

MEMORANDO DE OFERTA TECNOLÓGICA

Nº PEDIDO INPI BR 10 2015 031716 6
DEPÓSITO EM 17/12/2015

MICROPARTÍCULAS NÃO COMPACTADAS OBTIDAS A PARTIR DA SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO DE SUSPENSÃO DE CELULOSE NANOCRISTALINA PARA UTILIZAÇÃO EM COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

Inventores

Eduardo Prestes, Luis Antônio Pinheiro, Benjamim de Melo Carvalho, Ivo Mottin Demiate e Fernanda I. Ditzel

Requerente

Universidade Estadual de Ponta Grossa

Departamento

Engenharia de Materiais (DEMA)

RESUMO

A secagem por atomização *spray-drying* é a técnica mais promissora para a produção de micropartículas a partir de suspensões aquosas de celulose nanocristalina (CNC). Nesta, a suspensão de CNC é bombeada através de um bico pulverizador e submetida ao fluxo de um gás aquecido, o que promove a secagem das gotas que foram formadas no processo de atomização. Como resultado, obtém-se um pó denso e compactado que possui morfologia aproximadamente esférica e aspecto superficial rugoso. O pó produzido a partir da secagem da suspensão de CNC por *spray-drying* pode ser utilizado em aplicações tecnológicas inovadoras, destacando-se a incorporação como agente de reforço mecânico em matrizes poliméricas através do processamento por fusão. Como a difusão de um polímero fundido nas micropartículas empacotadas de CNC é muito difícil, porque a área de contato é relativamente pequena, uma elevada força hidrodinâmica é necessária para que ocorra a quebra das micropartículas até um tamanho ou

estrutura que permita a obtenção de uma maior superfície de contato. A presente invenção relata o desenvolvimento de micropartículas, obtidas a partir da secagem da suspensão de CNC por *spray-drying*, com aspecto superficial mais adequado para incorporação em matrizes poliméricas. Para isto, o principal fator que proporcionou a obtenção deste novo material foi a incorporação de um surfactante não iônico a base de acetilenodiol na suspensão de CNC.

DESCRIÇÃO E CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS

Uma fibra celulósica foi utilizada para a realização do procedimento de hidrólise ácida para extração de celulose nanocristalina e, posteriormente, um surfactante não iônico a base de acetilenodiol foi adicionado à suspensão de CNC (Figura 1).



Figura 1. Suspensão de celulose nanocristalina.

Para a secagem da suspensão foi utilizado um equipamento de *spray-drying* e a morfologia do pó modificado com o aditivo surfactante foi comparada com a obtida a partir de uma suspensão de CNC inalterada. Para isto, foi

utilizado o ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). As imagens que foram obtidas são apresentadas nas Figuras 2 e 3.

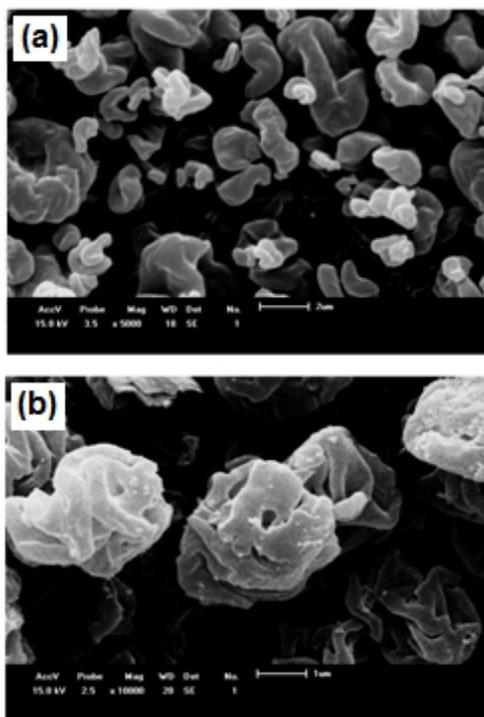


Figura 2. Imagens de MEV das micropartículas obtidas a partir da secagem por *spray drying* da suspensão de CNC inalterada (a) e da modificada com o aditivo surfactante (b).

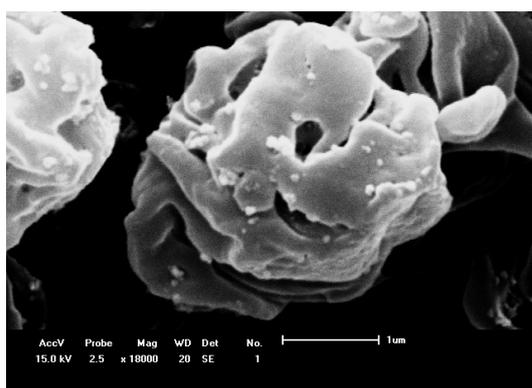


Figura 3. Imagem de MEV da micropartícula obtida a partir da secagem por *spray drying* da suspensão de CNC modificada com o aditivo surfactante.

O diferencial inovador em relação ao existente no mercado é a estrutura superficial não compactada das micropartículas de celulose que foram produzidas por *spray-drying*.

VANTAGENS COMPETITIVAS

A estrutura superficial não compactada permite uma melhor interação das micropartículas de celulose com matrizes poliméricas durante o processamento por fusão. No processo de secagem por atomização *spray-drying* de suspensão aquosa de celulose nanocristalina obtém-se um pó denso e compactado que possui morfologia aproximadamente esférica e um aspecto superficial rugoso. Este material pode ser incorporado em matrizes poliméricas (como agente de reforço mecânico) utilizando-se, por exemplo, o processamento por fusão. Neste processo, a difusão de um polímero fundido nas micropartículas empacotadas de CNC é muito difícil porque a área de contato é relativamente pequena. Com isso, uma elevada força hidrodinâmica é necessária para que ocorra a quebra das micropartículas até um tamanho ou estrutura que permita a obtenção de uma maior superfície de contato. Na presente invenção, este problema foi resolvido pela adição de um surfactante não iônico a base de acetilenodiol na suspensão aquosa de celulose nanocristalina. Deste modo, durante o processamento por *spray-drying*, foi possível produzir um pó não compactado e com aspecto superficial mais adequado para incorporação em matrizes poliméricas.

ASPECTOS INOVADORES

GRAU DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA**Escala Laboratorial.****INFRAESTRUTURA DISPONÍVEL – UEPG**

A Universidade Estadual de Ponta Grossa dispõe de um Complexo de Laboratórios Multiusuário (CLABMU) composto por vários laboratórios que abrigam equipamentos científicos de médio e grande porte, dos quais se destacam:

- Microscópio de força atômica SHIMADZU;
- Espectrofotômetro de espalhamento Raman;
- Espectrofotômetro de absorção atômica VARIAN (modos de chama e forno de grafite);
- Espectrofotômetro UV/VIS;
- Espectrofotômetro de infravermelho;
- Difratorômetro de raios X;
- Sistema de liquefação de nitrogênio;
- Ultrafreezer;
- Ultracentrífuga refrigerada;
- Liofilizador.

APARATO EXPERIMENTAL

Para além do CLABMU, as atividades são suportadas pelo seguinte aparato experimental:

Caracterização Físico-Química

- Analisador de área superficial QUANTACHROME;
- Granulômetro a laser CILAS 920;
- Equipamento de análise térmica diferencial e gravimétrica NETZSCH STA 409;
- Dilatômetro NETZSCH 402;
- Fotômetro de chama MICRONAL;
- Porosímetro de mercúrio MICROMERITCS;
- Picnômetro de hélio ULTRACHROME, para medida de densidade real de sólidos;
- Difratorômetro de raios X SHIMADZU XRD 6000;

- Espectrofotômetro de fluorescência de raios X SHIMADZU EDX-700X;
- Espectrofotômetro de infravermelho NICOLET NEXUS 470;
- Analisador termomecânico TA 2940;
- Equipamento de calorimetria diferencial de varredura (DSC) SHIMADZU TA 60;
- Câmara de envelhecimento de polímeros;
- Espectrofotômetro UV-VIS.

Caracterização Elétrica e Térmica

- Impedancímetro SOLARTRON;
- Fonte de tensão estabilizada;
- Fonte de alta tensão KEITHLEY;
- Equipamento para determinação de condutividade térmica por Laser Flash.

Caracterização microestrutural

- Microscópio óptico metalográfico OLYMPUS;
- Microscópio óptico de reflexão e transmissão OLYMPUS com câmara CCD;
- Microscópio estereoscópio LEICA (150X);
- Microscópio eletrônico de varredura SHIMADZU SS 550, com sistema EDS acoplado.

Caracterização Mecânica

- Máquina universal SHIMADZU AUTOGRAPH AGS (10 kN);
- Máquina universal SHIMADZU AUTOGRAPH AGS (250 kN);
- Máquina de ensaio mecânico NANNETI;
- Abrasímetro SERVITECH;
- Microdurômetro SHIMADZU HMV2;
- Microdurômetro LEICA;
- Durômetro Vickers e Brinell;
- Durômetro Shore;
- Máquina de ensaio Charpy;
- Máquina de fluência.

Processamento de Materiais

- Equipamento para processamento de materiais compósitos por "squeeze casting";
- Fornos para sinterização JUNG e EDG (1200 °C);
- Fornos para sinterização JUNG (1400 °C);
- Forno tubular LINDBERG (1100 e 1700 °C);
- Fornos tipo box LINDBERG (1700 °C);
- Forno para queima rápida;
- Forno para sinterização de metais;

- Equipamento para fabricação de filmes poliméricos por "*dip coating*";
- Prensa hidráulica NANNETI (30 t);
- Prensa isostática SCHULZ;
- Prensas (10 e 15 t);
- Moinho tipo martelo;
- Moinho excêntrico;
- Moinhos de bolas;
- Mini *Spray Drier*;
- Maromba de laboratório;
- Viscosímetro (cinemática com banho térmico);
- Injetora de termoplásticos BOY-55T;
- Extrusora de rosca simples;
- Viscosímetro BROOKFIELD;
- Laminador de metais;
- Moinho de alta energia SPEX 8000;
- Moinho com acessórios ATTRITOR;
- Moinho planetário FRISTCH;
- Câmara para micro espumação.

Corrosão em Materiais

- Potenciostato/galvanostato e impedancímetro AUTOLAB.

DADOS DOS INVENTORES

Dr. Eduardo Prestes

Possui graduação em Engenharia de Materiais (2005) e mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais (2007) pela Universidade Estadual de Ponta Grossa e doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2013). Em decorrência da Tese de doutorado "Concretos refratários nanoligados para aplicação em unidades de craqueamento catalítico" recebeu o prêmio Inventor 2013, concedido pela empresa Petróleo Brasileiro S.A., referente ao depósito do pedido de patente "Sistema refratário nanoestruturado de elevada resistência à erosão e ao choque térmico". Atualmente é pesquisador de Pós-Doutorado (UEPG-DEMA), atuando em projetos na área de nanocelulose.

Dr. Luis Antônio Pinheiro

Graduado em Engenharia de Materiais (1998) pela Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) e doutor em Ciência de Materiais (2006) pela Universidade Federal de São Carlos. Professor adjunto do Departamento de Engenharia de Materiais e professor permanente do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, ambos da UEPG. É bolsista de Produtividade em Desenvolvimento Tecnológico e Extensão Inovadora nível 2 do CNPq. Possui como linhas de pesquisa o estudo da reciclagem de materiais poliméricos; reaproveitamento de resíduos sólidos não perigosos; processamento de polímeros; produção de blendas, compósitos e nanocompósitos; obtenção e aplicação de nanocelulose.

Dr. Benjamim de Melo Carvalho

Possui graduação em Engenharia Química pela Universidade Federal de Minas Gerais (1991), doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (1998), com doutorado sanduíche pelo CNPq – Department of Polymer Engineering, The University of Akron, Ohio, USA (1997). Professor Associado do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa e Docente Permanente do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais – UEPG. Ex-Pró-Reitor de Pesquisa e Pós-Graduação da UEPG no período de setembro de 2006 a agosto de 2014. Atua nas seguintes linhas de pesquisa: Otimização via simulação e estudos

experimentais dos processos de moldagem por injeção e rotomoldagem; solidificação de polímeros durante processamento; nanocompósitos de matrizes termoplásticas; obtenção e aplicação de nanocelulose.

Dr. Ivo Mottin Demiate

Possui graduação em Agronomia (1991) pela Universidade Estadual de Ponta Grossa, mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos (1994) pela Universidade de São Paulo (ESALQ/Piracicaba) e doutorado em Agronomia (1999) pela Universidade Estadual Paulista (FCA – Botucatu). Professor Associado do Departamento de Engenharia de Alimentos da UEPG e participa de estágio sênior na Iowa State University (EUA) no período de março de 2015 a fevereiro de 2016. Atua, principalmente, na área de pesquisa de amidos nativos ou modificados e suas aplicações tecnológicas.

Eng. Fernanda I. Ditzel

Possui graduação em Engenharia de Materiais (2012) e mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais (em andamento) pela Universidade Estadual de Ponta Grossa.

TIPO DE COLABORAÇÃO SOLICITADA

Acordo de Cooperação Técnico – Científica.

Produção experimental e/ou em escala industrial.

ESTADO DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL E INTELLECTUAL

Formulário de avaliação preliminar de pedido de patente enviado para análise da Agência de Inovação e Propriedade Intelectual – AGIPI da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

FONTE DE FINANCIAMENTO PARA O DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA

Nacional. A invenção compreende os resultados das atividades desenvolvidas, no âmbito de investigação científica de Pós-Doutorado do Programa de Pós-Graduação de Engenharia e Ciências de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, sob financiamento com recursos próprios da Universidade e do Governo Brasileiro (MEC/MCT/PNPD/CAPES).

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA & AGÊNCIA DE INOVAÇÃO E PROPRIEDADE INTELLECTUAL – AGIPI

Avenida General Carlos Cavalcanti, N° 4748
84.030-900 Uvaranas, Ponta Grossa – Paraná, BR
Telefone: (42) 3220-3263; E-mail: agipi@uepg.br

O conteúdo deste documento não pode ser duplicado, usado ou publicado, no total ou em sua parte, para qualquer outro propósito que não de avaliação do potencial comercial da patente.

Este documento não tem valor legal, sendo meramente informativo. Em caso de conflito entre este documento e os contratos assinados pelo cliente com a uepg, o contrato anula o que está contido neste documento.