

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
Nicodemus 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 – Fabricio 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



ANÁLISES POR DSC E PROPRIEDADES DE PROCESSAMENTO DE NANOCOMPÓSITOS BASEADOS EM ARGILA LAPONITA

Fauze A. Aouada^{1,2*}, Luiz H. C. Mattoso², Elson Longo¹

¹Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica (LIEC), Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, 14801-907, Araraquara, SP; ²Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio, Embrapa Instrumentação, 13560-970, São Carlos, SP. * faouada@yahoo.com.br

Projeto Componente: PC4

Plano de Ação: PA5

Resumo

Neste trabalho foi realizada a caracterização térmica, utilizando a técnica termoanalítica de calorimetria exploratória diferencial (DSC), de nanocompósitos obtidos a partir de amido termoplástico (ATP) e argila laponita. As propriedades de processamento foram utilizadas para comprovar a efetividade da metodologia de síntese empregada. Os resultados de DSC indicaram que a presença da argila laponita favoreceu a formação de cristais maiores na matriz de ATP; visto que ambos os parâmetros térmicos T_m e ΔH_m aumentaram.

Palavras-chave: nanocompósitos esfoliados; DSC; processamento Haake; entalpia de fusão.

Publicações relacionadas

Fauze A. Aouada, Luiz H. C. Mattoso, Elson Longo. A simple procedure for the preparation of laponite and thermoplastic starch nanocomposites: Structural, mechanical, and thermal characterizations. *Journal of Thermoplastic Composite*, 2012, *In Press*.

Introdução

A análise térmica é definida como “um grupo de técnicas por meio das quais uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação é medida em função da temperatura, enquanto essa substância é submetida a uma programação controlada de temperatura e sob uma atmosfera específica [1]. Esta definição implica que três critérios devem ser satisfeitos para que uma técnica térmica seja considerada termoanalítica: a) uma propriedade física deve ser medida; b) a medida deve ser expressa direta ou indiretamente em função da temperatura; c) a medida deve ser executada sob um programa controlado de temperatura.

Dentre as técnicas termoanalíticas pertencentes às análises térmicas, as técnicas de calorimetria

exploratória diferencial (DSC) e termogravimetria (TG) são as técnicas mais utilizadas para caracterizações de materiais poliméricos, híbridos, compósitos e nanocompósitos [2-4].

O processo de termoplastificação do amido envolve a completa ou parcial destruição da ordem cristalina devido ao inchamento e posterior desestruturação de seus grânulos. Geralmente, essas condições são atingidas em altas temperaturas, utilizando cisalhamento mecânico e na presença de plasticizante. O processo de desestruturação é usualmente acompanhado pela variação das propriedades reológicas e pode ser monitorado pela evolução do torque durante o processo de misturas em equipamento adequado, por exemplo, em um misturador do tipo Haake [5].

Este trabalho teve como objetivo principal comprovar a melhoria das propriedades térmicas de

filmes de amido termoplástico (ATP) pela incorporação de argila laponita. As propriedades de processamento dos nanocompósitos foram obtidas após o processamento em um misturador intensivo tipo Haake.

Materiais e métodos

Os nanocompósitos foram obtidos a partir de uma inovadora metodologia baseada na combinação dos métodos de intercalação em solução e processamento no estado fundido utilizando um misturador interno acoplado a um reômetro de torque Haake Rheomix. Nesta última etapa de síntese, os parâmetros temperatura, velocidade de rotação dos rotores e tempo de mistura foram controlados. Os parâmetros foram fixados a partir da otimização por planejamento fatorial do sistema.

As análises de DSC foram realizadas em um equipamento DSC TA Instruments modelo Q100. Aproximadamente 6 mg de amostra foi acuradamente pesada em um porta amostra de alumínio, sendo o mesmo prensado e alocado no equipamento. A faixa de temperatura utilizada foi de - 80 °C até 240 °C. Os parâmetros utilizados foram razão de aquecimento e fluxo de nitrogênio iguais a 10 °C min⁻¹ e 60 mL min⁻¹, respectivamente.

Resultados e discussão

Na Fig.1 são apresentadas às curvas de torque em função do tempo para a mistura contendo amido, glicerol e quantidades variáveis de argila laponita. Nota-se que os valores de torque para a amostra ATP (sem argila) decresceram até sua estabilização em torno de 2 minutos. A partir desse tempo de processamento, seus valores de torque praticamente não sofrem mais variação em função do tempo de processamento. Portanto, o compósito ATP não apresenta o estágio de termoplastificação, indicando que esse estágio foi alcançado na primeira etapa de síntese, ou seja, na intercalação em solução.

Por outro lado, as curvas de torques dos nanocompósitos (ATP + argila laponita) apresentam diferentes comportamentos. Os valores de torques aumentam após 2 minutos e esse incremento ocorre até 12-16 minutos de processamento, dependendo da concentração de laponita na matriz polimérica [6]. Esses resultados indicam aumento constante da viscosidade, provavelmente devido à ruptura das estruturas granulares do amido [7]. Indicando que a segunda etapa de síntese (processamento no estado

fundido) é necessária para que ocorra a completa destruição, plastificação, e homogeneização da estrutura granular do amido. Portanto, a partir dessas análises comprovou-se a eficiência dessa metodologia de síntese de nanocompósitos. Além disso, resultados de DRX e MEV-FEG previamente publicados pelo nosso grupo de pesquisa [6] corroboram com essa afirmação.

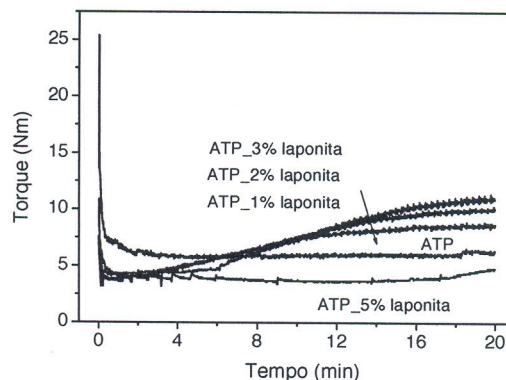


Fig. 1: Curva de torque em função do tempo de processamento para a mistura contendo amido, glicerol com diferentes teores de argila laponita.

As curvas de DSC realizadas para os nanocompósitos contendo argila laponita são mostradas na Fig. 2. Observou-se que todos os nanocompósitos sintetizados apresentaram evento endotérmico na faixa de 100-200°C, sendo os mesmos característicos de sistemas poliméricos semicristalinos. Observou-se ainda que a temperatura de fusão, denominada como temperatura de fusão cristalina (T_m), aumentou com a adição da argila, Tab. 1.

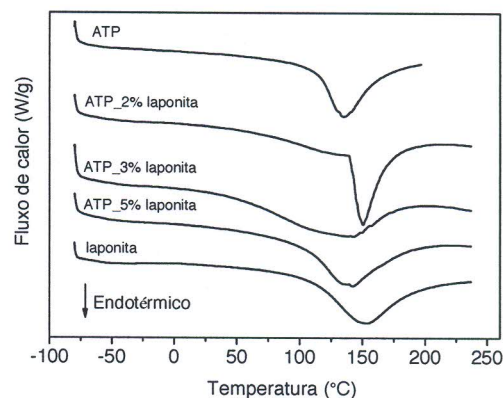


Fig. 2: Curvas de DSC apresentando o comportamento térmico da argila laponita, ATP e nanocompósitos de ATP e argila.

Tab. 1: Valores de ΔH_m para as amostras de ATP e nanocompósitos de ATP obtidos com diferentes teores de argila laponita.

Nanocompósitos	T_m (°C)	ΔH_m (J g ⁻¹)
ATP	134,9	199,3
ATP_2% laponita	150,3	237,2
ATP_3% laponita	142,8	223,8
ATP_5% laponita	141,0	243,6

A partir da área total do pico relacionada com a T_m , calculou-se a quantidade de calor necessário (entalpia de fusão ou calor de fusão - ΔH_m) para provocar tal evento. Os valores de ΔH_m para os diferentes nanocompósitos são mostrados na Tab. 1.

Após análise da Tab. 1, verificou-se que o aumento do teor de argila laponita provocou um aumento considerável nos valores de ΔH_m . Isso é um indício, que a presença da argila laponita favorece a formação de cristais maiores na matriz de ATP; visto que ambos os parâmetros térmicos T_m e ΔH_m aumentaram.

Conclusões

A eficiência dessa nova metodologia de preparação de nanocompósitos de ATP-argila laponita foi comprovada por meio de análise das propriedades reológicas obtidas no misturador Haake. A presença de argila aumentou a estabilidade térmica da matriz de ATP devido principalmente ao satisfatório grau de esfoliação das camadas de silicatos do material inorgânico argila laponita na matriz de ATP. Além disso, uma vez que ambos os parâmetros térmicos T_m e ΔH_m aumentaram com o teor de argila, conclui-se que a formação de cristais maiores na matriz de ATP foi favorecida.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, INCTMN, FINEP, CAPES e EMBRAPA pelo apoio financeiro.

Referências

1. S.V. Canevarolo Jr, *Técnicas de Caracterização de Polímeros*, Artliber Editora, São Paulo, 2007.
2. M.K. Shukla; R.P. Singh; C.R.K. Reddy; G. Jha *Bioresour. Technol.* 2012, 107, 295.

3. J.L. de la Fuente; M. Ruiz-Bermejo; C. Menor-Salván; S. Osuna-Esteban *Polym. Degrad. Stabil.* 2011, 96, 943.
 4. D. Kumar; I.P.S. Kapoor; G. Singh; N. Goel; U.P. Singh *Solid State Sci.* 2012, 12, 495.
 5. F. Xie; P.J. Halley; L. Avérous *Prog. Polym. Sci.* 2012, 37, 595.
 6. F.A. Aouada; L.H.C. Mattoso; E. Longo *J. Thermoplast. Compos. Mater.* 2012, *In Press*.
 7. F.F. Lima; C.T. Andrade *Ultrason. Sonochem.* 2010, 17, 637.
-