

PAULA PESSOA, P. F. A.; BANDEIRA, C. T. Goma do cajueiro: nova alternativa de renda para a cajucultura nordestina. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical (Embrapa Agroindústria Tropical). Comunicado Técnico, Caju Informativo, v. 1, n. 1, 1993.

SILVA, D. A.; FEITOSA, J. P. A.; MACIEL, J. S.; PAULA, H. C. B.; DE PAULA, R. C. M. Characterization of crosslinked cashew gum derivatives. Carbohydrate Polymers, v. 66, p. 16-26, 2006.

ESTUDO DA DISPERSÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO EM MATRIZ POLIMÉRICA BIODEGRADÁVEL DE POLI (ÁCIDO LÁTICO) – PLA.

Wagner M. Pachekoski¹, Alfredo Sena², Daniela Becker³, *José M. Marconcini⁴, Luiz H.C. Mattoso⁵.

¹ Embrapa Instrumentação Agropecuária CNPDIA. ²Embrapa Instrumentação, CNPDIA. ³UDESC, Campus Joinville, SC. ⁴Embrapa Instrumentação, CNPDIA. ⁵Embrapa Instrumentação, CNPDIA. *jose.marconcini@embrapa.br

Classificação: Bionanocompósitos.

Resumo

Uma eficiente dispersão dos nanotubos determina de maneira decisiva as propriedades do nanocompósito. A fim de estudar tal efeito, foi realizada a incorporação de nanotubos de carbono em matriz de poli(ácido lático) através do processo de extrusão em rosca cisalhante, verificando-se através de MET a necessidade de uma melhor dispersão dos nanotubos. A fim de tentar reduzir a mobilidade dos nanotubos e aprimorar a sua dispersão, foram testadas em reômetro Haake diferentes composições de um extensor de cadeia para a matriz polimérica, a fim de otimizar a sua quantidade. Resultados de DSC sugerem modificações estruturais na mistura de nanotubos de carbono e poli(ácido lático) quando o extensor de cadeia está presente.

Palavras-chave: Nanocompósitos; Nanotubos de carbono; Poli(ácido lático); Extensores de cadeia.

STUDY OF CARBON NANOTUBES DISPERSION IN POLY (LACTIC ACID) BIODEGRADABLE POLYMERIC MATRIX

Abstract

An efficient dispersion of the nanotubes influences decisively on the properties of the nanocomposite. To study this effect, the incorporation of CNTs was carried on a matrix of poly (lactic acid) via shear screw extrusion process. Through MET, it was verified the need of better dispersion of the nanotubes. In order to try to reduce the mobility of nanotubes and enhance its dispersion, different compositions of a chain extender for the polymer matrix were tested in a Haake in order to optimize its quantity. DSC results suggest a good dispersion of carbon nanotubes in the matrix of poly (lactic acid) when the chain extender is present.

Keywords: Nanocomposites; carbono nanotubes; poly(lactic acid); Chain Extender.

Publicações relacionadas:

WAGNER M. PACHEKOSKI, ALFREDO DE SENA, JOSÉ MANOEL MARCONCINI, LUIZ H. C. MATTOSO, MURILO GARCIA, MARINDIA DECOL, DANIELA BECKER. “Influência da adição do extensor de cadeia nas propriedades do nanocompósito de PLA/nanotubos de carbono”. 21º CBCIMAT, novembro 2014, Cuiabá, MT.

1 INTRODUÇÃO

Diversos autores estudaram nanocompósitos constituídos de uma fase reforçante de nanotubos de carbono e uma matriz polimérica biodegradável, visando aprimorar as propriedades destes materiais (BERTHOLDI, 2013), (XU, 2010), (MITTAL, 2011). Aplicações como a embalagem de alimentos e filmes de cobertura agrícola, com propriedades mecânicas, térmicas e de barreira a gases aprimoradas são possíveis graças a este tipo de tecnologia (FREWER, 2011), (SOZER, 2009).

No entanto, o potencial dos nanocompósitos com matrizes poliméricas não foi ainda plenamente explorado: as propriedades obtidas são muito inferiores as estimadas teoricamente. Entre os principais fatores que contribuem para a falha na transferência de propriedades estaria má dispersão dos nanocompósitos na matriz, necessitando-se de meios de dispersão efetivos no processo (VELASCO-SANTOS,2005).

Desta maneira, este trabalho tem por objetivo estudar a dispersão de nanotubos de carbono na matriz polimérica biodegradável de poli(ácido láctico), a fim de entender o seu comportamento e melhorar o seu processo dispersivo. Estima-se que, aprimorando a dispersão de nanotubos de carbono, melhores propriedades mecânicas, térmicas e elétricas serão conseguidas para este nanocompósito.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Foram utilizados neste trabalho, nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWNTC) fornecidos pela Chengdu Organic Chemicals, grade TNIM4, com pureza acima de 90% e razão de aspecto máximo de 3000. Foi utilizado neste trabalho o poli(ácido láctico) tipo 2002D (grade de extrusão) da Natureworks.

Como extensor de cadeia para o PLA (EXT) foi utilizado o aditivo CESA EXTEND da empresa Clariant.

Foram utilizados para este trabalho misturas de relação massa/massa (m/m) de PLA/EXT, PLA/MWNTC e PLA/EXT/MWNTC.

2.2 Processamento em extrusora

Uma mistura de PLA/MWNTC (99/1) foi processada em extrusora dupla rosca corotante Cooperion ZSK 18, com L/D = 40. As condições de processamento são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições de processamento em extrusora

Rotação (RPM)	Temperatura (°C)						
	Funil	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6
120	160	165	170	170	175	175	180

2.3 Caracterizações dos materiais

As propriedades reológicas foram avaliadas em um reômetro de torque da marca Haake, a 200°C e 50 rpm, com um tempo de ensaio de 10 minutos.

As propriedades térmicas dos compósitos de nanotubos de carbono na matriz de PLA foram investigadas por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), com um primeiro ciclo de aquecimento partindo de 25°C até 230°C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min; e um segundo ciclo partindo de -50 °C a 230 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min. Em ambos os ciclos de resfriamento, a taxa foi a mais rápida possível (80 °C/min). Todas as análises térmicas foram realizadas em atmosfera de nitrogênio (N₂).

Análises de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram realizadas em equipamento JEOL JEM210, utilizando-se energia do feixe de 200 keV. A amostra foi obtida utilizando um crio-ultramicrotótomo, num equipamento RMC, sendo utilizado faca de diamante, com temperatura da amostra de -80°C e temperatura da faca de -60°C, e espessura nominal da amostra de 30nm.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Processamento em extrusora

A partir dos resultados de Microscopia Eletrônica de Transmissão, apresentados na Figura1, é possível verificar que existem regiões de boa dispersão dos nanotubos de carbono (Foto 1a). Porém, o

cisalhamento resultante da extrusão não é suficiente para dispersar totalmente os nanotubos, pois são verificadas também regiões onde os nanotubos estão menos dispersos (Figura 1b) ou onde se encontram totalmente aglomerados (1c). Ko e colaboradores (2003) demonstram em seu trabalho que estes aglomerados ou “clusters” micrométricos são responsáveis por significativa redução nas propriedades de nanocompósitos baseados em nanotubos de carbono.

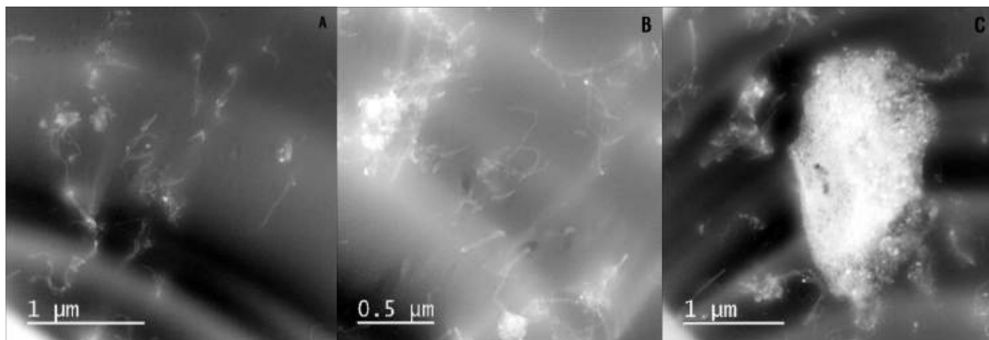


Figura 1. Micrografias de MET para misturas de nanotubos de carbono e PLA.

3.2 Reometria de torque

A Figura 2 apresenta os resultados da reometria de torque para o PLA e misturas de PLA com diferentes quantidades de extensor de cadeia. É possível verificar através da mesma que, a mistura com de PLA com 3% de extensor de cadeia apresenta maiores valores de torque em relação aos demais materiais. Como este aumento no torque está diretamente associado ao aumento da viscosidade o mesmo serve também como parâmetro para medir a eficiência de ação do aditivo. Desta maneira, estima-se que a mistura de PLA com 3% de extensor de cadeia será a de maior eficiência na redução de mobilidade dos nanotubos de carbono dispersos na matriz de poli(ácido láctico), impedindo a sua aglomeração.

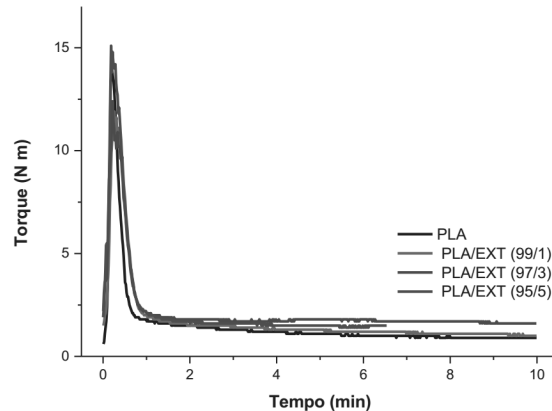


Figura 2. Reometria de torque para o PLA e misturas de PLA com extensor de cadeia.

3.3 Calorimetria Exploratória Diferencial

A Figura 3 apresenta os resultados de Calorimetria Exploratória Diferencial para o PLA e diferentes misturas com nanotubos de carbono e o extensor de cadeia. Observa-se que a temperatura de transição vítrea (T_g) não se modifica com a adição de nanotubos de carbono e /ou extensores de cadeia, ocorrendo em torno de 57°C . Verifica-se ainda que a temperatura de cristalização do PLA (98°C) é reduzida na presença de MWNTC para 92°C , sugerindo uma atividade de nucleação localizada nos aglomerados de nanotubos. Esta atividade de nucleação é amenizada na mistura de PLA, nanotubos de cadeia e extensor de cadeia, sugerindo que os aglomerados responsáveis pelo efeito cristalizante podem estar presentes em menor quantidade. O ponto de fusão ocorre a 168°C para todas as misturas, porém a entalpia de fusão é maior na mistura de PLA, nanotubos de carbono e extensor de cadeia sugerindo modificações estruturais em relação ao PLA puro e misturas de PLA/MWNTC ou PLA/EXT.

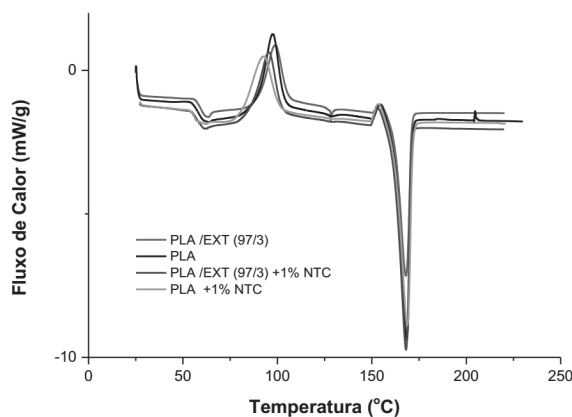


Figura 3. Medidas de DSC para misturas de PLA, extensor de cadeia (EXT) e nanotubo de carbono (MWNTC).

4 CONCLUSÃO

O cisalhamento resultante do processamento em extrusora do nanocompósito PLA com 1% de nanotubos de carbono e poli(ácido lático) não é suficiente para dispersar totalmente os nanotubos de carbono, ocorrendo a presença de “clusters” micrométricos.

A mistura de PLA com 3% de extensor de cadeia apresentou na reometria de torque os resultados mais promissores para a melhoria da dispersão de nanotubos de carbono na matriz de PLA.

Os resultados de DSC sugerem mudanças estruturais nas misturas de PLA, extensor de cadeia e nanotubo de carbono em relação ao PLA puro e mistura de PLA somente com nanotubos de carbono.

Novas investigações darão continuidade ao trabalho, avaliando a efetividade da dispersão da mistura de PLA / MWNTC / EXT em extrusora através da Microscopia Eletrônica de Transmissão e da avaliação de propriedades mecânicas, elétricas e térmicas.

AGRADECIMENTOS

Os pesquisadores agradecem a Capes pelo financiamento e disponibilização da bolsa de pós-doutorado ao autor Wagner Maurício Pachekoski, referente ao projeto 0095095 intitulado “Avaliação e impactos da nanotecnologia no agronegócio”.

REFERÊNCIAS

- BERTHOLDI, J. “Nanocompósitos de PLLA com nanotubos de carbono: propriedades mecânicas, tribológicas e térmicas. Dissertação de mestrado, UDESC, 2013.
- .FREWER, L.J; NORDE, W.; FISCHER, A.R.H; KAMPERS, F.W.H. Nanotechnology in the agri-food sector. Wiley & Sons, 2011, 200p.
- KO, F.; GOGOTSI, Y.; ALI, A.; NAGUIB, N.; YE, H.; YANG, G .Advanced Materials, 15,14, 2003; p.1161 – 1165.
- MITTAL, V. Nanocomposites with biodegradable polymers: synthesis, properties and future perspectives. Oxford Scholarship Online, 2011.
- SOSER, N.; KOKINI, J.L.; Nanotechnology and its applications in the food sector, Trends in Biotechnology, 27, 2, 2009, p. 82-89.
- VELASCO-SANTOS, C.; MARTINEZ-HERNANDEZ, A.L.; CASTANO, V.M. Composite Interfaces, 11, 8-9, 2005, p.567–586.
- XU, J. Z.; CHEN, T.; YANG, C.-LU; ET AL. Isothermal Crystallization of Poly (L - lactide) Induced by Graphene Nanosheets and Carbon Nanotubes : A Comparative Study. Macromolecules , p. 5000-5008, 2010.