

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO

ANAIS DO VI WORKSHOP – 2012

Maria Alice Martins
Morsyleide de Freitas Rosa
Men de Sá Moreira de Souza Filho
Nicodemos Moreira dos Santos Junior
Odílio Benedito Garrido de Assis
Caue Ribeiro
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

Editores

Fortaleza, CE
2012

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Instrumentação

Rua XV de Novembro, 1452,
CEP 13560-970 – São Carlos, SP
Fone: (16) 2107-2800
Fax: (16) 2107-2902
<http://www.cnpdia.embrapa.br>
E-mail: sac@cnpdia.embrapa.br

Embrapa Agroindústria Tropical

Rua Dra. Sara Mesquita, 2270,
CEP 60511-110 – Fortaleza, CE
Fone: (85) 3391-7100
Fax: (85) 3391-7109
<http://www.cnpat.embrapa.br>
E-mail: sac@cnpat.embrapa.br

**Comitê de Publicações da Embrapa
Instrumentação**

Presidente: João de Mendonça Naime
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira
Milori, Washington Luiz de Barros Melo, Sandra
Protter Gouvêa, Valéria de Fátima Cardoso.
Membro suplente: Paulo Sérgio de Paula
Herrmann Júnior

**Comitê de Publicações da Embrapa
Agroindústria Tropical**

Presidente: Antonio Teixeira Cavalcanti Júnior
Secretário-Executivo: Marcos Antonio Nakayama
Membros: Diva Correia, Marlon Vagner Valentim
Martins, Arthur Cláudio Rodrigues de Souza, Ana
Cristina Portugal Pinto de Carvalho, Adriano
Lincoln Albuquerque Mattos e Carlos Farley
Herbster Moura

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto
Capa: Mônica Ferreira Laurito, Pedro Hernandes Campaner

Imagens da capa:

Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus Loures
Mourão, Viviane Soares
Imagem de MEV de Eletrodeposição de cobre – Luiza Maria da Silva Nunes, Viviane Soares
Imagem de MEV de Colmo do sorgo – Fabrício Heitor Martelli, Bianca Lovezutti Gomes,
Viviane Soares
Imagem de MEV-FEG de HPMC com nanopartícula de quitosana – Marcos Vinicius Lorevice,
Márcia Regina de Moura Aouada, Viviane Soares
Imagem de MEV-FEG de Vanadato de sódio – Waldir Avansi Junior
Imagem de MEV de Fibra de pupunha – Maria Alice Martins, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2012): tiragem 300

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui
violação dos direitos autorais (Lei nº. 9.610).

CIP-Brasil. Catalogação na publicação.

Embrapa Instrumentação

Anais do VI Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio 2012 – São
Carlos: Embrapa Instrumentação; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012.

Irregular
ISSN: 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Rosa. Morsyleide de
Freitas. III. Souza Filho, Men de Sá Moreira de. IV. Santos Junior, Nicodemos Moreira
dos. V. Assis, Odílio Benedito Garrido de. VI. Ribeiro, Caue. VII. Mattoso, Luiz
Henrique Capparelli. VIII. Embrapa Instrumentação. IX. Embrapa Agroindústria
Tropical.

© Embrapa 2012



CARACTERIZAÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS DE BORRACHA NATURAL COM NANOFIBRAS DE CELULOSE OBTIDAS A PARTIR DE ALGODÃO COMERCIAL

Maria Alice Martins^{1*}, Eliângela M. Teixeira¹, Ana Carolina Corrêa^{1,2}, Mariselma Ferreira³, Luiz H. C. Mattoso¹

¹ Embrapa Instrumentação/CNPDI/LNNA, *mariaalice@cnpdia.embrapa.br

² Universidade Federal São Carlos/ DEMA, ³ Universidade Federal do ABC/CCNH

Projeto Componente: PC4

Plano de Ação: PA4

Resumo

O desenvolvimento de nanocompósitos a partir de materiais renováveis é uma área de grande interesse atualmente. O objetivo deste trabalho foi obtenção e caracterização de nanocompósitos de borracha natural com whiskers de celulose obtidas de algodão comercial. Os nanocompósitos apresentaram resultados bastante promissores, pois mostraram boa estabilidade térmica até cerca de 300 °C, sendo que a adição e o aumento no conteúdo de nanofibras de 2 para 12% não levou a uma redução da estabilidade térmica. A adição de nanofibras também não influenciou nos valores obtidos para a transição vítrea, -66 °C para todas as amostras. Os nanocompósitos apresentaram desempenho superior ao da matriz para todas as composições.

Palavras-chave: Nanocompósitos, borracha natural, celulose whiskers; algodão.

Publicações relacionadas: M.A. Martins; E.M. Teixeira; P.S. Gonçalves; L.H.C. Mattoso; M. Ferreira in Anais do 4th International Symposium on Advanced Materials and Nanostructures, Santo André, 2009.

M.A. Martins; E.M. Teixeira; P.S. Gonçalves; L.H.C. Mattoso; M. Ferreira in Anais do International Conference on Food and Agriculture Applications of Nanotechnologies, São Pedro, 2010.

M.A. Martins; E.M. Teixeira; C. Lotti; P.S. Gonçalves; L.H.C. Mattoso; M. Ferreira in Anais do IX Encontro SBPMAT, Ouro Preto, 2010.

Introdução

O desenvolvimento de nanocompósitos a partir de materiais renováveis é uma área de grande interesse atualmente. Entre os materiais que vêm sendo estudados estão as nanofibras de celulose, “whiskers”, e a borracha natural. Os “whiskers” são obtidos após a hidrólise ácida da celulose, podendo apresentar diferentes razões de aspecto (comprimento/diâmetro) dependendo das condições de extração e da origem da celulose [1]. A borracha

natural é um polímero de alta massa molar, cuja estrutura é o cis - 1,4 - poliisopreno [2].

O objetivo deste trabalho foi obtenção e caracterização de nanocompósitos de borracha natural com whiskers de celulose obtidas de algodão comercial.

Materiais e métodos

A coleta do látex foi realizada no período da manhã no Pólo Regional do Centro-Norte em Pindorama, São Paulo. O látex foi estabilizado com

solução de NH_4OH (4,7 mL NH_4OH para cada 100 mL de látex) para o transporte. As árvores foram sangradas com o sistema $\frac{1}{2}$ S d/4 6d/7. A borracha obtida foi laminada em um moinho aberto de dois rolos até uma espessura entre 2-3 mm, e levada para secar em uma estufa (temperatura entre 65 -70 °C), por 24 horas.

A extração das nanofibras foi feita com cerca de 5 g de fibras de algodão, adquiridas no comércio local, que foram dispersas em 100 mL de solução de ácido sulfúrico 6.5M a 45 °C, sob agitação por 75 minutos. O ácido sulfúrico foi removido por centrifugação. A suspensão resultante foi submetida à diálise e armazenada sob refrigeração.

Para a obtenção dos nanocompósitos, a suspensão de nanofibras foi misturada ao látex sob suave agitação em diferentes proporções (2%-12% phr). Os nanocompósitos foram obtidos na forma de filme “by casting”, a mistura foi depositada em um molde de teflon e seca em estufa a temperatura moderada.

Os ensaios de TG/DTG foram realizados a taxa de aquecimento de 10 °C/min, em atmosfera inerte (nitrogênio) da temperatura ambiente até 800 °C no equipamento Q500 da TA Instruments. Nos ensaios de DSC utilizou-se o equipamento Q100 da TA Instruments, com taxa de aquecimento de 10 °C/min na faixa de temperatura de -80 °C a 100 °C. O comportamento viscoelástico dos nanocompósitos foi obtido através de ensaios no reômetro rotacional Anton Paar-Physica MCR 301, equipado com placas paralelas com 25 mm de diâmetro. A viscosidade complexa e os módulos de foram feitos com varredura de frequência angular entre 0,1 e 100 Hz a temperatura de 200 °C, na região de viscoelasticidade linear. Os ensaios dinâmico-mecânicos foram realizados equipamento marca TA Instruments modelo Q800, no modo de tensão em corpos de prova 20 x 5 x 2 mm, nas condições: frequência de 10 Hz, amplitude de deformação de 60 μm , razão de aquecimento de 5 °C/min,

Resultados e discussão

As curvas de TG, Fig. 1 mostraram que, em todos os casos, o processo de decomposição ocorreu em uma única etapa e que não existe diferença significativa entre as amostras, indicando que a adição e o aumento no conteúdo de nanofibras de 2 para 12% não levou a uma redução da estabilidade térmica do material obtido. Observou-se ainda que a temperatura inicial de decomposição é próxima a 300 °C, sendo que até esta temperatura ocorreu uma perda de massa de cerca de 10% em relação à massa

inicial tanto para a borracha como para os nanocompósitos. As curvas de DSC, Fig.2, apresentaram uma mudança na linha base que corresponde à temperatura de transição vítrea [3] da borracha natural em torno de -66 °C. As temperaturas de transição vítrea (T_g) obtidas através do DSC foram medidas através da primeira derivada da curva.

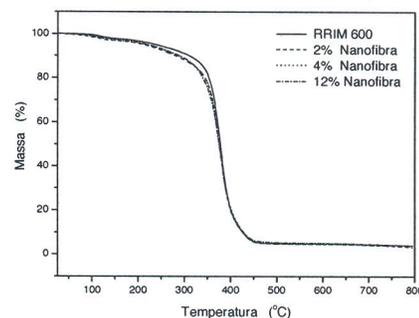


Figura 2 - Curvas de TG para os nanocompósitos.

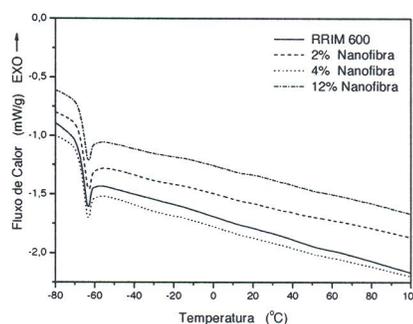


Figura 2 - Curvas de DSC para os nanocompósitos.

O efeito da adição das nanofibras na viscosidade, no módulo de perda e de armazenamento em função da frequência angular é mostrado nas Figuras 3 e 4. Ocorreu uma mudança significativa no comportamento reológico da matriz com a adição do reforço, os nanocompósitos apresentaram viscosidade, no módulo de perda (G'') e de armazenamento (G') superior ao da matriz, sendo este aumento diretamente proporcional ao aumento de teor de reforço. Todas as amostras mostraram um comportamento não-Newtoniano (shear thinning). Os resultados para os módulos G'' e G' em função da frequência angular, mostram que já com 2% de nanofibras, os nanocompósitos apresentam comportamento pseudo-sólido, pois G' é superior a G'' em toda a faixa de frequência analisada, indicando que as nanofibras estão bem dispersas e tem boa interação interfacial com a matriz. Esse comportamento pseudo-sólido pode ser devido à formação de uma rede percolada.

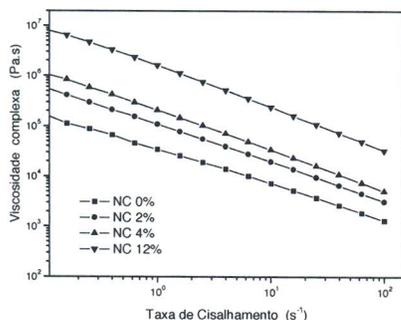


Figura 3 – Curvas da viscosidade complexa em função da frequência angular.

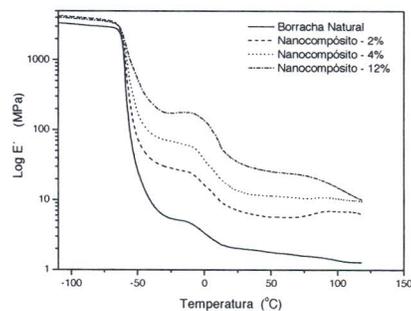


Figura 5 - Curvas do módulo de armazenamento (E') em função da temperatura ($^{\circ}C$).

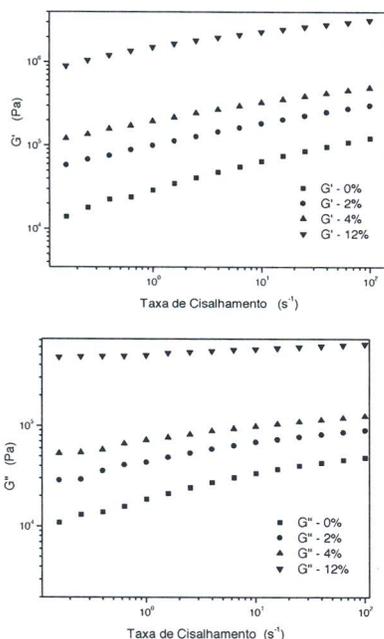


Figura 4 - Curvas do módulo de armazenamento (G') e do módulo de perda (G'') em função da frequência angular

A Fig. 5 apresenta o log do módulo de armazenamento ($\text{Log } E'$), versus a temperatura ($^{\circ}C$) para a borracha natural e para os nanocompósitos com as nanofibras de celulose. Observa-se que mesmo a temperaturas inferiores a da temperatura de transição vítrea ocorreu um aumento no desempenho em relação ao módulo para os nanocompósitos com a adição das nanofibras de celulose obtidas do algodão comercial. O efeito da adição das nanofibras na matriz de borracha natural fica mais evidente a partir da temperatura ambiente, onde se pode observa que o módulo aumenta com o aumento do teor de nanofibra.

Conclusões

Os nanocompósitos apresentaram resultados bastante promissores, pois mostraram boa estabilidade térmica até cerca de $300^{\circ}C$ em atmosfera inerte. Observou-se também que a adição e o aumento no conteúdo de nanofibras de 2 para 12% não levou a uma redução da estabilidade térmica do material obtido. A adição de nanofibras também não influenciou nos valores obtidos para a transição vítrea, pois todas as amostras apresentaram temperatura de transição vítrea em torno de $-66^{\circ}C$. Os nanocompósitos apresentaram viscosidade, no módulo de perda (G'') e de armazenamento (G') superior ao da matriz.

Agradecimentos

Os autores agradem ao CNPq, FINEP, EMBRAPA, Rede AgroNano, UFABC, CAPES e FAPESP.

Referências

1. K.R. Teodoro; E.M. Teixeira; A.C. Corrêa, A.C.; J.M. Marconcini; L.H.C. Mattoso *Polímeros*, 2011, 21, 280
2. M. Ferreira; R.M.B. Moreno; P.S. Gonçalves; L.H.C. Mattoso *Rubber Chem. Technol* 2002, 75, 171.
3. S.V. Canevarolo, *Técnicas de Caracterização de Polímeros*, Artliber Editora, São Paulo, 2003.