

9º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



9º CONGRESSO
Brasileiro de **P&D** em
PETRÓLEO E GÁS

Maceió, AL
de 09 a 11 de novembro
2017

Realização:



ABPG
ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE P&D EM
PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

AVALIAÇÃO DE MATERIAL FOTSENSÍVEL PARA APLICAÇÃO
COMO SENSOR TÉRMICO

AUTORES:

Aline Vieira de Souza, Alexsandra Valério, Ricardo Antonio Francisco Machado

INSTITUIÇÃO:

Universidade Federal de Santa Catarina

AVALIAÇÃO DE MATERIAL FOTOSSENSÍVEL PARA APLICAÇÃO COMO SENSOR TÉRMICO

Abstract

The photosensor materials are used in large-scale in the industry in the application as sensors. These sensors are often used in equipment or products in areas such as health indicators, quality of food products, heating of equipment in the oil and gas industry, by warning danger situations in determined applications. In this way, hybrid organic/inorganic materials can be used to improve the stability of the photosensor materials. Thus, this work reported the study of a wireless temperature sensor, to be applied in equipment with difficulty of monitoring directly temperature, by using 1,3,3-trimethylidolino-beta-Naftoespiropyran (Spiropyran T0423) in the development of the hybrid thermochromic sensor, applied to temperature monitoring in several types of processes. Spiropyran was applied to a substrate covered with varnish based on a hybrid epoxy resin and evaluated at different temperatures in order to observe the color changes. For the characterization, thermal resistance and Salt Spray cycle analysis was performed. From the results, it was observed that the hybrid resin showed better stability compared to the commercial resin.

Introdução

Os materiais híbridos orgânico/inorgânicos quando incorporados a uma matriz polimérica podem fornecer componentes de alto desempenho para aplicações em diversas áreas tecnológicas. Um dos principais materiais híbridos são os silsesquioxanos oligoméricos poliédricos (POSS), formado por nanoestruturas com núcleos inorgânicos de silício, oxigênio e uma camada exterior de compostos orgânicos. A resina epóxi, por sua vez, é uma das resinas mais conhecidas na classe de polímeros termofixos, possuindo aplicações variadas desde adesivos à compostos eletrônicos encapsulados, devido sua elevada resistência mecânica à corrosão (CHEN e ELLIS, 1993). As propriedades e a estrutura da resina epóxica são afetadas diretamente pelo agente de cura utilizado. A resina se torna termorrígida após a reação com o agente de cura pois forma uma rede de ligações cruzadas, contudo a reação de cura ela pode apresentar algumas flutuações na densidade das ligações cruzadas e isso pode ocasionar uma desvantagem na fragilidade da resina (PISTOR, SOARES e MAULER, 2013). O incorporamento do POSS na resina epóxica, resulta em maior estabilidade do composto (WANG et al., 2010).

Dentro deste contexto, neste trabalho foi abordado a utilização da resina epóxi híbrida com adição de trisilanoisobutil/POSS, com a finalidade de melhorar as propriedades da resina, objetivando aperfeiçoar o desempenho das redes resultantes, assim como as propriedades anticorrosivas, bem como o aumento da resistência térmica do produto final.

Os sensores termocrômicos sem fio são empregados para obter de forma imediata uma medição de temperatura, aplicados de forma mais ágil, haja vista que a sua visualização não necessita de equipamentos especiais, como os termovisores, termopares e termoresistores. Existem exemplos de sensores visuais diversos para monitor a temperatura que poderiam ser empregados, em especial na indústria petroquímica e em equipamentos sinalizadores de aquecimento voltados para segurança. (SOUZA et al., 2016; SOUZA, 2015).

Assim, uma oportunidade foi verificada no desenvolvimento do sensor termocrômico que por intermédio de mecanismos de medição, fosse possível identificar alterações de temperatura dos materiais analisados apenas visualmente. No presente trabalho foi desenvolvido um sensor termocrômico híbrido para ser aplicado como indicador de aquecimento em equipamentos que

apresentam dificuldades de monitoramento de temperatura de forma direta, sendo que o sensor desenvolvido poderá ser capaz de identificar de forma visual a mudança da coloração quando expostos à aquecimento.

Metodologia

Preparação do sensor termocrômico híbrido

Os materiais utilizados na preparação da resina híbrida foi a resina epóxi cicloalifática hidrogenada bisfenol A, catalisador a base de amina, trisilanoisobutil/POSS e clorofórmio. Para o desenvolvimento do sensor utilizou-se a resina híbrida, 1,3,3-trimetilidolino-beta-naftoespiropiran (spiropyran T0423), acetato de etila e concentrado branco utilizado para realçar a coloração do sensor (dióxido de titânio e extensor).

Para síntese da resina epóxi híbrida utilizou-se, primeiramente, 10%(m/m) de trisilanoisobutil/POSS, 50%(m/m) de catalisador e 15%(m/m) de clorofórmio, os quais foram homogeneizados por 20 minutos em um agitador magnético. Em seguida, 100%(m/m) de resina epóxi foi homogeneizada com o 15%(m/m) de clorofórmio por 15 minutos. Na sequência, as fases foram unidas e mantidas sob agitação por 24 horas. Posteriormente, adicionou-se 33,33%(m/m) de concentrado branco. A aplicação deste verniz foram usadas placas de ferro, alumínio e aço galvanizado nas dimensões de (70 x 130) mm. A metodologia de aplicação das amostras nas placas seguiu requisitos e metodologias de tempo de secagem, para os produtos com matrizes poliméricas de epóxi, sendo que a cobertura das placas se deu através da aplicação de duas camadas, com auxílio de uma pistola pneumática de sucção (25-30 psi). A primeira aplicação foi da resina híbrida branca, sendo que após aplicação as placas seguiram para processo de secagem por 30 minutos à temperatura ambiente, seguidos de mais 30 minutos em estufa à 60 °C. Logo após a secagem, aplicou-se uma segunda nova camada do sensor, previamente preparado contendo 1%(m/m) 1,3,3-trimetilidolino-beta-naftoespiropiran (SP) solubilizado em 99%(m/m) acetato de etila, e as amostras foram submetidas novamente o mesmo processo de secagem. Este sensor sem aditivos foi denominada amostra 1.

Na elaboração do sensor termocrômico híbrido com aditivo, utilizou-se 100%(m/m) de resina epóxi híbrida, 2%(m/m) ionol e 2%(m/m) fotoestabilizantes, agitados magneticamente por 5 minutos em um béquer e em seguida foi acrescentado o catalisador a base de poliamina. Posteriormente, o clorofórmio foi introduzido na mistura com o objetivo de diminuir a viscosidade e permitir uma melhoria na aplicação do verniz nas placas metálicas. No mesmo sentido, no preparo das placas de aço galvanizado, alumínio e ferro, aplicou-se a resina à base de epóxi/POSS branca com aditivos, para proporcionar maior destaque no verniz quando houvesse alguma alteração de cor, seguido pelo processo de secagem já descrito anteriormente. Nesta camada, a amostra 2 foi aplicada uma solução de acetato de etila (99 mL) e SP 1%(m/m). Posteriormente, aplicou-se o verniz com aditivos sobre essa camada.

Análise de Ciclo

Nesta análise utilizou-se uma chapa de aquecimento, a qual foram submetidas as amostras a uma temperatura de 120 °C. Elas foram aquecidas a essa temperatura com ciclos de aquecimento e resfriamento de 40°C/min e 75 °C/min, respectivamente. Observou-se em cada ciclo alterações de coloração por meio de uma câmera fotográfica modelo Nikon P510 e, posteriormente foram realizadas leituras no espectrofotômetro da coloração no final do ciclo.

Análise de Salt Spray

A análise de *Salt-Spray*, foi realizada nas amostras previamente revestidas pelo método de aceleração para exposição dos materiais em atmosferas ambientes. Posteriormente, avaliou-se as amostras em relação à corrosão, por intermédio da perda do revestimento e surgimento de bolhas. Estes corpos de provas os procedimentos foram realizados de acordo com a norma ASTM B117 - *Standard Practice for Operating Salt Spray*, com solução salina de 95% de água e 5% de cloreto de sódio a uma temperatura de $(35 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

A avaliação dos resultados submetidos a análise de *Salt Spray* foram avaliados conforme os procedimentos descritos na norma ASTM D1654 – *Standard Test Method for Evaluation of Paints or Coated Specimens Subjected to Corrosive Environments*.

Resultados e Discussão

Na análise de ciclo de resistência térmica foram realizados ensaios de 200 ciclos para as amostras 1 e 2. Comparou-se as amostras e observou-se que a amostra 2 apresentou uma variação menor no aspecto visual de sua coloração, quando submetidas à temperatura de $120 ^\circ\text{C}$. Assim, conservaram melhor suas propriedades termocrômicas, conforme apresentado na Figura 1 quando aplicada como sensor. Assim, pode ser utilizada em sinalização de segurança em indústrias, conectores de rede de distribuição elétrica ou outras aplicações que possuam variação em suas temperaturas.

A amostra 1 que não possui aditivos os quais auxiliam a conservar o termocromismo da molécula, por sua vez, apresentou uma certa degradação após 200 ciclos, quando comparada ao padrão conforme a Figura 2.

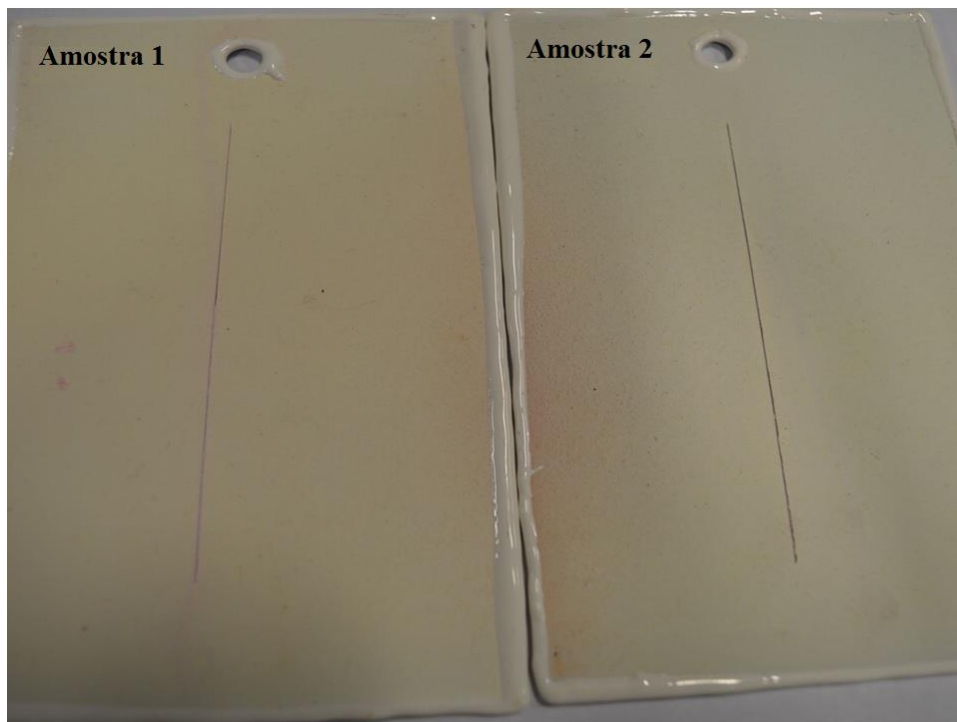
Figura 1 - Análise de ciclo das amostras 1 e 2 sendo (a) amostra aquecida pela primeira vez a $120 ^\circ\text{C}$ e (b) amostra aquecida e resfriada após 200 ciclos.



Fonte: Autor.

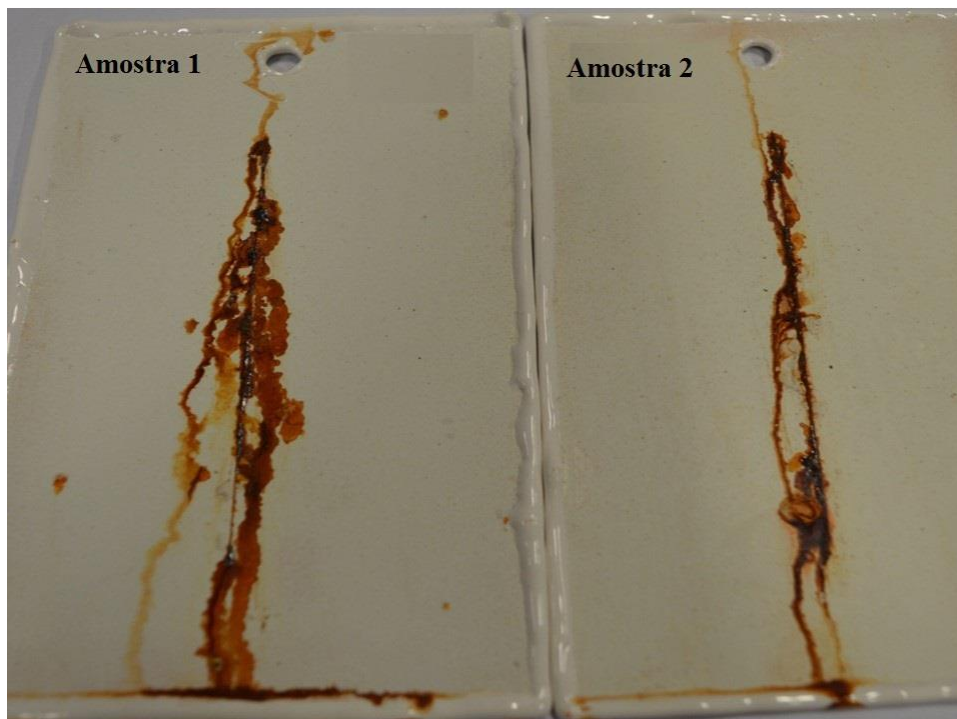
As análises de *salt spray*, foram realizadas em materiais de aço galvanizado (Figura 2), ferro (Figura 3) e alumínio (Figura 4) e, constatou-se que após 1000 horas de exposição à névoa salina o único sensor que obteve corrosão foi em ferro. Portanto, a aplicação em materiais à base de alumínio e aço galvanizado não foram detectados corrosão, já em placas de ferro não seria recomendável utilizar este material, quando for exposto a essas condições devido a essa falha.

Figura 2. Análise de Salt Spray para amostra 1 e 2 em aço galvanizado.



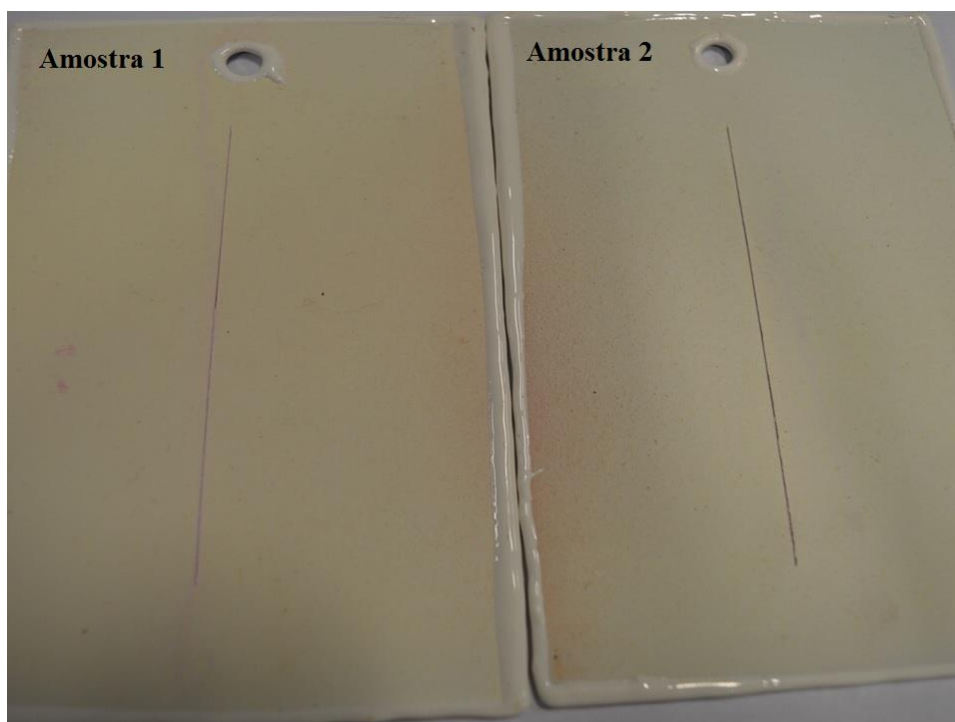
Fonte: Autor

Figura 3. Análise de Salt Spray para amostra 1 e 2 em ferro.



Fonte: Autor

Figura 4. Análise de Salt Spray para amostra 1 e 2 em alumínio.



Fonte: Autor

Conclusões

A resina epóxi híbrida desenvolvida com adição de trisilanoisobutil/POSS para aumentar a estabilidade térmica inicial obteve resultados satisfatórios, quando aplicado na elaboração do sensor termocrômico com aditivos, o qual obteve bons resultados na análise de ciclo.

Os resultados obtidos na aplicação do sensor em placas de aço galvanizado e alumínio obtiveram resultados aceitáveis na análise de *Salt Spray* e os materiais aplicados em ferro apresentaram corrosão. Portanto, o sensor termocrômico híbrido pode ser utilizado em sinalização de equipamentos em que se trabalham com temperaturas extremas, tais como, motores trocadores de calor, disjuntores, transformadores e processadores de notebooks.

Agradecimentos

Os autores agradecem o suporte financeiro pela ANP (Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis), Tintas Farben® e o Programa de Recursos Humanos PRH 34 ANP/MCT.

Referências Bibliográficas

1. ASTM G154: Standard Practice for Operating Fluorescent Ultraviolet (UV) Lamp Apparatus for Exposure of Nonmetallic Materials, 2006.
2. CHEN, X. M.; ELLIS, B. Coatings and other applications of epoxy resins. **Chemistry and Technology of Epoxy Resins**, p.303-325, 1993.

3. SOUZA, A.V. **Desenvolvimento de um sensor crômico para monitoramento indireto de temperatura.** 2014. 84p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.
4. SOUZA, A.V.; VALÉRIO, A.; BUSKE, J. L. O.; BENEDET, M. E.; MACHADO, R. A. F. Influence of stabilizer additives on thermochromic coating for temperature monitoring. **Journal Of Coatings Technology And Research**, [s.l.], v. 13, n. 6, p.1139-1144, 14 set. 2016.
5. PISTOR, V.; SOARES, G.B.; MAULER, S. R. Efeito de diferentes percentuais do N-fenilaminopropil-POSS como agente de cura da resina epóxi: aumento da percolação e indícios de uma transição vítrea ideal. CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 12.,2013, Florianopolis.
6. WANG, X.; HU, Y.; SONG, L.; XING, W.; LU, H. Thermal degradation behaviors of epoxy resin/POSS hybrids and phosphorus-silicon synergism of flame retardancy. **Journal of polymer science-Polymer Physics**, v. 48, p.693-705, 2010.