

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

ESTUDO DOS PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO PARA OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS COM BORRACHA NATURAL E NANOFIBRAS DE CELULOSE

Suelen Zenatti^{1,2}; Morsyleide de Freitas Rosa³; Rogério Manoel Biagi Moreno²; Paulo de Souza Gonçalves⁴; Luiz Henrique Capparelli Mattoso²; Maria Alice Martins^{2*}

¹ Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, suelen_zenatti@hotmail.com;

² Embrapa Instrumentação (CNPDIA/LNNA), São Carlos, SP, rogeriobmoreno@gmail.com, luiz.mattoso@embrapa.br, *maria-alice.martins@embrapa.br.

³ Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE, morsyleide.rosa@embrapa.br

³ Instituto Agrônômico (IAC)/Embrapa, Campinas, SP, paulog@iac.sp.gov.br.

Projeto Componente: PC 4

Plano de Ação: PA 3

Resumo

Neste trabalho foi realizada a caracterização da borracha natural (clone RRIM 600), e o estudo dos parâmetros de processamento para obtenção dos nanocompósitos de borracha natural e nanofibras de celulose obtidas do línter do algodão. Para confecção dos nanocompósitos os melhores resultados foram obtidos com: agitação magnética (1800 rpm) por 1 hora, banho de ultra-som por 3 horas e secagem a temperatura ambiente. A borracha natural do clone RRIM 600 apresentou estrutura química na forma poli (cis-1,4-isopreno), boa estabilidade térmica até cerca de 300 °C e propriedades dentro da norma brasileira.

Palavras-chave: Processamento, nanocompósito; nanofibras de celulose; algodão, borracha natural;

Publicações relacionadas

ZENATTI, S.; ROSA, M. F.; MORENO, R. M. B.; MATTOSO, L. H. C. MARTINS, M. A.; Desenvolvimento de nanocompósitos com borracha natural e nanofibras de celulose. In: IV JORNADA CIENTÍFICA - EMBRAPA SÃO CARLOS, 12, 2012, São Carlos. Anais... São Carlos: 2012.

Introdução

Desde o entendimento que os materiais em escala nanométrica podem apresentar novos comportamentos e/ou novas propriedades, diferentes daquelas apresentam em escala macroscópica, vem acontecendo uma revolução na área da ciência e tecnologia. Nanotecnologia é o ramo da ciência que estuda esses novos materiais, sendo os nanocompósitos, materiais multifásicos nos quais uma das fases possui dimensões nanométricas em pelo menos um dos eixos geométricos (DURAN et al., 2006).

Os objetivos deste trabalho foi o estudo dos parâmetros de processamento para obtenção dos nanocompósitos de borracha natural e nanofibras de celulose obtidas do línter do algodão, e a caracterização da borracha coletada (clone RRIM 600). Foram avaliados para o processamento: tempo, velocidade e métodos de mistura; além de diferentes temperaturas e forma de secagem (estufa comum e estufa a vácuo). A caracterização

do látex e da borracha foi realizada através dos ensaios de teor de borracha seca (DRC), teor de sólidos totais (TSC) e distribuição do tamanho de partícula, ensaios de espectroscopia na região do infravermelho (FTIR), ressonância magnética nuclear (RMN), porcentagem de nitrogênio (% N) e cinzas (% cinzas), extrato acetônico (EA), análise por termogravimetria (TG/DTG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC).

Materiais e métodos

O DRC é a porcentagem em massa de borracha seca contida no látex. Para o ensaio, 100g de látex foram coagulados com solução de ácido acético 3N. O coágulo foi laminado, e seco, sendo a massa de borracha seca determinada. Para a determinação do TSC, 100g de látex foi colocado em uma estufa entre 60-65 °C e a massa de sólidos totais presente no látex foi calculada. A distribuição do tamanho de partícula no látex foi feita num analisador da Malvern Instruments Nano ZS.

Determinou-se a % N através da técnica de análise química elementar, utilizando o Analisador Elementar marca Perkin Elmer, modelo 2400. Os resultados das propriedades tecnológicas da borracha natural foram analisados de acordo com a norma NBR ISO 2000 e classificados como TSR –látex integral de campo WF. Os ensaios % cinzas e % EA foram realizados de acordo com as normas NBR ISSO 247 e NBR 11597, respectivamente. Para a caracterização da estrutura química da borracha utilizou-se a técnica de ^{13}C RMN no estado sólido com aplicação de um pulso e sem rotação da amostra no ângulo mágico usando um Varian Inova 400 com campo de 9.4 T. Os ensaios de FTIR foram realizados em um equipamento Perkin Elmer, modelo Paragon 1000. A análise TG/DTG foi feita no equipamento Q500 da TA Instruments, com razão de aquecimento de $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, atmosfera inerte, da temperatura ambiente até $700\text{ }^\circ\text{C}$. A temperatura de transição vítrea da borracha natural foi determinada através de ensaios de DSC em um instrumento TA modelo Q100, com razão de aquecimento de $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, da temperatura de $-90\text{ }^\circ\text{C}$ a $150\text{ }^\circ\text{C}$.

Para o estudo dos parâmetros de processamento dos nanocompósitos foram utilizados 10mL de látex e porta amostra de teflon. Nos ensaios com variação de tempo, velocidade e tipo de agitação foram adicionados 1% de nanofibras (phr). As nanofibras foram obtidas por hidrólise ácida e fornecidas pela Embrapa Agroindústria Tropical. No estudo do efeito do tipo de agitação no processamento do nanocompósitos foi utilizada agitação manual e agitação magnética com agitador Fisatom, modelo 752A, nas velocidades de 500rpm e 1800rpm. Nos estudos para eliminação de bolhas foi usado ultrassom da marca Unique, modelo 1400.

Resultados e discussão

O valor obtido para o DRC foi 29 ± 3 e a de teor de sólidos totais no látex de $32,2 \pm 0,7$. Os resultados de % cinza, EA e %N, Tab. 1, mostraram que apenas a %N está acima do estabelecido pela norma indicando que se trata de uma borracha de boa qualidade.

Tab. 1. Caracterização do látex (média triplicata):

Propriedade (%)	Valor (% w/w)	ABNT
Cinza	$0,063 \pm 0,003$	(máx.) 0,5
E A	$2,82 \pm 0,12$	(máx.) 3,5
Nitrogênio	$0,67 \pm 0,01$	(máx.) 0,6

A distribuição de partículas no látex mostrou que 93,2% das partículas tinham cerca de 150 nm e 6,8% cerca de 800 nm de diâmetro. Os ensaios de RMN e FTIR mostraram a presença de grupos químicos atribuídos à borracha natural com estrutura química na forma cis.

Nas curvas de TG e DTG, Fig. 1, observou-se que a borracha tem boa estabilidade térmica até cerca de $300\text{ }^\circ\text{C}$, e processo de degradação em 1 estágio. A temperatura de transição vítrea obtida por DSC foi $-66,3\text{ }^\circ\text{C}$.

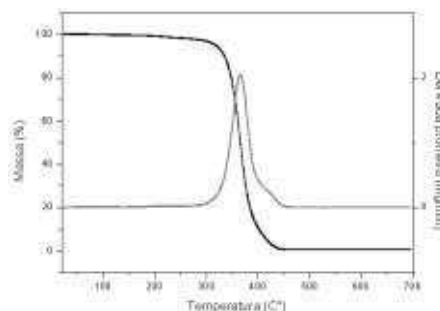


Fig. 1. Curvas TG/DTG da borracha natural.

Inicialmente foi avaliada a temperatura e forma de secagem sem a adição de nanofibras. A influência da temperatura de secagem é mostrada na Fig. 2. Observou-se que a secagem em estufa comum, a $30\text{ }^\circ\text{C}$ (Fig. 2b) e a $50\text{ }^\circ\text{C}$ (Fig. 2c) levou a formação de muitas bolhas no material, já na secagem a temperatura ambiente (Fig. 2a) obteve-se um material sem bolhas e homogêneo.

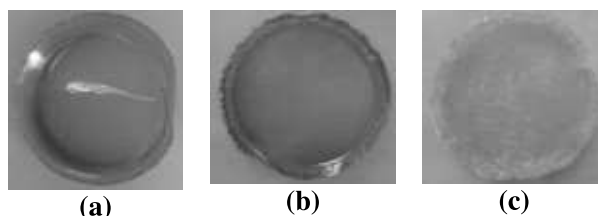


Fig. 2. Imagens do efeito da temperaturas de secagem: temperatura ambiente (a), secagem em estufa comum a $30\text{ }^\circ\text{C}$ (b) e $50\text{ }^\circ\text{C}$ (c).

A Fig. 3 apresenta imagens efeito da forma de secagem. Com a secagem em estufa comum a $30\text{ }^\circ\text{C}$ (Fig. 3a) houve a formação de bolhas. Na Fig. 3b apresenta a secagem em estufa a vácuo, é possível visualizar também a existência de muitas bolhas. A partir destes resultados a forma de secagem selecionada foi a temperatura ambiente.

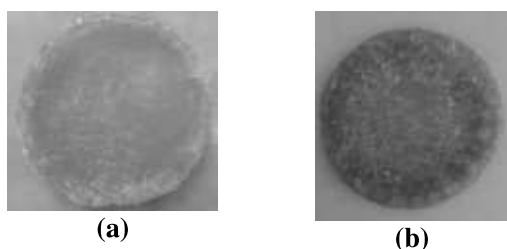


Fig. 3. Imagens do efeito da forma de secagem estufa comum a 50 °C (a) , estufa à vácuo 50 °C (b).

Para avaliação do método, tempo, e velocidade de mistura foi utilizado 1% (phr) de nanofibras. A Fig. 4 mostra os nanocompósitos que foram confeccionados com agitação manual e magnética. É possível notar que nos dois casos não houve uma boa mistura com baixa dispersão das nanofibras, sendo que estas se depositaram no fundo do material na forma de aglomerado. Para avaliação do tempo de mistura foi usada a agitação magnética.

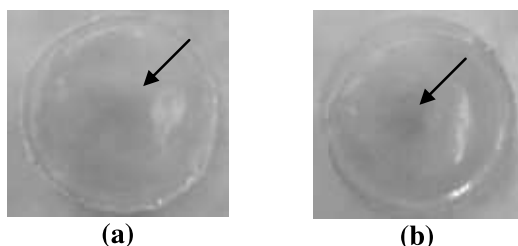


Fig. 4. Imagens dos Nanocompósitos com agitação manual (a) e magnética (b). Tempo de 15 minutos.

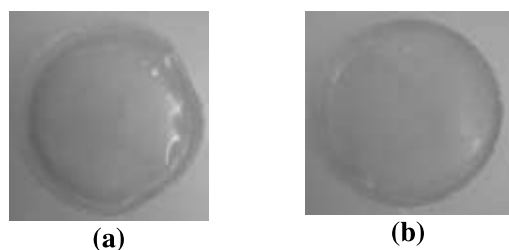


Fig. 5. Imagens dos nanocompósitos: agitação magnética (1800 rpm) por 1h (a) e por 3 hs (b).

A Fig. 5 apresenta os nanocompósitos que foram misturados com agitação magnética a 1800 rpm por 1 hora (Fig.5a) e por 3 horas (Fig.5b). Nos dois casos houve uma boa dispersão das nanofibras na borracha.

Foi também avaliada a utilização de ultra-som após a mistura com agitação magnética, para eliminação das bolhas. A Fig. 6 apresenta os materiais obtidos com 1 hora (Fig. 6a) e 3 horas (Fig. 6b) de banho de ultra-som. Nota-se que o

maior tempo no banho de ultra-som levou a formação de um material mais homogêneo com poucas bolhas.

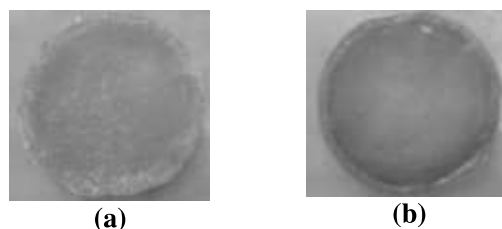


Fig. 6. Imagens do efeito da utilização do banho de ultra-som por 1 h (a) e 3hs (b).

Conclusões

Para confecção dos nanocompósitos os melhores resultados foram obtidos com os seguintes parâmetros: agitação magnética (1800 rpm) por 1 hora, banho de ultra-som por 3 horas e secagem a temperatura ambiente. A borracha natural do clone RRIM 600 tem estrutura química na forma poli (cis-1,4-isopreno), boa estabilidade térmica até cerca de 300 °C e propriedades dentro da norma ABNT.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq (Processo 135318/2012-2), Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa, Finep e Capes.

Referências

DURÁN, N.; MATTOSO, L. H. C.; MORAIS, P. C. D. Nanotecnologia, introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicações. São Paulo: Artliber, 13–14 p., 2006.

NBR ISO 2000, Associação Brasileira de Normas Técnicas, ABNT: Borracha natural – Diretrizes para especificação de borracha especificada tecnicamente (TSR) Rio de Janeiro, 2010.

NBR ISO 247, Associação Brasileira de Normas Técnicas, ABNT: Látex, borracha – Determinação do teor de sólidos totais, Rio de Janeiro, 2010.

NBR 11597, Associação Brasileira de Normas Técnicas, ABNT: Borracha natural – Requisitos e métodos de ensaio, Rio de Janeiro, 1997.