

Resumo

Este trabalho teve como objectivos a preparação, modificação e caracterização dos nanotubos de carbono de parede múltipla (MWCNTs), a sua posterior incorporação em dois substratos têxteis, e a avaliação das propriedades funcionais dos novos materiais produzidos.

Numa primeira etapa, realizada no Laboratório de Catálise de Materiais, modificou-se a química superficial dos nanotubos Nanocyl-3100 através da oxidação em fase líquida com HNO_3 (para introduzir grupos ácidos), oxidação em fase gasosa com 5% O_2 (para introduzir grupos básicos e neutros) e por tratamento térmico da amostra previamente oxidada com HNO_3 (para remover os grupos ácidos carboxílicos). A química superficial dos materiais preparados foi caracterizada recorrendo a diversas técnicas analíticas tais como, dessorção a temperatura programada (TPD), oxidação a temperatura programada (TPO) por termogravimetria (TG) e pH no ponto de carga nula (pH_{PZC}). A partir da adsorção de N_2 a 77 K caracterizaram-se texturalmente as amostras, determinando-se a área superficial específica pelo método B.E.T..

Posteriormente, no CITEVE/CeNTI, os materiais preparados foram incorporados nos substratos têxteis: tecido de algodão e tecido de poliéster. A incorporação foi realizada seguindo o processo habitual de tingimento dos respectivos substratos, nos quais os corantes foram substituídos por dispersões de MWCNTs em água. Estes foram dispersos por sonicação imediatamente antes de se iniciar o processo de tingimento. Para cada substrato variaram-se diferentes parâmetros de forma a avaliar os seus efeitos nas propriedades dos têxteis funcionais produzidos. Numa outra abordagem incorporou-se os MWCNTs pelo processo de *coating*.

Na última fase deste trabalho, foram avaliadas as funcionalidades das amostras têxteis obtidas em termos de hidrofobicidade, retardância à chama, condutividade eléctrica e solidez à lavagem. Os resultados obtidos permitiram concluir que o método de incorporação utilizado falha na dispersão dos nanotubos, comprometendo as propriedades adquiridas pelos têxteis.

Por avaliação da hidrofobicidade, concluiu-se que no substrato de algodão não foi conseguido conferir-lhe um carácter hidrofóbico, pelo método de incorporação seguido, contrastando com o sucedido no poliéster. Neste substrato, as amostras de MWCNTs que lhe conferem maior hidrofobicidade são as originais e as oxidadas em ar. Com 4 % deste material no banho de tingimento, o provete obtido aproximou-se da super-hidrofobicidade. Em relação à solidez à lavagem, por medição do grau de branco verificou-se que os provetes incorporados com as amostras ácidas de nanotubos de carbono sofrem uma menor perda de MWCNTs. Por visualização macro e microscópica (MO e SEM), constatou-se uma deficiente dispersão dos MWCNTs nos substratos têxteis, observando-se muitos aglomerados na superfície. A retardância à chama não foi significativamente melhorada em ambos os substratos. Observou-se um ligeiro aumento da condutividade eléctrica nas amostras de algodão.

Palavras Chave: Nanotubos de carbono de parede múltipla (MWCNT), têxteis funcionais, hidrofobicidade, retardância à chama.

Abstract

The main objectives of this work were the modification and characterization of multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs), their subsequent incorporation in two textile substrates, and the assessment of the functional properties of the new materials prepared.

In a first stage, carried out in the Laboratory of Catalysis and Materials, the surface chemistry of the carbon nanotubes Nanocyl-3100 was modified by oxidation in the liquid phase with HNO_3 (to introduce acidic groups), oxidation in the gas phase with 5% O_2 (to introduce neutral and basic groups) and by thermal treatment (to selectively remove the carboxylic acids). The surface chemistry of the prepared materials was characterised by several techniques, such as temperature programmed desorption (TPD), temperature programmed oxidation (TPO) by thermogravimetry (TG), and pH of the point of zero charge (pH_{pzc}). The textural characterization was based on the N_2 adsorption isotherms at 77 K, being the specific surface area determined by the B.E.T. method.

Subsequently, in the facilities of CITEVE/CeNTI, the prepared materials were incorporated in the textile substrates: cotton and polyester fabrics. The incorporation was performed following the standard procedure for dyeing the respective substrates, where dye solutions were replaced by MWCNTs water dispersions. The MWCNTs were dispersed by sonication immediately before starting the dyeing process. Different parameters were varied for each substrate in order to evaluate their effects in the properties of the functionalized textiles produced. In a different approach, the MWCNTs were incorporated by the coating process.

In the last stage of this work, the hydrophobicity, flame retardancy, electric conductivity and wash fastness of the prepared textile samples were determined. The results obtained show that the incorporating method followed in this work failed in obtaining a good MWCNTs dispersion on the surface, compromising the final properties of the functionalized textiles.

The hydrophobicity results show that, using this incorporation method, it was not possible to confer a hydrophobic character to the cotton substrate, contrasting to what happens with polyester. In this substrate, the highest hydrophobicities are conferred by the original and air oxidized MWCNTs samples. Using 4% of the air oxidized MWCNTs in the dyeing bath, the character of textile sample obtained is close to the super-hydrophobicity.

Concerning the wash fastness, by measuring the degree of whiteness, a lower loss of MWCNTs was observed for the samples incorporated with the acidic carbon nanotubes. By macro and microscopic visualisation (OM and SEM), it was observed that the MWCNTs dispersion on the textile substrates was not fully achieved, with several agglomerates being formed on the surface. The flame retardancy properties were not significantly improved in both substrates. A small increase of the electric conductivity was observed for the cotton samples.

Keywords: Multiwalled carbon nanotubes (MWCNT), functional textiles, hydrophobicity, flame retardancy.