

ACABADO SUPERFICIAL EN FIBRAS DE CARBÓN MEDIANTE ANÁLISIS DE HURST

Antonio Champion Coria¹, Alberto Álvarez Castillo¹, Oscar Sarmiento Martínez¹, Juan C. Tapia Picasso² Alex Valadez Gonzalez³, Pedro J. Herrera Franco³

1. Instituto Tecnológico de Zacatepec, división de Estudios de Posgrado–Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica – Depto. de Ciencias Básicas – Depto. Metalmecánica, Calzada Tecnológico No. 27, Zacatepec, Morelos, México, C.P. 62780; 2. Instituto tecnológico de Aguascalientes, Av. Adolfo López Mateos No. 1801 Oriente, Fraccionamiento Bona Gens, Aguascalientes, Ags.; 3. Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. Calle 43 No. 130, Colonia Chuburná de Hidalgo C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México.

Recibido: Febrero 2012; Aceptado: Junio 2012

RESUMEN

En este trabajo, el acabado de microfibras de carbón, utilizando un novedoso copolímero poli (acrilonitrilo–co–acetato de vinil) poli(PAN–co–VA) para ser utilizadas en materiales compuestos, es analizado para diferentes condiciones de procesado. Es analizado la influencia del tiempo de procesado en el acabado y densidad de las fibras. La caracterización se realizó utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM) y medidas de densidad. Las imágenes SEM del perfil de las fibras fueron analizadas haciendo siete barridos del perfil con una distancia de 5 μm , alcanzando una distancia total de 35 μm , obteniendo de tal manera un perfil digital. El perfil obtenido fueron procesados digitalmente y se calculo el exponente de *Hurst* con la ayuda de un programa hecho en [©]*Borland Delphi 5.0*. Se encontró un a muy buena correlación entre el exponente de *Hurst* con la densidad y el acabado de las fibras. Dando de esta manera, una técnica extra para la evaluación cuantitativa de la influencia de las variables de procesado en la calidad de las fibras de carbón.

Palabras clave: Fibras de carbón, coeficiente de *Hurst*, acabado de la fibra

ABSTRACT

In this work, finishing of carbon microfibers precursors obtained using a novel copolymer poly (acrylonitrile–co–vinyl acetate) poli(PAN–co–VA) for use in composite materials is analyzed for different processing conditions. It is analyzed the influence of processing time in the finishing and density of the fibers. Characterization was done by using the techniques of scanning electron microscopy (SEM) and density measurements. SEM images of the fibers processed were analyzed by making seven scans per image of the profile with a distance of 5 μm reaching a total analyzed length of 35 μm , getting in such a way a digital profile. The obtained profiles were digitally processed and the *Hurst* exponent was calculated with the aid of a program done in [©]*Borland Delphi 5.0*. It was found a good correlation between, *Hurst* exponent with the densities and the finishing of carbon fiber, giving in this way, an extra tool for quantitative evaluation of the influence of processing variables in carbon fiber quality.

Keywords: carbon fiber, *Hurst* exponent, fiber finishing

1. INTRODUCCIÓN

La primera fibra de carbón fue obtenida por *Edison* en USA y por *Swan* en Inglaterra utilizando un precursor de celulosa, con la finalidad de que se utilizara como filamento en focos [1]. Mientras que, las fibras de carbón modernas fueron desarrolladas en la década de los 50 y a principios de los 60 por *Watt* en Inglaterra [2], *Shindo* en Japón [3] y *Bacon* en USA [4]. Aun cuando la celulosa fue el primer precursor para producir fibras de carbón ha caído en desuso y actualmente, el poli(acrilonitrilo) [PAN] es el precursor predominante [5]. En años recientes, el uso

de otros precursores novedosos para la producción de fibras de carbón han sido investigados. Entre estos precursores destacan el uso de copolímeros de PAN [6–8] y lignina mezclada con diferentes polímeros [poliolefinas, poliéster, poli(óxido de etileno)(PEO), etc. [9–12].

También se han utilizado comonomeros novedosos, por ejemplo, en las fibras de PAN, los comonomeros neutrales como acrilato de metilo (MA) y metacrilato de metilo (MMA), aumenta la solubilidad, deformabilidad y la facilidad de ser hilado [13]. Además, la composición del comonomero del PAN juega un papel muy importante en la estabilización oxidativa de las fibras [14]. La contribución de esta comunicación es la de analizar el acabado de las fibras de carbón producidas con un comonomero novedoso, el acetato de vinilo, en función de las condiciones del proceso, atmósfera y tiempo de procesamiento en la estabilización de las fibras.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Materiales. Las fibras precursoras de carbón usadas en este estudio fueron proporcionadas por el *Instituto Tecnológico de Aguascalientes*. Las cuales se obtuvieron de manera industrial a una temperatura de 500°C, atmósfera de aire y a la misma elongación (δ) para lograr alinear el PAN en el proceso, utilizando un copolímero novedoso basado en monómeros de acetato de vinilo (VA) y acrilonitrilo (AN).

2.2. Caracterización. Las fibras fueron caracterizadas mediante la evaluación de la densidad aparente en plásticos basados en el método ASTM D–1895–96R10, mientras que, la rugosidad o acabado fue evaluado cualitativamente por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM), con el fin de observar los cambios morfológicos provocados a la superficie de la fibra de carbón por las diferentes condiciones en el proceso aplicados. Se utilizó un microscopio electrónico de barrido modelo JEOL, JSM–5600LV y la morfología de las fibras de carbón se analizó por el siguiente procedimiento: Las fibras de carbón se depositaron en el porta muestras del equipo y se cubrieron con una película de oro para disminuir los efectos de carga ocasionadas por el haz electrónico. La evaluación de la morfología de las fibras se hizo con la técnica de los electrones retrodispersados a un voltaje para generar el rayo de electrones de 25 kV.

2.3. Rugosidad mediante análisis de imágenes. La información obtenida mediante SEM, desplegada en forma de imágenes bidimensionales y, clasificadas de acuerdo al tiempo de proceso, densidad obtenida y contenido de comonomero, fueron procesadas digitalmente de tal manera que no interviniera alguna sección ajena a ellas, evitando así datos erróneos en el proceso. Para el procesamiento de las imágenes un software es utilizado, realizando diversos barridos en dirección

del eje, para cada imagen. Cada barrido es realizado a una distancia de 5 μm para una longitud total analizada de 35 μm (7 barridos por imagen); obteniendo de esta manera un perfil de la sección analizada, el cual representa de manera indirecta el acabado superficial de la fibra (Figura 1). Se grafica la escala de grises contra el número de píxeles en el perfil.

Posteriormente, los perfiles obtenidos de cada micrografía son procesados digitalmente y convertidos en series de datos. Para el cálculo del exponente de *Hurst*, se desarrolló un programa en $\text{© Borland Delphi 5.0}$ en el cual se implementó un algoritmo variante del Método de Análisis de Rango Reescalado (R/S) [15], mediante la siguiente ecuación:

$$H = \frac{\log (R / S)}{\log \tau} \quad (1)$$

en donde H es el exponente de *Hurst*, también llamado Exponente de Rugosidad, τ , R representa el intervalo, S la desviación estándar y (τ) el periodo respectivamente. El parámetro H , es obtenido representando el $\log (R/S)$ en función del $\log \tau$, de manera que la recta de la pendiente obtenida es el exponente de *Hurst* (Figura 2).

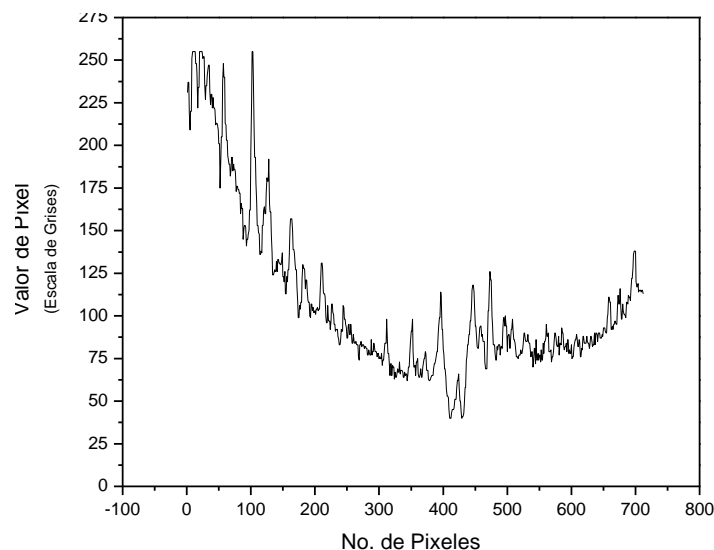
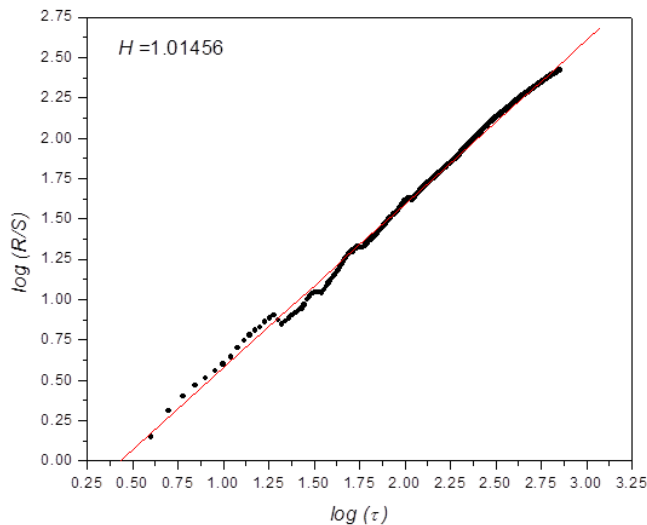


Figura 1. Perfil de sección vertical de una de las fibras de carbono



analizada.
Figura 2. Análisis de Rango Reescalado aplicado a un perfil de la micrografía de SEM obtenido de una fibra de carbono.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 3 se presentan los exponentes de *Hurst* obtenidos al tratar la información de los perfiles de las diferentes micrografías bidimensionales en función de la distancia de análisis, 35 μm , mediante el Análisis de Rango Reescalado (R/S) [15]. Se muestran estas parejas de datos para fibras de diferentes densidades. Se puede observar que el exponente de *Hurst* en función de la densidad de las fibras. Mientras mayor sea este coeficiente existe una menor rugosidad, por otro lado, un valor bajo de éste nos indica una mayor rugosidad [16].

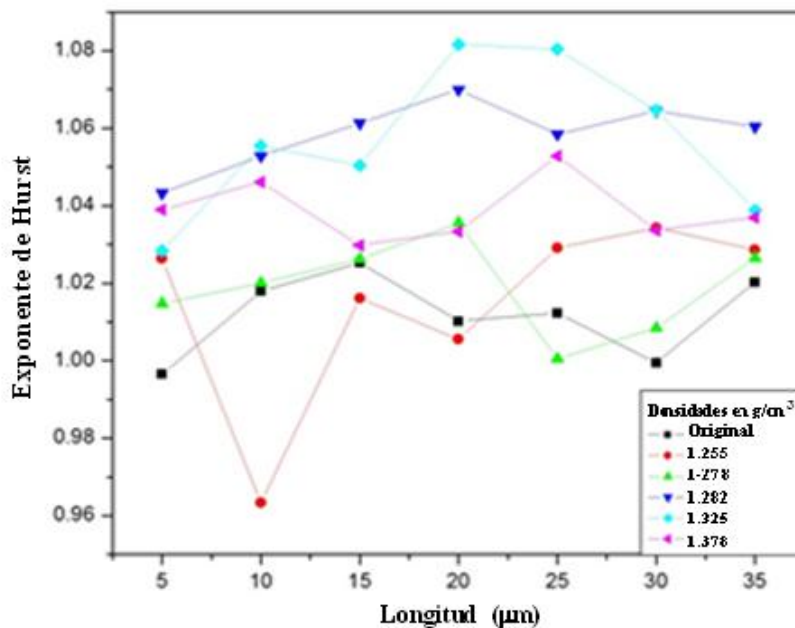


Figura 3. Exponentes de *Hurst* para diferentes densidades de fibra en función de la longitud

de análisis.

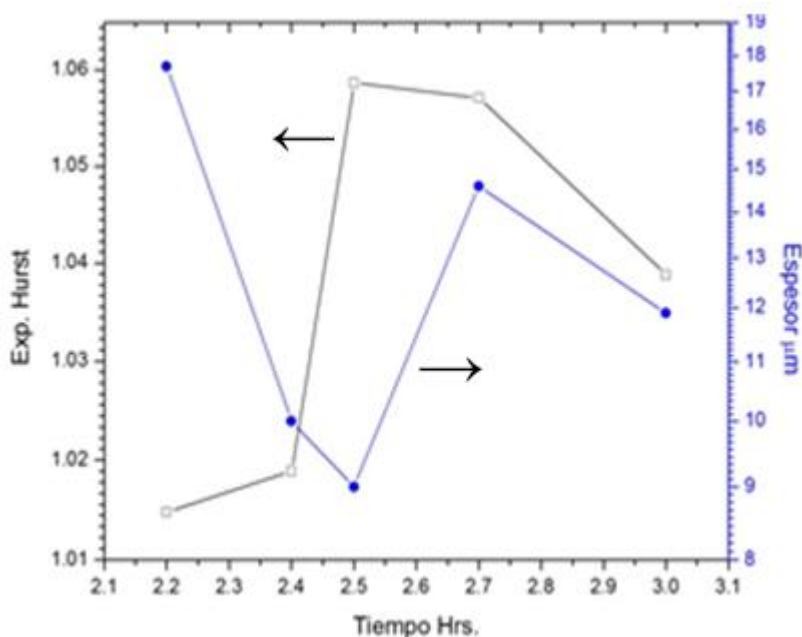


Figura 4. Exponentes de Hurst y espesores obtenidos de las fibras de carbono.

En la Figura 4, se presenta la correlación que presenta el espesor de la fibra de carbón obtenido mediante SEM y el exponente de *Hurst* con el tiempo de procesado. Las muestras analizadas mediante el parámetro de *Hurst* sugieren cambios de mecanismos de formación de la fibra para las dos primeras horas (2,2–2,5 h) del proceso para posteriormente adoptar nuevas condiciones durante el resto del proceso (2,7–3 h); que se manifiestan en efectos marcados en los cambios de tendencias en los valores obtenidos del exponente de *Hurst* y el espesor de las fibras de carbono.

La Figura 5 muestra la densidad del acetato de vinilo y el exponente de *Hurst* en función del tiempo de procesado de la fibra de carbón. Tal como se puede apreciar la densidad está íntimamente relacionada con la densidad de las fibras de carbón, prácticamente es una función lineal. Esto nos indica que podemos diseñar una fibra en térmicos de su densidad solamente variando el tiempo de procesado, es decir, nuestra fibra se hace más densa a medida que aumentamos el tiempo de procesado. Mientras más densa esté nuestra fibra estará más libre de defectos y por consiguiente se espera que tenga mejores propiedades mecánicas y será más adecuada para la aplicación a materiales compuestos ya que el comportamiento a la fractura dependerá de la presencia de defectos [17]. Por el otro lado, si se desea más porosa, es decir, menos densa (mayor defectos), la fibra será más adecuada como adsorbente en aplicaciones ambientales. Por otro el exponente de *Hurst*

aumenta a medida que aumentamos el tiempo de procesamiento, pero, no obedece alguna relación simple, sino más bien, compleja. Eso nos indica que este tipo de análisis es más sensible al acabado superficial, tal como se ha probado en trabajos anteriores [18, 19] ya que la densidad arroja promedios de todo el material y no de la superficie. Estos efectos corroboran los resultados cualitativos obtenidos mediante la observación de las micrografías de las fibras utilizando la técnica SEM [20].

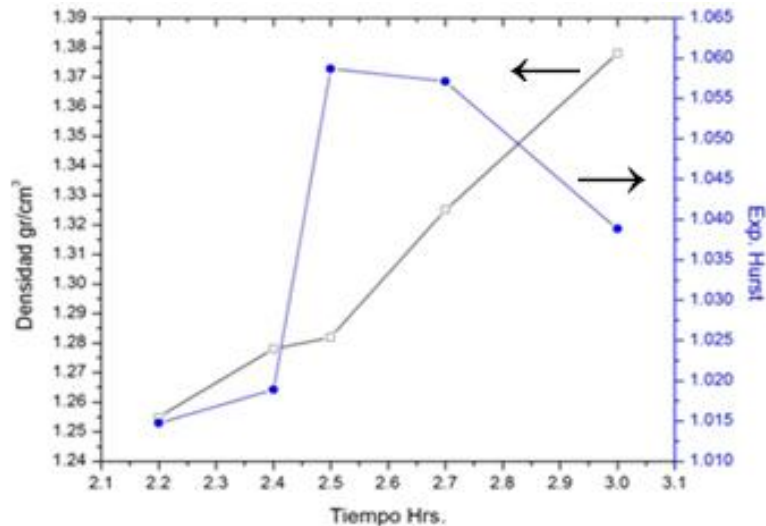


Figura 5. Densidad del acetato de vinilo y exponente de *Hurst* de fibras de carbono.

4. CONCLUSIONES

De acuerdo al análisis del exponente de *Hurst* las fibras de carbono analizadas tiene un acabado superficial menos rugoso para densidades más altas, Además, existe una relación lineal entre el tiempo de procesado y la densidad de las fibras de carbón, donde se cumple que, a medida que se aumenta el tiempo de procesado la densidad de la fibra aumenta. Este efecto, corrobora los resultados cualitativos obtenidos mediante la observación de las micrografías de las fibras utilizando la técnica SEM. Finalmente, se encontró una buena correlación entre el exponente de *Hurst* con la densidad y el acabado de las fibras, dando de esta manera, una técnica extra para la evaluación cuantitativa de la influencia de las variables de procesado en la calidad de las fibras de carbón

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Edison TA, U.S. Patent 223,398 (1880) 6; Watt W et al., *The Engineer (London)*, **221**, 815 (1961)
- [2] Watt W et al. *The Engineer (London)*, **221**, 815 (1961)

- [3] Shindo A, *J. Ceram. Assoc. Japan*, **69**, C195(1961)
- [4] Bacon R, Tang MM, *Carbon*, **2**, 211 (1964)
- [5] Schutzenberger L, et al, *Acad. Sci. (Paris)*, **111**, 774 (1890)
- [6] Catta Preta IF, Sakata SK, Garcia G, Zimmermann JP, Galembeck F, Giovedi C, *J. Thermal Analysis and Calorimetry*, **87**, 657 (2007)
- [7] Kalashnik AT, Serkov AT, *Fibre Chemist*, **32**, 356 (2000)
- [8] Wang MYC, Bai Y, Wang Y, Xu Y, *Polym Bull*, **57**, 757 (2006)
- [9] Kadla JF, Kubo S, Venditti RA, Gilbert RD, Compere AL, Griffith W, *Carbon*, **40**, 2913 (2002)
- [10] Griffith WL, Compere AL, Leitten CF Jr, Shaffer JT, *Sampe International Technology Conference*, **34**, 959 (2002)
- [11] Compere AL, Griffith WL, Leitten CF Jr, Shaffer JT, *Sampe International Technology Conference*, **33**, 1306 (2001)
- [12] Griffith WL, Compere AL, Shaffer JT, Leitten CF, Gilbert RD, Kadla JF, Kubo S, Venditti RA, *Sampe Midwest Advanced Materials And Processing Conference*, 24–30 (2000)
- [13] Bajaj P, Paliwal DK, Gupta AK, *J. Macromol Sci Chem*, **C31**, 1 (1991)
- [14] Devasia R, Reghunadhan CP, Sivadasan NP, Ninan KN, *Polym. Int.*, **54**, 1110 (2005)
- [15] Hurst “*Methods of Using Long-Term Storage in Reservoirs*” en Proceedings del Institute of Civil engineering, **5(5)**, 519 (1956)
- [16] Mulling, Struktur, Verhomung and Hornqualität in Ballen, Sohie and Weifer Linie der Rinderklaue. Diss. Med. Vet. Freie Universitat Berlin, 1993
- [17] Quesada-Solís K, Alvarado-Aguilar P, Sibaja-Ballesteros R, Vega-Baudrit J, *Rev. Iberoamer. Polímeros*, **6(2)**, 157 (2005)
- [18] Saitou M, Oshikawa W, Makabe A, *J Phys Chem Solids*, **63**, 1685 (2002)
- [19] Rosenburg MA, Aharonson O, Head JW, Kreslavsky MA, Mazarico E, Neumann GA, Smith DE, Torrence MH, Zuber MT, *J Geophysical Research*, **116**, 1 (2001)
- [20] Champi3n-Coria A, Sarmiento-Mart3nez O, Herrera Franco PJ, Valadez A, Tapia-Picazo JC, Alvarez-Castillo A “*Efecto de las Variables del Proceso en la Rugosidad de las fibras de carb3n hechas con PAN y com3n3mero acetato de vinilo*” en proceedings del XXIII Congreso Nacional de la Sociedad Polim3rica de M3xico A.C., 2010, Tijuana B.C., p. 322–326