. 2002.

A figura 8 representa a visão geral do processo de produção da Ferrocarbonila a partir do ferro e monóxido de carbono [BASF CORPORATION, 2007].

Figura 8 - Processo de produção do Ferrocarbonila



Fonte: (PEREIRA, 2007).

## 2.6 PROCESSO DE ELETROFIAÇÃO

Atualmente vêm sendo estudadas diversas técnicas de processamento de nanofibras poliméricas, visando novas aplicações associadas a novas propriedades obtidas em fibras com escalas nanométricas. Para esta finalidade, as técnicas são variadas podendo ser físicas, químicas, térmicas ou eletrostáticas. Neste contexto, uma técnica muito utilizada e abordada atualmente na literatura é a eletrofiação, já conhecida há mais de 60 anos na indústria têxtil, na fabricação de não tecidos, que possui alta aplicabilidade nas diversas áreas da engenharia dos materiais (BEACHLEY, 2010).

A técnica de eletrofiação se destaca pela sua facilidade de processamento, custo relativamente baixo, alta versatilidade quando são analisados os diâmetros das fibras e

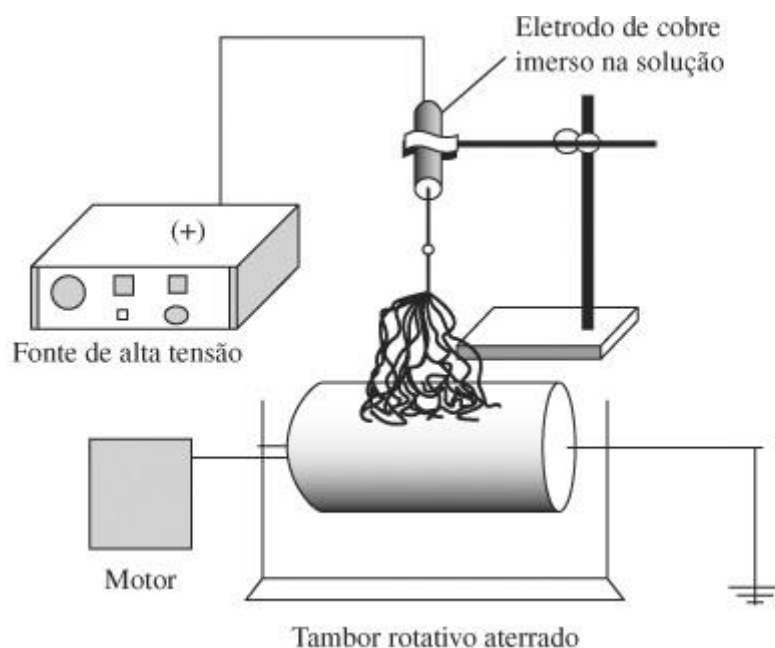
a microestrutura resultante, além da possibilidade de utilização de uma grande variedade de materiais (BEACHLEY, 2010). Com poros pequenos e elevada área de superfície de contato quando, comparadas a fibras regulares, as mantas eletrofiadas são utilizadas em diversas aplicações específicas, como por exemplo nas áreas de nanocatálise, biomédica, automobilística, aeroespacial, roupas de proteção, filtração, farmacêutica, óptica, eletrônica, biotecnologia, meio ambiente entre outras (BHARDWAJ, 2010).

As principais vantagens das fibras derivadas deste processo são: elevada razão área/volume; boa resistência mecânica e flexibilidade na funcionalidade das superfícies. Contudo a técnica de eletrofiação consiste em um processo eficiente de fabricação para produção de fibras poliméricas com diâmetros inferiores a 100nm (FRENOT, 2003; THOMPSON, 2007).

A eletrofiação é uma técnica que utiliza forças eletrostáticas para produzir fibras a partir de uma solução polimérica ou polímero fundido. No processo de eletrofiação, mantas constituídas por nanofibras são produzidas sob aplicação de um intenso campo elétrico aplicado na solução polimérica. Um cilindro rotativo recoberto com papel alumínio é o receptor dessas mantas produzidas. A Figura 9 representa o processo de eletrofiação ilustrando um diagrama esquemático dos equipamentos que compõem o sistema (GUERRINI, 2010).

Este é um processo que consiste na aplicação de um potencial elétrico com tensões que podem variar dependendo do material eletrofiado entre 5 e 50 kV, para a produção de mantas não tecidas constituídas por fibras com diâmetros que podem variar na ordem de nanômetros a micrômetros. Este processo pode ser aplicado tanto em materiais poliméricos como cerâmicos e compósitos.

Figura 9 – Sistema de Eletrofiiação



Fonte: (GUERRINI, 2010).

A partir deste processo, quando o campo elétrico aplicado ultrapassa as tensões superficiais da solução polimérica, as partículas desta solução são aceleradas formando o que é denominado de jato eletrofiado. Reneker e Yarin propuseram a divisão do jato eletrofiado em quatro regiões distintas conforme apresentado na Figura 10 (COSTA<sup>1</sup>,2002 apud APPARECIDO, 2015)

---

<sup>1</sup>COSTA, G. F. **Eletrofiiação de Polímeros em Solução. Parte I: Fundamentação Teórica.** São Carlos, 2002 apud

APPARECIDO, M. B. S. **Obtenção de compósitos nanoestruturados PSU/NANOTUBOS de carbono pela técnica de eletrofiiação.** 2015. 46 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

Figura 10 – Ilustração do jato eletrofiado



Fonte: (Adaptado de Costa, 2012).

Em relação aos materiais poliméricos, geralmente podem ser empregadas duas formas de eletrofição: via solução e via estado fundido. Pode ser citada, ainda, uma terceira forma, sendo esta uma mistura das duas anteriores, onde o material via solução é aquecido para facilitar e aumentar as propriedades da eletrofição (GIL, 2013).

Na eletrofição no estado fundido a tensão é aplicada em um polímero em estado fundido. Este consiste de um método relativamente mais simples, mas torna-se complicado pela dificuldade de manter o polímero nessa temperatura de fusão durante todo o processo, além da dificuldade de dispersar as nanopartículas (ALCÂNTARA, 2009).

Na eletrofição via solução polimérica, uma solução suficientemente viscosa é preparada por meio da solubilização de um polímero em solvente apropriado e, em seguida, é colocada em um tubo capilar. Um eletrodo, que está em contato com esta solução é conectado a uma fonte de alta tensão. Devido a tensão superficial uma gota se forma na extremidade do tubo (agulha). Conforme a tensão elétrica aumenta as cargas elétricas são acumuladas na gota e a superfície da mesma começa a se alongar, formando um cone (cone de Taylor). Quando as forças elétricas superam a força que mantém a gota na extremidade da agulha, um filme é formado e a solução é ejetada. O jato é atraído até o coletor (superfície metálica aterrada, pólo negativo), o solvente evapora no caminho da agulha até o coletor e o polímero se solidifica, formando uma fina manta no coletor, constituída de fibras orientadas em direções aleatórias com diferentes diâmetros (GIL, 2013).

Os resultados desse processamento podem variar de acordo com determinados parâmetros de processamento, tais como concentração, distância de trabalho (distância da

agulha até o coletor), vazão da solução polimérica, tempo de exposição e tensão aplicada na solução; parâmetros ambientais tais como umidade relativa do ar, temperatura e exaustão da capela; parâmetros relacionados ao polímero tais como massa molar, estrutura do polímero, solubilidade e capacidade de absorver água do ambiente, condutividade, viscosidade, tensão superficial, constante dielétrica e carga carregada pelo jato.

Desta forma, os principais parâmetros do processo de eletrofiação, como citado anteriormente, são: voltagem aplicada; tipo de coletor; distância de trabalho e vazão da solução polimérica.

Segundo Costa (2002) “A voltagem aplicada deve ser igual ou maior a voltagem crítica”. Na maioria dos polímeros foi observado que quanto maior a voltagem aplicada menor serão os diâmetros das fibras obtidas e mais rápida será a evaporação do solvente, porém, há uma maior formação de gotas (BHARDWAJ, 2010; COSTA, 2012).

O tipo de coletor utilizado também é muito importante no processo, pois o alinhamento das fibras é determinado pelo tipo e velocidade de rotação do coletor. Quanto maior a velocidade de rotação do coletor (coletores rotativos) maior será o alinhamento das fibras. O coletor deve possuir boa condutividade elétrica para não impedir a formação do campo elétrico, sendo este normalmente constituído de folhas de alumínio. O processo de eletrofiação também pode ser realizado diretamente na fibra de carbono para a obtenção de compósitos nanoestruturados (BHARDWAJ, 2010; COSTA, 2012).

A distância de trabalho é definida como a distância entre a ponta da agulha e o coletor. Esta distância deve ser adequada para a perfeita formação do jato eletrofiado e evaporação do solvente antes da solução atingir o coletor.

A vazão de polímero através da seringa influencia diretamente no jato eletrofiado e na taxa de deposição de material. Vazões mais baixas apresentam maior efetividade na formação das fibras, pois há uma maior estabilidade do jato e tempo suficiente para a evaporação do solvente (BHARDWAJ, 2010; COSTA, 2012).

Já os parâmetros ambientais como temperatura e umidade dependem da natureza química do polímero, podendo estes influenciar, significativamente, nas propriedades do material eletrofiado. Por exemplo em polímeros hidrofóbicos quando este é processado com elevada umidade haverá a formação de uma película na interface ar-jato polimérico o que muitas vezes chega a impedir o processo de eletrofiação, porém, o mesmo efeito não é observado em polímeros hidrofílicos (COSTA, 2012).

## 2.7 GUIA DE ONDA

A proposição inicial, seguida do estudo matemático e experimental das guias de onda se deu ao redor do final do século XIX. O Barão de Rayleigh, John William Strutt, publicou uma análise sobre a propagação de ondas eletromagnéticas em guias de ondas circulares e retangulares preenchidas por um meio dielétrico, em 1897 (WIKIPEDIA, 2016). Um estudo sobre a propagação de ondas em um cilindro dielétrico foi feito por Demetrius Hondros e Peter Debye em 1910. Em 1936, Carson, Mead, Schelkunoff e

Southworth, do Bell Telephone Laboratories, forneceram resultados analíticos e empíricos em diferentes publicações.

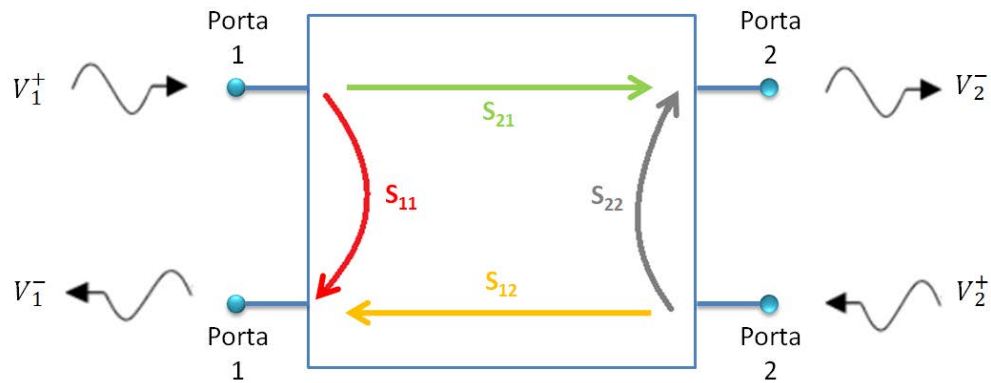
Uma grande evolução no estudo teórico e experimental sobre a utilização dos guias como elementos práticos de comunicação foi observada durante a época de 1936 a 1940, porém, o conhecimento acumulado nos dias de hoje sobre este assunto é devido, em maior parte, ao esforço conjunto de matemáticos, físicos e engenheiros que trabalhavam em campo durante a Segunda Guerra Mundial (WIKIPEDIA, 2016). A conveniência de radares que operassem em frequências de micro-ondas resultou num aumento do grau de prioridade para análises de guias de ondas e aparelhos que fizessem uso delas, como um meio de substituir os sistemas de baixas frequências que convencionalmente predominavam (WIKIPEDIA, 2016).

Os ensaios de guia de ondas são constituídos em sua grande maioria por guias metálicas, onde por sua vez, essa guia metálica pode ser subdividida em subgrupos como guias de placas paralelas, guias retangulares e guias circulares, onde cada guia necessita ter sua condição de fronteira respeitada para que seja possível a determinação das ondas eletromagnéticas. Essas condições de fronteira estão diretamente ligadas e dependentes da geometria do guia de onda e também dos materiais que o constituem (BARBOSA de CARVALHO, 2005).

A caracterização dos corpos de prova de MARE pode ser realizada principalmente por duas metodologias diferentes. A primeira envolvendo medidas dos parâmetros S ( $S_{11}$ ,  $S_{21}$ ,  $S_{12}$  e  $S_{22}$ ), a partir dos quais são calculados os valores de permeabilidade e permissividade complexas, conforme norma Nicolson -Ross Method, e a segunda envolvendo medidas de refletividade com placa metálica. Ambas as medições podem ser realizadas pelo uso de guia de ondas retangular, conhecido como “Método de Linha de Transmissão” ou “Método de Transmissão/Reflexão”, na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz (banda X) (SILVEIRA, 2016).

A figura abaixo mostra, de modo gráfico, e simplificado o funcionamento de um analisador vetorial de redes e parâmetros S, onde está ilustrado as potências refletidas e incidentes assim como as portas presentes no analisador.

Figura 11 – Representação de um analisador vetorial de redes e parâmetros S considerando duas portas ativas.



Fonte: (SILVEIRA, 2016).

A partir da Figura 14, considerando ativas as portas 1 e 2 do analisador, conforme Liao<sup>1</sup> (1990 apud SILVEIRA, 2016, p. 54), tem-se que:

Parâmetros “S”

$$S_{11} = \frac{\text{potência refletida na porta 1}}{\text{potência incidente da porta 1}} = \left. \frac{V_1^-}{V_1^+} \right|_{V_2^+ = 0} \quad (5)$$

$$S_{12} = \frac{\text{potência transmitida na porta 1}}{\text{potência incidente da porta 2}} = \left. \frac{V_1^-}{V_2^+} \right|_{V_1^+ = 0} \quad (6)$$

$$S_{21} = \frac{\text{potência transmitida na porta 2}}{\text{potência incidente da porta 1}} = \left. \frac{V_2^-}{V_1^+} \right|_{V_2^+ = 0} \quad (7)$$

$$S_{22} = \frac{\text{potência refletida na porta 2}}{\text{potência incidente da porta 2}} = \left. \frac{V_2^-}{V_2^+} \right|_{V_1^+ = 0} \quad (8)$$

Fonte: (Liao,1990 apud SILVEIRA, 2016).

<sup>1</sup> LIAO, S. Y., , **Microwave devices & circuits**, 3rd Ed., Prentice Hall, Inc., Upper Saddle River, New Jersey, 18-19, p. 61-101 apud

SILVEIRA, D. C., 2016, **Obtenção e caracterização de estruturas absorvedoras de micro-ondas baseadas em laminado de fibra de vidro/resina epóxi/véu de C/Ni**, Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Area de Materiais, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Guaratinguetá, São Paulo.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

O presente trabalho foi executado segundo Figura 1, no intuito de definir uma faixa possível de eletrofição, de acordo com a massa do soluto (PSU) e do solvente (N-N-Dimetilacetamida), estabelecer os parâmetros mais adequados de eletrofição e, por fim, adicionar diferentes concentrações de um aditivo ferromagnético e caracterizar a mesma para compreensão de sua influência nas propriedades reológicas e de absorção eletromagnética do material.

Para este trabalho, o polímero utilizado foi a Polissulfona fornecida na forma de pellets (Figura 12).

Figura 12 – Polissulfona utilizada neste trabalho.



Fonte: (Produção do autor)

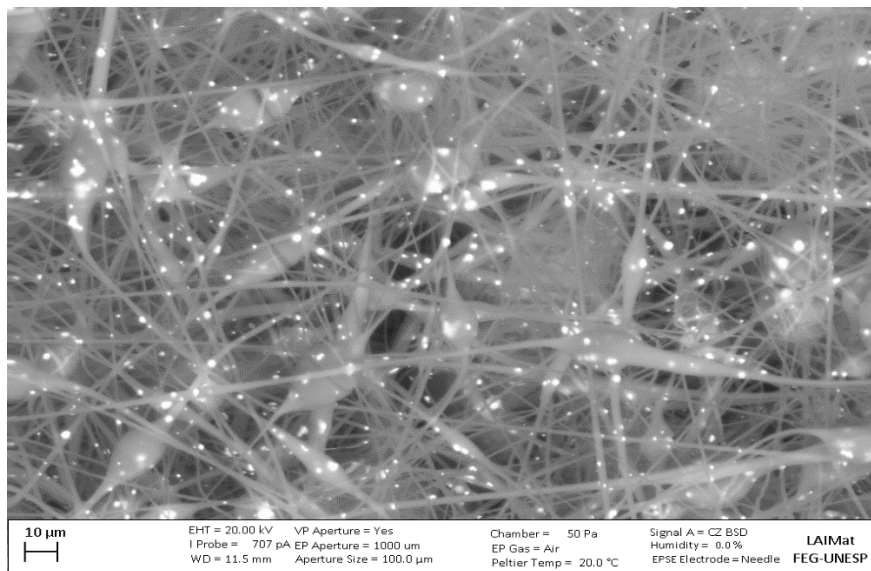
A Ferrocarbonila foi utilizada na forma de partículas esféricas de tamanho entre 3 a 20  $\mu\text{m}$ , massa específica de  $7,8 \text{ g/cm}^3$  e com presença dos elementos químicos nitrogênio (0,01% -1% em massa) e oxigênio (0,2 – 0,7% em massa) na sua composição química [BASF CORPORATION, 2007; BAHADOOR; WANG; AFSAR, 2005; READE ADVANCED MATERIALS, 2006].

Figura 13 – Ferrocarbonila em pó utilizada neste trabalho.



Fonte: (Produção do autor)

Figura 14 – Microscopia Eletrônica de Varredura do PSU/Ferrocarbonila

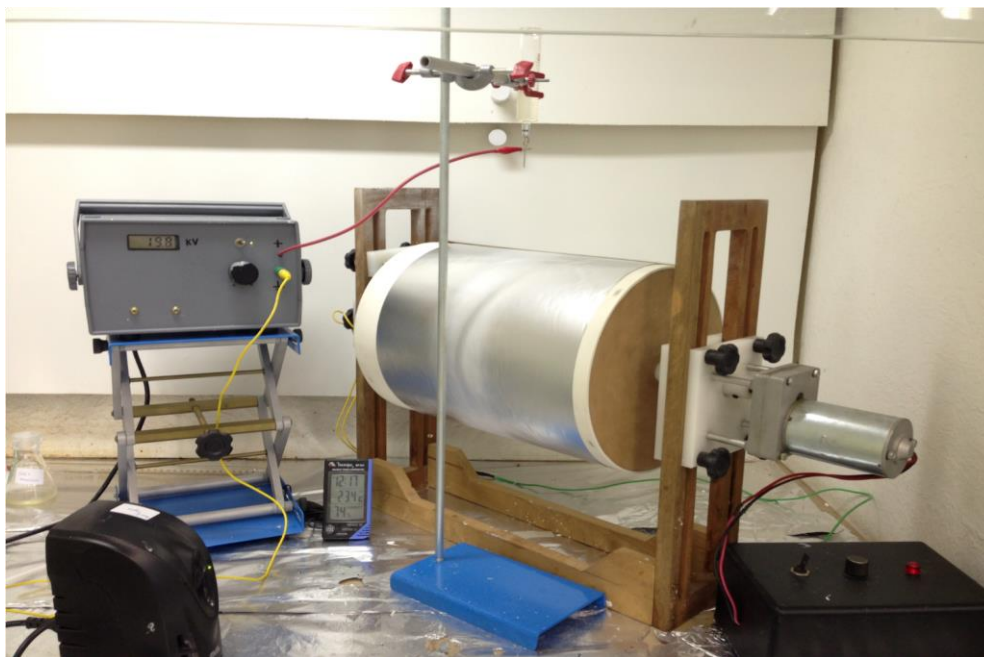


Fonte: (Produção do autor).

### 3.2 OBTENÇÃO DA SOLUÇÃO DE POLISULFONA E N-N DIMETILACETAMIDA (PSU/DMAc)

Neste trabalho a técnica empregada para obtenção das fibras nanoestruturadas foi a eletrofiação a partir de uma solução polimérica. O equipamento utilizado foi desenvolvido pela Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lília Müller Guerrini (Figura 15).

Figura 15 - Equipamento de Eletrofiação.



Fonte: (Produção do autor)

A solução polimérica, com a proporção ótima em massa, assim como os parâmetros mais adequados de processo foram definidos experimentalmente em laboratório após a realização de várias eletrofiações.

Durante a execução deste trabalho, inicialmente foi definido qual era a faixa possível de eletrofiação, variando a massa do soluto em função da massa do solvente. Inicialmente foi utilizada uma solução de 98%-DMAc/ 2%-PSU em massa, chegando até 72%-DMAc / 28%-PSU, sendo esta última solução o limite máximo possível para eletrofiar o material em estudo.

Tabela 3 – Porcentagem em massa de soluto e solvente na solução polimérica

Porcentagem em massa do soluto (PSU)	Porcentagem em massa do solvente (DMAc)
2%	98%
6%	94%
10%	90%
14%	86%
18%	82%
22%	78%
24%	76%
26%	74%
28%	72%

Fonte: (Produção do autor)

Com os resultados obtidos após as eletrofições, e com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura, foi possível identificar a faixa de concentração do soluto na qual havia a formação da manta composta por nanofibras de PSU, sendo esta entre 24% a 28% em massa de PSU.

### 3.3 ELETROFIAÇÃO DAS MANTAS DE PSU/DMAc

A partir da faixa de parâmetros utilizada para a formação de nanofibras de PSU, um trabalho visando definir quais os parâmetros deste processo que resultam em uma manta eletrofiada com maior qualidade de dispersão, homogeneidade e menor presença de defeitos foi realizado. Os parâmetros de dispersão analisados foram; distância de trabalho (distância da ponta da agulha até o coletor), voltagem aplicada na solução, e concentração de soluto.

Desta forma, foram necessárias 27 eletrofições, variando os parâmetros entre si. A partir desta avaliação inicial, um conjunto de parâmetros foi escolhido por apresentar melhores propriedades finais, sendo este: 28% de PSU em massa, 20 kV de tensão aplicada e distância de trabalho igual a 10 centímetros.

Tabela 4 - Parâmetros de eletrofição avaliados no presente trabalho.

Concentração de PSU (%m)	Tensão (kV)	Distância de trabalho
28	15	5
28	18	5
28	20	5
28	15	10
28	18	10
28	20	10
28	15	15
28	18	15
28	20	15
26	15	5
26	18	5
26	20	5
26	15	10
26	18	10
26	20	10
26	15	15
26	18	15
26	20	15
24	15	5
24	18	5
24	20	5
24	15	10
24	18	10
24	20	10
24	15	15
24	18	15
24	20	15

Fonte: (Produção do autor)

### 3.4 ADIÇÃO DE FERROCARBONILA NA SOLUÇÃO POLIMÉRICA

A dispersão da Ferrocronila na solução polimérica foi realizada pela técnica de processamento de mistura em solução, sendo esta a técnica mais utilizada para dispersão de nanopartículas e micropartículas, segundo artigos disponíveis em literatura (TANG, 2010; SAHOO, 2010).

Essa dispersão foi realizada com o auxílio de uma ponteira ultrassônica da Sonic & Materials, modelo VC 750, durante um intervalo de tempo de três minutos, tomando o devido cuidado para o não aquecimento excessivo da solução. Neste caso foram utilizadas seis concentrações em massa de Ferrocronila, sendo estas 2; 3; 5; 8; 11 e 13%. Concentrações acima destas resultaram em problemas de obstrução da seringa utilizada durante o processo de eletrofição devido a alta viscosidade da solução.

Figura 16 – Ponteira ultrassônica



Fonte: (<http://www.sonics.com/lp-vibra.htm>).

### 3.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A avaliação morfológica das mantas eletrofiadas foram realizadas com o objetivo de analisar a formação e dimensões das fibras obtidas pelo processo de eletrofição, assim como a dispersão da ferrocronila na matriz polimérica. O equipamento utilizado neste

estudo foi um microscópio eletrônico de varredura da Zeiss Evo LS-15, disponível no LAIMAT, Departamento de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, UNESP.

Figura 17 – Microscópio de Varredura Eletrônica

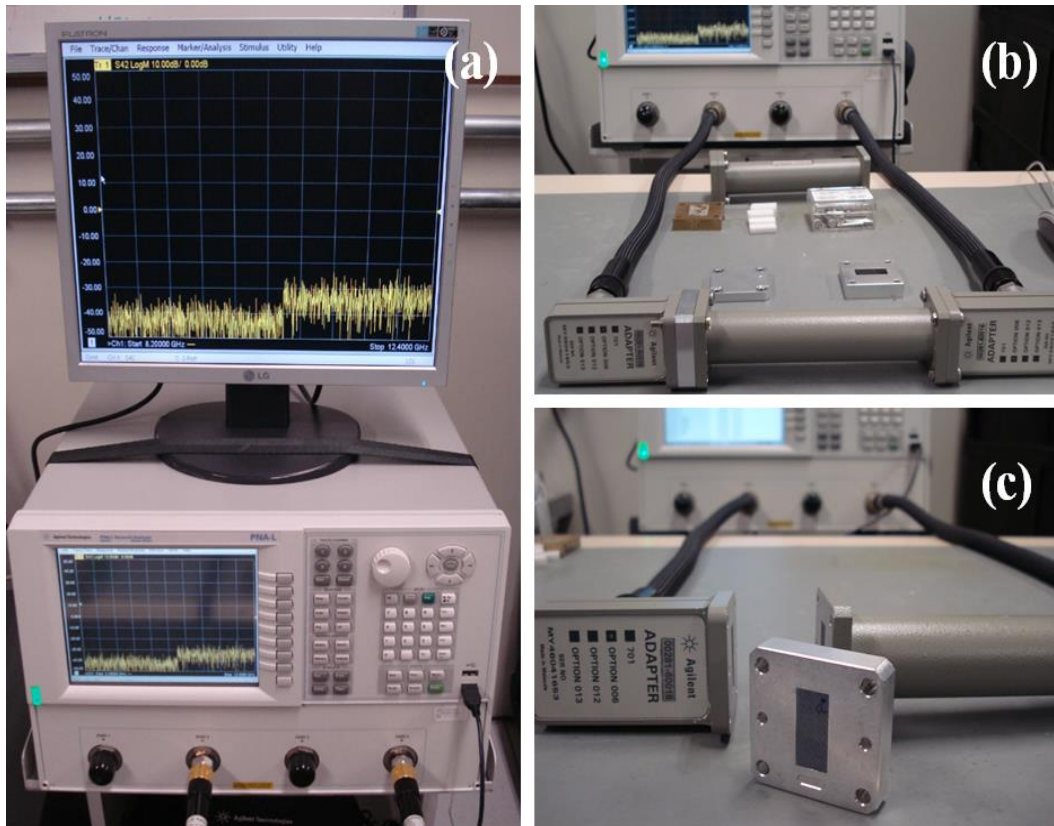


Fonte: (Produção do autor).

### 3.6 Guia de onda

A partir das mantas eletrofiadas pequenas amostras com dimensões de 10mm x 22,62 mm foram confeccionadas com a ajuda de um estilete, tesoura, pinça e luvas de látex, que impediam a contaminação assim como possíveis danos a amostra. O corpo de prova final a ser analisado era composto por uma camada de isopor, material previamente caracterizado e sem interação com micro-ondas de frequência entre 8,2 a 12,4 GHz, de espessura de 5mm, em conjunto com a manta eletrofiada de PSU/ Ferrocarbonila. Com as amostras prontas as mesmas foram submetidas a caracterização eletromagnética em um analisador vetorial de redes da marca Agilent Technologies, modelo PNA-L N5230C, com capacidade de geração de frequência entre 300 kHz e 20 GHz disponível no Laboratório de Guerra Eletrônica no Instituto Tecnológico de Aeronáutica em São Jose dos Campos (SILVEIRA, 2016) .

Figura 18 – Aparelhos e dispositivos utilizados na caracterização eletromagnética: (a) analisador vetorial de redes; (b) guia de ondas e adaptadores; (c) porta-amostra retangular.



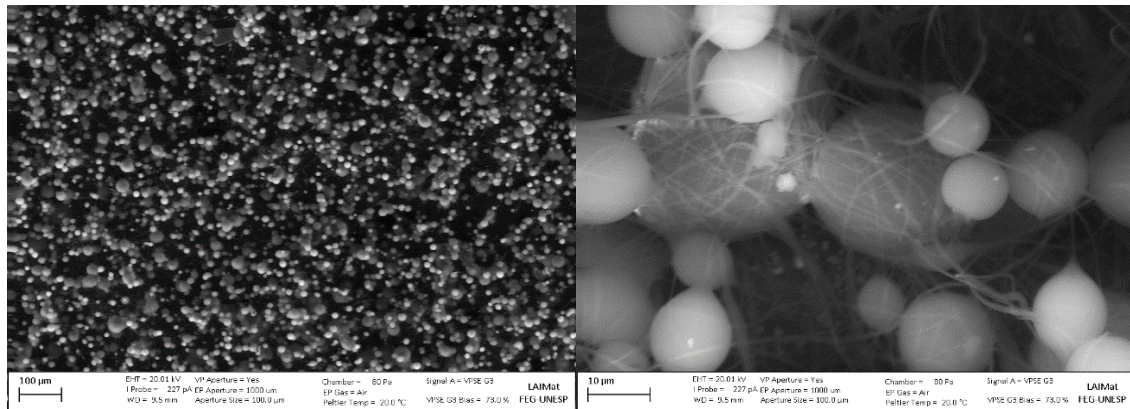
Fonte: (SILVEIRA, 2016).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOLOGICA

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada, primeiramente, para avaliar quando ocorre a formação de nanofibras no coletor através do processo de eletrofiação. Os parâmetros foram variando seguindo a explicação apresentada em matérias e métodos acima, e em alguns casos ficou visível a olho nu quando não ocorria a formação de nanofibras, mas em grande maioria foi necessário a utilização da análise da microscopia de varredura eletrônica para obter tal confirmação. As figuras 18, 19 e 20 apresentam, as micrografias em ampliação de 200x e 3000x, respectivamente, juntamente com seus respectivos parâmetros de processo na eletrofiação (porcentagem em massa, voltagem aplicada na solução e distância de trabalho).

Figura 19 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 8%, 15Kv, 15cm, 200x; (b) 8%, 15Kv, 15cm, 3000x

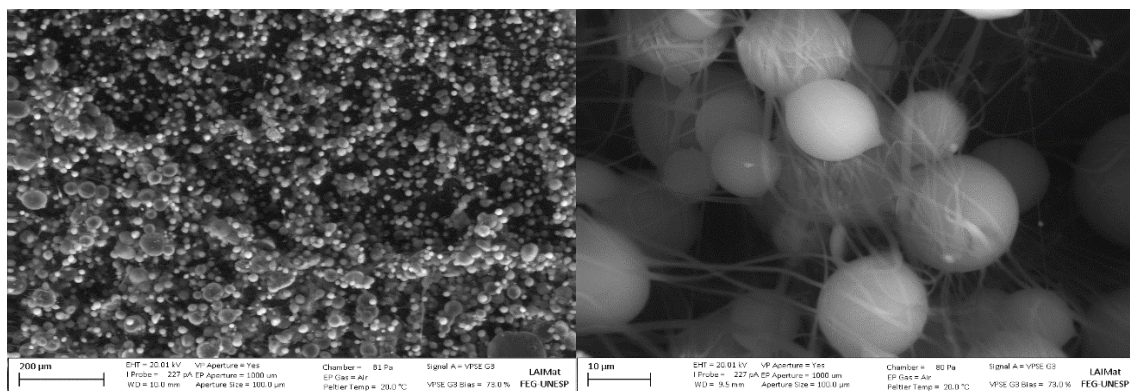


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 20 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 12%, 10Kv, 15cm, 200x; (b) 12%, 10Kv, 15cm, 3000x

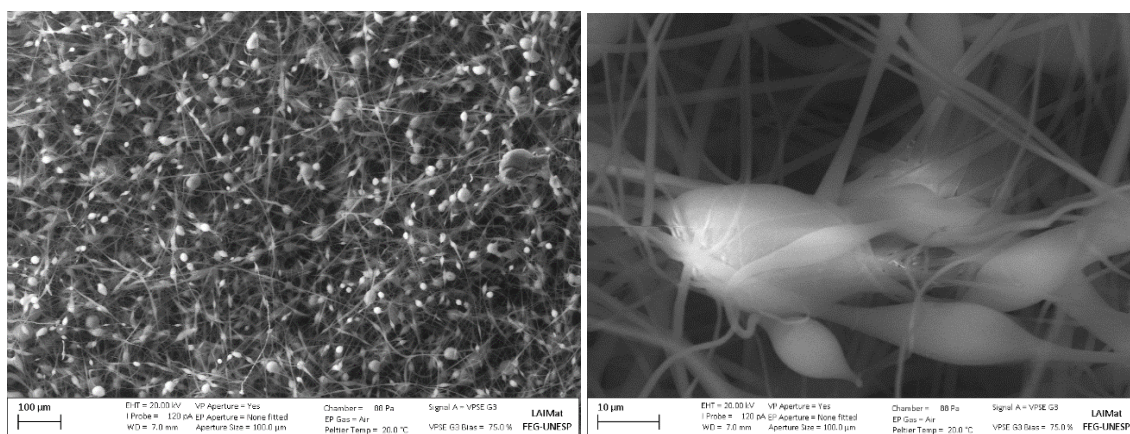


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 21 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 20%, 10Kv, 15cm, 200x; (b) 20%, 10Kv, 15cm, 3000x



a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

A partir destas micrografias nas condições de ampliação utilizadas, 200x e 3000x, foi possível identificar que para concentrações, em massa de soluto (PSU), menores que 26% não ocorre a formação efetiva de nanofibras de PSU no coletor, independentemente das possíveis variações de processamento que possam ser combinadas. Inicialmente acreditava-se que a uma concentração de 24% ocorria a formação efetiva de nanofibras em 100% dos casos, mas após uma análise mais detalhada, ficou evidente que a formação era dependente da combinação de fatores de eletrofiação, e que a mesma não ocorria em muitas das vezes, devido principalmente a baixa viscosidade do material e a dificuldade de evaporação do solvente durante o processo. Como consequência a faixa possível de

eletrofição foi reduzida de 26% até 28% para garantir a uniformidade do processo no seguinte trabalho.

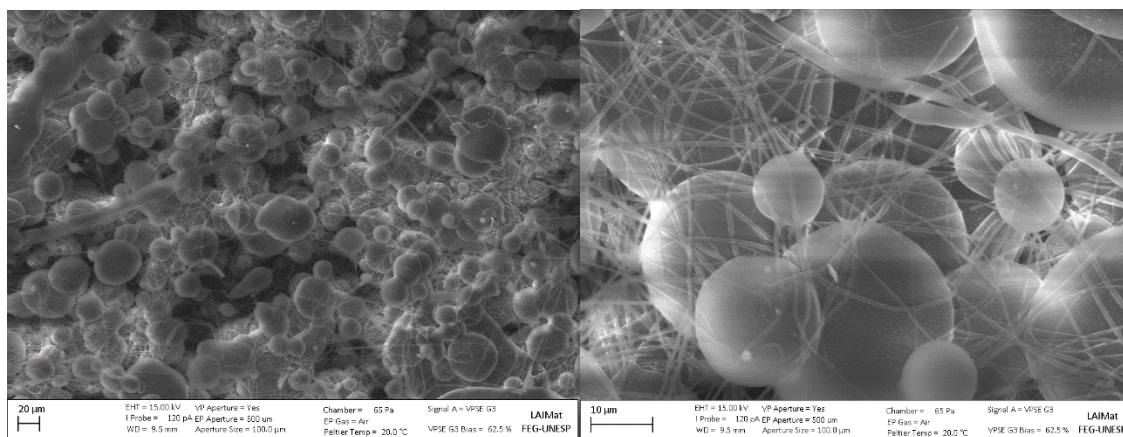
Este fenômeno ocorre devido ao fato que em concentrações menores que 26% em soluto de PSU, a variável de processo concentração de soluto se torna mais importante que todas as outras variáveis em conjunto, sendo assim está a principal determinante para formação ou não de nanofibras.

A microscopia de varredura eletrônica também serviu de ferramenta de grande importância para identificar o limite máximo de concentração em massa de PSU no qual era possível se eletrofiar, utilizando o equipamento em laboratório, e ainda para identificar como as variáveis de processo, dentro da faixa estabelecida experimentalmente, de concentração de PSU, interferiam no resultado final da eletrofição.

O limite máximo de concentração de soluto no qual foi possível realizar a eletrofição foi de 28%. Após este valor, a variável de processo concentração de soluto se torna a única variável de processo que impacta significativamente na formação de nanofibras, deixando assim as outras variáveis sem importância para resultado final do processo. Concentrações acima de 28% de PSU em massa resultavam em uma solução muito viscosa, sendo esta impossível de se eletrofiar utilizando o equipamento disposto no laboratório. A alta viscosidade ocasionava o entupimento da solução na ponta da agulha impedindo que o polímero chegasse ao coletor e formasse assim as nanofibras.

As figuras, 22, 23, 24, 25, 26 e 27 apresentam as micrografias em ampliação de 500x e 3000x da solução em 26% em massa de PSU, juntamente com seus respectivos parâmetros de processo na qual foram processadas. Através destas micrografias os parâmetros de processo; voltagem aplicada e distância de trabalho, sendo avaliados juntamente com sua influência no resultado final da formação das nanofibras, com o objetivo de achar o melhor conjunto de parâmetros de processo para a concentração de 26% de soluto.

Figura 22 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 20Kv, 5cm, 500x; (b) 26%, 20Kv, 5cm, 3000x

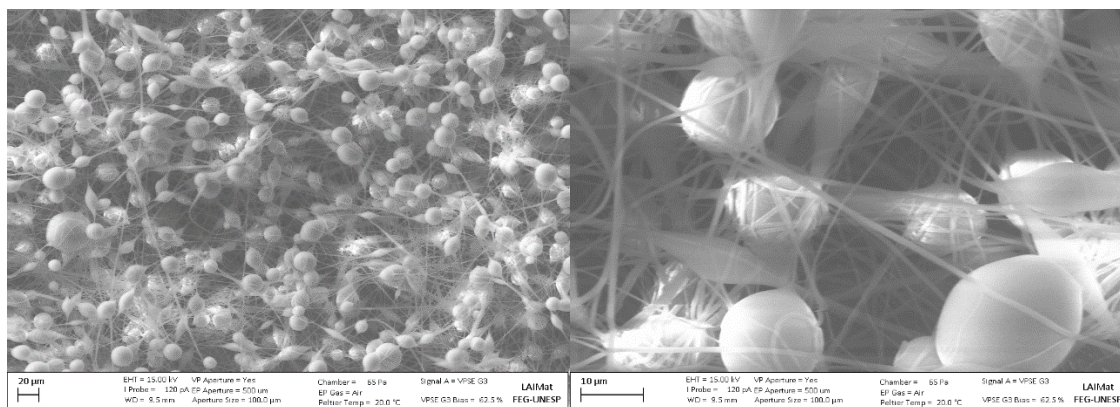


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 23 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 15Kv, 5cm, 500x; (b) 26%, 15Kv, 5cm, 3000x

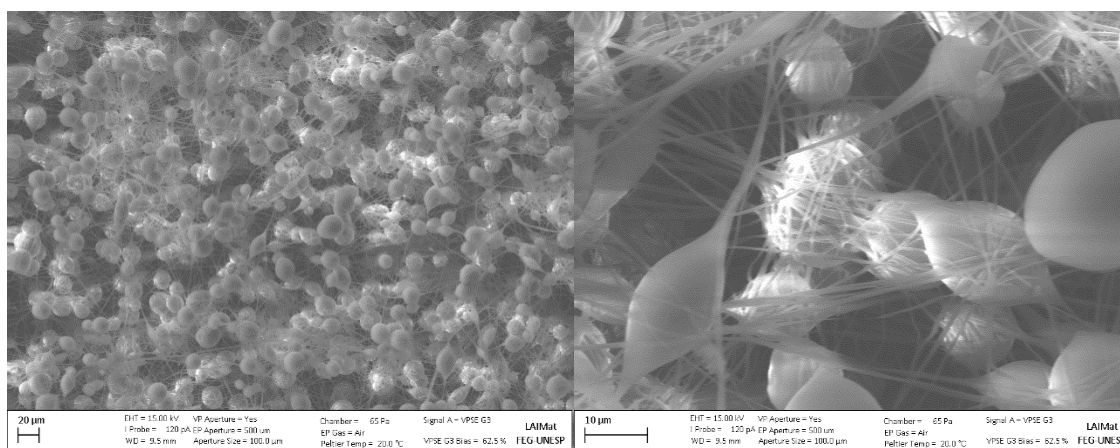


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 24 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 20Kv, 10cm, 500x; (b) 26%, 20Kv, 10cm, 3000x

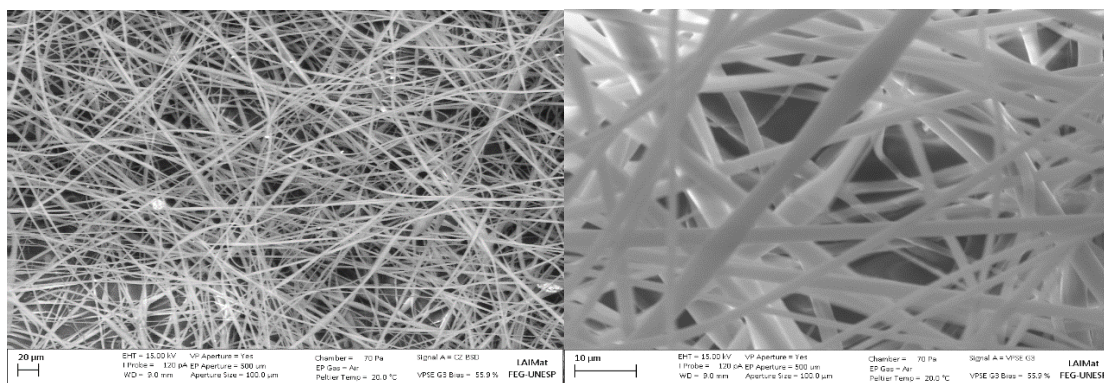


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 25 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 18Kv, 10cm, 500x; (b) 26%, 18Kv, 10cm, 3000x

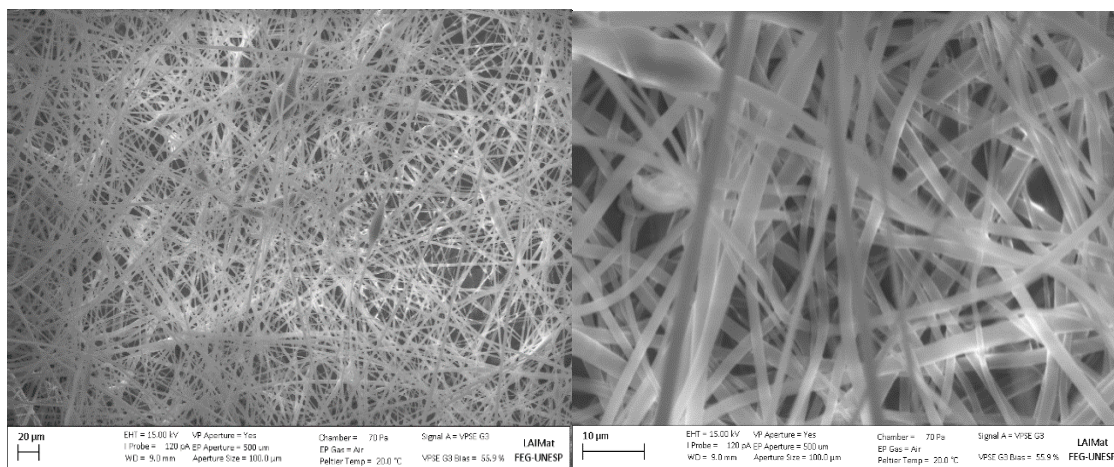


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 26 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 15Kv, 15cm, 500x; (b) 26%, 15Kv, 15cm, 3000x

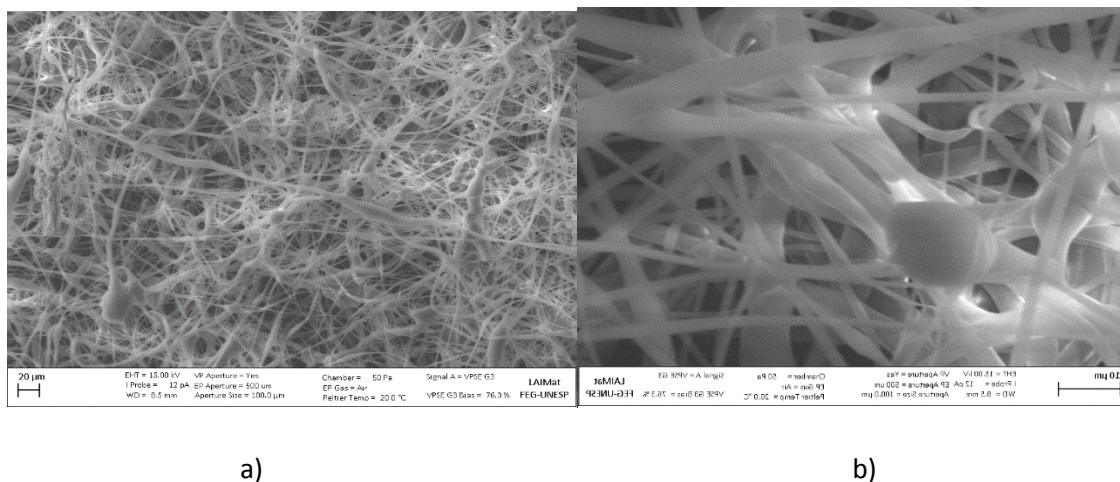


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 27 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 26%, 20Kv, 15cm, 500x; (b) 26%, 20Kv, 15cm, 3000x



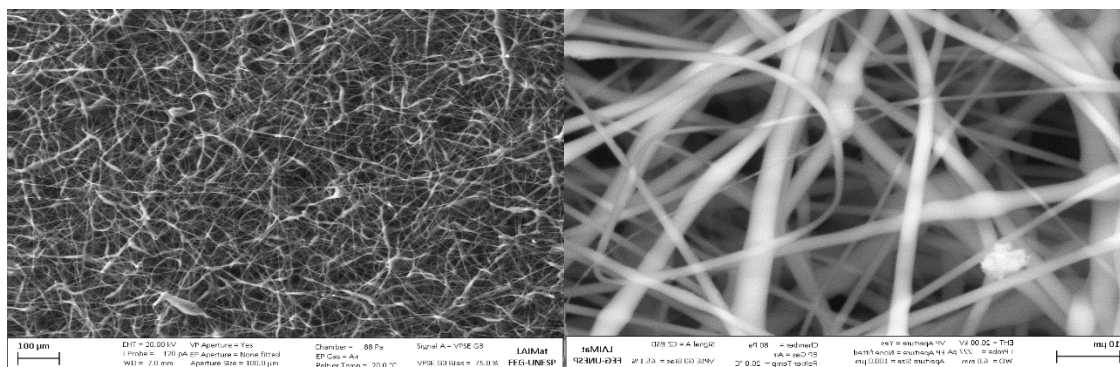
Fonte: (Produção do autor).

A partir das micrografias pode-se observar que o parâmetro de processo que possui maior influência de processamento, na concentração de 26% em massa de soluto, é a distância de trabalho. Quanto maior a distância de trabalho maior a possibilidade de formação de nanofibras. Este evento pode ser explicado através da evaporação da solução no caminho entre a ponta da agulha e o coletor, ao se atribuir uma maior distância de trabalho no processo, é atribuído automaticamente também um maior tempo da solução em contato com a atmosfera, que possibilita assim uma maior evaporação do solvente.

Também pode ser observado que após ultrapassar um limite, a voltagem passa a interferir de forma negativa na formação e na qualidade das nanofibras, sendo assim e analisando todos os parâmetros de processo em conjunto, pode-se afirmar que para concentração de 26% de PSU os parâmetros ótimos são; 18Kv de voltagem aplicada e 10cm de distância de trabalho. Nesta condições as fibras apresentaram grande homogeneidade com relação ao seu diâmetro assim como uma presença de defeitos relativamente pequena.

As figuras 28 até 35, apresentam as micrografias em ampliação de 500x e 3000x da solução em 28% em massa de PSU, juntamente com seus respectivos parâmetros de processo. Através destas micrografias os parâmetros de processo; voltagem aplicada e distância de trabalho, foram avaliados juntamente com sua influência no resultado final da formação das nanofibras, com o objetivo de achar o melhor conjunto de parâmetros de processo para a concentração de 28% de soluto.

Figura 28 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 15Kv, 5cm, 200x; (b) 28%, 15Kv, 5cm, 3000x

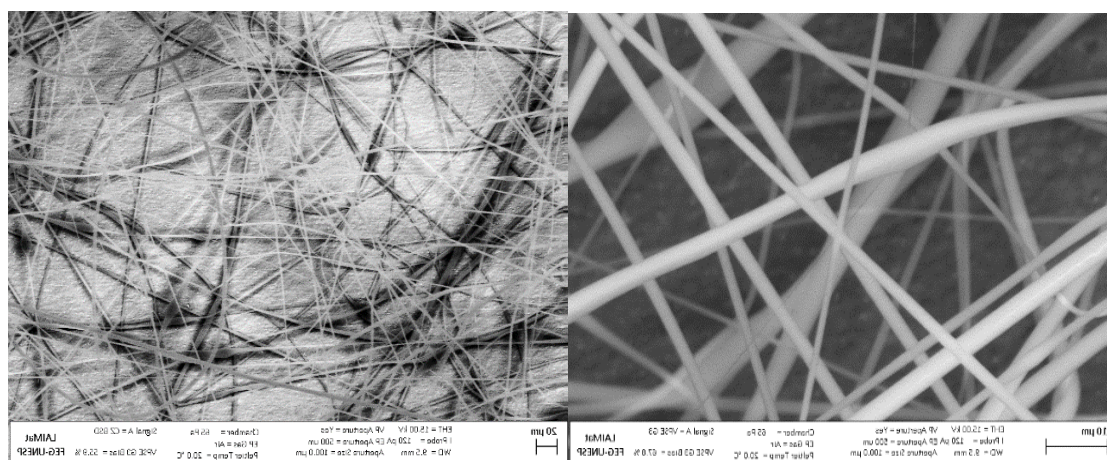


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 29 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 15Kv, 10cm, 500x; (b) 28%, 15Kv, 10cm, 3000x

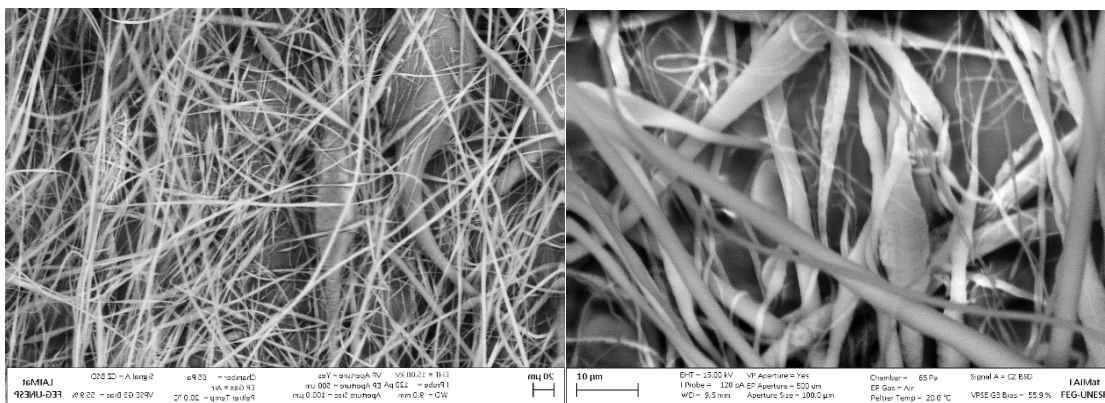


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 30 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 15Kv, 15cm, 500x; (b) 28%, 15Kv, 15cm, 3000x

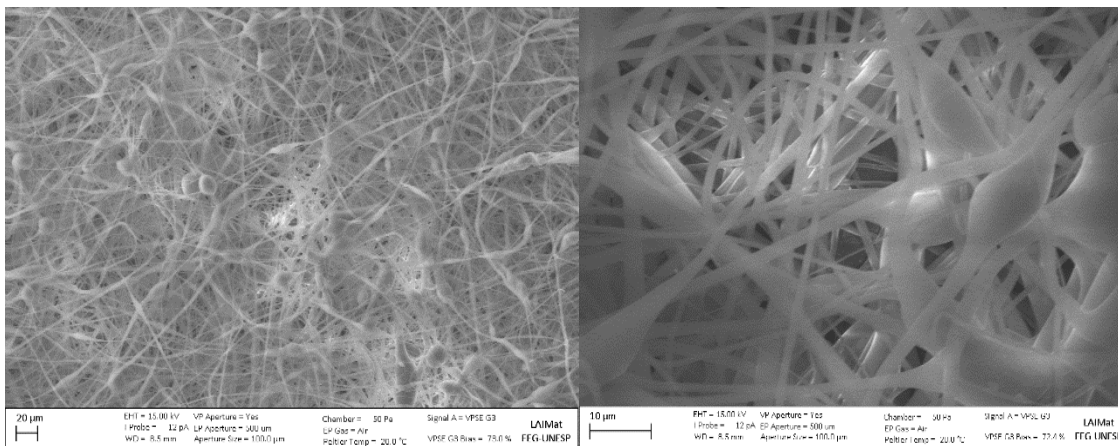


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 31 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 18Kv, 5cm, 500x; (b) 28%, 18Kv, 5cm, 3000x

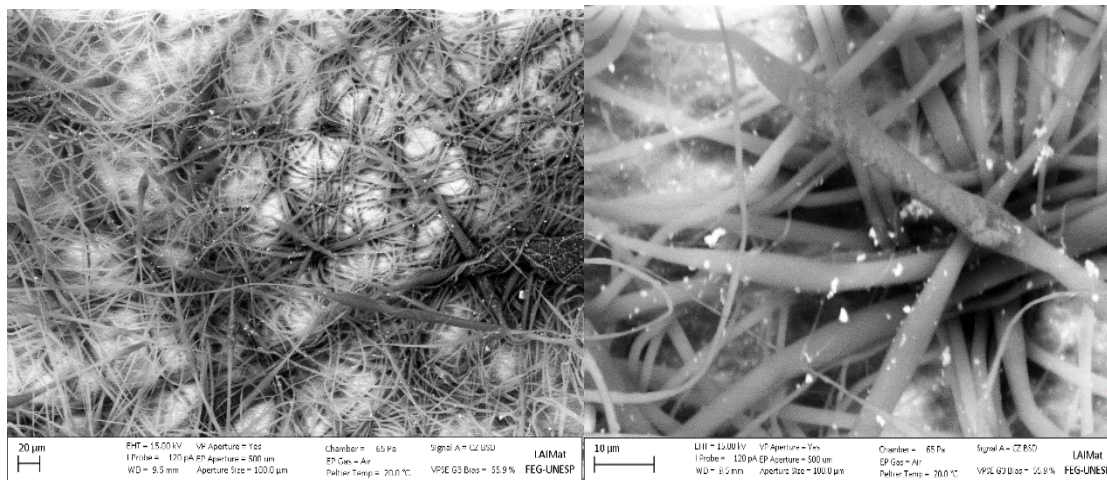


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 32 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 18Kv, 10cm, 500x; (b) 28%, 18Kv, 10cm, 3000x

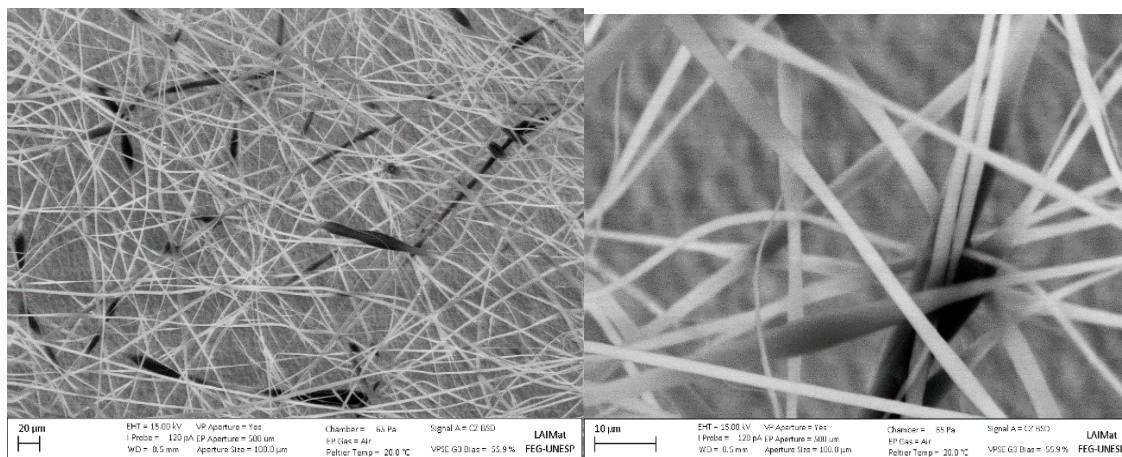


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 33 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 18Kv, 15cm, 500x; (b) 28%, 18Kv, 15cm, 3000x

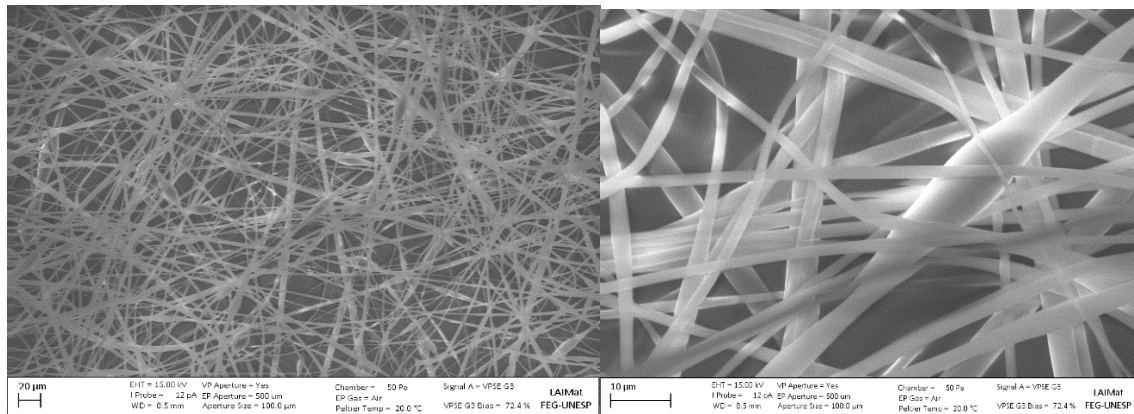


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 34 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 20Kv, 5cm, 500x; (b) 28%, 20Kv, 5cm, 3000x

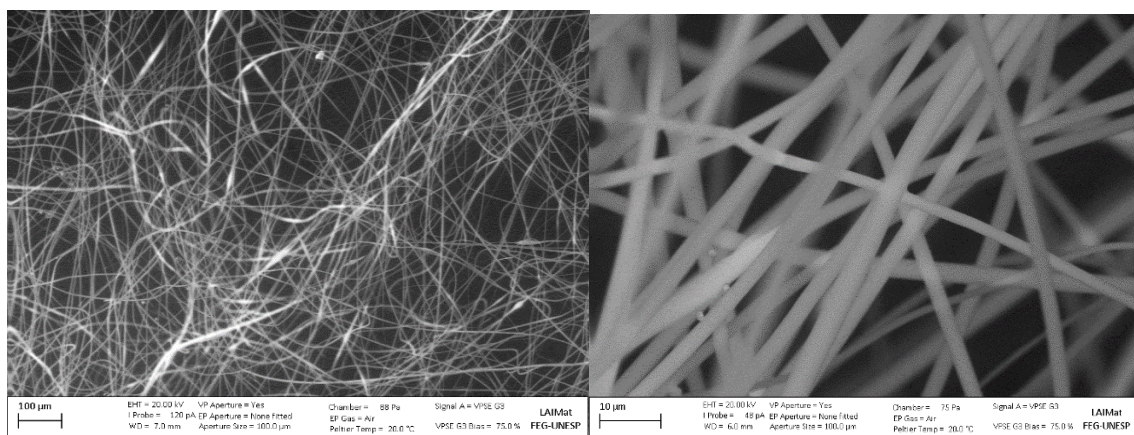


a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

Figura 35 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: (a) 28%, 20Kv, 10cm, 500x; (b) 28%, 20Kv, 10cm, 3000x



a)

b)

Fonte: (Produção do autor).

A partir das micrografias pode-se observar que a uma concentração de 28%, a influência dos parâmetros torna-se menos evidente e discrepante se comparado a concentração de 26%, tornando difícil de se estabelecer uma tendência de comportamento de acordo com a variação dos parâmetros. Mesmo assim a influência dos mesmos ainda podem ser observadas e analisadas isoladamente, segundo as imagens obtidas pelo MEV, podendo assim mostrar qual o melhor conjunto de parâmetros que nos fornece a melhor manta eletrofiada.

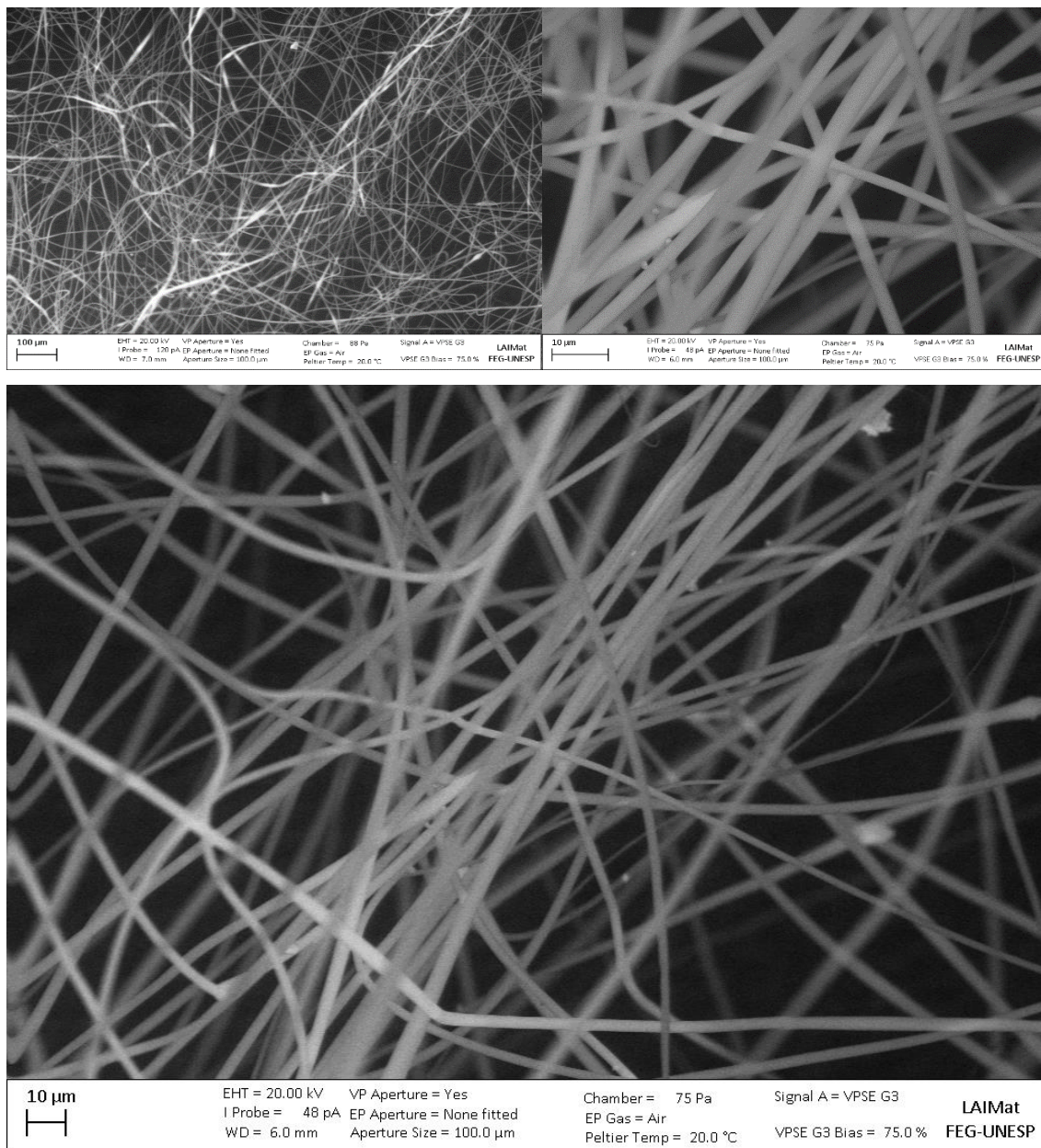
As mantas eletrofiadas na voltagem de 20Kv apresentaram no geral melhores resultados que as eletrofiadas nas outras voltagens, e portanto este grupo foi o escolhido para continuar o experimento. Dentro do grupo das mantas eletrofiadas a 20Kv, concentração de 28%, a mantas que foram eletrofiadas a uma distância maior, em geral apresentaram pequena, porém significativa melhora na qualidade da fibra (tal fato pode ser explicado devido a maior evaporação do solvente resultante de um maior caminho percorrido entre a seringa e o coletor, diminuindo assim a presença de defeitos e aumentando a homogeneidade da dispersão das fibras). Sendo assim pode-se afirmar que para concentração de 28% de PSU os parâmetros ótimos são; 20Kv de voltagem aplicado e 10cm de distância de trabalho.

Pode se ainda fazer uma comparação geral entre as duas concentrações. 26% e 28%, destacando o fato de que em maiores tensões de trabalho se obtém melhores resultados finais com relação a morfologia, presença de defeitos, e homogeneidade. Também pode-se observar que ao se tratar do parâmetro, distância de trabalho, a distância de 10 centímetros se mostrou a melhor em ambas as concentrações. Contudo para dar continuidade ao trabalho, foi escolhido, após análise, o conjunto de parâmetros ótimos da concentração de 28% de PSU em massa, pois este apresentava uma melhor homogeneidade assim como uma menor quantidade de defeitos, se comparado ao resultado gerado pelo conjunto ótimo de parâmetros da concentração de 26%.

Figura 36 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc: 28%, 20Kv, 10cm, [(a)500x, (b)3000x e (c)1000x].

a)

b)



Fonte: (Produção do autor).

c)

## 4.2 ADIÇÃO DE FERROCARBONILA E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO NANOESTRUTURADO .

A próxima etapa do trabalho se consistiu em adicionar um material que pode atuar absorvedor de radiação eletromagnética, dependendo de suas características e de sua porcentagem no material final, pertencente à família dos ferromagnéticos (Ferrocarbonila), a solução polimérica, e estudar sua influência no processamento da eletrofiação, assim como no caracterização final do material compósito formado pelo conjunto; manta polimérica e aditivo ferromagnético.

A Ferrocarbonila foi adicionada a solução polimérica através de uma ponteira ultrassônica, na qual a mesma emitia pulsos que possibilitavam a dispersão do material absorvedor na solução polimérica. Esses pulsos tinha uma duração de 30 segundos e um intervalo de 10 segundos, com duração total a 3 minutos. O objetivo dessa disposição era evitar o superaquecimento da solução e conseqüentemente a evaporação do solvente.

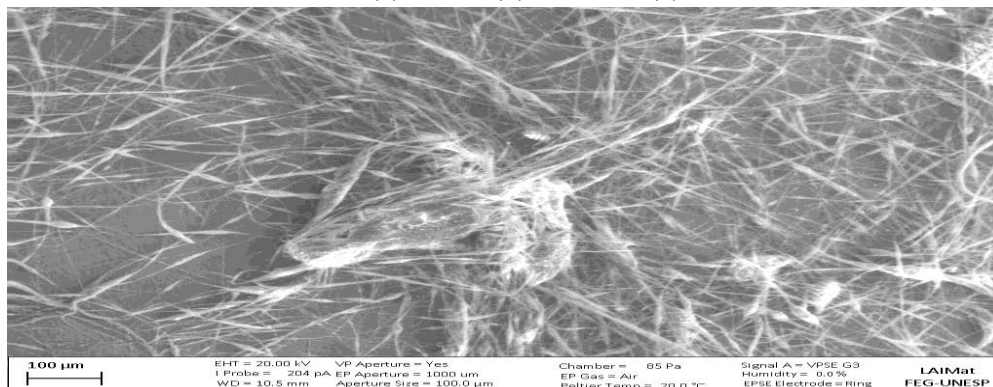
Devido à alta densidade do material absorvedor, após a dispersão a solução, agora contendo PSU, DMAc e Ferrocarbonila, dispunha de um intervalo de tempo relativamente curto antes que a Ferrocarbonila começasse a se precipitar no fundo do recipiente. Devido à está condição a eletrofiação da solução precisava ser realizada em no máximo 30 minutos após a dispersão, para garantir a homogeneização da mesma durante o processo de eletrofiação.

A concentração de Ferrocarbonila foi adicionada de forma gradativa a solução, e após a dispersão a mesma era eletrofiada. O objetivo desta etapa se consistia em descobrir a concentração máxima de aditivo ferromagnético, em massa, na solução, sem que o mesmo impedisse o processo de eletrofiação. Através da literatura podemos afirmar que quanto maior a concentração de Ferrocarbonila no compósito, maior será a absorção eletromagnética do compósito final, portanto descobrir o valor máximo da concentração em massa do aditivo é essencial para um posterior estudo de absorção eletromagnética deste material (REZENDE).

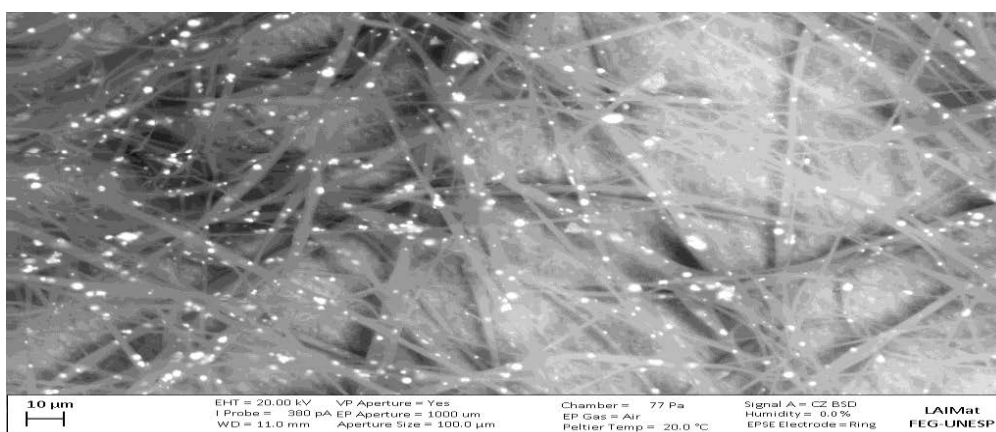
A partir da concentração de 2% em massa de Ferrocarbonila em solução a concentração foi aumentada gradativamente para 3%, 5%, 8%, 11% e 13%, a partir deste último valor a solução polimérica se encontrava muito densa e viscosa devido à alta concentração de Ferrocarbonila, não possibilitando a passagem da solução pela agulha, e conseqüentemente impedindo a formação de nanofibras.

Todas as mantas eletrofiadas foram analisadas através do MEV para verificar a presença e a dispersão da ferrocabonila nas nanofibras assim como para verificar a influência da concentração do aditivo na formação final das naanofibras. As figuras 37 a 42 apresentam as micrografias em ampliações de 200X,1000X e 3000X, da solução de 28% em massa de PSU, juntamente com suas respectivas concentrações de Ferrocabonila.

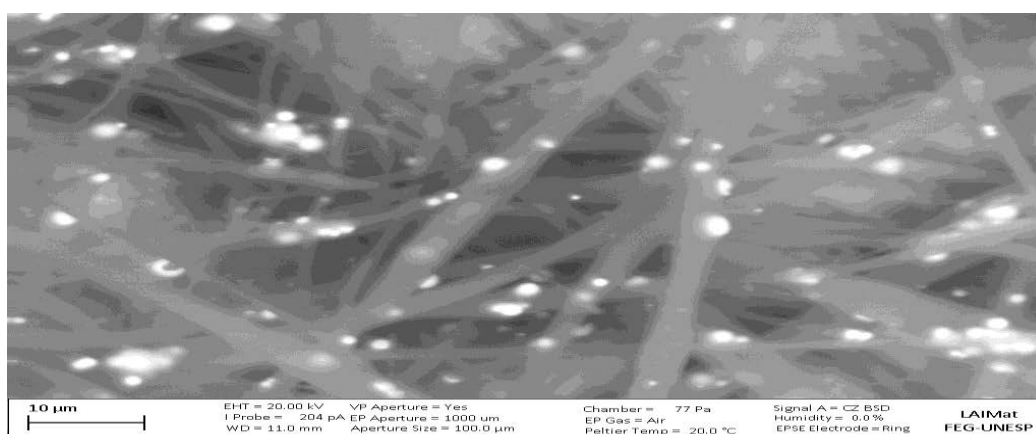
Figura 37 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 2% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x.



a)



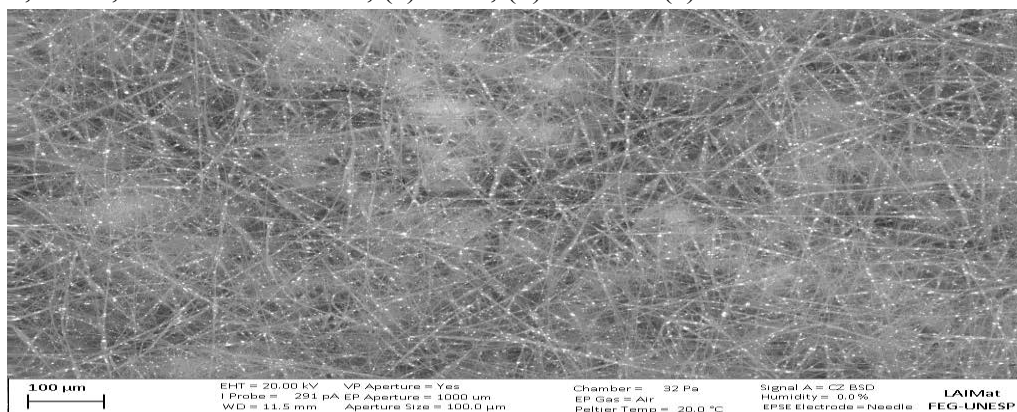
b)



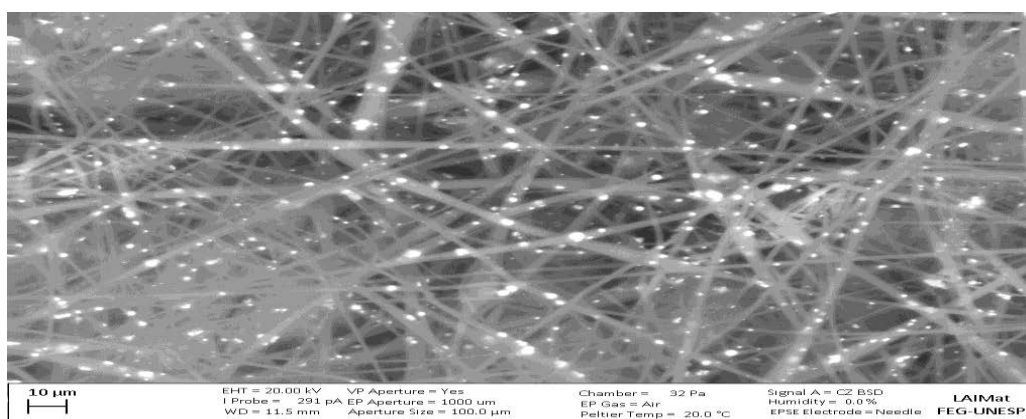
c)

Fonte: (Produção do autor).

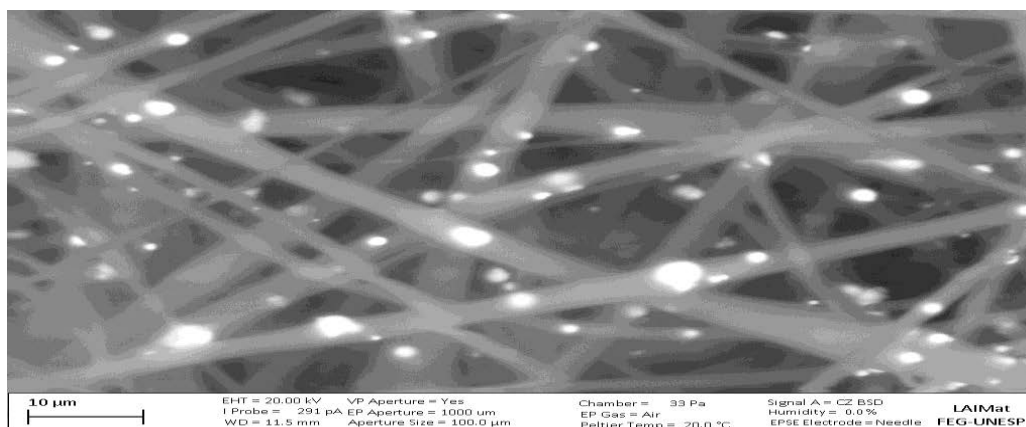
Figura 38 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 3% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x.



a)



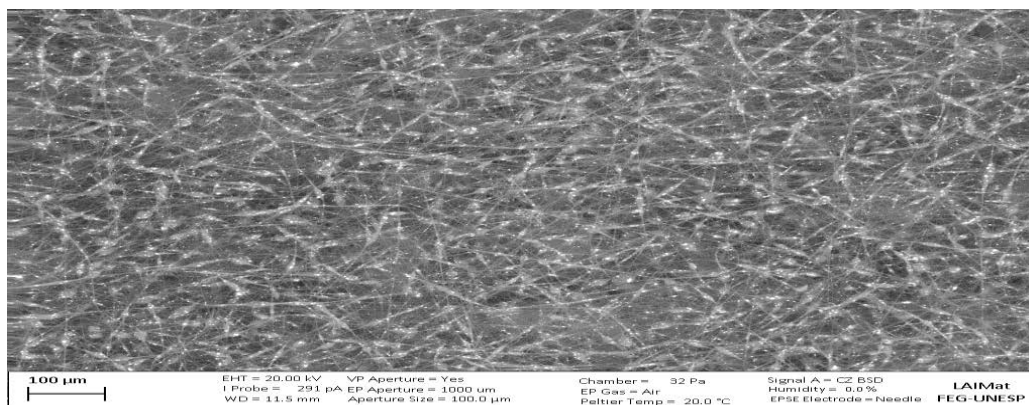
b)



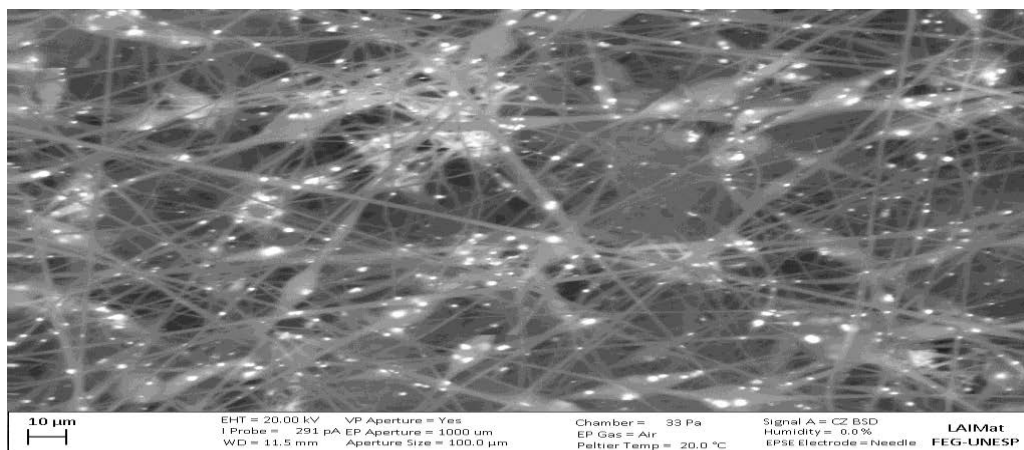
c)

Fonte: (Produção do autor).

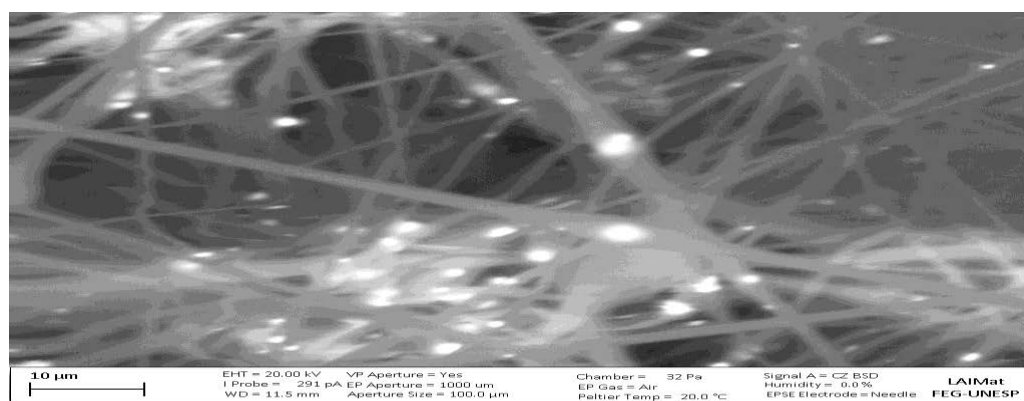
Figura 39 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 5% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x.



a)



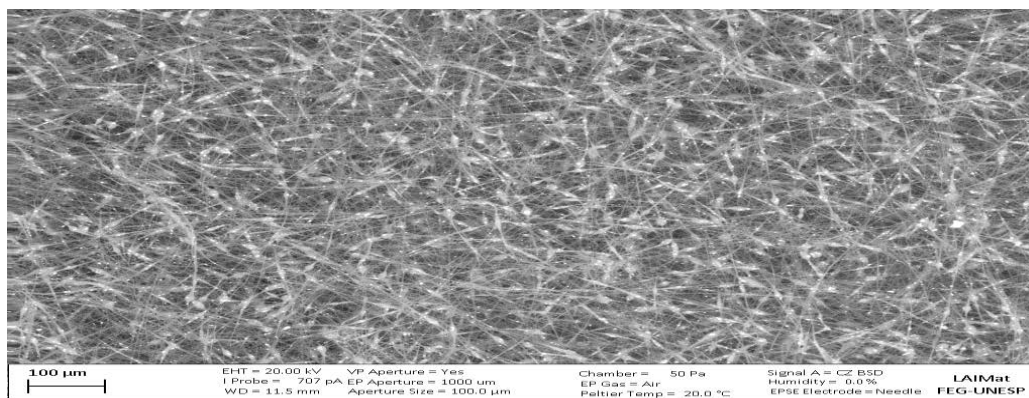
b)



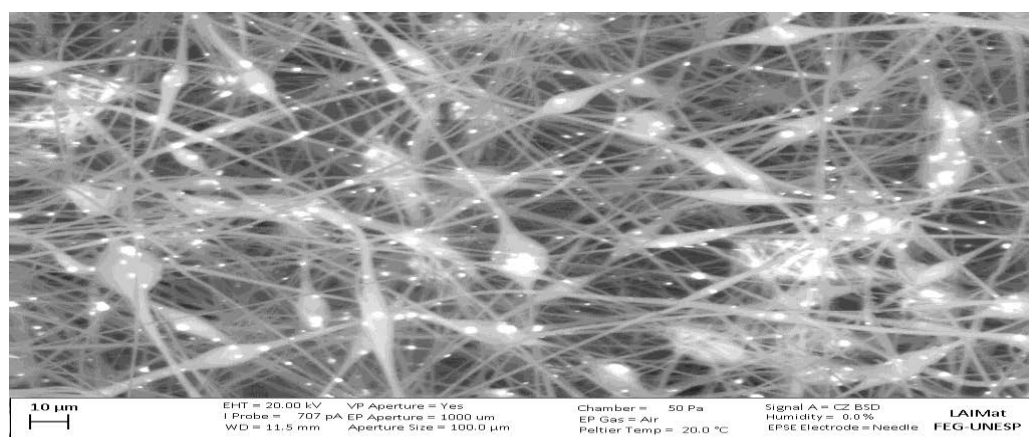
c)

Fonte: (Produção do autor).

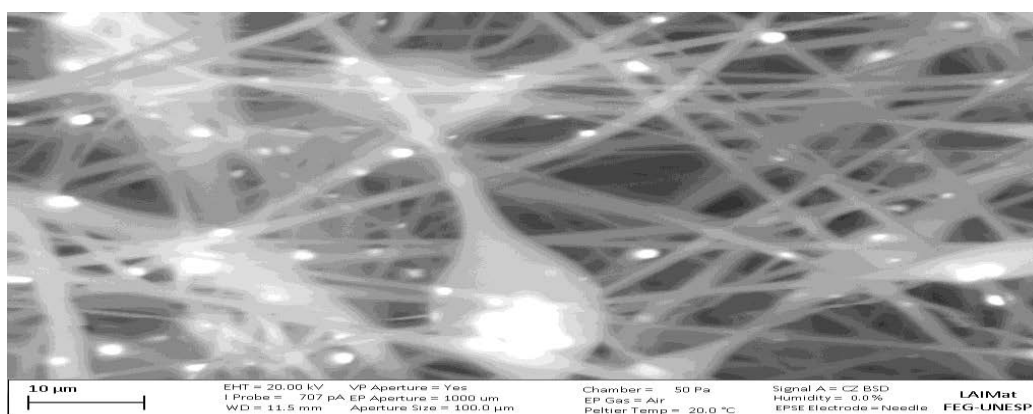
Figura 40 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAC/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 8% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x



a)



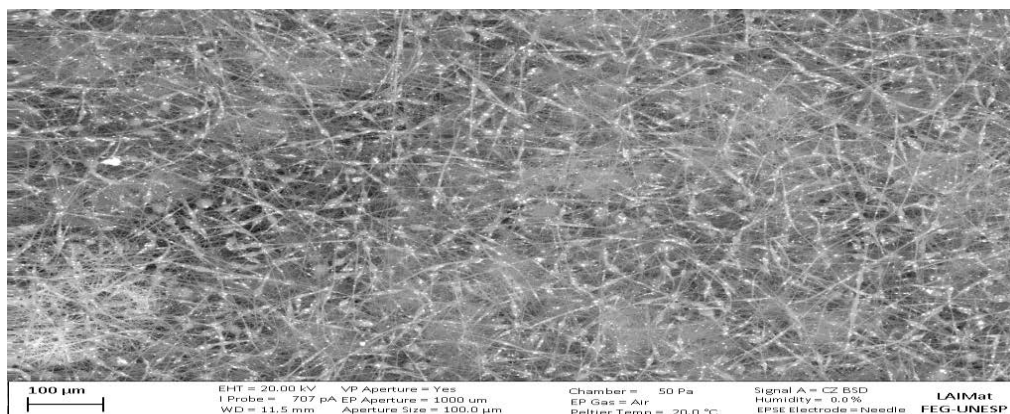
b)



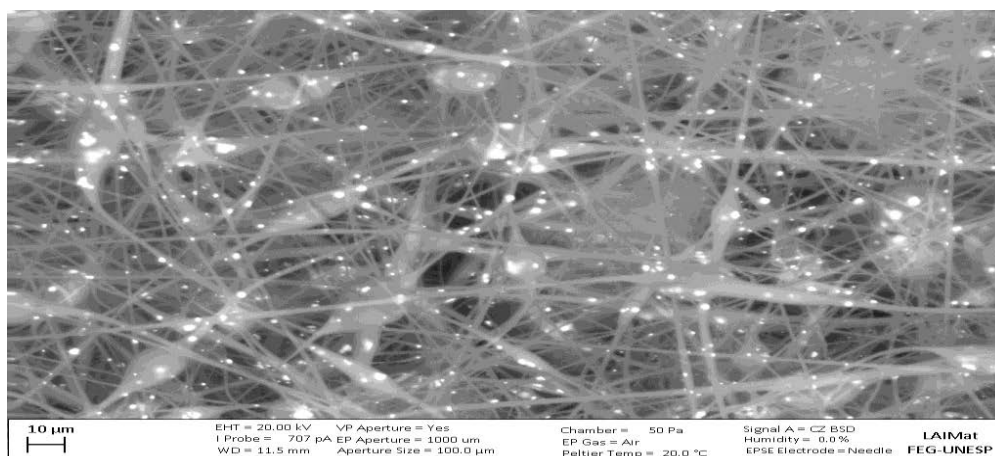
c)

Fonte: (Produção do autor).

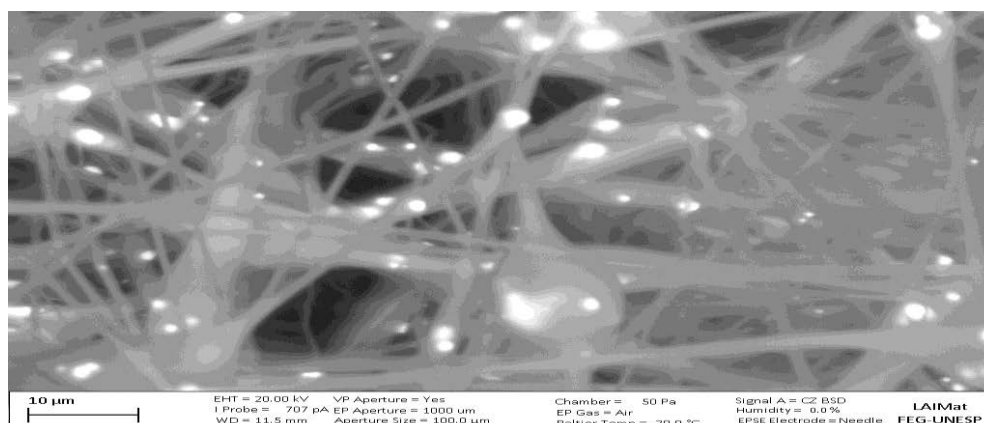
Figura 41 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAc/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 11% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x



a)



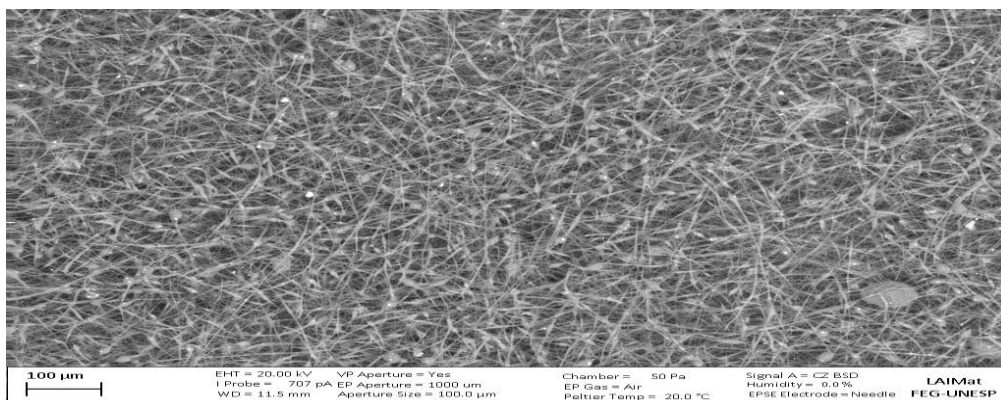
b)



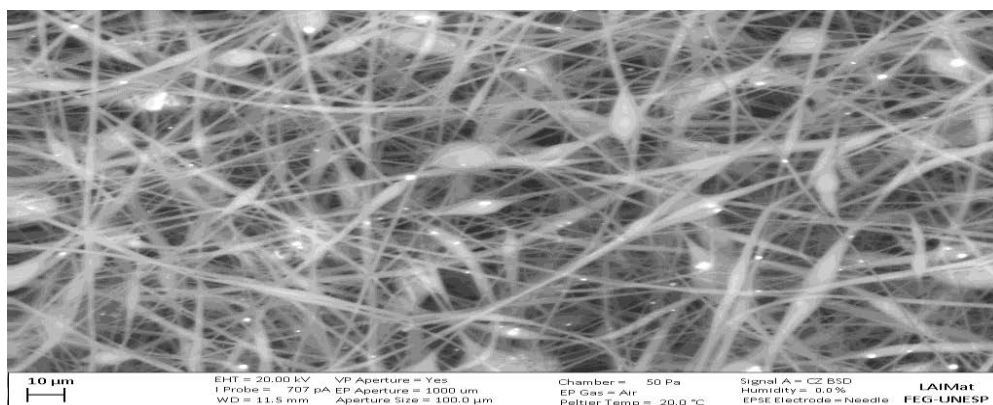
c)

Fonte: (Produção do autor).

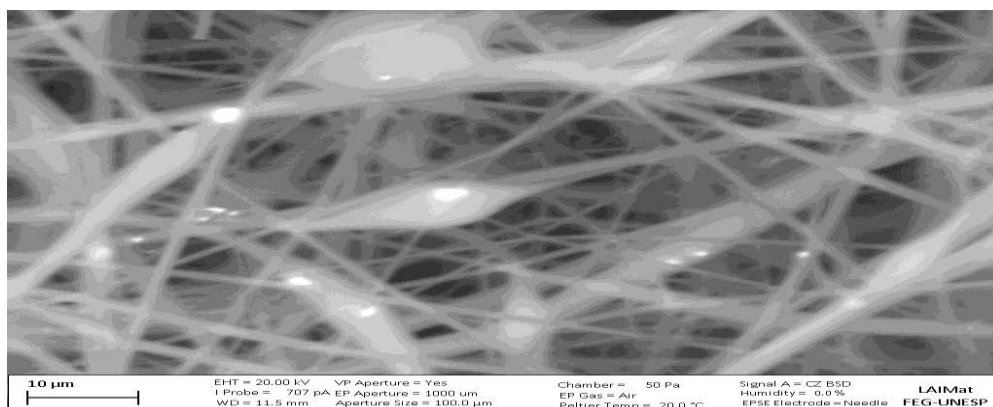
Figura 42 - Micrografias das nanofibras de PSU/DMAC/Ferrocabonila: (a) 28%PSU, 20Kv, 10cm, 13% Ferrocabonila, (a) 200x, (b) 1000x e (c) 3000x



a)



b)



c)

Fonte: (Produção do autor).

A partir das micrografias pode-se observar a faixa de concentração de Ferrocarbonila, na qual é possível se eletrofiar o compósito nanoestruturado, utilizando os parâmetros pré-estabelecidos anteriormente. Partindo de uma concentração de 2% em massa de Ferrocarbonila, e chegando a um máximo de 13%, estabeleceu-se assim a faixa de concentração em massa do aditivo Ferromagnético, na qual é possível ser adicionado a solução sem impedir a formação de nanofibras de PSU.

Tabela 5 - Faixa possível de concentração de Ferrocarbonila em massa.

13%	Tensão (kV)	Distância de trabalho	Concentração de Ferrocarbonila (%m/v)
28	20	10	2%
28			3%
28			5%
28			8%
28			11%
28			
28			

Fonte: Produção do autor

Soluções com concentração de Ferrocarbonila acima de 13% em massa, começavam a apresentar uma alta dificuldade de dispersão através da utilização da ponteira ultra sônica, assim como uma alta viscosidade final da solução, na qual impedia o processo de eletrofição, pois resultava no entupimento da agulha antes mesmo de processo começar. Sendo assim a máxima concentração de aditivo ferromagnético na qual foi possível realizar o processo de eletrofição, e obter a manta eletrofiada é 13% em massa total da solução. Acima da concentração de 13% a solução polimérica se tornava consideravelmente viscosa, se tornando impossível de realizar a eletrofição no equipamento disponível em laboratório.

Ainda com relação a micrografias obtidas através do MEV pode-se observar que a medida que a concentração de aditivo aumenta na solução polimérica, a presença de defeitos nas nanofibras começa a se tornar maior como pode ser observado nas figuras 39, 40 e 41. A partir da concentração de 8% a quantidade de defeitos começa a se mostrar de forma mais visível, comparado com concentrações inferiores, e aumenta gradativamente junto com o aumento da concentração de aditivo.

#### 4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS PARÂMETROS “S” DE ESPALHAMENTO

A partir das mantas eletrofiadas, contendo Ferrocarbonila, que se encontravam depositadas no papel alumínio, após o processo de eletrofição, começou-se o processo de preparação das amostras de forma necessária para se utilizar o guia de onda. Primeiramente foram cortado pedaços retangulares de isopor nas seguintes medidas; 22,62 mm de comprimento, 10 mm de largura, e 5mm de espessura. Com os pedaços de

isopor cortados, no exato perfil, exigido para o porta amostra do analisador vetorial de redes e guia de ondas, começou-se o trabalho de desprender a manta eletrofiada, que se encontrava em contato com o papel alumínio e depositar está manta no corpo de prova de isopor (Figura 43). Para o experimento apenas uma camada de manta eletrofiada foi utilizada.

Figura 43 - Manta eletrofiada retirada do papel alumínio.



Fonte: (Produção do autor).

Ao total foram preparadas 5 amostras, contendo as porcentagens de Ferrocarbonila em massa de; 3%, 5%, 8%, 11% e 13%, os corpos de prova final (isopor mais manta eletrofiada) são encontrados na figura 44.

Figura 44 – Corpo de prova final utilizado para o ensaio de Guia de Onda



Fonte: (Produção do autor).

Após a preparação das amostras as mesmas foram caracterizadas em analisador vetorial de redes e guia de ondas retangular, com o objetivo de determinar os parâmetros de espalhamento, reflexão ( $S_{ii}$ ) e transmissão ( $S_{ij}$ ). O ensaio foi realizado na faixa de frequência da banda X, 8,2 GHz a 12,4 GHz.

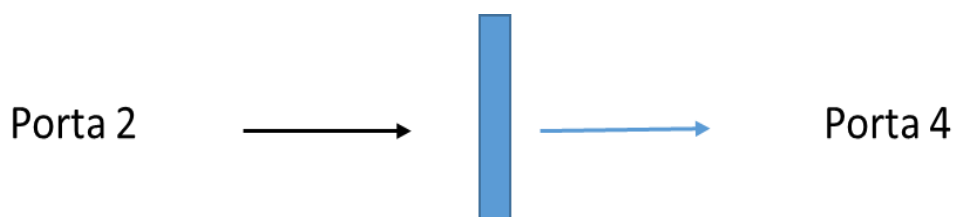
O equipamento utilizado é disposto de duas portas, porta número 2 e porta número 4, onde o corpo de prova fica disposto entre essas duas portas. O ensaio é dividido em duas etapas, onde a primeira consiste em enviar ondas eletromagnéticas de uma porta a outra (transmissão), e posteriormente medir qual porção desta radiação enviada chegou a porta receptora(reflexão). Sendo assim,

“S42” - Significa que foi medido a radiação eletromagnética que saiu da porta 2 e chegou a porta 4 (radiação transmissiva) e

“S44” - refere-se a radiação eletromagnética que saiu da porta 4 e retornou a porta 4 (radiação refletida)

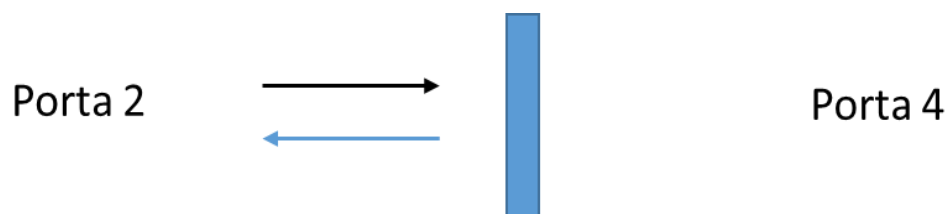
As figuras 45, 46, 47 e 48 ilustram alguns dos possíveis comportamentos da radiação eletromagnética mediante a materiais com características diferentes.

Figura 45 – Material com 100% transmissibilidade.



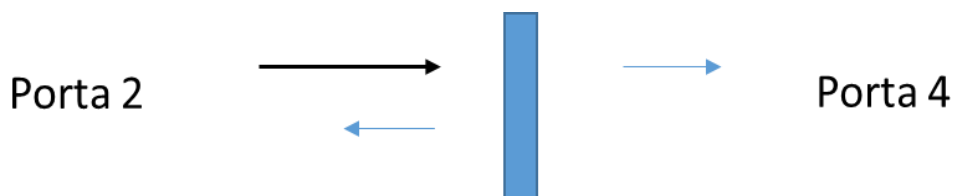
Fonte: (Produção do autor).

Figura 46 – Material 100% refletor.



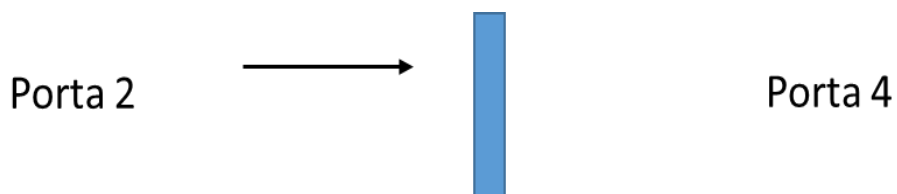
Fonte: (Produção do autor).

Figura 47 - Material com uma parcela de transmissibilidade e uma parcela refletora



Fonte: (Produção do autor).

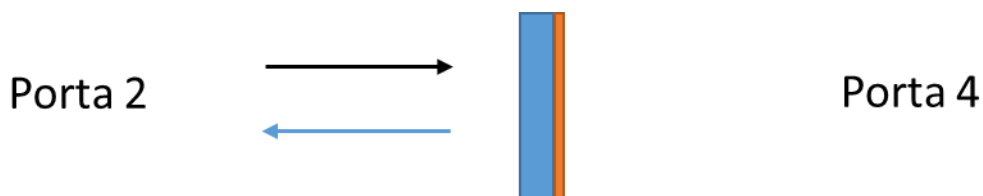
Figura 48 – Material 100% absorvedor de radiação eletromagnética.



Fonte: (Produção do autor).

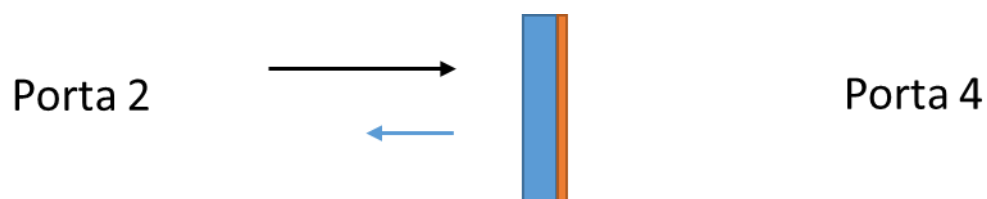
O segundo método, é colocar uma placa metálica, 100% refletora, acoplada ao corpo de prova e medir o quanto de radiação eletromagnética incidente na placa, após atravessar o material, retornou a está mesma portaincidindo na superfície do material mais distante da placa metálica. Como a placa metálica acoplada atrás do corpo de prova é 100% refletora, três possíveis resultados poderão ser encontrados; 1º - O material não absorve nada de radiação eletromagnética e 100% da radiação enviada retorna a porta emissora, ou 2º - O material possui certo nível de absorção de radiação eletromagnética e nem toda radiação emitida retorna a porta, e 3º - O material é 100% absorvedor e nenhuma radiação retorna a porta emissora. As figuras 49, 50 e 51 cada comportamento respectivamente.

Figura 49 - Material com 100% de transmissibilidade.



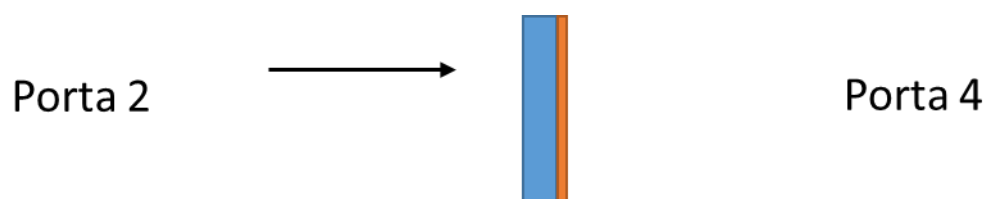
Fonte: (Produção do autor).

Figura 50 - Material parcialmente absorvedor.



Fonte: (Produção do autor).

Figura 51 – Material 100% absorvedor.

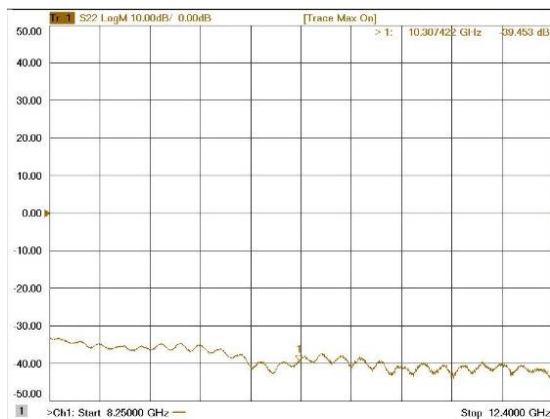


Fonte: (Produção do autor).

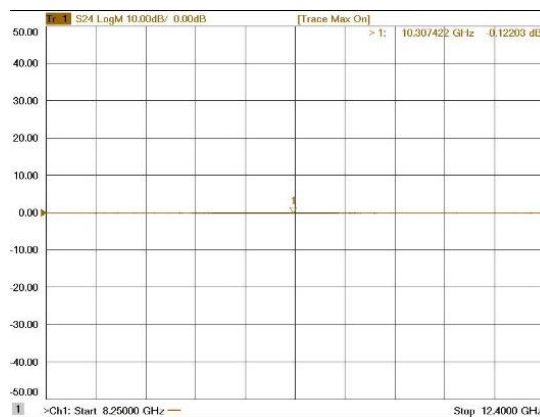
Os resultados das caracterizações eletromagnéticas são apresentados na sequência, para cada porcentagem de Ferrocarbonila.

Figura 52 – Material com 3% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova

a) S22



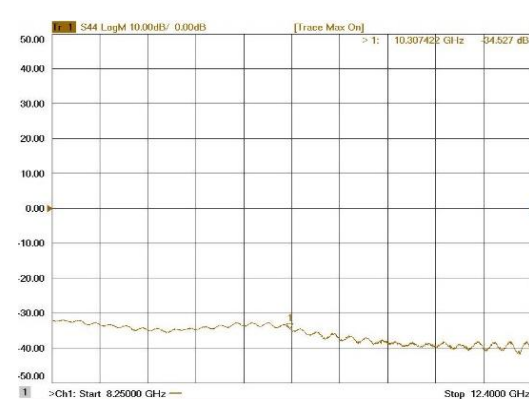
b) S24



c) S42

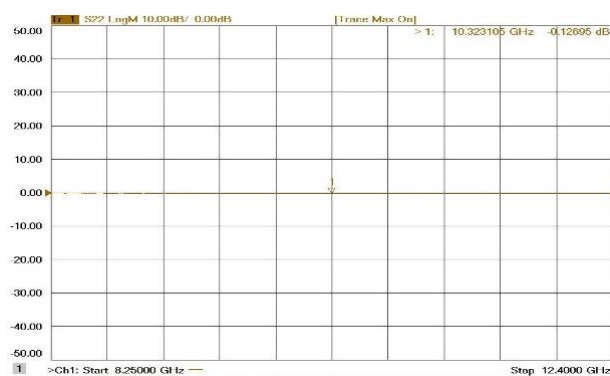


d) S44



Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

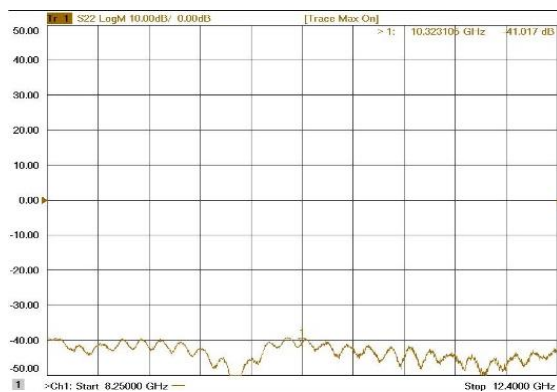
Figura 53 – Material com 3% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova



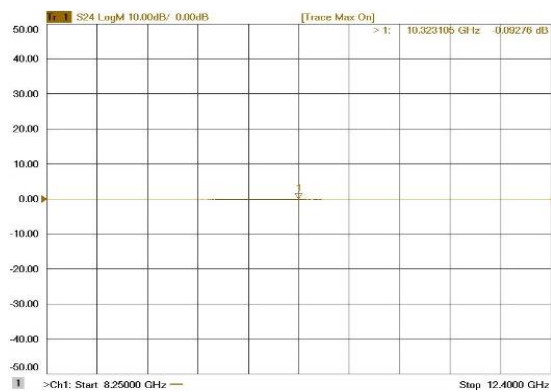
Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 54 – Material com 5% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova

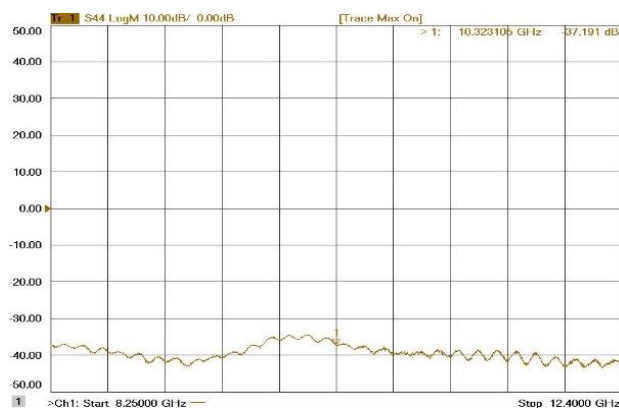
a) S22



b) S24

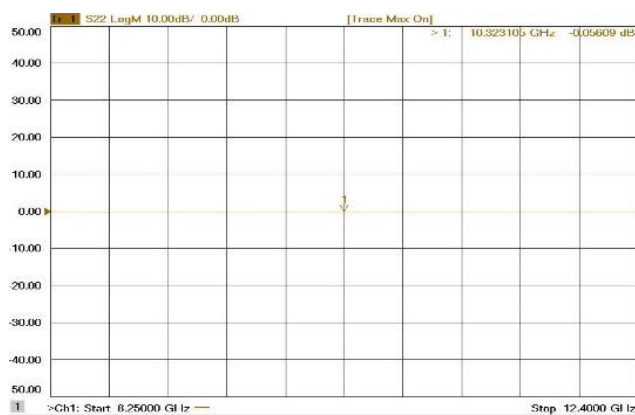


c) S44



Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

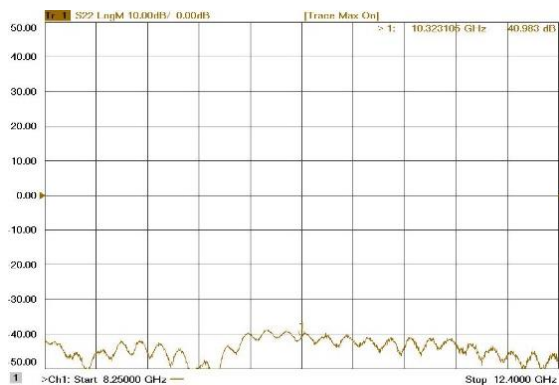
Figura 55 – Material com 5% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova.



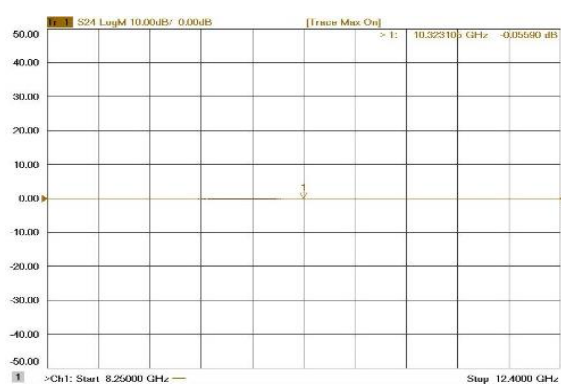
Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 56 – Material com 8% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova.

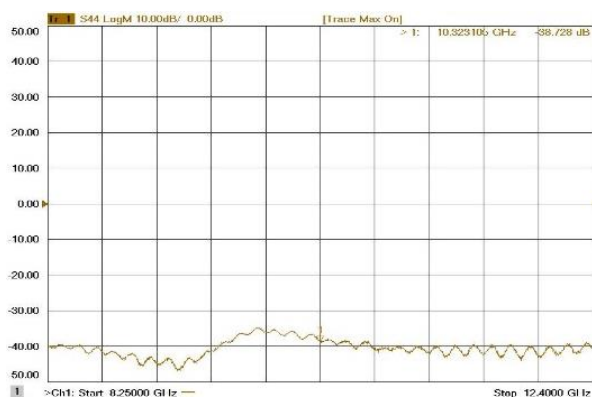
a) S22



b) S24

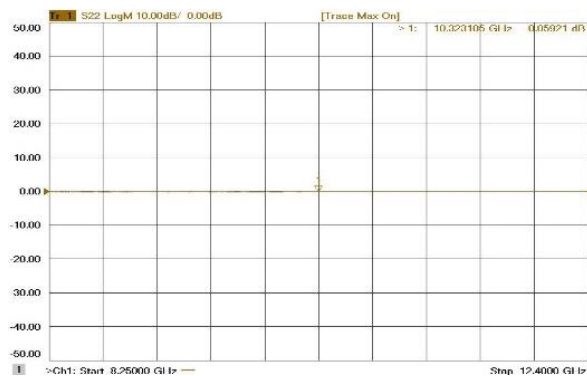


c) S44



Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 57 – Material com 8% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova.



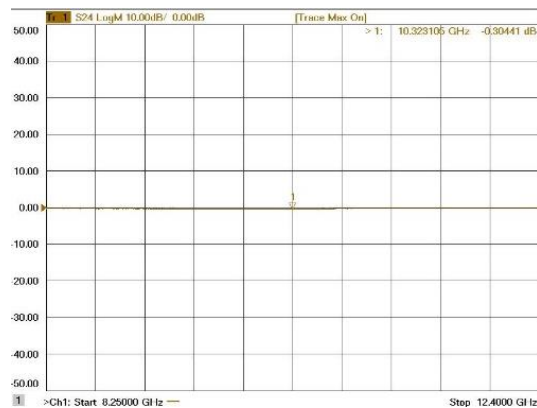
Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 58 – Material com 11% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova.

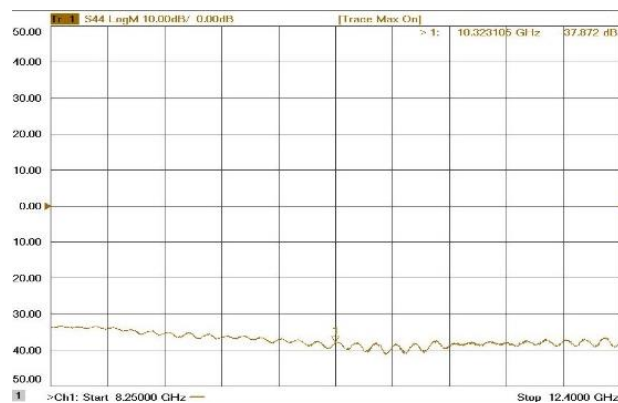
a) S22



b) S24

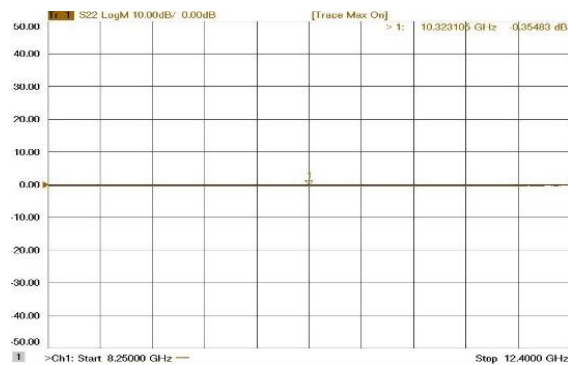


c) S44



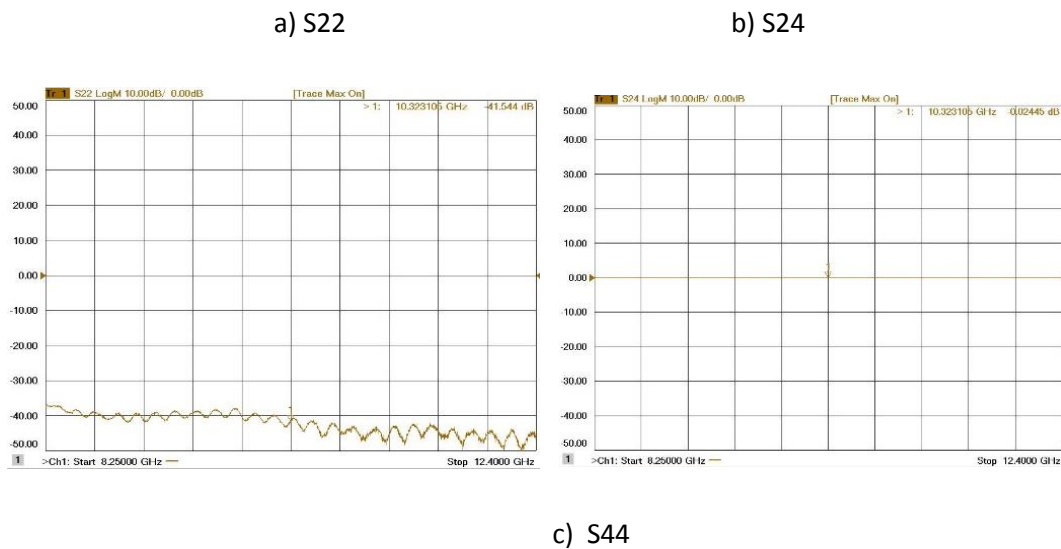
Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 59 – Material com 11% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova.



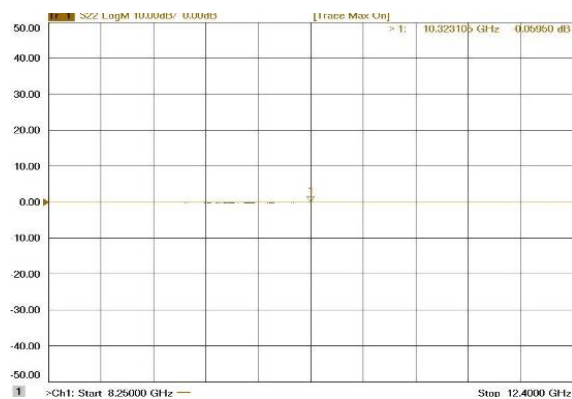
Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 60 – Material com 13% de Ferrocarbonila, sem placa metálica acoplada ao corpo de prova.



Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

Figura 61 – Material com 13% de Ferrocarbonila, com placa metálica acoplada ao corpo de prova.



Fonte: (Ensaio realizado por Daniel Silveira).

A partir dos gráficos apresentados, referentes a amostras contendo Ferrocarbonila, é possível afirmar que o material não apresentou características absorvedoras de radiação eletromagnéticas, em nenhuma frequência dentro da banda X, independentemente da porcentagem de Ferrocarbonila contida no corpo de prova.

Em todos os testes o material apresentou transmissibilidade de aproximadamente 100% da radiação eletromagnética, e uma atenuação tendendo a zero. Em outras palavras, no teste sem a utilização da placa metálica acoplada, a radiação que foi emitida de uma porta “i” chegou praticamente em sua totalidade na porta “j”, (transmissão  $S_{ji}$ ), e no teste com a placa metálica acoplada, toda a radiação que foi emitida de uma porta “x” retornou a esta mesma porta “x”.

Pode-se observar também que a transmissibilidade para ondas eletromagnéticas da banda X, no material em questão, é semelhante independentemente do lado de incidência ( $S_{24} = S_{42}$ ).

Ainda como última observação, referente a análise dos gráficos obtidos pelo ensaio de guia de onda, a figura 56 mostra uma pequena porém relevante diferença dos valores obtidos por S22, se comparada a figura 58 nos mesmos parâmetros. A média geral da figura 56 para S22 é de 41,45, um valor relevantemente maior que a média S22 da figura 58, que apresentou um valor de 31,22. Sendo assim o material caracterizado na porcentagem de 11% de Ferrocarbonila, em massa, apresenta uma reflexão maior que o material caracterizado na concentração de 8% em massa, e portanto, nós permitimos afirmar que o material em questão pode mudar seu caráter refletor/absorvedor, dependendo dos seus parâmetros de processo.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 5.1 CONCLUSÕES

A partir das análises das micrografias obtidas no MEV foi possível estabelecer a faixa possível de eletrofiação na qual possibilitava a formação efetiva de nanofibras de PSU, assim como sua reprodutibilidade em laboratório. Esta faixa de eletrofiação foi estabelecida experimentalmente através de ensaios e análises, e abrange toda as concentrações entre 26% de PSU e 28% de PSU em massa.

Referente a concentração de 26% de PSU pode-se afirmar que o parâmetro de processo que possui maior influência de processamento nesta concentração é a distância de trabalho, quanto maior a distância de trabalho maior a possibilidade de formação de nanofibras. Como resultado, os parâmetros ótimos para essa concentração são; 18Kv de voltagem aplicada e 10cm de distância de trabalho.

Seguindo agora a concentração de 28% de PSU, a influência dos parâmetros torna-se menos evidente e discrepante se comparado a concentração de 26%, tornando difícil de se estabelecer uma tendência de comportamento de acordo com a variação dos parâmetros. Contudo realizando uma análise individual dos parâmetros chega-se à conclusão que para concentração de 28% de PSU os parâmetros ótimos são; 20Kv de voltagem aplicado e 10cm de distância de trabalho.

Analisando a eletrofiação como um todo e comparando os melhores parâmetros de ambas as concentrações. 26% e 28%, conclui-se que apesar de ambos apresentarem resultados satisfatórios, a concentração, que juntamente com os parâmetros ótimos, apresenta maior uniformidade, menor presença de defeitos e maior homogeneidade de diâmetros de fibras se mostra a concentração de 28% com uma voltagem de 20Kv e 10cm de distância de trabalho.

A Ferrocaraonila adicionada a solução polimérica não apresentou problemas de dispersão com o equipamento utilizado, no entanto devido a sua alta densidade, se comparada ao polímero ou a solução polimérica, após o aditivo ser homogeneizado com a solução a solução possui um tempo de vida útil de no máximo 30 minutos para ser eletrofiada sem apresentar problemas de homogeneização na solução, devido principalmente a decantação do aditivo ferromagnético. O limite máximo de aditivo magnético foi estipulado experimentalmente em 13% em massa, concentrações com valores superiores a esse ocasionavam soluções muito viscosas, onde por sua vez resultava no entupimento da agulha durante o processo de eletrofiação impedindo a formação das nanofibras de PSU aditivadas de material absorvedor de radiação eletromagnética.

O estudo reológico da solução processada não pode ser realizado por problemas técnicos encontrados no equipamento durante o confecção do presente trabalho. No entanto este estudo, necessário para entender o comportamento desta solução fica como próximos passos do trabalho, como algo complementar a ser realizado a quem interessar.

O material processado final não apresentou características absorvedoras, mostrando-se um material com 100% de transmissibilidade e zero atenuação. Este resultado já esperado devido à baixa porcentagem de Ferrocaraonila em massa, no qual foi possível

adicionar a solução polimérica. Estudos realizados com este mesmo material mostram que é necessário uma grande porcentagem em massa de aditivo para que o mesmo apresente alguma característica absorvedora de radiação eletromagnética. Outro fator de bastante importância que contribuiu para este resultado, é a espessura da manta eletrofiada. Devido a espessura obtida, micrometros, o material processado contribui de forma não efetiva para absorção da radiação, pois o mesmo constitui um material bastante poroso e de fácil transponibilidade. Por outra lado, segundo a análise dos parâmetro S22 na concentração de 8% e 11%, o material mostrou que seus parâmetros de processo (neste caso a concentração do aditivo), pode mudar suas características absorvedores/refletores, indicando que este material pode se tornar um possível absorvedor ou refletor de radiação eletromagnética se seu parâmetros de processo continuarem a serem estudados.

Uma possível solução para transformar este material processado em um material absorvedor seria processá-lo com uma espessura relativamente maior, fazendo assim com que a quantidade de Ferrocobalita presente no material aumente consideravelmente, e o poros diminuam tendendo a uma quantidade cada vez menor. Estas possíveis conclusões, são apresentadas mediante a experiência prática do pesquisador adquirida em laboratório após inúmeras horas de testes, apoiado principalmente pela bibliográfica disponível do material absorvedor. Estas conclusões para serem confirmadas precisariam de novos testes e ensaios, deixando assim em aberto como um próximo passos desta pesquisa.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

APARECIDO, M. B. S. **Obtenção de compósitos nanoestruturados PSU/NANOTUBOS de carbono pela técnica de eletrofição.** 2015. 46 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

BASTOS, R. M. P. **Nanotecnologia: uma revolução no desenvolvimento de novos produtos.** 2006. 27.f Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Produção) – Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2006.

BAHADOOR, A; WANG, Y; AFSAR, M. **Complex permittivity and permeability of hexaferrite and carbonyl iron powder using rectangular waveguide technique from 8,0-40 GHz.** Proc. IEEE, 2005. 446 p.

BASF CORPORATION. **Carbonyl iron powder.** Disponível em: <[http://ww.inorganics.basf.com/p02/CAPortal/en\\_GB/portal/Carbonyleisenpulver/content/Produktgruppen/Carbonyleisenpulver/Carbonyleisenpulver](http://ww.inorganics.basf.com/p02/CAPortal/en_GB/portal/Carbonyleisenpulver/content/Produktgruppen/Carbonyleisenpulver/Carbonyleisenpulver)>. Acesso em: 25 ago. 2016.

BEACHLEY, V.; WEN, X. **Polymer nanofibrous structures: fabrication, biofunctionalization, and cell interactions.** Charleston, USA, 2010.

BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. **Biotechnology Advances**, India, v. 28, p. 325-347, jan. 2010.

BIELLO, DAVID. **Nanopartículas na comida representam um risco à saúde?:** Revista Scientific American. Disponível em <[http://www2.uol.com.br/sciam/noticias/nanopartículas\\_na\\_comida\\_representam\\_um\\_risco\\_a\\_saude\\_.html](http://www2.uol.com.br/sciam/noticias/nanopartículas_na_comida_representam_um_risco_a_saude_.html)>. Acesso em: 08 mar 2016

BRASKEN. **Nanocompósitos Poliméricos.** Disponível em: <[http://www.braskem.com.br/upload/portal\\_braskem/pt/produtos\\_e\\_servicos/palestras\\_tecnicas/Nanocomp%C3%B3sitos%20Polim%C3%A9ricos.pdf](http://www.braskem.com.br/upload/portal_braskem/pt/produtos_e_servicos/palestras_tecnicas/Nanocomp%C3%B3sitos%20Polim%C3%A9ricos.pdf)>. Acesso em: 16 mar 2016.

CANEVAROLO, S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros.** São Paulo: Artliber Editora, 2003.

CANEVAROLO, S. V. **Ciência dos Polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros.** São Paulo: Artliber Editora, 2002.

CARVALHO, M, P. **Análise de tensões e deformações em estruturas termoplásticas usando o método de elementos finitos**. 2007. 136. f Dissertação (Mestrado em engenharia e tecnologia de materiais) – Pontifica universidade católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

CIMITILE, MATTHEW. **Filtro Solar destrói microorganismos benéficos**: Revista Scientific American. Disponível em:  
<[http://www2.uol.com.br/sciam/noticias/filtro\\_solar\\_destroi\\_microorganismos\\_beneficos.html](http://www2.uol.com.br/sciam/noticias/filtro_solar_destroi_microorganismos_beneficos.html)> Acesso em: 22 mar 2016.

COSTA, R. G. F. et al. Eletrofiação de Polímero em Solução. Parte I: Fundamentação Teórica. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v.22, n. 8, p. 170-177, 2012.

COSTA, R. G. F. et al. Eletrofiação de Polímero em Solução. Parte II: Aplicações e Perspectivas. **Polímeros: ciência e tecnologia**, São Carlos, v 22, n 8, p 177-182 2012.

DURAN, N.; MATTOSO, L. H. C.; MORAIS, P. C. **Nanotecnologia**: introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação. São Paulo: Artliber, 2006. 208 p.

EBEWELE, R. O. **Polymer science and technology**. Florida: CRC Press LLC, 1996.

FARAHANI, R. D.; DALIR, H.; BORGNE, V. LE; et al. Reinforcing epoxy nanocomposites with functionalized carbon nanotubes via biotin–streptavidin interactions. **Composites Science and Technology**, Amsterdam, v. 72, n. 12, p. 1387–1395, set. 2012.

FELIPETTO, E. Processamento de Polímeros. Disponível em:  
< [http://www.tifnet.com.br/disciplinas/polimeros\\_aula\\_01.pdf](http://www.tifnet.com.br/disciplinas/polimeros_aula_01.pdf)>. Data de acesso: 15 fev 2016.

FRENOT, A.; CHRONAKIS, I. S. Polymer nanofibers assembled by electrospinning. **Current Opinion in Colloid and Interface Science**, Molndal, vol 8, p. 64-75, 2003.

GIL, D, M. Proposta de projeto para a solicitação de bolsa para iniciação científica: **Eletrofiação de PSU/Ferrocobaltita para a obtenção de absorvedores de radiação eletromagnética**, 2013.

GUERRINI, L. M. **Produção de materiais nanoestruturados pelo processo de eletrofiação para a obtenção de absorvedores de micro-ondas**. Relatório Científico Final – Pós Doutorado. IAE/CTA – Divisão de Materiais., Universidade Federal de São Paulo, Brasil, 2010.

LEE, S. M. **International Encyclopedia of Composites**: New York: VCH Publishers, v. 6. p. 404-430. 1991.

LIAO, S. Y. **Microwave devices & circuits**, 3rd Ed. Upper Saddle River, New Jersey: Prentice Hall, 1990. 61-101 p.

MARTINS, P.R. **Nanotecnologia Sociedade e Meio Ambiente**. In: SEGUNDO SEMINÁRIO INTERNACIONAL, 2006, São Paulo: Xamã, 2006.

MILLER, JOHN C., SERRATO, R., KUNDAHL, G. **The Handbook of Nanotechnology: Business, Policy and Intellectual Property Law**: First Edition. New Jersey: Wiley, 2005.

NOHARA, E. L. **Caracterização Eletromagnética de Plataformas Aéreas e Terrestre**. **Institute of Radioengineering and Electronics**. 2002. 25 f. Estágio técnico realizado durante doutorado sawduiche, – Academy of Sciences. Fryazno, Russia Fevereiro-Abril, 2002.

NOHARA, E. L; REZENDE, M. C **Materiais Absorvedores de Radiação (8-12GHz) Obtidos pela Combinação de Compósitos Avançados Dielétricos e Revestimento Magnéticos**. 2002. 38 f. 3º relatório anual de atividades de doutorado – descrição das atividades desenvolvidas na Rússia, FAPESP, 10 ago. 2002.

NOHARA, E. L..REZENDE, M. C. **Histórico das atividades de redução de assinatura radar de Aeronaves na MIG**. Taubaté.

PAIVA, L. B. DE; MORALES, A. R.; GUIMARÃES, T. R. Propriedades mecânicas de nanocompósitos de polipropileno e montmorilonita organofílica. **Polímeros: Ciência e tecnologia**, São Carlos, v. 16, n. 2, p. 136–140, 2006.

PAUL, D. R.; ROBESON, L. M. Polymer nanotechnology: Nanocomposites. **Polymer**, United States, vol 49, p. 3187–3204, feb. 2008.

PEREIRA, J, J. **Caracterização eletromagnética de materiais de microondas via medidas de permissividade e permeabilidade complexas na banda x**. 2007. 179 f. Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre no Curso de Pós-graduação em Engenharia – Universidade de Taubaté,: Taubaté, 2007.

RAMAKRISHNA,S.;FUJIHARA, K.;TEO, W.;LIM,T.;MA, Z. **An Introduction to Electrospinning and Nanofibers**. 6 ed Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltda, 2005, 396 p.

REZENDE, M. C.; NOHARA, E. L.; MARTIN, I. M.; MIACCI, M. A. S. Medidas de refletividade de materiais absorvedores de radiação eletromagnética usando as técnicas RCS e NRL. **Revista de Física Aplicada e Instrumentação**, v. 16, n. 1, p. 30- 36, mar 2003.

RIBEIRO, B. **Obtenção e caracterização de compósitos nanoestruturados de poli(sulfeto de Fenileno) reforçados com nanotubos de carbono**. 2015. 146 f. Tese apresentada a faculdade de engenharia do campus de Guaratinguetá, universidade estadual paulista, para a obtenção do título de doutor em engenharia mecânica na área de materiais. – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista Guaratinguetá, 2015.

SIGMA-ALDRICH. **Polysulfone Data Sheet**. Disponível em : <<https://www.sigmaaldrich.com/spectra/ftir/FTIR002083.PDF>>. Data de acesso: 03 mar 2015.

SILVA, F. S. **Obtenção de estruturas híbridas absorvedoras de radiação eletromagnética na faixa de microondas aplicadas no setor aeronáutico**. 2000. 111 f. Dissertação (Mestre em Ciências) – Curso de Engenharia Aeronáutica e Mecânica, área Física e Química dos Materiais Aeroespaciais – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2000.

SILVA, G. Q. **Nanociência e nanotecnologia**. 2009. Trabalho de Graduação (Graduação em licenciatura Física) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2009.

SILVEIRA, D. C. **Obtenção e caracterização de estruturas absorvedoras de microondas baseadas em laminado de fibra de vidro/resina epóxi/véu de C/Ni**. 2016. 176 f. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, área de Materiais - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Guaratinguetá, São Paulo, 2016.

SOUZA, J. F. **Desenvolvimento de membranas de polisulfona para a imobilização de lipase**. 2006. Dissertação apresentada ao programa de mestrado em materiais – Universidade de Caxias do sul, Caxias do sul, 2006.

THOMPSON,C.J.; CHASE, G.G. ; YARIN, A.L. ; RENEKER, D.H. Effects of parameters on nanofiber diameter from electrospinning model. **Polymer**, Florida, v 48, n 10, p. 6913-6922, 2007.

WIEBECK,H.; HARADA, J. Plásticos de Engenharia. São Paulo: Artliber, 2005. 349 p.

WIKIPEDIA, Guia de Onda circular. Disponível em:  
[https://pt.wikipedia.org/wiki/Guia\\_de\\_onda\\_circular](https://pt.wikipedia.org/wiki/Guia_de_onda_circular). Data de acesso: 20/07/2016

**BIBLIOGRAFIA CONSULTADA**

APARECIDO, M. B. S. **Obtenção de compósitos nanoestruturados PSU/NANOTUBOS de carbono pela técnica de eletrofição.** 2015. 46 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

SATO, J, A, P. **Fabricação e Caracterização de Sistemas Poliméricos Nanoestruturados obtidos por meio do uso da Técnica de Eletrofição. Dissertação de mestrado** (Curso de Pós Graduação em Nanociências e Materiais Avançados) – Universidade Federal do ABC, Santo André, 2011.

PORTO, K, M, B, G. **Efeitos da radiação gama (colbalto-60) nas principais propriedades físicas e químicas de embalagens compostas por papel grau cirúrgico e filme plástico laminado, destinadas a esterilização de produtos para saúde.** 2013. 114 f. Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do grau de mestre em ciências na área de tecnologia nuclear - Instituto de pesquisa energéticas e nucleares autorquia associada a Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

REZENDE, M, C.; MIQUELIN, T, F.; GAMA, A, M. **Estudo da influência dos parâmetros concentração de ferro carbonila e espessura em medidas de refletividade de MARE.** 1992.

TANG, Q.; CHEN, J.; CHAN, Y. C **Effect of carbon nanotubes and their dispersion on thermal curing of polyimide precursors. Polymer Degradation and Stability**, vol 95, p. 1672-1678, 2010.

SAHOO, N. G.; RANA, S.; CHO, J.W.; LI, L.; CHAN, S. H. Polymer nanocomposites based on functionalized carbon nanotubes. **Elsevier**, Singapore, v. 35, n. 7, p 837 -867, jul. 2010.