

ISSN 2175-8395

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

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE  
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Embrapa Instrumentação  
São Carlos, SP  
2013

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 2107 2800  
Fax: (16) 2107 2902  
www.cnpdia.embrapa.br  
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Sandra Protter Gouvea  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi  
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus  
Loures Mourão, Viviane Soares

**1a edição**

1a impressão (2013): tiragem 50

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 VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –  
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular  
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

---

© Embrapa 2013

---

# BIODEGRADAÇÃO E PROPRIEDADES MECÂNICAS E MORFOLÓGICAS DO BIOCOMPÓSITO DE AMIDO TERMOPLÁSTICO E POLICAPROLACTONA COM FIBRAS DE SISAL

---

Adriana de Campos<sup>1\*</sup>, José Manoel Marconcini<sup>1</sup>, Syed H. Imam<sup>2</sup>, Artur Klamczynski<sup>2</sup>, William J. Ortis<sup>2</sup>, Delilah H. Wood<sup>2</sup>, Tina G. Williams<sup>2</sup>, Sandra M. Martins-Franchetti<sup>3</sup>, Luiz H. C. Mattoso<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio, Embrapa Instrumentação

<sup>2</sup> Bioproduct Chemistry and Engineering Research Unit, WRRRC, ARS-USDA, Albany, CA 94710, USA

<sup>3</sup>Departamento de Microbiologia e Bioquímica, Instituto de Biociências, Unesp, Rio Claro, SP

\*dridecampos@yahoo.com.br

Projeto Componente: PC4 Plano de Ação: PA3

---

## Resumo

Fibras de sisal foram adicionadas a matriz polimérica de amido termoplástico (TPS) e policaprolactona (PCL), ambos polímeros biodegradáveis. Fibras de sisal (5%) com TPS/PCL (80:20 wt) foram extrudadas em extrusora dupla-rosca e os filmes poliméricos foram obtidos em extrusora mono-rosca. As análises de MEV e ensaio mecânico mostraram que biocompósitos com 5% de fibras de sisal apresentaram aumento das propriedades mecânicas de tração em relação à blenda de TPS/PCL e interface entre a superfície da matriz polimérica e as fibras. Os resultados foram afetados pela fraca adesão das fibras na matriz polimérica, que devem ser melhorados com a modificação da superfície da fibra.

**Palavras-chave:** amido termoplástico (TPS), policaprolactona (PCL), fibra de sisal, extrusão, biopolímeros, compósitos

## Publicações relacionadas

CAMPOS, A.; MARCONCINI, J. M.; IMAM, S.H.; KLAMCZYNSKI, A.; ORTIS, W.J.; WOOD, D.H.; WILLIAMS, T.G.; MARTINS-FRANCHETTI, S.M.; MATTOSO, L.H.C. Morphological, mechanical properties and biodegradability of biocomposite thermoplastic starch and polycaprolactone reinforced with sisal fibers. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, v. 31, p. 573, 2012.

---

## Introdução

A preocupação ambiental tem aumentado o interesse em biocompósitos de polímeros termoplásticos e fibras de celulose, que são naturais, renováveis e compostáveis (AVEROUS; LE DIGABEL, 2006). O uso de fibras como reforço é um atrativo para melhorar as propriedades mecânicas desses materiais (WU et al., 2011). As fibras de sisal são utilizadas na indústria automotiva e construção civil, o que se deve as excelentes características mecânicas do sisal. Este estudo analisou as propriedades mecânicas de tração, morfológicas e biodegradativas dos biocompósitos de TPS, PCL, um polímero sintético alifático biodegradável (AVEROUS et al., 2000; MARIANI et al., 2007) e sisal.

## Materiais e métodos

As fibras de sisal foram fornecidas pela Embrapa/Algodão (PB - Brasil). O amido de milho (70% amilose e 30% amilopectina) foi fornecido por Corn Products Brazil e o PCL (CAPA 6500, Mw 84.500±1000) adquirido da Perstorp Quimica do Brasil.

Os biocompósitos foram processados em extrusora dupla-rosca (Coperion, Ltda, SP, Brasil), com seis zonas de aquecimento: 140, 140, 150, 150, 160 e 160°C e rotação de 200 rpm. Realizou-se uma mistura prévia dos componentes, em sacos de polietileno, nas seguintes proporções (m/m): 72 % amido termoplástico, 18% glicerol, 10% água, 0,2% ácido esteárico, 18% PCL, 5% de sisal, resultando em uma composição final de 90% de TPS/PCL 80:20 (m/m) e 5% de sisal. Em seguida, fitas dos nanocompósitos foram obtidas

em extrusora mono rosca (AX Plásticos, Brasil), com rotação de 150 rpm e temperaturas de 120, 125 e 130°C. Todas as formulações foram processadas sob as mesmas condições (MARIANI et al., 2007). A análise morfológica dos biocompósitos foi realizada por MEV-FEG.

As morfologias das superfícies de fratura criogênica dos biocompósitos foram investigadas utilizando-se um microscópio Hitachi S4700 a 2 kV.

As amostras foram avaliadas em ensaios mecânicos de tração. Estes ensaios foram realizados em equipamento EMIC DL3000, seguindo a norma ASTM D638 (2009) com velocidade de 10 mm.min<sup>-1</sup> e célula de carga de 50kgf.

As análises de biodegradação foi realizada com amostras moídas em fina consistência (aproximadamente 25 µm), utilizando-se um moinho criogênico. A caracterização do CO<sub>2</sub> foi realizada em um sistema automatizado e computadorizado da Micro-Oxymax Respirometer System (Columbus Instruments, Columbus, OH) equipado com interface de expansão e condensador. O respirômetro foi programado para medir CO<sub>2</sub> a cada 4 horas, como indicador de biodegradação. Cada amostra foi analisada em triplicata.

**Resultados e discussão**

A Fig.1 apresenta a morfologia da fibra de sisal após a extrusão, que foram obtidas através da dissolução dos polímeros, apresentando comprimento médio de 549±188 µm e 28±20 µm de diâmetro, com L/D de 20.

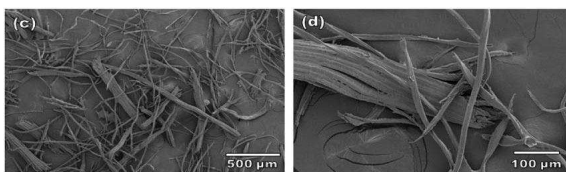


Fig.1 - Micrografia de MEV de fibras de sisal após a extrusão.

MEV-FEG de amostras fraturadas dos biocompósitos são apresentadas na Fig.2, apresentando interface entre as fibras e a matriz polimérica, indicando fraca adesão das fibras na matriz.

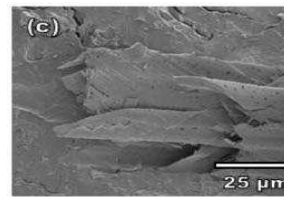


Fig.2 - Micrografia de MEV-FEG do biocompósito de TPS/PCL e 5% de fibras de sisal.

A Fig. 3 ilustra o ensaio de tração do biocompósito. Os biocompósitos com 5% de fibra apresentaram maior resistência à tração (TS) e módulo elástico que a blenda de TPS/PCL.

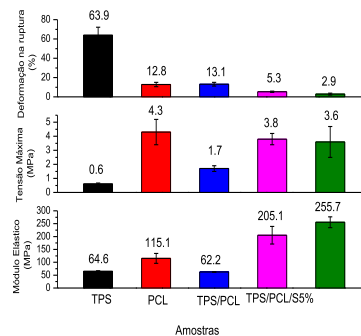


Fig.3 - Propriedades mecânicas dos polímeros e biocompósitos.

A biodegradação dos biocompósitos (Fig.4) mostrou que as amostras inicialmente apresentaram rápida degradação nas primeiras 100 horas, com exceção do PCL.

Verificou-se que a adição de TPS promove a biodegradação do PCL e a incorporação de fibras de sisal controla a degradação da matriz polimérica.

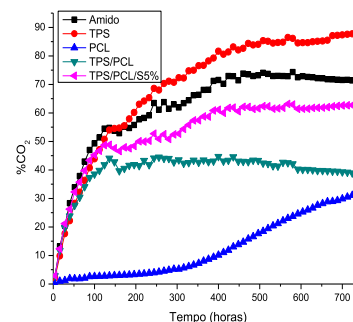


Fig. 4 - Evolução de CO<sub>2</sub> durante a biodegradação dos polímeros e biocompósitos

---

## Conclusões

---

As propriedades mecânicas dos compósitos são fortemente influenciadas pela adesão entre as fibras. Os resultados foram influenciados principalmente pela falta de aderência na interface matriz de fibra.

A adição de TPS promove a biodegradação de PCL, que pode ser controlada pela incorporação de fibra de sisal.

---

## Agradecimentos

---

Os autores agradecem a Fapesp (2008/08264-9), ao CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa e Labex.

---

## Referências

---

ASTM D882-09. Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. West Conshohocken PA: ASTM International, 2009.

AVEROUS, L.; LE DIGABEL, F. Properties of biocomposites based on lignocellulosic fillers. *Carbohydr Polym*, v. 66, p. 480–493, 2006.

AVEROUS, L.; MORO, L.; DOLE, P. Properties of thermoplastic blends: starch–polycaprolactone. *Polymer* v. 41, p. 4157–4167, 2000.

MARIANI, P.D.S.C.; VINAGRE NETO, A.P.; SILVA JR, J.P. Mineralization of poly( $\epsilon$ -caprolactone)/adipate modified starch blend in agricultural soil. *J Polym Environ*, v.15, p. 19–24, 2007.

WU, C.S.; YEN, F.S.; WANG, C.Y. Polyester/natural fiber biocomposites: preparation, characterization, and biodegradability. *Polym Bull*, v. 67, p. 1605–1619, 2011.