

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE NANOCOMPÓSITOS DE PLA COM ADIÇÃO DE NANOPLAQUETAS DE GRAFENO PARA O USO EM IMPRESSÃO 3D

João Antonio Nery da Silva¹;
Rita de Cássia Mendonça Sales Contini²;
Jorge Tadao Matsushima³

Aluno do Curso de Tecnologia em Projetos de Estruturas Aeronáuticas; e-mail:
joao.silva421@fatec.sp.gov.br¹

Professora da FATEC – São José dos Campos; e-mail rita.sales@fatec.sp.gov.br²

Professor da FATEC – São José dos Campos; e-mail jorge.matsushima@fatec.sp.gov.br³

Área do Conhecimento: 3.12.00.00-1 Engenharia Aeroespacial Área de conhecimento do projeto:
3.12.04.00-7 Materiais e Processos para Engenharia Aeronáutica e Aeroespacial

Palavras-chave: grafeno, GNP, manufatura aditiva, nanoplaquetas de grafeno, nanocompósitos, PLA

INTRODUÇÃO

O termo Manufatura Aditiva ou Impressão 3D surgiu com o avanço da indústria 4.0, e é definido como impressão de objetos em três dimensões a partir do auxílio de um *software*. Geralmente, as impressões 3D utilizam polímeros que possuem propriedades mecânicas relativamente menores quando comparados a materiais processados por outras técnicas tradicionais. Com o intuito de melhorar as propriedades destes materiais, alguns grupos de pesquisadores têm adicionado Grafeno e derivados (GNP) aos polímeros utilizados em impressão 3D. O presente estudo tem por objetivo avaliar a melhoria das propriedades físicas e mecânicas do polímero PLA com adição de Nanoplaquetas de Grafeno (GNP) como reforço e a sua eventual utilização em impressoras 3D.

OBJETIVOS

O estudo consiste na manufatura de filamentos poliméricos a base de PLA com adição de GNP nas proporções de 2,5, 5 e 10% m/m utilizando solvente e de 1 e 10% m/m utilizando mistura mecânica. Os nanocompósitos obtidos foram analisados quanto as propriedades mecânicas e morfológicas utilizando-se de ensaios de Difração de Raios-X (XRD), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Dinâmico-Mecânica (DMA) e Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (FEG-MEV).

METODOLOGIA

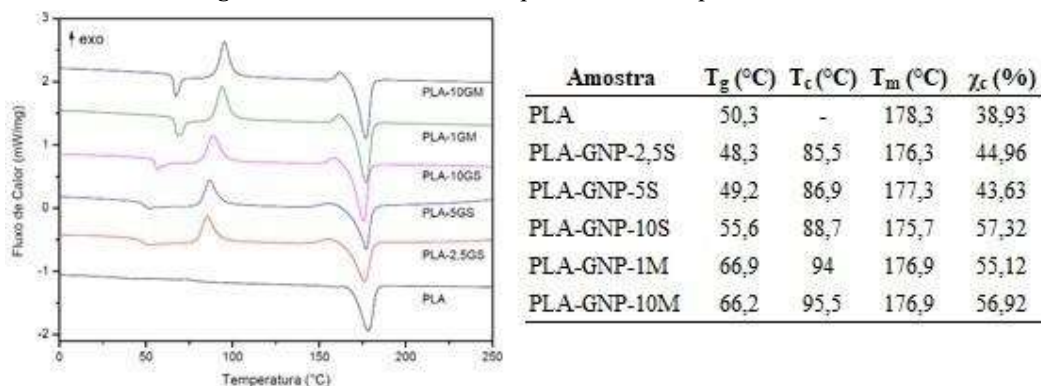
Foi realizada uma mistura do GNP com o PLA utilizando Clorofórmio como solvente em uma concentração de 140.85 g/L. Para a produção dos filamentos foi utilizada uma extrusora com temperatura do bico variando de 172°C a 190°C entre as amostras. Ensaios de XRD foram conduzidos para confirmar a estrutura dos materiais utilizados bem como a interferência da adição de GNP. Foram realizados ensaios de DSC para verificar a interferência da carga com relação as temperaturas de transição vítrea (Tg) e de fusão (Tm) e o grau de cristalinidade (χ_c) em relação ao PLA puro, os ensaios de DMA foram executados para verificar as mudanças com relação a rigidez do material e análises FEGMEV foram conduzidas para analisar a dispersão e interação do GNP com a matriz de PLA.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

É possível verificar, Figura 1, que a incorporação de carga não interferiu drasticamente na temperatura de fusão, porém é possível ver uma queda da temperatura de transição vítrea em duas das amostras, e

um aumento nas demais, assim como o grau de cristalinidade ter aumentado em todas as amostras em relação ao PLA puro.

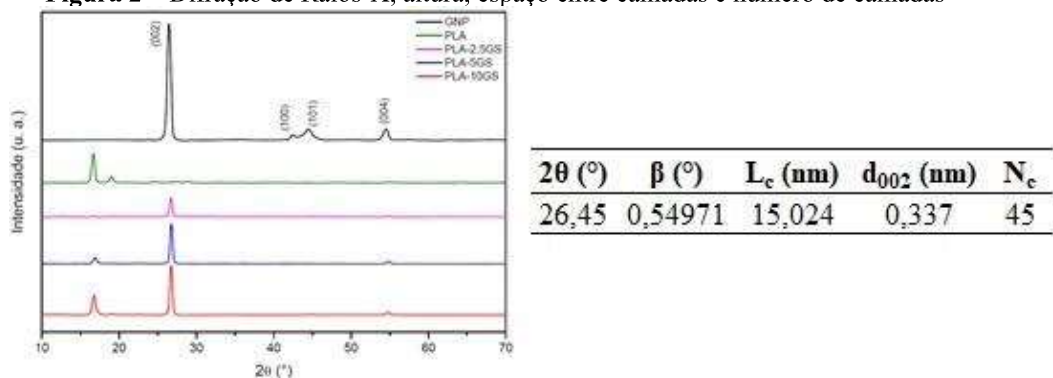
Figura 1 – Ensaios DSC PLA puro e Nanocompósitos



Fonte: Autor (2021)

No ensaio XRD, Figura 2, pode-se confirmar os picos referentes aos materiais PLA e GNP, bem como a aplicação da Lei de Bragg e da equação de Sherrer para determinar a altura do empilhamento (L_c), distância interplanar (d₀₀₂) e a quantidade de camadas (N_c) do GNP.

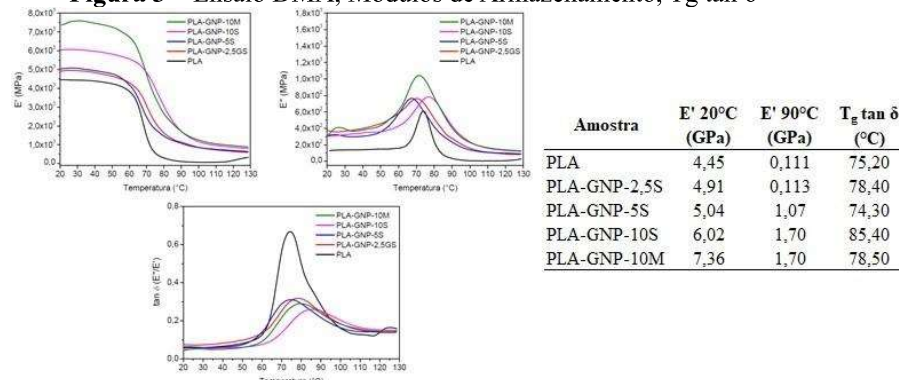
Figura 2 – Difração de Raios-X, altura, espaço entre camadas e número de camadas



Fonte: Autor (2021)

Os resultados dos ensaios DMA, Figura 3, com relação ao Módulo de Armazenamento (E'), Módulo de Perda (E'') e Fator de perda (tan δ = E''/E'), podem confirmar que a adição de GNP causou um aumento na rigidez do material com relação ao polímero puro, bem como um aumento na temperatura de transição vítrea. O melhor resultado se deu com a mistura mecânica de 10% m/m.

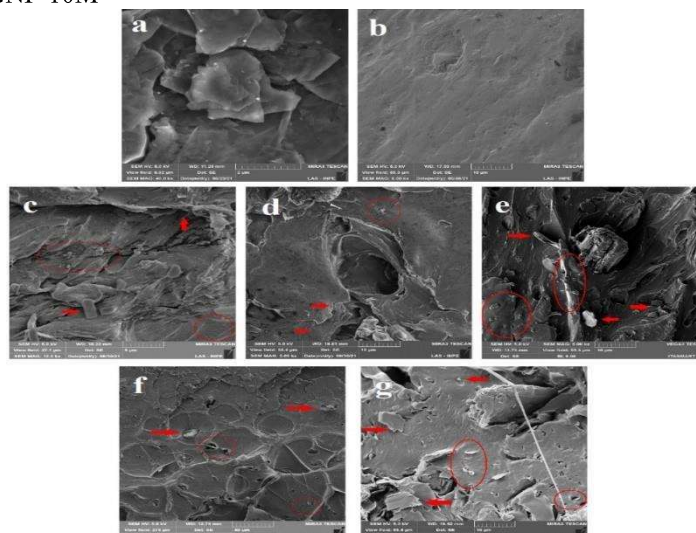
Figura 3 – Ensaio DMA, Módulos de Armazenamento, T_g tan δ



Fonte: Autor (2021)

As análises morfológicas, Figura 4, evidenciaram que a dispersão de GNP não foi uniforme, bem como foi possível visualizar pequenas estruturas similares a plaquetas e aglomerados do material em todas as amostras, sendo as amostras por processo mecânico que melhor apresentou interação carga/matriz.

Figura 4 – Análise morfológica via FEG-MEV. a) GNP b) PLA c) PLA-GNP-2,5S d) PLA-GNP-5S d) PLA-GNP-10S e) PLA-GNP-1M f) PLA-GNP-10M



Fonte: Autor (2021)

CONCLUSÕES

O material fornecido pela Carbonium3, se enquadrava como Nanoplaquetas de Grafeno (GNP) por possuir 45 camadas em sua composição. A carga GNP interferiu na Tg, Tc e Tm, importantes para determinar parâmetros para a extrusão do material, bem como aumentou a cristalinidade do material, fator que pode ter colaborado com o aumento da rigidez, evidenciado por meio dos ensaios DMA. A dispersão da carga na matriz polimérica revelou que os diferentes processos de mistura afetam o resultado final, sendo que a mistura mecânica apresentou melhor resultado com relação a interação carga/matriz.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BATISTA, N. L.; OLIVIER, P.; BERNHART, G.; REZENDE, M. C.; BOTELHO, E. C. Correlation between degree of crystallinity, morphology and mechanical properties of PPS/carbon fiber laminates. **Materials Research**, Vol. 19(1), p. 195–201, 2016

CARBONIUM3, “Technical Data Sheet Code: Standard Graphene Nanoplatelets”, CAS nº 778242-5, 2020

DUL, S., FAMBRI, L., & PEGORETTI, A. Development of new nanocomposites for 3D printing applications. **Structure and Properties of Additive Manufactured Polymer Components**, p. 17–59, 2020

ISO - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION; ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ISO/ASTM 52900:2015(E)**: Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology. Geneve: ISO; West Conshohocken: ASTM International, 2016

PINTO, A. M.; CABRAL, J.; TANAKA, D. A. P.; MENDES, A. M.; MAGALHÃES, F. D. Effect of incorporation of graphene oxide and graphene nanoplatelets on mechanical and gas permeability properties of poly (lactic acid) films. **Polymer International**, Vol. 62, p. 33-40, 2012

PUMERA, M. Graphene-based nanomaterials and their electrochemistry. **Chemical Society Reviews**, Vol. 39(11), p. 4146-4157, 2010

SANTOS, F. A.; TAVARES, M. I. B. Preparo e Caracterização de Filmes Obtidos a Partir de Poli (Ácido Lático) e Celulose Microcristalina. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, Vol. 23 (2), p. 229235, 2013

YAZIK, M. H. M.; SULTAN, M. T. H.; JAWAID, M.; ABU TALIB, A. R.; MAZLAN, N.; MD SHAH, A. U.; SAFRI, S. N. A. Effect of Nanofiller Content on Dynamic Mechanical and Thermal Properties of Multi-Walled Carbon Nanotube and Montmorillonite Nanoclay Filler Hybrid Shape Memory Epoxy Composites. **Polymers**, Vol. 13(5), p. 700, 2021

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq/CPS pela bolsa CNPq#143534/2020-3, ao Laboratório de Novos Conceitos em Aeronáutica (LNCA) localizado no Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) pela cessão dos equipamentos para a realização do processo de extrusão e fornecimento de material e ao INPE pela infraestrutura oferecida para o desenvolvimento desse projeto.