Projeto para o Programa PIBIC/CNPEM

BIONANOCOMPÓSITOS RENOVÁVEIS: CORRELAÇÃO MICROESTRUTURAL COM CARACTERIZAÇÃO AVANÇADA *IN SITU* POR MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X

Pesquisadora Responsável: Rubia Figueredo Gouveia

Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano)

INTRODUÇÃO E ESTADO DA ARTE

A microtomografia computadorizada de raios-X (µCT) é uma poderosa técnica não invasiva e não destrutiva que permite descrever a estrutura de diversos tipos de materiais, a fim de explicar o comportamento macroscópico dos mesmos[1]. Essa técnica poderosa e inovadora permite analisar e quantificar a morfologia de micro e macroestruturas a partir de imagens 2D e 3D[2,3].

Dentre os diversos materiais que podem ser analizados utilizando a técnica de µCT se destacam as estruturas altamente porosas[4,5] e compósitos[6–8] poliméricos obtidos a partir de fontes renováveis. A investigação dos compósitos por µCT gera um grande interesse tecnológico, uma vez que é possível mapear a dispersão e a distribuição de aditivos, assim como observar defeitos presentes em toda a matriz polimérica[6,8]. A técnica de µCT permite também correlacionar mudanças morfológicas na estrutura do compósito sob stress mecânico, como compressão[7] e tração.

Entretando, na literatura há poucos trabalhos que investigam mudanças morfológicas *in situ* em compósitos poliméricos por µCT. Os trabalhos reportados em sua grande maioria relatam apenas caracterizações *in situ* e/ou *ex situ* por tomografia de sistemas porosos poliméricos sob comprensão mecânica[9–11].

Considerando esse cenário e a necessidade cada vez maior de materiais renováveis e sustentáveis[12], os bionanocompósitos injetados e de filmes planares são excelentes candidatos para a exploração estrutural por µCT. Estes materiais apresentam ainda o grande desafio de se correlacionar processamento com microestrutura, produzindo materiais com propriedades mecânicas desejáveis, visando novas

aplicações tecnológicas frente aos materiais baseados em matéria-prima oriundas do petróleo[13]. Com isso, a técnica de µCT é uma simples e poderosa ferramenta na compreensão da correlação estrutura/propriedade de bionanocompósitos, buscando mudanças no processamento de materiais com performance mecânica semelhante ou superior aos materiais tradicionais baseados em fontes não renováveis.

OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de protocolos e métodos de caracterização *in situ* de bionanocompósitos injetados e de filmes planares por µCT.

Objetivos específicos:

Produções de células que permitam a realização de ensaios de compressão e tração mecânica de bionanocompósitos *in situ* para caracterização por µCT.

Aplicar novos protocolos e métodos de segmentação e tratamento de imagens para distinguir mudanças morfológicas durante os ensaios *in situ*: identificar a adesão interfacial dos componentes presentes nos bionancompósitos, assim como observar a presença das diferentes fases e defeitos na estrutura interna desses bionanocompósitos.

METODOLOGIA

O projeto será desenvolvido com a utilização de µCT comercial de bancada (modelo SkyScan/Bruker 1272) e toda a infraestrutura de caracterização mecânica e computacional disponível no LNNano e Sirius. Além disso, o projeto poderá ser extendido para caracterização *in situ* por tomografia acoplada à luz síncrotron na linha MOGNO do Sirius.

O bolsista caracterizará *in situ* filmes e materiais injetados a base de matrizes termoplásticas biodegradáveis, como o amido termoplástico (TPS), com adição de aditivos como borracha natural (NR), lignina e nanoestruturas de celulose.

O ensaio mecânico desses materiais será feito investigando parâmetros otimizados de taxa de compressão/tração com parâmetros de aquisição de imagens por raios-X no tomógrafo.

Ao final da caracterização, o bolsista deverá correlacionar estrutura,

propriedade e processo desses materiais com os dados obtidos por tomografia e ensaios mecânicos, visando melhorias no processamento desses materiais.

REFERÊNCIAS

(1) Stock, S. R. Recent Advances in X-Ray Microtomography Applied to Materials. **2008**, *53* (3), 129–181.

(2) Islam, S. F.; Mancini, L.; Sundara, R. V; Whitehouse, S.; Palzer, S.; Hounslow, M. J.; Salman, A. D. Studying Model Suspensions Using High Resolution Synchrotron X-Ray Microtomography. *Chem. Eng. Res. Des.* **2016**, *117*, 756–772.

(3) Maire, B. E.; Buffi, J.; Salvo, L.; Blandin, J. J.; Ludwig, W.; Løtang, J. M. On the Application of X-Ray Microtomography in the Field of Materials Science. *Adv. Eng. Mater.* **2001**, *3* (8), 539–546.

(4) Darder, M.; Regina, C.; Matos, S.; Aranda, P.; Figueredo, R.; Ruiz-hitzky, E. Bionanocomposite Foams Based on the Assembly of Starch and Alginate with Sepiolite Fibrous Clay. *Carbohydr. Polym.* **2017**, *157*, 1933–1939.

(5) Elliott, J. A.; Windle, A. H.; Hobdell, J. R.; Eeckhaut, G.; Oldman, R. J.; Ludwig, W.; Boller, E.; Cloentes, J.; Baruchel, J. In-Situ Deformation of an Open-Cell Flexible Polyurethane Foam Characterised by 3D Computed Microtomography. *J. Mater. Sci.* **2002**, *37* (8), 1547–1555.

(6) Moreira, R. L. P. O.; Simão, J. A.; Gouveia, R. F.; Strauss, M. Exploring the Hierarchical Structure and Alignment of Wood Cellulose Fibers for Bioinspired Anisotropic Polymeric Composites. ACS Applied Bio Materials, v. 3, p. 2193-2200, 2020.

(7) Ferreira, F. V; Trindade, G. N.; Lona, L. M. F.; Bernardes, J. S.; Gouveia, R. F. LDPE-Based Composites Reinforced with Surface Modified Cellulose Fibres: 3D Morphological and Morphometrical Analyses to Understand the Improved Mechanical Performance. *Eur. Polym. J.* **2019**, *117*, 105–113.

(8) Rocha, D. B.; Rosa, D. S. Coupling Effect of Starch Coated Fibers for Recycled Polymer / Wood Composites. *Compos. Part B* **2019**, *172*, 1–8.

(9) Martoïa, F.; Cochereau, T.; Dumont, P. J. J.; Orgéas, L.; Terrien, M.; Belgacem, M. N. Cellulose Nanofibril Foams : Links between Ice-Templating Conditions , Microstructures and Mechanical Properties. *Mater. Des.* **2016**, *104*, 376–391.

(10) Lorevice, M. V; Mendonça, E. O.; Orra, N. M.; Borges, A. C.; Gouveia, R. F. Porous Cellulose Nanofibril–Natural Rubber Latex Composite Foams for Oil and Organic Solvent Absorption. *ACS Appl. Nano Mater.* **2020**, *3* (11), 10954–10965.

(11) Patterson, B. M.; Cordes, N. L.; Henderson, K.; Williams, J. J.; Stannard, T.; Singh, S. S.; Ovejero, A. R.; Xiao, X.; Robinson, M.; Chawla, N. In Situ X-Ray Synchrotron Tomographic Imaging during the Compression of Hyper-Elastic Polymeric Materials. *J. Mater. Sci.* **2015**, *51* (1), 171–187.

(12) Yu, L.; Dean, K.; Li, L. Polymer Blends and Composites from Renewable Resources. *Prog. Polym. Sci.* **2006**, *31*, 576–602.

(13) Satyanarayana, K. G.; Arizaga, G. G. C.; Wypych, F. Progress in Polymer Science Biodegradable Composites Based on Lignocellulosic Fibers — An Overview. *Prog. Polym. Sci.* **2009**, *34* (9), 982–1021.