

Aluna: Milena Rosa da Silva

Orientador: Adriana M. Catelli de Souza – amcsouza@fei.edu.br



## Introdução

A lignina é considerada o segundo biopolímero mais abundante da Terra, ficando atrás apenas da celulose. Ela tem apresentado um potencial poder de reforço podendo ser uma alternativa para substituição da sílica ou negro de fumo em elastômeros. No entanto, devido as suas partículas apresentarem forte interação e o seu pH ácido, sua adição com os demais ingredientes diretamente na mistura do banbury é dificultada. Uma das formas estudadas para aumentar a dispersão das partículas na matriz elastomérica é mediante a coagulação do látex em conjunto com a lignina, obtendo-se um masterbatch de borracha natural e lignina.

## Objetivos

Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da adição da lignina em um composto elastomérico por meio do masterbatch coagulado de látex de borracha natural e lignina, avaliando as propriedades do composto obtido.

## Metodologia

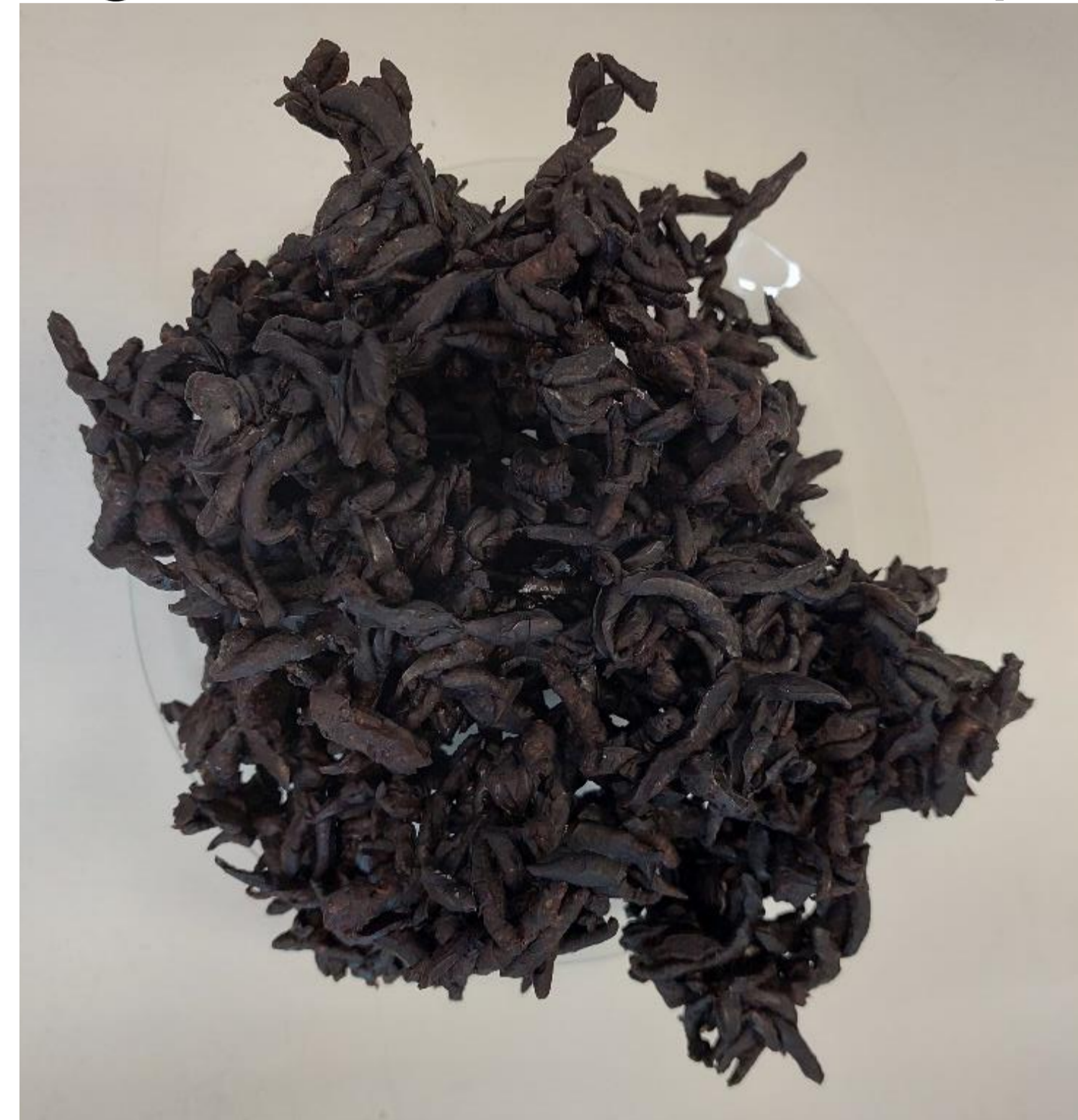
Para preparação do masterbatch de lignina e látex de borracha natural, inicialmente ocorre a mistura da lignina com água deionizada formando uma solução de 10% de lignina. Em seguida, adiciona-se a solução básica e essa nova solução é homogeneizada em um agitador mecânico utilizando a velocidade de 500 rpm durante 60 min.

Posteriormente adiciona-se o látex e novamente a mistura é homogeneizada utilizando a velocidade de 500 rpm durante 120 minutos. Após a homogeneização, ocorre a coagulação com a adição do coagulante utilizando a velocidade de 100 rpm.

Logo após a obtenção do masterbatch realiza-se a etapa de corte em pequenos pedaços e a etapa de lavagem. Após o período de 24 horas da etapa de lavagem acontece a secagem à 70° C durante 24 horas na estufa de ar circulante. Estes

parâmetros foram utilizados pois apresentaram resultados mais próximos ao da borracha natural dentre os parâmetros analisados previamente. A Figura 1 mostra o masterbatch obtido após a secagem.

Figura 1: Masterbatch após a secagem



Fonte: Autora

Para verificar os efeitos das soluções básicas e dos coagulantes foram realizadas 5 avaliações, nomeadas de LIG1, LIG2, LIG3, LIG4 e LIG5 cujas soluções básicas e ácidas utilizadas e suas concentrações estão exibidos na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros utilizados

Parâmetros	LIG1	LIG2	LIG3	LIG4	LIG5
Teor de lignina (%)	5	10	10	5	5
Solução básica (mol/l)	NaOH (0,1)	NaOH (0,1)	NaOH (0,1)	NaOH (1)	NH <sub>4</sub> OH (3)
Coagulante (mol/l)	Ácido acético (3)	Ácido acético (3)	Ácido sulfúrico (0,05)	Ácido sulfúrico (0,5)	Ácido acético (3)

Fonte: Autora

Para avaliar o efeito do masterbatch coagulado de borracha natural com a lignina em um composto elastomérico, foi selecionado a amostra LIG5. Com o objetivo de avaliar o efeito dos diferentes métodos de incorporação da lignina além da coagulação, a lignina foi adicionada diretamente no banbury e por meio do masterbatch mecânico nas mesmas proporções com 3 e 5 phr.

# COMPÓSITO DE BORRACHA NATURAL E LIGNINA

Aluna: Milena Rosa da Silva

Orientador: Adriana M. Catelli de Souza – amcsouza@fei.edu.br



## Resultados e discussão

A variação da solução básica e ácida e suas concentrações influenciaram fortemente a confecção do masterbatch de lignina e borracha natural e, conseqüentemente, as propriedades analisadas. A incorporação da lignina aumentou o módulo elástico ( $G'$ ) em relação a borracha natural (Tabela 2), portanto reforçou a matriz elastomérica. A adição da lignina na borracha pela coagulação resultou numa redução de  $Tan\delta$  em todas as amostras (Tabela 2). A solução de ácido acético utilizada como coagulante apresentou melhores resultados na confecção do masterbatch. Dessa forma, a escolha ficou baseada nas amostras LIG1 e LIG5 que apresentaram propriedades bem similares, divergindo apenas na análise termogravimétrica, chegando à conclusão de que a amostra LIG5 é melhor do que as demais.

Tabela 2: Resultados de  $Tan\delta$  e  $G'$  a 10Hz

	Borracha natural	LIG1	LIG2	LIG3	LIG4	LIG5
$Tan\delta$	0,20	0,139	0,17	0,18	0,17	0,14
$G'$ (kPa)	214,51	276,88	285,76	279,68	267,03	275,11

Fonte: Autora

A seguir serão apresentadas e discutidas as propriedades do composto elastomérico com a adição da lignina por meio do masterbatch coagulado (CLIG), masterbatch mecânico (CMM), adição direta na mistura do banbury (CNL) com a borracha natural.

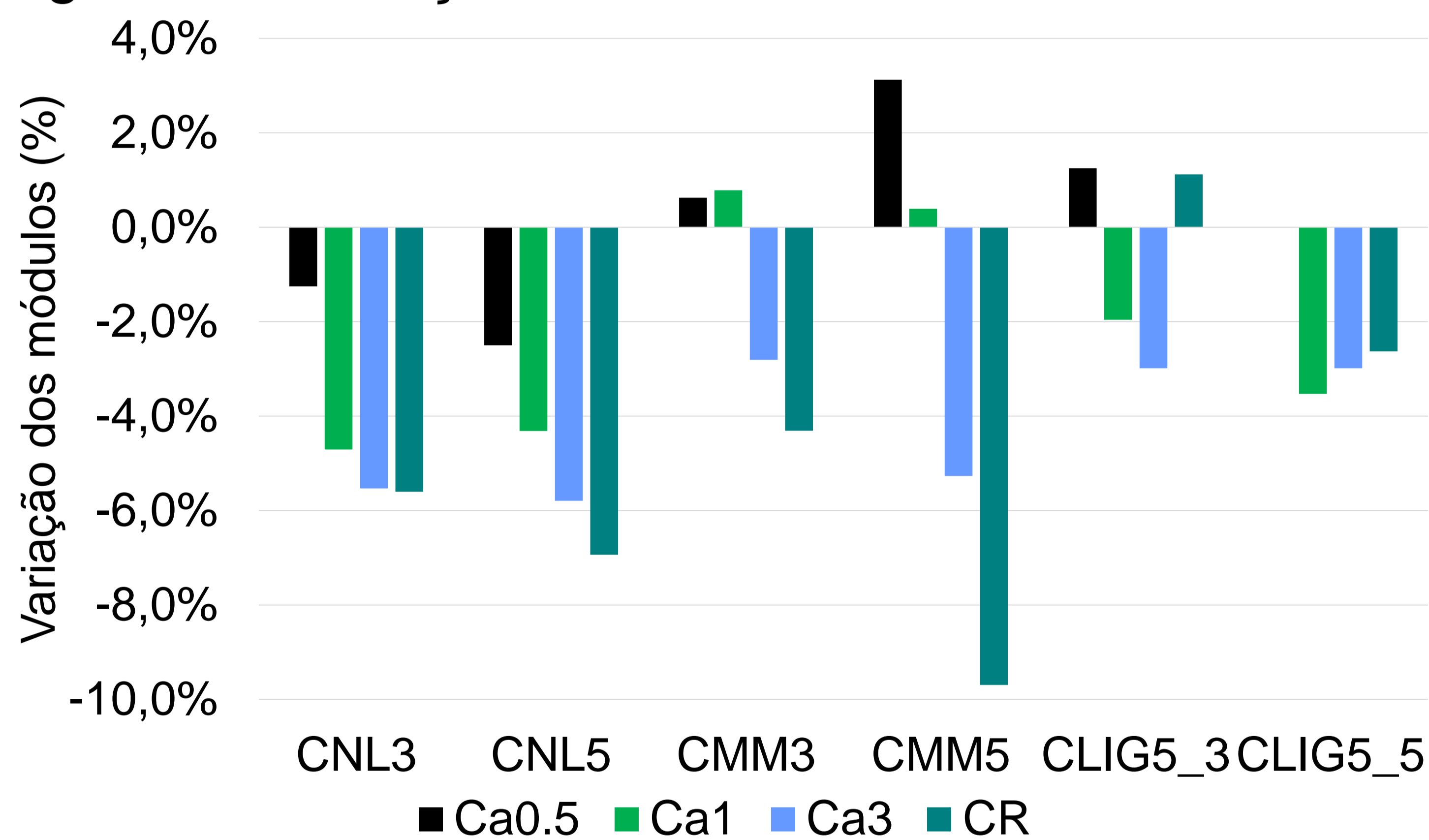
Tabela 3: Resultados de cinética de vulcanização

	REF	CNL3	CNL5	CMM3	CMM5	CLIG5_3	CLIG5_5
ML (dNm)	2,96	3,18	3,07	3,21	3,22	3,42	3,46
MH (dNm)	24,64	23,84	22,90	24,18	22,74	24,39	23,34
t90 (min)	2,39	2,23	2,16	2,26	2,12	2,33	2,28

Fonte: Autora

Na cinética de vulcanização a presença da lignina reduziu o torque máximo e aumentou a velocidade da reação de vulcanização (Tabela 3), sendo que o efeito é mais acentuado ao aumentar a quantidade de lignina. A redução do torque máximo (MH) foi observado em todas as amostras, sendo menos significativa nas amostras com masterbatch coagulado. Provavelmente, a densidade de ligações cruzadas é maior nessas amostras em relação as demais.

Gráfico 1: Variação dos módulos com a adição da lignina em relação a amostra de referência



Fonte: Autora

A lignina não apresentou efeitos positivos no Ca0.5, Ca1, Ca3 e CR, reduzindo todas essas propriedades (Gráfico 1), sendo menos pronunciada nas amostras com masterbatch coagulado, o que confirma que o método de coagulação é mais eficaz na dispersão da lignina na matriz elastomérica em relação aos demais métodos.

O efeito do masterbatch coagulado é mais significativo na tensão de ruptura (CR), resultado de acordo com o que foi observado na cinética de vulcanização, em que essas amostras apresentaram menor interferência na cinética em relação as amostras com a lignina adicionada diretamente e pelo masterbatch mecânico.

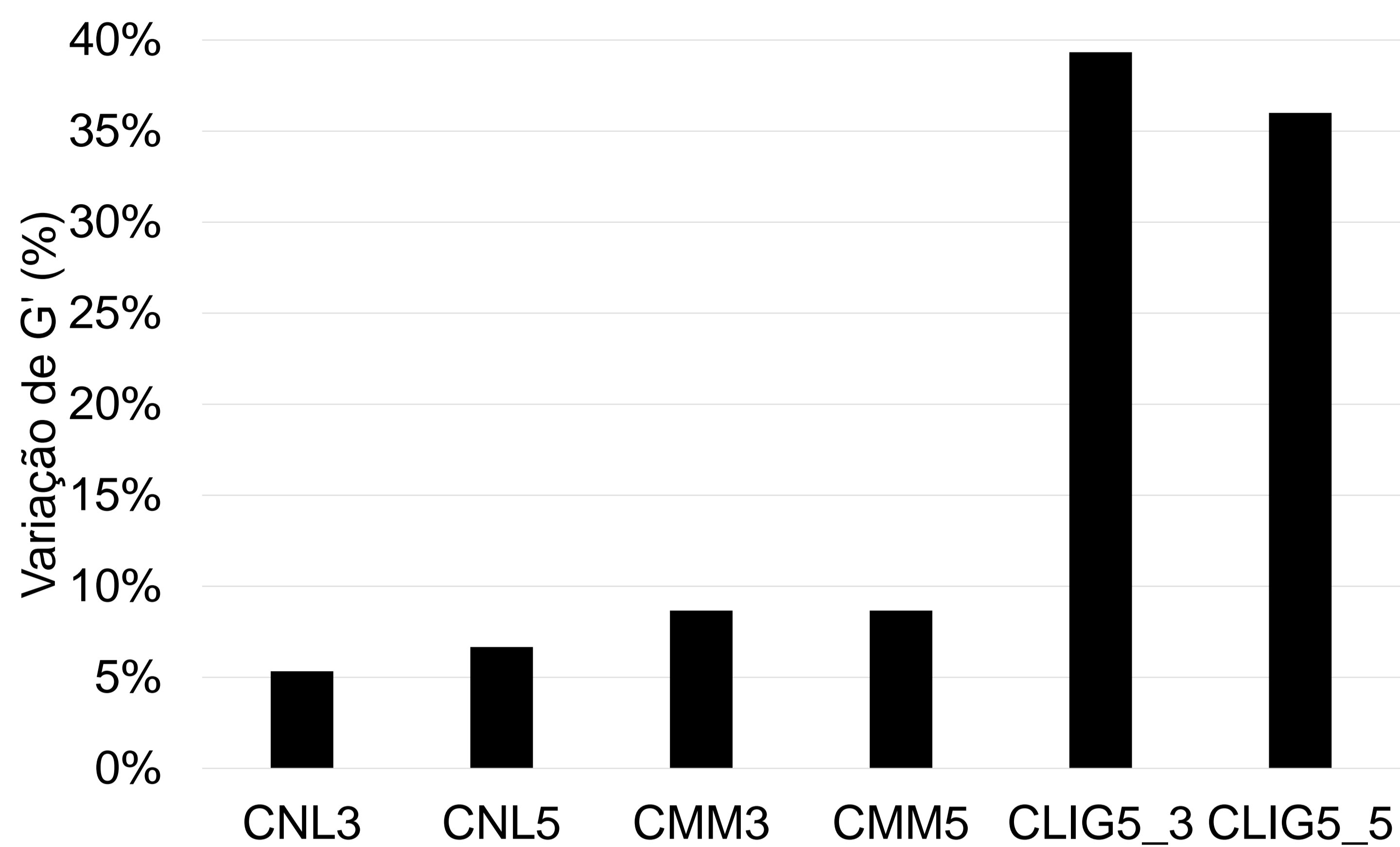
# COMPÓSITO DE BORRACHA NATURAL E LIGNINA

Aluna: Milena Rosa da Silva

Orientador: Adriana M. Catelli de Souza – amcsouza@fei.edu.br



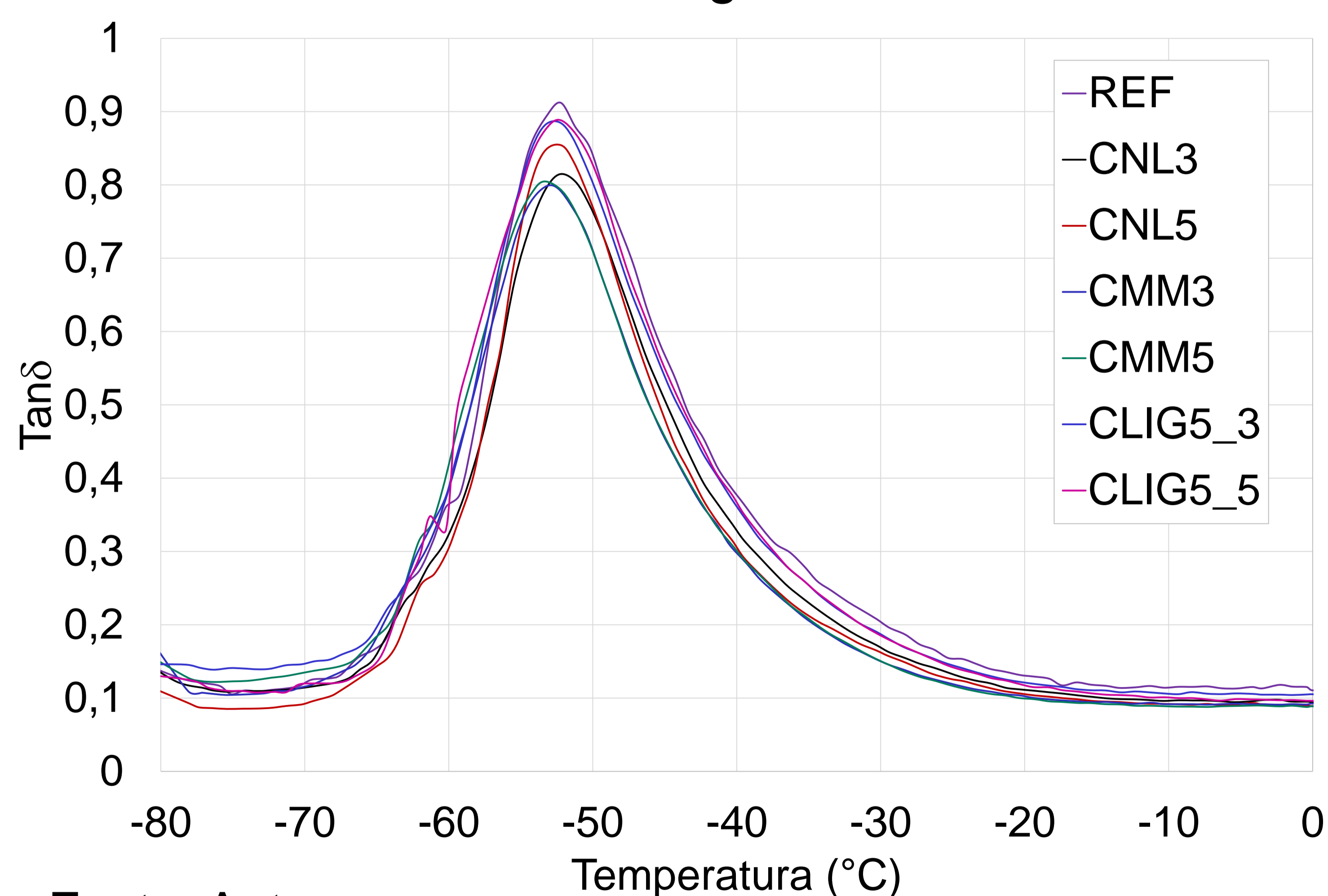
Gráfico 2: Variação do módulo elástico em relação a amostra de referência



Fonte: Autora

A adição de lignina resultou num aumento de  $G'$  para todos os métodos de adição (Gráfico 2), sendo mais efetivo nas amostras com o masterbatch coagulado onde o aumento é acima de 35% para as duas composições. Este comportamento evidencia o poder de dispersão e a melhora da interação da carga com a matriz elastomérica ao adicioná-la pelo método de coagulação, resultando em um aumento do módulo de cisalhamento elástico.

Gráfico 3: Resultados de  $T_g$  das amostras



Fonte: Autora

A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) é definida pela temperatura correspondente ao ponto mais

alto das curvas de  $Tan\delta$  (Gráfico 3). Conforme as curvas de  $tan\delta$  apresentadas não ocorreu uma variação significativa no valor da temperatura de transição vítrea com a adição da lignina pelos diferentes métodos. A  $T_g$  variou em torno de  $-52$  a  $-53^\circ\text{C}$ .

## Conclusões

A adição da lignina no composto elastomérico alterou suas propriedades, sendo que ocorreu uma variação nos resultados de acordo com o método de adição da lignina. A adição da lignina diretamente na mistura no banbury apresentou os piores resultados, já a adição pelo masterbatch mecânico apresentou resultados intermediários entre a adição direta e o masterbatch coagulado, confirmando que o método de coagulação é o mais eficaz na dispersão da lignina na matriz elastomérica em relação aos demais métodos. Além disso, este método possivelmente melhora a interação da lignina com a borracha, criando mais pontos de ancoramento o que leva a uma melhora das propriedades mecânicas e dinâmico mecânicas quando comparado com os demais métodos.

A lignina apresentou bons resultados como um material de origem renovável ao adicioná-la pelo método de coagulação. Para melhorar as propriedades obtidas seria necessário alterar os demais ingredientes da formulação para evitar o efeito negativo na cinética de vulcanização e assim melhorar as propriedades mecânicas e dinâmico mecânicas do composto final.

## Agradecimentos

Agradeço a empresa Pirelli Pneus que possibilitou a execução deste trabalho, por meio da disponibilidade de recursos e espaço.

Agradeço a minha orientadora Adriana, ao Vinicius e a Claudia por toda a orientação, ajuda e dedicação em todas as etapas deste trabalho.