

## 6 Conclusões

TTNTs/H e TTNTs/L foram funcionalizados quimicamente com moléculas de APTES através da metodologia desenvolvida no presente trabalho e obtiveram-se as seguintes conclusões:

- Foi identificada por FTIR a formação da ligação covalente Ti-O-Si para as quatro amostras silanizadas, o que garante que o processo de funcionalização foi bem sucedido.
- Foi estudada a influência do meio de reação no valor de  $N_R$ , calculado com base nas análises de CHN e TGA. Os resultados obtidos pelas duas técnicas foram similares e permitiram concluir que o valor de  $N_R$  foi maior para as amostras F1 e F2 funcionalizadas na solução etanol/água, que para F3 e F4, silanizadas em água.
- Após a funcionalização dos TTNTs houve um decréscimo da área superficial específica, que foi maior para as amostras silanizadas em etanol/água quando comparadas com suas análogas modificadas somente em água.
- As micrografias de MEV permitiram constatar uma redução no tamanho dos aglomerados das amostras funcionalizadas em relação aos TTNTs sem funcionalizar. Diferenças nas características de superfície derivadas da química dos TTNTs foram identificadas. Os aglomerados dos TTNTs/L funcionalizados apresentaram uma morfologia diferente quando comparados com os TTNTs/H modificados superficialmente.
- As análises de MET das amostras funcionalizadas mostraram arranjos de nanotubos mais aglomerados do que nos TTNTs de partida. Porém, nenhuma informação conclusiva sobre a camada de APTES e mudanças no diâmetro dos TTNTs foi obtida a partir das micrografias.
- As medidas de potencial zeta mostraram uma mudança nas características da superfície dos TTNTs após a funcionalização. Houve um deslocamento

do ponto isoelétrico para a amostra F3, justificado pela presença dos grupos  $-NH_2$  enxertos na superfície dos TTNTs modificados.

Nanocompósitos de matriz náilon-11 foram reforçados com TTNTs/H, TTNTs/L, F2 e F3, em concentrações de 0.5, 1.0 e 2.0 %wt. Foram obtidas as seguintes conclusões, baseadas nas caracterizações realizadas nos corpos de prova produzidos por microextrusão e microinjeção:

- O teor de sódio presente nos TTNTs influenciou nas propriedades mecânicas dos nanocompósitos. Os TTNTs/L apresentaram valores das médias das propriedades mecânicas maiores do que os TTNTs/H na faixa de concentrações de nanotubo analisadas, com exceção do módulo de elasticidade quando a concentração foi de 0.5% wt.
- A incorporação de TTNTs/L funcionalizados (F2) permitiu obter maiores valores das médias das propriedades mecânicas do que no caso dos TTNTs/H funcionalizados (F3). Manteve-se novamente a exceção no módulo de Young para a concentração de nanotubos de 0.5 % wt.

Quando comparados com o náilon-11 os nanocompósitos fabricados apresentaram:

- Um decréscimo da tensão e deformação na ruptura, com exceção do nanocompósito reforçado com 0.5% wt. F2.
- Uma drástica redução na tensão no escoamento quando foram reforçados com TTNTs funcionalizados. O decréscimo foi menor quando as nanocargas foram os TTNTs sem funcionalizar.
- Um decréscimo na deformação no escoamento, que foi menos proeminente para aqueles nanocompósitos reforçados com F2.
- Um incremento no módulo de elasticidade quando reforçados com 0.5% wt. de TTNTs/H, F2 e F3. Para concentrações maiores de reforço a tendência da curva foi diferente para cada tipo de nanocompósito. Os nanocompósitos reforçados com F2 foram os únicos que incrementaram

seu módulo de elasticidade em toda a faixa de porcentagens de nanotubo analisadas.

- O nanocompósito que apresentou três das propriedades mecânicas melhoradas em comparação ao náilon puro, mesmo com a redução de outras foi o reforçado com 0.5% wt. F2.
- As análises de MEV demonstraram que a compatibilidade entre os TTNTs funcionalizados e a matriz náilon-11 foi melhorada.
- A análise da superfície de fratura do nanocompósito reforçado com 0.5% wt. F2 por MEV e MEV-FEG permitiu concluir que esta amostra apresentou a melhor dispersão dos TTNTs na matriz, o qual conduziu à obtenção das melhores propriedades mecânicas quando comparada com os outros nanocompósitos produzidos. Estes resultados tornam a este nanocompósito promissor para futuras aplicações na indústria do petróleo.
- A incorporação de 2% wt. de nanotubos na matriz náilon-11 levou a um incremento na temperatura de degradação e de transição vítrea dos nanocompósitos fabricados em relação à matriz de náilon-11 pura. Também houve um incremento no grau de cristalinidade dos nanocompósitos produzidos, que foi maior para aqueles reforçados com TTNTs funcionalizados.

#### **Sugestões para trabalhos futuros**

- A interação entre os TTNTs funcionalizados e a matriz de náilon-11 precisa ser estudada a maior profundidade para um melhor entendimento dos resultados obtidos por FTIR. Novas caracterizações aplicando esta técnica devem ser realizadas, com uma apropriada preparação das amostras.
- A otimização dos parâmetros de microextrusão e microinjeção é um fator importante para melhorar as propriedades dos nanocompósitos fabricados. O estudo da influência da velocidade de rotação e tempo de residência do material no barril da microextrusora poderia incrementar a dispersão dos nanotubos na matriz polimérica.

## Conclusões

- Um método de mistura prévia dos TTNTs funcionalizados e dos pellets de polímero, num dispositivo mecânico poderia auxiliar na homogeneização dos materiais alimentados à microextrusora para permitir obter nanocompósitos com maior reprodutibilidade e favorecer a dispersão das cargas no polímero.
- A funcionalização dos TTNTs poderia ser realizada com outro silano, como o 3-aminopropiltrimetoxisilano, cuja incorporação na superfície dos TTNTs é pelo mecanismo de condensação direta, visando à obtenção de uma camada monomolecular na superfície dos TTNTs que poderia melhorar ainda mais a interação com a matriz náilon-11.
- O presente trabalho poderia ser complementado com a fabricação de nanocompósitos de matriz náilon-11 reforçados com F1, já que da mesma forma que a amostra F2 apresentou o maior valor de  $N_R$ .
- Nanocompósitos com porcentagens de TTNTs menores a 0.5% wt deveriam ser fabricados, porque existe a possibilidade de obter propriedades mecânicas melhoradas nessa faixa de concentração de TTNTs que não foi analisada.
- As caracterizações dos nanocompósitos poderiam ser complementadas com análises de espectroscopia de ultravioleta visível, pois a presença do silano na superfície dos TTNTs poderia favorecer uma maior absorção de energia nesta faixa do espectro, o que seria de interesse para aplicações offshore dos nanocompósitos.