

Ciência e Engenharia de Materiais

4

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)

 **Atena**
Editora

Ano 2018

MARCIA REGINA WERNER SCHNEIDER ABDALA

(Organizadora)

Ciência e Engenharia de Materiais

4

Atena Editora

2018

2018 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Geraldo Alves e Natália Sandrini

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall'Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant'Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

C569 Ciência e engenharia de materiais 4 [recurso eletrônico] / Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018. – (Ciência e Engenharia de Materiais; v. 4)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-85107-64-2

DOI 10.22533/at.ed.642182910

1. Engenharia. 2. Materiais I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.11

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2018

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

Você já percebeu a importância dos materiais na sua vida diária? Os materiais estão provavelmente mais imersos na nossa cultura do que a maioria de nós imagina. Diferentes segmentos como habitação, saúde, transportes, segurança, informação/comunicação, vestuário, entre outros, são influenciados em maior ou menor grau pelos materiais.

De fato a utilização dos materiais sempre foi tão importante que os períodos antigos eram denominados de acordo com os materiais utilizados pela sociedade primitiva, como a Idade da Pedra, Idade do Bronze, Idade do Ferro, etc.

A humanidade está em constante evolução, e os materiais não são exceções. Com o avanço da ciência e da tecnologia a cada dia surgem novos materiais com características específicas que permitem aplicações pormenorizadas e inovação nas mais diferentes áreas.

Todos os dias centenas de pesquisadores estão atentos ao desenvolvimento de novos materiais e ao aprimoramento dos existentes de forma a integrá-los em tecnologias de manufatura economicamente eficientes e ecologicamente seguras.

Estamos entrando em uma nova era caracterizada por novos materiais que podem tornar o futuro mais fácil, seguro e sustentável. O campo da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada está seguindo por novos caminhos. A iminente escassez de recursos está exigindo inovações e ideias criativas.

Nesse sentido, este livro evidencia a importância da Ciência e Engenharia de Materiais, apresentando uma coletânea de trabalhos, composta por quatro volumes, que permitem conhecer mais profundamente os diferentes materiais, mediante um exame das relações entre a sua estrutura, as suas propriedades e o seu processamento.

Considerando que a utilização de materiais e os projetos de engenharia mudam continuamente e que o ritmo desta mudança se acelera, não há como prever os avanços de longo prazo nesta área. A busca por novos materiais prossegue continuamente...

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
ESTUDO COMPARATIVO DA ABSORÇÃO DE UMIDADE ENTRE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS HÍBRIDOS REFORÇADOS COM TECIDOS DE ALTO DESEMPENHO	
<i>Helen Fernandes de Sousa</i>	
<i>Eval Oliveira Miranda Junior</i>	
<i>Ana Claudia Rangel da Conceição</i>	
<i>Victor Antunes Silva Barbosa</i>	
<i>Olímpio Baldoino da Costa Vargens Neto</i>	
<i>Mirtânia Antunes Leão</i>	
CAPÍTULO 2	15
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM TECIDO HÍBRIDO DE KEVLAR-CARBONO: INFLUÊNCIA DA ABSORÇÃO DE UMIDADE NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	
<i>Eval Oliveira Miranda Junior</i>	
<i>Helen Fernandes de Sousa</i>	
<i>Ana Claudia Rangel da Conceição</i>	
<i>Victor Antunes Silva Barbosa</i>	
<i>Olímpio Baldoino da Costa Vargens Neto</i>	
<i>Mirtânia Antunes Leão</i>	
CAPÍTULO 3	25
FRICTION AND WEAR OF NANOCOMPOSITES POLYSTYRENE / KAOLINITE	
<i>José Costa de Macêdo Neto</i>	
<i>Ana Emília Guedes</i>	
<i>Nayra Reis do Nascimento</i>	
<i>João Evangelista Neto</i>	
<i>Waldeir Silva Dias</i>	
<i>Bruno Mello de Freitas</i>	
<i>Solenise Pinto Rodrigues Kimura</i>	
<i>Eduardo Rafael Barreda</i>	
CAPÍTULO 4	33
INFLUÊNCIA DA QUANTIDADE DE CAULIM E DE AGENTE COMPATIBILIZANTE NO ÍNDICE DE FLUIDEZ DE COMPÓSITOS PEAD/CAULIM	
<i>Márcio Alves de Lima</i>	
<i>Gilmara Brandão Pereira</i>	
<i>Ezequiel de Andrade Silva</i>	
<i>Cirlene Fourquet Bandeira</i>	
<i>Roberto de Oliveira Magnago</i>	
<i>Sérgio Roberto Montoro</i>	
CAPÍTULO 5	40
ESTUDO DA INTEGRIDADE ESTRUTURAL EM LAMINADOS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS	
<i>Sérgio Renan Lopes Tinô</i>	
<i>Ana Claudia de Melo Caldas Batista</i>	
<i>Raphael Siqueira Fontes</i>	
<i>Eve Maria Freire de Aquino</i>	
CAPÍTULO 6	48
ANÁLISE MECÂNICA DE ESTRUTURAS SANDUÍCHES COM DIFERENTES NÚCLEOS	
<i>Vanessa Cristina Da Costa Oliveira</i>	
<i>Vanessa Maria Yae Do Rosário Taketa</i>	
<i>Carmen Gilda Barroso Tavares Dias</i>	

CAPÍTULO 7 58

MATERIAL COMPÓSITO DE MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADOS POR FIBRAS DE ALGODÃO CONTÍNUAS E ALINHADAS

César Tadeu Nasser Medeiros Branco
Wassim Raja El Banna
Deibson Silva da Costa
Roberto Tetsuo Fujiyama

CAPÍTULO 8 66

COMPÓSITO DE BORRACHA NATURAL E RESÍDUO DE COURO APLICADO COMO ISOLANTE TÉRMICO DE EDIFÍCIOS

Maria Alessandra Bacaro Boscoli
Fernando Sérgio Okimoto
Saulo Guths
Guilherme Dognani
Eduardo Roque Budemberg
Ado Eloizo Job

CAPÍTULO 9 82

ANÁLISE COMPARATIVA DE UM MATERIAL COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA COM DIFERENTES PROPORÇÕES DE FIBRA DE PIAÇAVA DO AMAZONAS.

Waldeir Silva Dias
Bruno Mello de Freitas
José Costa de Macedo Neto
Guilherme Moreira dos Santos
Solenise Pinto Rodrigues Kimura
Sarah Elisa Medeiros
João Christian Paixão Fonseca

CAPÍTULO 10 92

ANALYSIS OF THE STIFFNESS OF DOWEL LAMINATED TIMBER (DLT) PANELS MADE WITH LAMELLAS OF PINUS TAEDA AND ELLIOTTII WITH DOWELS OF PELTOGYNE SPP., LEGUMINOSAE

Marcos Cesar de Moraes Pereira
Carlito Calil Junior

CAPÍTULO 11 98

NANOCOMPÓSITO DE POLÍMERO VERDE: COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE INFLAMABILIDADE

Felippe Fabrício dos Santos Siqueira
Renato Lemos Cosse
Joyce Batista Azevedo
Tatianny Soares Alves
Renata Barbosa

CAPÍTULO 12 108

DESENVOLVIMENTO DE NANOCOMPÓSITOS DE POLIPROPILENO/ARGILA BENTONÍTICA ORGANOFÍLICA

Carlos Ivan Ribeiro de Oliveira
Marisa Cristina Guimarães Rocha
Joaquim Teixeira de Assis
Jessica Verly
Ana Lúcia Nazareth da Silva
Luiz Carlos Bertolino

CAPÍTULO 13 123

COMPATIBILIZAÇÃO E EFEITO DA DEGRADAÇÃO TERMO-HIDROLÍTICA EM BLENDS PS/PCL

Danilo Diniz Siqueira
Dayanne Diniz de Souza Moraes

Rodolfo da Silva Barbosa Ferreira
Edcleide Maria Araújo
Danielly Campos França
Elieber Barros Barbosa
Amanda Dantas Oliveira

CAPÍTULO 14..... 139

MEMBRANAS DE FIBRA OCA DE CARBETO DE SILÍCIO: OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO

Sandriely Sonaly Lima Oliveira
Rodolfo da Silva Barbosa Ferreira
Bruna Aline Araújo
Keila Machado de Medeiros
Hélio de Lucena Lira
Edcleide Maria Araújo

CAPÍTULO 15..... 150

OBTENÇÃO DE NANOFIBRAS DE SÍLICA PELO MÉTODO SBS E INVESTIGAÇÃO PRELIMINAR DE SUA APLICAÇÃO COMO CARGA EM MATRIZ POLIMÉRICA

Edvânia Trajano Teófilo
Gabriel Lucena de Oliveira
Radamés da Silva Teixeira
Francisco Diassis Cavalcante da Silva
Rosiane Maria da Costa Farias
Romualdo Rodrigues Menezes

CAPÍTULO 16..... 161

SINERGISMO ENTRE AS PROPRIEDADES ÓPTICAS E FOTOCATALÍTICAS DE FIBRAS DOS ÓXIDOS DE TITÂNIO E TUNGSTÊNIO

Luana Góes Soares da Silva
Annelise Kopp Alves

CAPÍTULO 17..... 177

ADSORÇÃO DO POLI (3-OCTILTIOFENO) EM ÓXIDO DE ZINCO PARA USO EM CÉLULAS SOLARES

Guilherme Arielo Rodrigues Maia
Guilherme José Turcatel Alves
Bianca Vanjura Dias
Gideã Taques Tractz
Leticia Fernanda Gonçalves Larsson
Everson do Prado Banczek
Sandra Regina Masetto Antunes
Paulo Rogério Pinto Rodrigues

SOBRE A ORGANIZADORA..... 186

OBTENÇÃO DE NANOFIBRAS DE SÍLICA PELO MÉTODO SBS E INVESTIGAÇÃO PRELIMINAR DE SUA APLICAÇÃO COMO CARGA EM MATRIZ POLIMÉRICA

Edvânia Trajano Teófilo

Universidade Federal do Cariri
Juazeiro do Norte – Ceará

Gabriel Lucena de Oliveira

Universidade Federal do Cariri
Juazeiro do Norte - Ceará

Radamés da Silva Teixeira

Universidade Federal do Cariri
Juazeiro do Norte - Ceará

Francisco Diassis Cavalcante da Silva

Universidade Federal do Cariri
Juazeiro do Norte – Ceará

Rosiane Maria da Costa Farias

Universidade Federal de Campina Grande
Campina Grande – Paraíba

Romualdo Rodrigues Menezes

Universidade Federal de Campina Grande
Campina Grande – Paraíba

RESUMO: A sílica é amplamente utilizada como carga em polímeros, podendo conferir características retardantes de chama e melhoria das propriedades mecânicas e de barreira, seu uso geralmente se dá na forma de nanopartículas esféricas ou fibras curtas de tamanho micrométrico. A utilização dessa carga na forma de nanofibras tanto é inovador como promissor. O presente estudo propõe obter nanofibras de sílica pelo método de fiação por sopro em solução (“Solution Blow Spinning”

– SBS) e incorporar em matriz polimérica. Para tanto, uma solução precursora de PVC/THF/TEOS foi fiada via SBS e seguidamente calcinada para obter as nanofibras de sílica, as quais foram incorporadas em solução filmogênica de Poliamida 6. Os dados de DR-X e MEV indicaram a obtenção de sílica amorfa em escala nanométrica. Os filmes híbridos apresentaram considerável porosidade, o que pode ter contribuído para a menor resistência mecânica dos mesmos, porém tal porosidade pode ser útil para aplicações em membranas de filtração. O teor de nanofibra não afetou significativamente na concentração de tensão, porém influenciou no tamanho dos esferulitos formados.

PALAVRAS-CHAVE: Nanofibras, sílica, fiação por sopro em solução, polímero

ABSTRACT: Silica is widely used as a enhancer in polymers, which can confer flame retardant characteristics and improve mechanical and barrier properties. Its use is generally in the form of spherical nanoparticles or short fibers of micrometric size. The use of this charge in the form of nanofibers is both innovative and promising. The present study proposes to obtain silicon nanofibers by the solution blow-spinning method (SBS) and to incorporate in polymer matrix. For this purpose, a precursor solution of PVC / THF / TEOS was spun via SBS and then

calcined to obtain the silica nanofibers, which were incorporated in polyamide 6 film-forming solution. Data from DR-X and MEV indicated silica amorphous at nanometer scale. Hybrid films presented considerable porosity, which may have contributed to the lower mechanical resistance of the films, however such porosity may be useful for applications in filtration membranes. The nanofiber content did not affect significantly the tension concentration, but influenced the size of the spherulites formed.

KEYWORDS: Nanofibers, Silica, Solution Blow Spinning, Polymer.

1 | INTRODUÇÃO

O advento da nanotecnologia trouxe à tona a pesquisa e o desenvolvimento de novos materiais com potenciais aplicabilidades, a exemplo das nanofibras poliméricas e cerâmicas. As potencialidades de nanofibras têm sido investigadas para diferentes materiais, com resultados promissores em diferentes aplicações tais como, sensores, biosensores, filtros capazes de reter microorganismos e partículas sólidas extremamente finas de líquidos ou gases, encapsulação e liberação controlada de fármacos, substratos para crescimento de órgãos e tecidos biológicos e como reforços estruturais (HUANG et al., 2003; AUSSAWASATHIENA et al., 2005; MA et al., 2005; PHAN et al., 2006; VELEIRINHO et al., 2009; OLIVEIRA et al., 2011; COSTA et al., 2012).

As nanofibras são de grande interesse tecnológico devido não apenas à sua alta razão de aspecto, como também extrema flexibilidade e característica anisotrópica. Portanto, as nanofibras de um determinado material apresentam melhor comportamento e atividade sobre as demais nanoestruturas do mesmo material. Um exemplo clássico está relacionado com os nanocompósitos, pois a elevada anisotropia associada com a alta razão de aspecto das nanofibras pode evitar a agregação das partículas nestes materiais (a principal limitação do uso de nanopartículas é sua forte tendência a se aglomerar e formar partículas maiores) (ANDRADY, 2008; SONG et al, 2012).

A sílica é um tipo de carga muito utilizada na preparação de nanocompósitos de matriz polimérica, podendo conferir características retardantes de chama, melhoria das propriedades mecânicas e de barreira e resistência a agentes químicos (ESTEVES et al, 2004; YANG et al, 2007; CHAE et al, 2007). Nesse contexto, o presente estudo se propôs a investigar a utilização dessa carga na forma de nanofibras, uma vez que sua utilização em nanocompósitos tem se limitado a nanopartículas esféricas e fibras curtas de tamanho micrométrico.

Uma metodologia de produção de fibras envolve o uso de precursores inorgânicos e orgânicos, os quais são fiados diretamente, com auxílio de soluções poliméricas adicionadas ao precursor, formando as chamadas fibras “verdes” que adquirem estrutura de características cerâmica após sua queima. As fibras cerâmicas obtidas por fiação assistida pela adição/uso de polímeros podem ser produzidas pelas técnicas de

fiação de fundido (“meltspinning”), fiação por sopro (“solution spinning”), e eletrofiação (“electrospinning”). Dentre estas, a eletrofiação é a única que possibilita a produção de fibras cerâmicas em tamanhonanométrico. Porém, estudos recentes (FARIAS et al, 2015) reportam a obtenção de nanofibras cerâmicas por um novo método, a fiação por sopro em solução (“solution blow spinning” – SBS).

A fiação por sopro em solução utiliza princípios da eletrofiação e de outras técnicas de fiação de materiais poliméricos, tais como fiação de fundido (“melt spinning”) e fiação por sopro de fundido (“melt blowing”), sendo a eletrofiação a abordagem que mais se assemelha, tanto na configuração da técnica quanto na manta do produto final. Diferenciando-se pelo fato de que na eletrofiação utilizam-se forças eletrostáticas enquanto que na “SBS” utilizam-se forças aerodinâmicas. Assim, supera uma das grandes desvantagens da eletrofiação, que é a manipulação perigosa do operador pela presença de um campo elétrico. Além disso, a produtividade das nanofibras pela técnica SBS supera em muito a quantidade de nanofibras eletrofiadas, em um mesmo intervalo de tempo (MEDEIROS et al., 2009; OLIVEIRA et al., 2011), além de produzir fibras menos emaranhadas e com diâmetros muito pequenos, por volta de 131 ± 12 nm até 678 ± 56 nm (WOJASI et al, 2011).

A técnica “SBS” utiliza-se de uma solução polimérica (que pode conter precursores cerâmicos), uma matriz de fiação composta por canais concêntricos com geometria especial (que permite a produção de nanofibras análogo à eletrofiação), um sistema de gás pressurizado (que substitui a alta tensão utilizada na eletrofiação), um regulador de pressão para controlar a saída do ar pressurizado, uma bomba de seringa para monitorar a taxa de injeção da solução polimérica e um coletor (Figura 1). A solução polimérica é colocada em uma seringa e bombeada, a uma taxa de injeção pré-determinada e constante, até chegar à ponta do cilindro interno da matriz de fiação. Simultaneamente, o fluxo de gás pressurizado atravessa o bocal externo, pressionando e arrastando a solução, de modo a formar na ponta do bico algo similar ao cone de Taylor, denominado jato de formação das fibras (“jato polimérico”). Em seguida, o gás pressurizado faz o solvente evaporar, formando as fibras que estão sendo direcionadas ao coletor (OLIVEIRA et al., 2011; FARIAS, 2013). Controlando-se a taxa de injeção do polímero em solução, sua concentração, pressão do gás e geometria da matriz de fiação é possível obter fibras micrométricas e nanométricas.

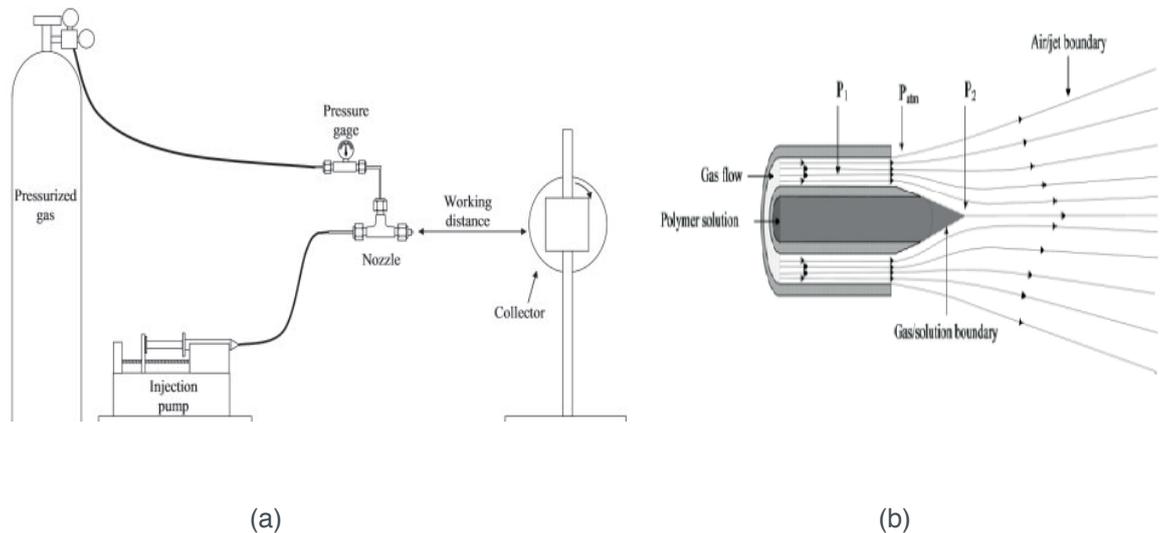


Figura 1- Representação do método SBS (a) e da matriz de fiação (b). Fonte: MEDEIROS et al, 2009

Para a aplicação de nanofibras cerâmicas como carga em matriz polimérica, a incorporação em solução filmogênica é uma boa alternativa para preservar a estrutura das nanofibras após a formação do filme híbrido.

A importância de filmes poliméricos se dá pela sua aplicabilidade. As funções que esses filmes desempenham são variadas. Sendo possível aplicá-los na construção de dispositivos eletrônicos, como os diodos e até mesmo a organismos com a produção de biosensores e fabricação de embalagens antimicrobianas para alimentos (ALMEIDA, 2009; FARIA, 2011; MORAES et al, 2011).

O presente estudo utilizou o método de *casting* para produzir os filmes, tal método se baseia em aplicar uma solução polimérica sobre um substrato, podendo ser esse substrato uma placa de vidro, e, em seguida, é feita a evaporação dos solventes utilizados. Para isso, é possível aquecer a solução a fim de acelerar o processo de retirada dos solventes.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

A matriz polimérica utilizada no presente estudo foi a Poliamida 6 (PA-6), a qual foi solubilizada em ácido fórmico. Como cargas foram utilizadas nanofibras de sílica, sintetizadas a partir de uma solução precursora contendo poli(cloreto de vinila) (PVC), tetrahidrofurano (THF), ácido clorídrico (HCl) e tetraetilortosilicato (TEOS).

Para preparar as nanofibras, primeiramente foi feita uma solução de PVC em THF numa concentração de 10% m/v, que seguidamente foi misturada a outra solução contendo THF, HCl, TEOS e água destilada, sendo agitadas magneticamente até completa solubilização. Tal solução precursora foi submetida ao processo de fiação por sopro em solução, utilizando os seguintes parâmetros: taxa de injeção de $\mu\text{l}/\text{min}$, pressão do ar de 50 psi, distância de trabalho de 15 cm e de poltrusão de 2 cm (FARIAS, 2013; TEÓFILO et. al, 2014). As fibras “verdes” obtidas foram calcinadas na

temperatura de 700°C, a fim de promover a decomposição e remoção dos materiais orgânicos e outros voláteis.

Para a preparação dos filmes puros, a poliamida 6 foi dissolvida em ácido fórmico, 13% m/v, e depositada em placas de *petri* para evaporação do solvente em estufa a 50°C. Para a produção dos filmes híbridos, foi utilizado o mesmo procedimento, sendo que com a adição de nanofibras de sílica à solução filmogênica, em quantidade que resultasse em híbridos com teores nominais de 1, 3, 5 e 10% em massa de nanofibra.

As amostras foram caracterizadas por difração de raios-x (DR-X), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ensaios mecânicos. As análises de (DR-X) foram conduzidas nas fibras calcinadas em um equipamento Shimadzu XDR-6000 (40kV; 30mA; $\lambda_{CuK\alpha} = 1,5418 \text{ \AA}$; $2^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$; 1°/min). As superfícies morfológicas das nanofibras de sílica foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (superscan SHIMADZU SSX-550). Os testes mecânicos foram conduzidos nos filmes poliméricos, sob tração, em uma máquina universal de ensaio DL (Digital Line) da EMIC com célula de carga de 200kgf e taxa de deslocamento do travessão de 5 mm/min. A superfície dos filmes foi analisada em um MEV VEGA 3 Tescan.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Para obtenção das nanofibras de sílica pelo método SBS, baseou-se nos estudos de Teófilo e colaboradores (2014) que propiciaram a obtenção de nanofibras vinílicas com sucesso pelo referido método, sendo possível adicionar os precursores de sílica à solução polimérica e assim obter uma fibra “verde” que, após queima propicia a destruição do polímero e a obtenção da fase cerâmica adequada. As fibras cerâmicas obtidas por fiação assistida utilizando polímero puderam ser produzidas com sucesso pela técnica de SBS, conforme pode ser visualizado na Figura 2. Visualmente, notam-se diferenças entre as nanofibras antes e depois de passar pelo processo de calcinação, percebendo-se uma maior compactação das nanofibras calcinadas (Figura 2b) em relação às verdes (Figura 2a).

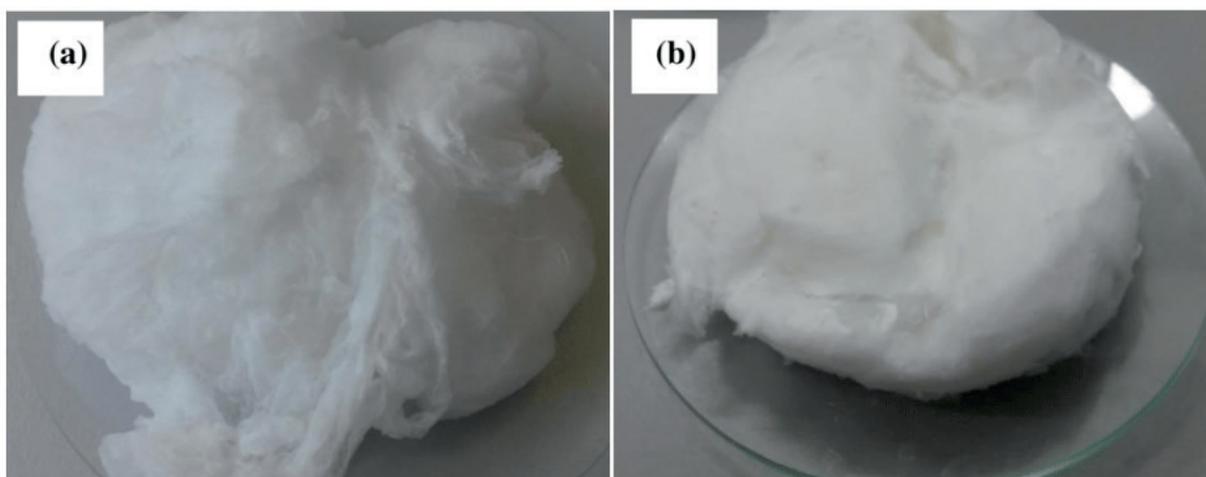


Figura 2- Aspectos visuais das nanofibras verdes (a) e calcinadas (b).

Aspectos macroscópicos não são suficientes para uma caracterização efetiva das nanofibras, foram utilizadas duas técnicas de caracterização a fim de se verificar a estrutura das nanofibras calcinadas: MEV e DR-X. Pelas imagens de MEV é possível avaliar a morfologia das fibras como também calcular o tamanho médio das mesmas. Pelas imagens de MEV apresentadas na Figura 3 fica evidente a obtenção de nanofibra cerâmica pelo método SBS. Com o auxílio do programa computacional ImageJ foi possível calcular o tamanho médio das fibras, constatando-se o valor de 527 nm com um desvio padrão de 235nm, tamanho este que está na faixa característica de nanofibras, conforme valores de diâmetros publicados na literatura (YU et. al, 2011; NAGAMINE et. al, 2014).

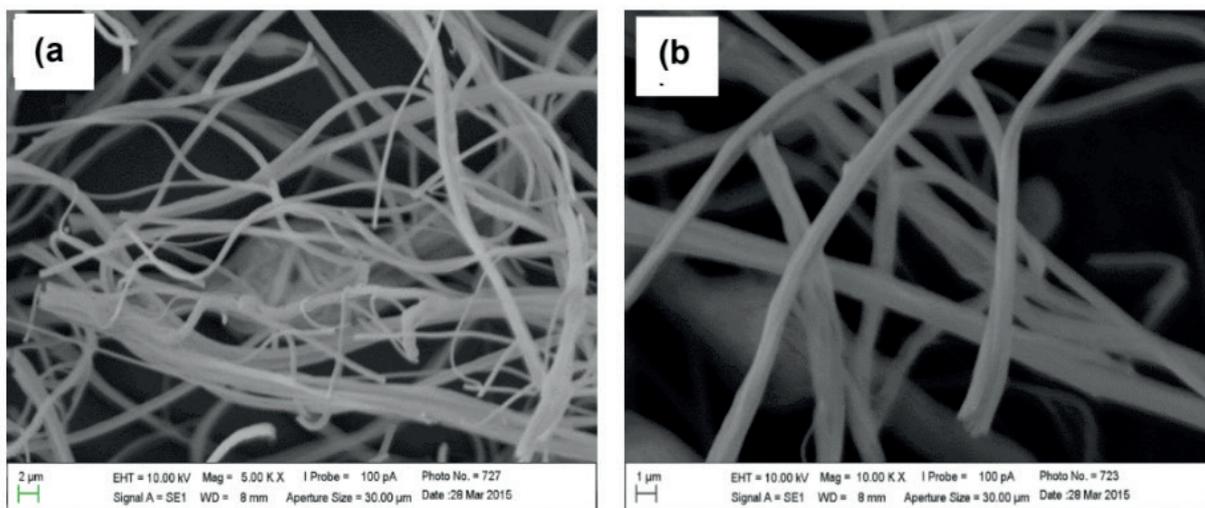


Figura 3 - MEV da nanofibra aumentada 5000 vezes (a) e 10000 vezes (b)

Ao se constatar que fibras estavam em tamanho nanométrico, realizou-se um teste de difração de raios-x (DRX) a fim de verificar a estrutura cristalina das mesmas, a Figura 4 apresenta o resultado deste teste. O difratograma mostra apenas uma banda larga, com 2θ variando entre 15 e 35°, característica de sílica amorfa proveniente de sua obtenção em temperatura relativamente baixa (700°C) (KRISANASAERANEE, 2008).

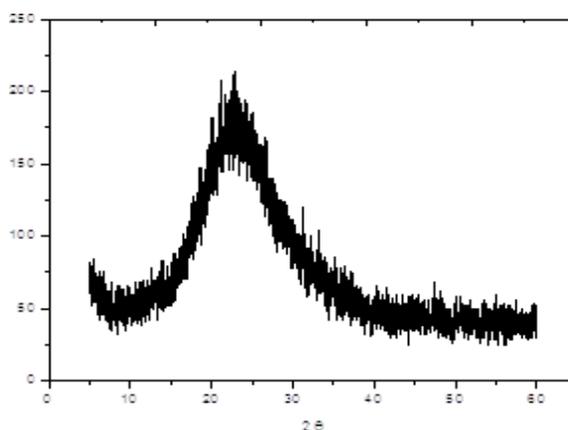


Figura 4 - DRX das nanofibras.

Após as caracterizações que comprovaram a obtenção de nanofibras de sílica, fez-se a sua incorporação em matriz filmogênica. De início foram feitas várias tentativas para obtenção de filmes uniformes. Foram testadas diferentes concentrações de polímero (de 8 a 15%)m/v, solubilizado e ácido fórmico, e diferentes formas de evaporação do solvente (ao ar, em ambiente climatizado e em presença de temperatura). Os melhores resultados foram obtidos com a concentração de 13% e evaporação sob temperatura controlada de 50° C.

Após a obtenção de filmes de PA-6 puros uniformes, realizou-se a mesma metodologia de fabricação com adição de nanofibras de sílica nas concentrações de 1, 3, 5 e 10% para obtenção dos filmes híbridos. Desses filmes foram retirados corpos de prova para realização de ensaios mecânicos de tração. Os resultados obtidos estão resumidos na Tabela 1. Observa-se que a adição de nanofibras embora tenha diminuído a ductilidade do material, conforme pode ser observado nos dados de alongamento percentual, não trouxe grandes influências ao módulo elástico, com exceção da concentração de 10% (que conferiu maior rigidez às amostras), as demais concentrações não provocaram aumento nos valores de módulo. Indicando que as nanofibras não provocaram efeitos de resistência à deformação da matriz, e isso pode ser um indicativo de falta de interação carga/matriz. Embora se tenha observado diminuição da ductilidade do material, não se observou aumento de resistência mecânica com a adição de nanofibra, reforçando a idéia de que as nanofibras podem estar atuando como concentradores de tensão, porém essa suposta concentração de tensão não parece ser significativa com o aumento do teor de nanofibra, pela Tabela 1, analisando através dos desvios.

Corpos de Prova	Tensão Máxima (Mpa)	Alongamento (%)	Módulo de Elasticidade (Mpa)
PA-6 puro	53,3 ± 4,0	126,9 ± 55	306,9 ± 147
PA-6 / 1% de sílica	34,9 ± 4,6	37,5 ± 9,5	204,7 ± 92,6
PA-6 / 3% de sílica	26,9 ± 4,2	23,7 ± 3,4	284,7 ± 173
PA-6 / 5% de sílica	24,5 ± 5,8	22,8 ± 3,6	233,1 ± 138
PA-6 / 10% de sílica	29,0 ± 5,3	20,18 ± 3,0	434,4 ± 340

Tabela 1 – Propriedades mecânicas dos filmes poliméricos

As alterações na morfologia dos filmes foram investigadas com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura. Observou-se que a adição de nanofibra provoca o aparecimento de porosidade superficial como também modificações na “granulometria” polimérica. Algumas imagens estão exemplificadas na Figura 5, onde se pode observar que o filme puro apresenta uma superfície mais homogênea, ao passo que os filmes adicionados de sílica apresentam-se mais poroso e com aspecto

granulométrico mais evidente. Nos filmes com 5 e 10% de sílica é possível observar que a superfície é formada pela união de várias “esferas”, cujos tamanhos variam com o teor de carga, evidenciando a atuação das nanofibras como agentes nucleantes. Na amostra com maior percentual de carga (Figura 5e,f), formaram-se grãos menores, o que está de acordo com o esperado, pois se tem maior quantidade de núcleos formados, favorecendo esferulitos de menores tamanhos. Esferulitos maiores são evidentes na amostra com menor teor de carga (Figura 5c,d). Também observam-se nas imagens falhas na união dos esferulitos, ocasionando porosidade nos filmes híbridos, no interior dos poros é possível observar as nanofibras (Figura 5d e 5f), aparentemente em boa interação com a matriz, logo a menor resistência mecânica apresentada pelos filmes híbridos deve estar relacionada com a porosidade, uma vez que vazios funcionam como concentradores de tensão. Na literatura também se encontram estudos que reportam esses “grãos” visíveis no MEV como esferulitos (KESTENBACH et. al, 1997; COSTA et. al, 2009), os quais também foram formados em filmes com elevada porosidade. Os autores relacionaram a porosidade com a taxa de evaporação do solvente.

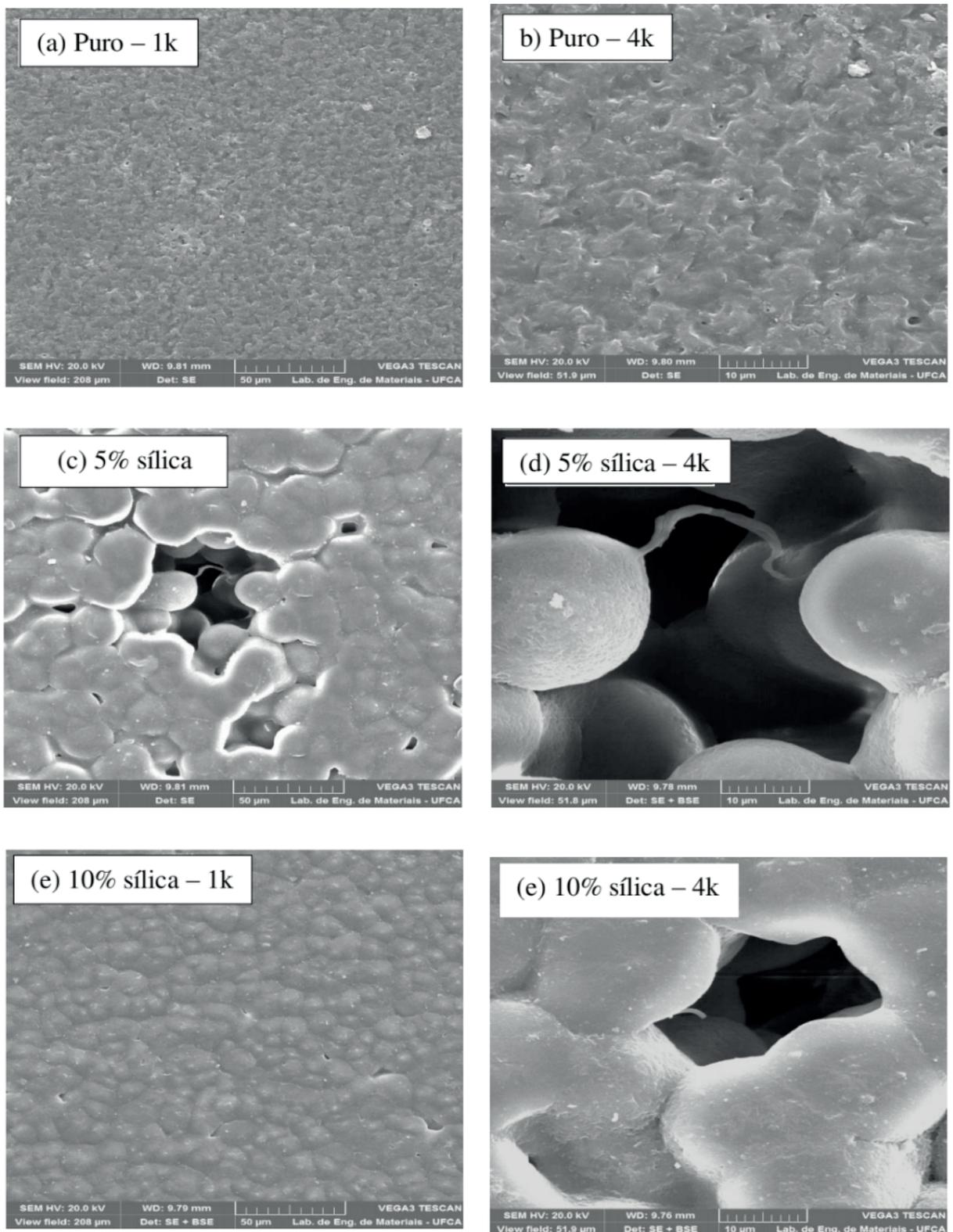


Figura 5 – Micrografia superficial de filmes de PA-6 formados na ausência e presença de nanofibras de sílica, com ampliação de 1000 e 4000 vezes.

4 | CONCLUSÕES

A produção da nanofibra de sílica pelo método SBS foi realizada com sucesso. A partir da caracterização do material cerâmico foi possível perceber a eficácia de se utilizar o método de fiação por sopro em solução. As fibras produzidas estiveram dentro

dos padrões necessários para que fossem caracterizadas como “nano”. Os resultados dos ensaios de tração demonstraram que não houve melhoria nas propriedades mecânicas do material, possivelmente devido à porosidade que surgiu nos filmes com a adição de nanofibras. Porém, o aumento do teor de carga não afetou significativamente na concentração de tensão. A análise de MEV dos híbridos possibilita inferir que houve uma interação entre a carga e matriz, como também que a sílica atua como agente nucleante, promovendo um rearranjo estrutural na matriz, resultando no surgimento de esferulitos numa estrutura de considerável porosidade.

REFERÊNCIAS

- AUSSAWASATHIENA, D.; DONG, J.-H; DAI, L. **Electrospun polymer nanofiber sensors**. Synthetic Metals , v.154, p. 37–40, 2005.
- CHAE, D. W.; KIM, B. C. **Effects of introducing silica particles on the rheological properties and crystallization behavior of poly(ethylene terephthalate)**. J MaterSci, v. 42, p.1238–1244,2007.
- COSTA, R.G.F.; OLIVEIRA, J. E.; PAULA, G.F.; PICCIANI, P. H. S.;MEDEIROS, E. S.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H.C. **Eletrofição de Polímeros em Solução Parte I: Fundamentação Teórica**. Polímeros, v. 22, p. 170-177, 2012.
- ESTEVES, A. C. C.; BARROS-TIMMONS, A.; TRINDADE, T. **NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA: ESTRATÉGIAS DE SÍNTESE DE MATERIAIS HÍBRIDOS**. Química Nova, v. 27, n. 5, p. 798–806,2004.
- FARIAS, R. M. C.; MENEZES, R. R.; OLIVEIRA, J. E.; MEDEIROS, E. S. **Production of submicrometric fibers of mullite by solution blow spinning (SBS)**, Materials Letters , v. 149, p. 47-49, 2015.
- Hans-Jürgen Kestenbach, Nádia C. P. S. Nocite, RinaldoGregório F°, Joachim Loos e Jürgen Petermann. **Resolução Lamelar num Novo Microscópio Eletrônico de Varredura**.Polímeros: Ciência e Tecnologia, 1997.
- HUANG, Z-M; ZHANG, Y. Z.;KOTAKIC, M.; RAMAKRISHNA, S. **A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites**. Composites Science and Technology, v. 63, p. 2223–2253, 2003.
- KRISSANASAERANEE, M.; VONGSETSKUL, T.; RANGKUPAN, R.; SUPAPHOL, P. & WONGKASEMJIT, S. **Preparation of ultrafine sílica fibersusing electrospun poly(vinylalcohol)/ silatranecompositefibers as precursor**, J. Am. Ceram. Soc., 91, 2830-2835. 2008.
- Lígia M. M. Costa, Rosário E. S. Bretas, Rinaldo Gregorio Filho. **Caracterização de Filmes de PVDF-β Obtidos por Diferentes Técnicas**. Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 19, nº 3, p. 183-189, 2009
- MA, Z.; KOTAKI, M.; INAI, R.; RAMAKRISHNA, S. **Potential of Nanofiber Matrix as Tissue-Engineering Scaffolds**. Tissue Engineering , v.11, p. 101-109, 2005.
- MEDEIROS, E. S.; GLENN, G. M.; KLAMCZYNSKI, A. P.; ORTS, W. J.; MATTOSO, L. H. C., **Solution Blow Spinning, US Patent** , 0062.08, 2010.
- MEDEIROS, E., S., GLENN, G. M., KLAMCZYNSKI, A. P., ORTS, W. J., MATTOSO, L. H. C., **Solution**

blow spinning: a new method to produce micro- and nanofibers from polymer solutions. Journal of Applied Polymer Science, v.113, p. 2322–2330,2009.

MORAES, A. R, VIDIGA, M. C. T. R, SOARES, N. F. F, MOARES, L. P de, MELO, N. R de, GONÇALVES, M. P. J. **Desenvolvimento e avaliação de filme antimicrobiano aromatizado para aplicação em massa de pastel.** Ciência Rural.Março, 2011. Vol. 41, nº3.

NAGAMINE, S.; KOSAKA, K.; TOHYAMA, S.; OHSHIMA, M. **Silica nanofiber with hierarchical pore structure templated by a polymer blend nanofiber and surfactant micelle.** Materials Research Bulletin, v. 50, p. 108-112, 2014.

O OLIVEIRA, J. E. Nanofibras **Poliméricas Aplicadas em Sensores e Biossensores**, doutorado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, Brasil, 2011.

OLIVEIRA, J. E., MORAES, E. A., COSTA, R. G. F., AF ONSO, A., MATTOSO, L. H. C., ORTS, W. J., MEDEIROS, E. S., **Nano and submicrometric fibers of poly(D,L-Lactide) obtained by solution blow spinning: process and solution variables**, Journal of Applied Polymer Science , v. 122, p. 3396-3405, 2011.

PHAN, Q. P.; SHARMA, U.; MIKOS, A. G. **Electrospinning of Polymeric Nanofibers for Tissue Engineering Applications: A Review.** Tissue Engineering , v.12, p. 1197-1211, 2006.

RONG, M. Z.; ZHANG, M. Q.; ZHENG, Y. X.; ZENG, H. M.; FRIEDRICH, K. **Improvement of tensile properties of nano-SiO₂/PP composites in relation to percolation mechanism.** Polymer, v. 42, p. 3301-3304,2001.

TEÓFILO, E. T.; FARIAS, R. M. C.; COSTA, D. L.; NEVES, G. A.; MEDEIROS, E. S.; MENEZES, R. R. **Obtenção de Nanofibras Vinílicas pelo Método de Fiação por Sopro em Solução**, in: Anais do XIV Latin American Symposium on Polymers – XII Ibero American Congress on Polymers, Porto de Galinhas, Out(2014).

VELEIRINHO, B.; LOPES-DA-SILVA J. A. **Application of electrospun poly(ethylene terephthalate) nanofiber mat to apple juice clarification.** Process Biochemistry , v. 44, p. 353– 356, 2009.

WOJASI, M.; PILAREK, M.; CIACH, T. **Comparative studies of electrospinning and solution blow spinning processes for the production of nanofibrous poly (L- lactic acid) materials for biomedical engineering.** , v. 16, n. 2,2011

YANG, M.; GAO, Y.; HE, J. P.; LI, H. M. **Preparation of polyamide 6/silica nanocomposites from silica surface initiated ring-opening anionic polymerization.** Express Polymer Letters, v.1, p. 433–442,2007.

YU, H.; GUO, J.; ZHU, S.; LI, Y.; ZHANG, Q.; ZHU, M. **Preparation of continuous alumina nanofibers via electrospinning of PAN/DMF solution.** Materials Letters, v. 74, p. 247-249, 2012

SOBRE A ORGANIZADORA:

Marcia Regina Werner Schneider Abdala: Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro. Possui experiência na área de Educação a mais de 06 anos, atuando na área de gestão acadêmica como coordenadora de curso de Engenharia e Tecnologia. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se a atuação como professora de ensino superior atuando em várias áreas de graduações; professora de pós-graduação *lato sensu*; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Atuou como inspetora de Aviação Civil, nas áreas de infraestrutura aeroportuária e segurança operacional em uma instituição federal.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-85107-64-2

