# 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.





### CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DAS SOLUÇÕES ELETROFIADAS DE PVA CONTENDO NANOPARTÍCULAS INORGÂNICAS

Rodrigo Guerreiro Fontoura Costa<sup>1\*</sup>, Caue Ribeiro<sup>1</sup> e Luiz Henrique Capparelli Mattoso<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório Nacional de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio, Embrapa Instrumentação, Rua XV de Novembro, 1452, São Carlos-SP, 13560-970, Brasil.

\*guerreiro rodrigo@yahoo.com.br

Projeto Componente: PC4 Plano de Ação: PA5

#### Resumo

Soluções de PVA e PVA/TiO<sub>2</sub>/Ag foram caracterizadas quanto a sua reologia e condutividade elétrica. Os resultados obtidos mostraram que a incorporação das nanopartículas (TiO<sub>2</sub> e Ag) no polímero tiveram maior influência na condutividade elétrica do que na viscosidade das soluções aquosas. A eletrofiação dessas soluções mostrou que nessa faixa de viscosidade e condutividade elétrica obtém-se nanofibras de morfologias uniformes.

Palavras-chave: viscosidade, reologia, condutividade elétrica, PVA, nanopartículas, eletrofiação

#### Introdução

Os parâmetros da solução, tais como, condutividade elétrica e viscosidade, podem influenciar na morfologia e no diâmetro das nanofibras preparadas via eletrofiação. Nanofibras uniformes sem contas (beads) são obtidas somente se existir um grau de emaranhamento de cadeias na solução polimérica, a qual corresponde a um valor de viscoelastecidade (ou concentração) mínimo. Se o valor da concentração for muito baixo, pode ocorrer uma instabilidade capilar na extremidade do jato, resultando espalhamento eletrostático (electrospraying). Assim, partículas esféricas ou nanofibras com contas são obtidas (COSTA et al., 2012).

A adição de um sal a uma solução polimérica, como, por exemplo, cloreto de alumínio e nitrato de prata, aumenta a condutividade elétrica da mesma, resultando em maior mobilidade dos íons (COSTA et al., 2010). Assim, quando um campo elétrico externo é aplicado, as cargas se orientam fazendo com que a gota sofra um maior alongamento, e tendo como resultado final uma diminuição do número de contas e menores valores de diâmetros. O objetivo deste trabalho foi caracterizar a solução de PVA/TiO<sub>2</sub>/Ag quanto a sua reologia e condutividade elétrica em função da porcentagem de nanopartículas, TiO<sub>2</sub> e Ag.

#### Materiais e métodos

O PVA (J.T. Baker) foi solubilizado em água na concentração de 18% (massa seca de PVA/massa de água). As nanopartículas de dióxido de titânio anatase (TiO2, Aldrich) foram dispersas em água utilizando-se um ultrassom por 20 min. As soluções de nitrato de prata (AgNO<sub>3</sub>, CENNABRAS) foram preparados seguindo o procedimento descrito por Costa et al. (2010) e em seguida foram adicionadas à solução de PVA. Após a agitação da mesma por 10 minutos, a dispersão de TiO2 foi adicionada à solução de PVA/Ag e agitada por mais uma hora. Assim, obtiveram-se soluções nanocompósitas PVA/TiO<sub>2</sub> anatase (comercial) /Ag com diferentes porcentagens de TiO<sub>2</sub> e Ag: 0; 2,5; 5,0% em massa; e 6 e 11% em massa (massa seca do material inorgânico/massa seca de PVA), respectivamente.

As medidas de condutividade elétrica das soluções foram feitas em duplicata com um condutivímetro Horiba, Modelo ES-12 a 25 °C.

As medidas de viscosidade das soluções foram realizadas a temperatura ambiente e em baixas taxas de cisalhamento (0,01 s<sup>-1</sup> até 100 s<sup>-1</sup>), utilizando-se um Reômetro Anton Paar, modelo Physica MCR301. A geometria escolhida foi: cilindros concêntricos (diâmetro interno de 23,819 mm e diâmetro externo de 27,602 mm). Após a





realização desta medida, foi determinado o valor de viscosidade na taxa de cisalhamento de 10 s<sup>-1</sup>.

As soluções de PVA e PVA/TiO<sub>2</sub> anatase (comercial) /Ag foram eletrofiadas nas condições de 20 KV e 0,2 mL.h<sup>-1</sup>.

Para a investigação morfológica das nanofibras utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura marca JEOL (modelo JSM -6510) nas ampliações de 10.000x e 20.000x.

#### Resultados e discussão

Com o objetivo de observar o comportamento reológico das soluções eletrofiadas foram feitas as medidas de viscosidade em função da taxa de cisalhamento. Nas Figs. 1 e 2 estão apresentadas estas medidas para algumas das soluções de PVA e PVA/TiO<sub>2</sub>/Ag. Na Tab. 1 encontram-se os valores de condutividade elétrica e viscosidade das soluções eletrofiadas.

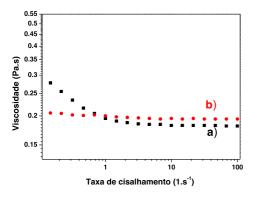


Fig. 1 – Curvas de viscosidade em função da taxa de cisalhamento da solução de PVA(18%).

Observa-se nas Figs. 1 e 2 que a maioria das soluções possuem um comportamento pseudoplástico até aproximadamente 10s<sup>-1</sup>, e um platô newtoniano entre 10 s<sup>-1</sup> e 100 s<sup>-1</sup>. Ao compararem-se os valores de viscosidade (Tab. 1), nota-se que a incorporação das nanopartículas de TiO<sub>2</sub> e Ag resultaram numa pequena da diminuição viscosidade das soluções nanocompósitas de PVA/TiO<sub>2</sub>/Ag (0,163 Pa.s; 0,150 Pa.s; 0,154 Pa.s; 0,144 Pa.s) em relação à solução de PVA (0,189 Pa.s), como esperado.

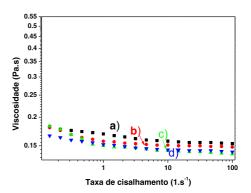


Fig. 2 – Curvas de viscosidade em função da taxa de cisalhamento das soluções de: a) e b) PVA(18%)/TiO<sub>2</sub>(5%)/Ag(6%); c) e d) PVA(18%)/TiO<sub>2</sub>(5%)/ Ag(11%).

Tab. 1 - Valores de condutividade elétrica\* e viscosidade das soluções.

Solução	Condutividade*	Viscosidade
,	(mS/cm)	(Pa.s)
PVA (18%)	1,45	0,189
PVA (18%) / TiO <sub>2</sub>	11,77	0,163
(2,5%) / Ag (6%)		
PVA (18%) / TiO <sub>2</sub>	12,37	0,150
(2,5%) / Ag(11%)		
PVA (18%) / TiO <sub>2</sub>	12,22	0,154
(5%) / Ag (6%)		
PVA (18%) / TiO <sub>2</sub>	12,65	0,144
(5%) / Ag (11%)		

<sup>\*</sup>Medidas realizadas na temperatura de 25 °C.

Na Tab. 1, observa-se também que a incorporação das nanopartículas de TiO<sub>2</sub> e Ag aumentou a condutividade elétrica em aproximadamente oito vezes em relação à solução de PVA. Este aumento ocorreu devido principalmente a adição das nanopartículas de Ag (sal de AgNO<sub>3</sub>), pois como este sal é um eletrólito forte, os íons estarão dissociados resultando num maior número de cargas em solução e, consequentemente, numa maior condutividade elétrica (COSTA et al., 2010).

Na Fig. 3 está apresentada a micrografia obtida por MEV da nanofibra de PVA /TiO<sub>2</sub> (5%) /Ag (11%), onde observa-se que a morfologia da fibra é uniforme com diâmetros de aproximadamente 90 nm.





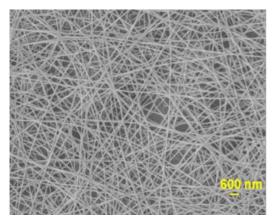


Fig. 3 - Micrografia obtida por MEV da nanofibra de PVA /TiO<sub>2</sub> (5%) /Ag (11%).

#### Conclusões

Os resultados obtidos mostraram que a maioria soluções eletrofiadas apresentou comportamento reológico semelhante, com uma pequena diminuição nos valores de viscosidade soluções de PVA/TiO<sub>2</sub>/Ag. as incorporação das nanopartículas ao aumentou condutividade elétrica de a aproximadamente 1,5 mS/cm para 12 mS/cm.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

A Capes pela concessão da bolsa de pósdoutorado.

#### Referências

COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E.; PAULA, G. F.; PICCIANI, P. H. S.; MEDEIROS, E. S.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C. Eletrofiação de Polímeros em Solução: Parte I: Fundamentação Teórica. Polímeros (São Carlos. Impresso), v. 22, p. 170-177, 2012.

COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E.; PAULA, G. F.; PICCIANI, P. H. S.; MEDEIROS, E. S.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C. Eletrofiação de Polímeros em Solução: Parte II: Aplicações e Perspectivas. Polímeros (São Carlos. Impresso), v. 22, p. 178-185, 2012.

COSTA, R. G. F.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C. Preparation and Characterization of PVA-Ag Nanocomposite Fibers with Antibacterial Activities. Science of Advanced Materials (Print), v. 2, p. 157-162, 2010.