

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

**DESENVOLVIMENTO DE AEROGÉIS DE CELULOSE E
BORRACHA PARA SISTEMAS DE SORÇÃO**

ELIZA MIEKA SAKAZAKI

ORIENTADORA: Prof^a Dr^a SANDRA MARIA DA LUZ
COORIENTADOR: Dr LEONARDO FONSECA VALADARES

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

BRASÍLIA/DF: SETEMBRO - 2025

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

DESENVOLVIMENTO DE AEROGÉIS DE CELULOSE E BORRACHA
PARA SISTEMAS DE SORÇÃO

ELIZA MIEKA SAKAZAKI

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE
ENGENHARIA MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM
CIÊNCIAS MECÂNICAS.

APROVADA POR:

Prof^a Dr^a Sandra Maria da Luz, DSc (ENM-UnB)
(Orientadora)

Prof^a Dr^a Inti Doraci Cavalcanti Montano, DSc (INQ-UFG)
(Examinadora Externa)

Dr^a Juliana da Silva Bernardes, DSc (CNPEM)
(Examinadora Externa)

BRASÍLIA/DF, 17 DE SETEMBRO DE 2025

FICHA CATALOGRÁFICA

SAKAZAKI, ELIZA MIEKA

Desenvolvimento de Aerogéis de Celulose e Borracha para Sistemas de Sorção [Distrito Federal] 2025.

77p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2025).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Aerogel

2. Algodão

3. Látex de Borracha Natural

4. Propriedades Mecânicas

5. Hidrofobilização

I. ENM/FT/UnB

II. Mestre (série)

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

SAKAZAKI, E. M. (2025). Desenvolvimento de Aerogéis de Celulose e Borracha para Sistemas de Sorção. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 77 p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Eliza Mieka Sakazaki.

TÍTULO: Desenvolvimento de Aerogéis de Celulose e Borracha para Sistemas de Sorção.

GRAU: Mestre

ANO: 2025

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Eliza Mieka Sakazaki

Rua Osvaldo Rodrigues Diniz

38600-172 Paracatu – MG – Brasil.

À memória de minha avó, Luiza.

AGRADECIMENTOS

Não é possível mensurar dois anos apenas em dias, quando levamos em consideração todas as experiências, o conhecimento, as dificuldades e as alegrias adquiridas nesse período. O que tornou esses dois anos tão intensos foram todas as pessoas que contribuíram para isso. Por isso, gostaria de agradecer profundamente...

A Deus! Por ter me concedido tudo isso, estando sempre comigo.

Aos meus pais, Yooji e Erica, por sempre acreditarem em mim com muito amor e paciência e por me ensinarem o valor de cada etapa da vida; aos meus irmãos, Yurie, Mitoshi e Kaori por serem, por si só, tão especiais.

Ao Guilherme, que sempre esteve ao meu lado em todos os momentos, com carinho e atenção e em quem me inspiro na vida e na academia; e aos seus pais, Neusa e Hélio, que me acolheram como parte da família.

À minha orientadora, Prof^a Sandra Luz, que aceitou esse desafio comigo e me orientou com todo o seu conhecimento e sabedoria, junto ao seu grupo de pesquisa.

Ao meu coorientador, Dr. Leonardo Valadares, que possibilitou este trabalho me recebendo na Embrapa, dividindo toda a sua experiência e por ter acreditado em todo o meu desenvolvimento.

À Embrapa e a todos do laboratório LPQ, por todo o suporte técnico e conhecimento compartilhado. Agradeço também ao grupo de pesquisa Biofibras pelas orientações e acompanhamento.

Obrigada ao pessoal do TECBOR, em especial ao professor Floriano, que me concedeu a oportunidade de conhecer um pouco mais sobre o mundo do látex.

Aos meus amigos, que sempre me apoiaram, dividindo momentos de alegrias e lamentações. Em especial, à Mariana Lumi, que sempre me ajudou sem medir esforços e acreditou no fim até mais que eu mesma.

Por fim, agradeço ao CNPq, à Capes, à FAPDF, ao Decanato de Pós-Graduação (DPG-UnB) e ao PCMEC pelo incentivo e apoio financeiro na execução deste projeto.

RESUMO

Os aerogéis são uma classe de materiais com uma estrutura de rede interconectada, formados pela substituição do líquido em gel por ar. Sua estrutura de rede interconectada, combinada com baixa densidade, alta porosidade e elevada área superficial, confere-lhes propriedades funcionais singulares, tornando-os versáteis para diversas aplicações. Com o objetivo de desenvolver alternativas mais sustentáveis, este trabalho produziu e caracterizou aerogéis puros e compósitos à base de celulose microfibrilada (MC) e borracha natural (NR), variando suas proporções em 0, 20, 50, 80 e 100% (m/m). Para isso, houve a mistura de duas dispersões aquosas: dispersão aquosa de celulose obtida a partir da fibrilação mecânica de algodão hidrofílico; e látex de borracha natural diluído em água. Os aerogéis foram produzidos pelo método sol-gel, congelados e posteriormente liofilizados. O método empregado permitiu a obtenção de aerogéis com notáveis características, como 99 % de porosidade e $0,0063 \text{ g/cm}^3$ de densidade para o aerogel de celulose pura. A variação nas proporções de celulose e borracha na formulação dos aerogéis resultou em distintas morfologias, bem como em alterações significativas nas propriedades mecânicas e térmicas. Morfologicamente, aerogéis com maiores teores de celulose exibiram uma maior interconectividade e uma característica mais lamelar, que gradualmente se tornou menos conectada e mais curva com o aumento da borracha. Em termos mecânicos, a combinação de borracha com maiores teores de celulose proporcionou maior resistência à compressão em condições ambientes. Em contrapartida, o aumento da borracha resultou em maior rigidez em temperaturas negativas. Quanto às propriedades térmicas, uma proporção elevada de borracha elevou a estabilidade térmica, enquanto a celulose conferiu maior resistência térmica ao material. Funcionalmente, o aerogel de celulose se destacou na sorção de óleo de soja (130 g/g), enquanto o aerogel de borracha exibiu a maior capacidade de retenção (67 %). A presença da borracha nos compósitos contribuiu para a hidrofobiliação do material, resultando em ângulo de contato com a água de cerca de 120° e promovendo alta capacidade de separação em misturas óleo-água. A capacidade de sorção e de separação dos aerogéis indica um promissor potencial para a remediação de águas contaminadas.

Palavras-chave: Aerogéis, Algodão, Látex de Borracha Natural, Propriedades Mecânicas, Hidrofobiliação.

ABSTRACT

Aerogels are a class of materials with an interconnected network structure formed by replacing the liquid phase of a gel with air. Their open network, combined with very low density, high porosity, and large specific surface area, gives them unique functional properties and makes them suitable for a wide range of applications. Seeking more sustainable alternatives, this work produced and characterized neat and composite aerogels based on micro-fibrillated cellulose (MC) and natural rubber (NR), varying their mass ratios to 0, 20, 50, 80, and 100 wt %. Two aqueous dispersions were prepared: an MC dispersion obtained by mechanically fibrillating hydrophilic cotton, and natural rubber latex diluted in water. The aerogels were obtained through a sol-gel route, frozen and subsequently freeze-dried. The method employed enabled the production of aerogels with remarkable characteristics, such as 99% porosity and a density of 0.0063 g/cm³ for the pure cellulose aerogel. The MC/NR ratio led to distinct morphologies and significant shifts in mechanical and thermal behavior. Aerogels rich in cellulose displayed greater interconnectivity and lamellar character, which gradually became less connected and more curved as the NR content increased. Mechanically, combining rubber with higher cellulose contents yielded greater compressive strength at room temperature, whereas higher rubber fractions produced stiffer structures at sub-zero temperatures. Thermally, more rubber raised thermal stability, while cellulose contributed higher heat resistance. Functionally, the pure cellulose aerogel excelled in soybean-oil uptake (130 g/g), whereas the pure rubber aerogel showed the best oil retention (67 %). Incorporating NR into the composites hydrophobized the material, giving water contact angles of ~120° and enabling efficient oil–water separation. The sorption and separation capacities indicate a promising potential for remediating oil-contaminated waters.

Keywords: Aerogels; Cotton; Natural Rubber Latex; Mechanical Properties; Hydrophobization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Principais etapas para a formação do aerogel. Adaptado de (McNeil; Gupta, 2022)	5
Figura 2: Ilustração esquemática simplificada da estrutura da celulose. Adaptado de (Fernandes et al., 2023).	7
Figura 3: Representação visual do algodão bruto e de seus principais constituintes: fibras, sementes e linters. Adaptado de (PROLINTER, 2025)	9
Figura 4: Representação esquemática da obtenção de nanofibras de celulose (CNF) e nanocristais de celulose (CNC). Adaptado de (Fernandes et al., 2023).	10
Figura 5: Representações esquemáticas da partícula de borracha: monocamada de lipídios e proteínas envolvendo um núcleo hidrofóbico de partículas poliisopreno. Imagem adaptada (Bottier, 2020).	14
Figura 6: Representação esquemática do desenvolvimento deste trabalho, abrangendo desde a preparação dos aerogéis até as etapas de caracterização.	19
Figura 7: Etapas de preparação da celulose: (a) algodão hidrofóbico antes do processo de desfibrilação e (b) suspensão de celulose após desfibrilação com dispersor.	20
Figura 8: Etapas do processo de fabricação dos aerogéis, desde a obtenção das matérias-primas até a obtenção do produto final.	23
Figura 9: Fotografia do corpo de prova em formato cilíndrico para ensaio de compressão. Aerogel MC100.	26
Figura 10: Aerogel MCNR 50/50 durante e após a imersão em óleo: (a) aerogel imerso em óleo e (b) aerogel após a sorção.	29
Figura 11: Procedimento de medição do ângulo de contato nos aerogéis: (a) estrutura montada para o registro fotográfico e (b) ângulo formado pela gota sobre a superfície de um aerogel.	30
Figura 12: Diferentes condições da mistura óleo-água utilizadas no estudo da afinidade do aerogel para separação de fases: (a) sistema heterogêneo com duas fases bem definidas e (b) sistema homogêneo após agitação intensa.	31
Figura 13: Aerogéis desenvolvidos: aerogéis de (a) celulose pura MC 100, (b) compósitos MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50, (d) MCNR 20/80 e (e) borracha pura NR 100.	33
Figura 14: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão das suspensões de (a) celulose e (b) borracha natural e por microscopia eletrônica de varredura dos aerogéis de (c) celulose pura e (d) borracha pura.	34

Figura 15: Microscopia Eletrônica de varredura dos aerogéis (a), (b) MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50 e (d) MCNR 20/80 em diferentes ampliações.	35
Figura 16: Microscopia eletrônica de transmissão da dispersão do compósito MCNR 20/80. Imagens de (a) campo claro e (b) campo escuro.	36
Figura 17: Micrografias eletrônicas de varredura da superfície dos aerogéis dos materiais puros e compósitos com aumento de 100x: (a) MC100, (b) MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50, (d) MCNR 20/80, e (e) NR100.	39
Figura 18: Propriedades mecânicas dos aerogéis sob compressão. Curvas de tensão <i>versus</i> deformação obtidas após suavização com <i>smooth</i> de 500 pontos, para observação da tendência do comportamento mecânico.	40
Figura 19: Análises mostrando o comportamento térmico dos aerogéis compostos de celulose e/ou borracha natural: (a) Curvas de TG-DTG; (b) Curvas de DSC.	43
Figura 20: Comportamento dinâmico mecânico dos aerogéis em relação ao (a) módulo de armazenamento (E') e ao (b) fator de perda ($\tan \delta$).	46
Figura 21: Imagens dos testes com as gotas de água sobre os aerogéis dos materiais compósitos: (a) MCNR80/20, (b) MCNR 50/50 e (c) MCNR 20/80. (d) Tabela dos ângulos formados em cada aerogel. *Absorção instantânea da gota, ** Valor obtido no momento do contato registrado por vídeo.	50
Figura 22: Aparência dos aerogéis após cinco minutos de imersão em óleo de soja.	51
Figura 23: Capacidade de sorção de óleo de soja pelos aerogéis ao longo de 30 minutos, com valores registrados a cada minuto.	52
Figura 24: Etapa de imersão dos aerogéis em meio heterogêneo de óleo e água: (a) aerogel de celulose pura MC100; (b) aerogel do compósito MCNR 50/50.	53
Figura 25: Aerogéis de (a) celulose pura MC100 e do (b) compósito MCNR 50/50 retirados do meio óleo/água	54
Figura 26: Aerogéis após 48h de secagem em estufa depois do processo de sorção. (a) MC 100, (b) MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50, (d) MCNR 20/80 e (e) NR 100.	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedade texturais dos aerogéis puros e compósitos de celulose e borracha. Teores de sólidos das dispersões e densidade, porosidade e encolhimento volumétrico dos aerogéis.....	37
Tabela 2: Comportamento compressivo dos aerogéis puros e compósitos em relação à módulo de elasticidade, tensão de compressão e limite de escoamento	41
Tabela 3: Principais eventos térmicos obtidos pelas análises de TG e DSC dos aerogéis.	44
Tabela 4: Relação das temperaturas e módulos de armazenamentos dos principais eventos térmicos.	48
Tabela 5: Capacidade de sorção e retenção de óleo dos aerogéis.	51
Tabela 6: Capacidades e porcentagens de sorção de óleo e água em misturas heterogêneas e homogêneas.....	55

LISTA DE ABREVIACES, SIGLAS E SBOLOS

$m_{\acute{a}gua}$: Massa de gua destilada
 $m_{l\acute{a}tex}$: Massa de ltex
 m_{NR} : Massa de borracha natural
 m_{NC} : Massa de nanoestruturas de celulose
CNF: Nanofibras de celulose
CNC: Nanocristais de celulose
NC: Nanoestruturas de celulose
MC: Microestruturas de celulose
NR: Borracha natural (Natural rubber)
 $md_{borracha}$: Massa de ltex diludo
 $md_{celulose}$: Massa de disperso de celulose
 $Teor_{celulose}$: Teor de slidos na disperso de celulose
 $Teor_{borracha}$: Teor de slidos na disperso de borracha
 ΦMC : Proporo de celulose no compsito
 ρ_o : Densidade aparente
 ρ : Densidade terica;
 ρ_1 : Densidade do polmero 1
 ρ_2 : Densidade do polmero 2
 w_1 : Frao de massa do polmero 1
 w_2 : Frao de massa do polmero 2
 m_i : Massa do aerogel
 v : Volume do aerogel
EV: Encolhimento volumtrico
 V_i : Volume inicial
 V_a : Volume aps liofilizao
 m_{abs} : Massa do aerogel aps soro
 m_0 : Massa inicial do aerogel
 m_c : Massa do aerogel aps centrifugao
 m_i : Massa inicial do aerogel
 m_t : Massa total do aerogel aps soro
 m_f : Massa ps estufa

m_{ol} : Massa de óleo absorvido

m_{ag} : Massa de água absorvida

σ_c : Tensão de compressão

W : Carga aplicada

A : Área inicial da seção transversal

ε : Deformação

Δl : Compressão

l : Altura inicial do corpo de prova

ASTM: American Society for Testing and Materials

Embrapa: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

MEV: Microscopia eletrônica de varredura

MET: Microscopia eletrônica de transmissão

TGA: Análise Termogravimétrica

DTG: Derivada da curva termogravimétrica

DSC: Calorimetria exploratória diferencial

DMA: Análise dinâmica-mecânica

ANOVA: Análise de Variância

SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO	1
1.1 – OBJETIVO GERAL	3
1.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	3
2 – REVISÃO DE LITERATURA.....	4
2.1 AEROGÉIS E SUAS APLICAÇÕES.....	4
2.1.1 Métodos de produção.....	4
2.2 – A CELULOSE NA PRODUÇÃO DE AEROGÉIS	6
2.3 – ALGODÃO COMO FONTE DE NANOESTRUTURAS DE CELULOSE.....	8
2.3.1 – Métodos de Obtenção de Nanoestruturas de Celulose.....	10
2.4 – APLICAÇÕES E VANTAGENS DOS AEROGÉIS DE CELULOSE.....	12
2.5 – BORRACHA NATURAL E SUA APLICAÇÃO EM COMPÓSITOS	13
2.6 – INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA DOS AEROGÉIS EM SUAS APLICAÇÕES	15
2.7 – INFLUÊNCIA DA BORRACHA NA HIDROFOBIZAÇÃO DOS AEROGÉIS	17
3 – METODOLOGIA	18
3.1 – DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS	19
3.2 – OBTENÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE ALGODÃO	20
3.3 – COMPATIBILIZAÇÃO DO TEOR DE SÓLIDOS DO LÁTEX DE BORRACHA NATURAL.....	20
3.4 – FORMULAÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	21
3.5 – SÍNTESE DOS AEROGÉIS	23
3.6 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO	24
3.7 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	24
3.8 – DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE E POROSIDADE	24
3.9 – CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA DOS AEROGÉIS	26
3.10 – ENSAIO DE COMPRESSÃO	26
3.11 – ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA	28

3.12 – CAPACIDADE DE SORÇÃO E RETENÇÃO DE ÓLEO.....	28
3.13 – AVALIAÇÃO DA HIDROFOBICIDADE POR ÂNGULO DE CONTATO ...	30
3.14 – ESTUDO DA AFINIDADE DO AEROGEL PARA A SEPARAÇÃO DE ÓLEO E ÁGUA.....	31
3.15 – MÉTODOS DE ANÁLISE ESTATÍSTICAS.....	32
4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	33
4.1 – APARÊNCIA E MORFOLOGIA DOS AEROGÉIS.....	33
4.2 – DENSIDADE E POROSIDADE.....	37
4.3 – ENSAIO DE COMPRESSÃO	40
4.4 – PROPRIEDADES TÉRMICAS E DINÂMICO MECÂNICAS DOS AEROGÉIS 42	
4.5 – AVALIAÇÃO DA HIDROFOBICIDADE POR ÂNGULO DE CONTATO	49
4.7 – CAPACIDADE DE SORÇÃO E RETENÇÃO DE ÓLEO.....	50
4.8 – ESTUDO DA AFINIDADE DO AEROGEL PARA A SEPARAÇÃO DE ÓLEO E ÁGUA.....	53
5 – CONCLUSÕES	56
6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	58

1 – INTRODUÇÃO

Aerogéis são materiais porosos caracterizados por uma estrutura de rede tridimensional que aprisiona grandes quantidades de ar (Maleki et al., 2016; Su et al., 2024). A combinação de baixa densidade, alta porosidade e elevada área superficial lhes confere propriedades para diversas aplicações, sendo, portanto, amplamente estudados no contexto do desenvolvimento de novos materiais. Os diferentes métodos de produção e escolha de precursores permitem o ajuste de suas propriedades químicas, físicas e mecânicas, expandindo sua aplicabilidade.

A produção de aerogéis de forma geral, envolve etapas de preparação das dispersões, gelificação, solidificação e remoção do solvente. No entanto, a produção de aerogel ainda enfrenta desafios consideráveis, principalmente relacionados à complexidade e ao alto custo, com destaque para a etapa de secagem. Técnicas como a secagem supercrítica, por exemplo, exigem equipamentos especializados, com controle rigoroso de temperatura e pressão, além do uso de agentes específicos (McNeil; Gupta, 2022). Soma-se a isso a crescente preocupação com a sustentabilidade dos processos, desde a obtenção da matéria-prima até o descarte de possíveis resíduos (Liu et al., 2024).

Neste contexto, o desenvolvimento de aerogéis a partir de polímeros naturais representa uma abordagem promissora para a obtenção de materiais com propriedades otimizadas e sustentáveis. Tais polímeros oferecem vantagens como menores custos, abundância na natureza e biodegradabilidade (Ma et al., 2022). Além disso, a busca por processos menos danosos, como rotas de secagem menos complexas, e a adoção de solventes verdes podem reduzir os custos e o impacto ambiental na produção dos aerogéis.

A celulose, em suas diferentes formas estruturais, é um polímero natural de grande destaque na produção de aerogéis. Além de sua abundância e origem renovável, apresentam propriedades estruturais e mecânicas relevantes, como alta área superficial, boa tenacidade e a presença de grupos funcionais ativos, que favorecem sua modificação e funcionalização (Guo et al., 2024). Esses atributos a qualificam como importante candidato para o desenvolvimento de aerogéis sustentáveis.

A obtenção de nanoestruturas de celulose é um processo que envolve diversos desafios. As abordagens de nanoestruturação, sejam químicas, enzimáticas ou mecânicas, frequentemente encontram dificuldades operacionais associadas ao manuseio das fibras (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018). Técnicas capazes de controlar a distribuição e dimensões das fibras, bem como a formação de estruturas em micro e nanoescala, são essenciais para otimizar as propriedades desejadas (Zhao et al., 2025). A microfibrilação, por sua vez,

permite o aumento da área de superfície específica, uma propriedade crucial dos aerogéis, principalmente em aplicações de envolvimento sorção (Chhajed; Verma; Maji, 2024; Lavoratti; Scienza; Zattera, 2015). Dessa forma, há uma busca contínua por estratégias mais brandas e econômicas que permitam manter a qualidade do material obtido.

Outro desafio na utilização de materiais à base de nanocelulose é a reduzida resistência à água, atribuída principalmente à inerente hidrofiliabilidade da celulose. Essas limitações resultam em desempenho inferior ao de materiais leves derivados de petroquímicos (Oliveira et al., 2024). Uma estratégia promissora para superar tais restrições é a hidrofobização dos aerogéis, que, além de aumentar a durabilidade e a estabilidade do material, pode conferir propriedades de seletividade em processos de separação óleo/água (Zou et al., 2020). Embora muitos aerogéis sejam naturalmente hidrofílicos, eles podem ser adaptados para apresentar essa característica por meio de diversas técnicas, possibilitando sua aplicação em contextos como o tratamento de derramamentos de óleo (Ma et al., 2022). Um exemplo é a combinação de celulose com a borracha natural para a obtenção de compósitos.

Na formulação de compósitos, é importante considerar a compatibilidade entre materiais de naturezas distintas. Possíveis diferenças podem comprometer a interação entre fibra e matriz, o que é crucial para a estabilidade do material (Teixeira; Libera; Luz, 2021). Uma interface bem estabelecida é fundamental para a transferência de tensão, o que impacta positivamente as propriedades mecânicas e outras características relevantes ao desempenho do material como a permeabilidade (Brum da Silva et al., 2019; Valadares, 2005).

Diante deste cenário, este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de aerogéis a partir de polímeros naturais, buscando materiais com características físico-químicas promissoras e baixo impacto ambiental. Para isso, foram empregadas rotas de produção mais simples, econômicas e menos agressivas ao meio ambiente (Chhajed; Verma; Maji, 2024). Foram utilizados dois materiais principais: algodão e borracha natural. A borracha foi escolhida por suas características intrínsecas, origem renovável e sua importância industrial e socioambiental. O uso do látex como matéria-prima permite a redução do uso de solventes orgânicos, contribuindo para a sustentabilidade do processo. Além disso, a borracha natural oferece uma alternativa promissora para a obtenção de aerogéis hidrofóbicos a partir de compósitos com fibras naturais, uma abordagem ainda pouco explorada na literatura.

Este estudo visa, portanto, avaliar a influência da combinação entre celulose e borracha natural nas características morfológicas, térmicas e mecânicas dos aerogéis obtidos, considerando seu potencial no desenvolvimento de novos materiais funcionais e sustentáveis.

1.1 – OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi desenvolver e caracterizar aerogéis a partir de microestruturas de celulose de algodão e borracha natural, utilizando métodos de síntese simplificados e ambientalmente amigáveis, visando a obtenção de um compósito renovável e com capacidade de sorção.

1.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

De forma mais específica, busca-se:

- Estudar a melhor forma de obter os aerogéis de celulose microfibrilada (MC) de algodão, borracha natural (NR) e misturas aquosas por congelamento e liofilização;
- Estudar as propriedades morfológicas, mecânicas, dinâmico-mecânicas, térmicas, hidrofobicidade e capacidade de sorção de óleo e água dos aerogéis em função da sua composição.

2 – REVISÃO DE LITERATURA

2.1 AEROGÉIS E SUAS APLICAÇÕES

Os aerogéis têm despertado crescente interesse no campo dos materiais avançados, principalmente por suas propriedades estruturais e funcionais singulares. Definidos como materiais coesos, de baixa densidade, altamente porosos e com elevada área superficial, os aerogéis apresentam uma estrutura tridimensional interconectada, predominantemente preenchida por ar (Abdullah et al., 2023; Maleki et al., 2016). Essa configuração única confere uma combinação de leveza, resistência e desempenho, impulsionando seu estudo e aprimoramento para soluções inovadoras em áreas como isolamento térmico, sorção, catálise e engenharia biomédica (Paulauskiene et al., 2022).

A densidade extremamente baixa dos aerogéis, que pode alcançar valores como 5 mg/cm³ (Zhao et al., 2025), está diretamente relacionada à sua elevada porosidade (Chhajed; Verma; Maji, 2024). Esta última normalmente supera 90% do volume total do material e, em alguns casos, ultrapassar 99% (Pereira et al., 2020). A rede tridimensional porosa dos aerogéis pode ser classificada, conforme o diâmetro (d) dos poros, em: microporos ($d < 2$ nm), mesoporos ($2 < d < 50$ nm) e macroporos ($d > 50$ nm) (Abdullah et al., 2023). Além disso, apresentam uma elevada área superficial específica, como 500 m²/g no caso do aerogel de alginato (Mehling et al., 2009).

O desempenho mecânico dos aerogéis varia amplamente conforme os materiais e tratamentos de formulação. Podem apresentar desde estruturas frágeis ou configurações com alta estabilidade e robustez. Algumas formulações conferem ao material propriedades como elevada elasticidade, compressibilidade e resiliência, mesmo sob condições adversas de temperatura ou sob efeitos de flambagem (Wei et al., 2023). O tipo de tratamento aplicado aos materiais, como a nanoestruturação em fibras, exerce influência significativa nas propriedades finais, podendo, por exemplo, aumentar a resistência a impactos, à fadiga, à tração e ao desgaste (Nguyen et al., 2022).

2.1.1 Métodos de produção

Dentre os diferentes aspectos que conferem versatilidade aos aerogéis, destaca-se a variedade de métodos de fabricação. O mais comum é o método sol-gel, que envolve o desenvolvimento de uma suspensão coloidal de partículas (sol) que, após determinados processos, se transforma em uma rede contínua suspensa (gel) (McNeil; Gupta, 2022). Esse processo pode ocorrer por alta dispersão, variação de temperatura ou uso de agentes

reticuladores. Entre os agentes comumente empregados, citam-se o diisocianato de hexametileno (HMDI), utilizado para derivados de celulose, dispensando o uso de outros catalisadores (Bidgoli; Mortazavi; Khodadadi, 2019), e o amido, que viabiliza aplicações na indústria alimentícia (Paulauskiene et al., 2022). O tipo de meio líquido também é relevante na síntese, por exemplo, a solução de LiBr é um material verde e não tóxico para a dissolução da celulose (Ma et al., 2022). Ademais, o meio aquoso, em determinados casos, possibilita ainda a dispersão estável e homogênea de diversas partículas, como no caso do látex de borracha natural (Fiorote et al., 2019).

Após a formação do gel, a etapa de remoção do líquido é crucial para a obtenção do aerogel, pois é essencial evitar o colapso da estrutura para garantir a formação de uma rede porosa (Ma et al., 2022). A Figura 1 resume as etapas de processamento dos aerogéis com três diferentes tipos de secagem: secagem supercrítica, liofilização e secagem à pressão ambiente.

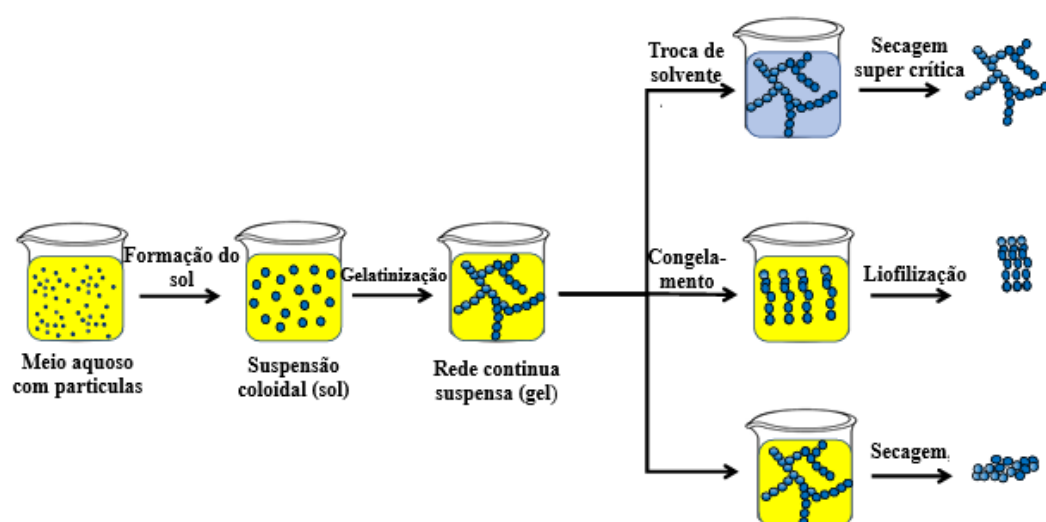


Figura 1: Principais etapas para a formação do aerogel. Adaptado de (McNeil; Gupta, 2022).

A secagem supercrítica envolve a troca da água por CO₂ líquido, que é removido em condições de temperatura e pressão supercríticas, sem que a tensão superficial cause colapso da estrutura porosa (Manzocco et al., 2017). Apesar de ser uma das formas mais utilizadas, esse método possui um alto custo operacional, o que impulsiona a busca por alternativas.

O método de liofilização é amplamente utilizado para aerogéis baseados em biopolímeros e celulose (Chhajed; Verma; Maji, 2024; Guo et al., 2025; Liu et al., 2024; Mao et al., 2020; Mehling et al., 2009). Consiste no congelamento do gel, seguido da remoção do meio líquido por sublimação sob vácuo. Dentro do processo de liofilização, existem técnicas para a orientação da estrutura porosa realizadas durante o congelamento, as quais influenciam

nas propriedades mecânicas do aerogel (Zhao et al., 2025). Estudos buscam correlacionar a morfologia resultante do método de liofilização com a melhoria das propriedades mecânicas e funcionais para aplicações específicas (Chen et al., 2014; Li et al., 2023a). Um exemplo é a temperatura de congelamento da dispersão e a taxa de resfriamento, que influenciam na área superficial específica e na morfologia dos poros dos aerogéis. Taxas mais altas a temperaturas menores, aumentam o número de núcleos, resultando no aumento da área superficial específica e, conseqüentemente, na melhoria da capacidade de sorção e retenção dos aerogéis (Abdullah et al., 2023). Outras propriedades, como a capacidade de isolamento térmico, também são afetadas pelo tamanho e densidade dos poros (Guo et al., 2025).

A secagem à pressão ambiente é considerada uma alternativa mais econômica, embora apresente algumas limitações. Ele se baseia na formulação dos aerogéis com substâncias que podem sublimar em condições ambientais, como o naftaleno (McNeil; Gupta, 2022). No entanto, não garante a mesma estabilidade das redes tridimensionais que outros métodos de secagem.

A escolha da técnica de secagem tem um impacto significativo na morfologia e porosidade do aerogel, o que permite modificar o desempenho do material para aplicações específicas (Manzocco et al., 2021).

A diversidade na fabricação e a elevada capacidade de funcionalização tornam os aerogéis altamente promissores para diversas aplicações tecnológicas (Paulauskiene et al., 2022). Podem ser empregados como agentes estruturantes, materiais filtrantes, absorvedores, isolantes térmicos e acústicos, elementos de proteção e também em aplicações biomédicas (Jose et al., 2022). A seleção dos materiais de base, o tipo de secagem e a funcionalização permitem moldar e adaptar as propriedades finais do aerogel às demandas específicas de cada aplicação. Nesse cenário de busca por materiais avançados e sustentáveis, a celulose surge como um biopolímero de grande interesse, especialmente para a produção de aerogéis, devido às suas propriedades singulares.

2.2 – A CELULOSE NA PRODUÇÃO DE AEROGÉIS

A celulose é o biopolímero natural mais abundante na Terra, caracterizada por ser atóxica, biocompatível e biodegradável (Nguyen et al., 2022). As propriedades estruturais da celulose conferem-lhe um papel crucial em diversas aplicações, indo de sua função de sustentação vegetal a seu uso em variadas atividades econômicas.

A celulose é um carboidrato de cadeia linear, formado por moléculas de glicose unidas por ligações covalentes. Os grupos hidroxila presentes em suas cadeias possibilitam a formação de diversas ligações de hidrogênio intra e intermoleculares. Tais interações resultam em variados arranjos cristalinos, onde as cadeias se alinham paralelamente e se empacotam, formando microfibrilas nos domínios cristalinos (Souza; Andreani; Valadares, 2015). O conjunto das microfibrilas formam as macrofibrilas que constituem o esqueleto células das plantas, conforme ilustrado na Figura 2 (Fernandes et al., 2023).

As microfibrilas possuem diâmetros que variam de 20 a 50 nm (Chen et al., 2014). Algumas unidades estruturais de celulose também são encontradas na natureza em forma de fibras com faixas de diâmetros de 10 – 20 micrômetros, como no caso da polpa de algodão (He et al., 2023). As fortes ligações de hidrogênio, proporcionadas pelos grupos hidroxila, são fundamentais para a estabilidade e rigidez de suas estruturas (Bidgoli; Mortazavi; Khodadadi, 2019). Suas regiões cristalinas conferem resistência e estabilidade, tornando a celulose um dos biopolímeros mais duráveis.

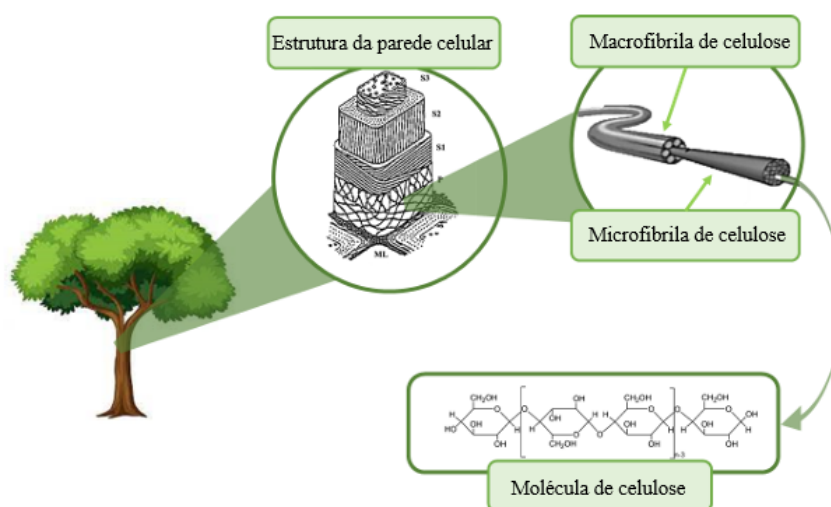


Figura 2: Ilustração esquemática simplificada da estrutura da celulose. Adaptado de (Fernandes et al., 2023).

A compreensão das diferentes fontes de celulose é importante tanto para a otimização da extração quanto para suas aplicações finais. Além das fontes vegetais mais abundantes, como madeiras e plantas, a celulose também pode ser obtida de algas, invertebrados marinhos ou fontes bacterianas (Fernandes et al., 2023). Essa diversidade de fontes aumenta o potencial de aplicação da celulose, impulsionando também a busca por materiais avançados a partir de resíduos renováveis, o que promove a sustentabilidade industrial (Han et al., 2015).

Apesar de suas inúmeras vantagens, a extração das fibras de celulose ainda se mostra complexa e com elevado custo. Esse desafio tem motivado o aumento de pesquisas voltadas à redução de custos, com foco no uso de resíduos de biomassa e solventes de baixo impacto ambiental (Liu et al., 2024). Tais abordagens visam tornar o processo mais acessível e sustentável (Han et al., 2015).

O papel da celulose não se limita apenas a ser um material primário no desenvolvimento de aerogéis sustentáveis. Sua forma, a organização de suas cadeias e fibras, e as interações que estabelece, como as ligações de hidrogênio, desempenham um papel importante na definição de propriedades mecânicas. A capacidade de manipulação de micro e nanoestruturas também é crucial para obter aerogéis com desempenhos mecânicos favoráveis em diversas aplicações.

Para a utilização da celulose, seja na forma de fibras, microfibras ou nanofibras, é fundamental considerar os processos aos quais foi submetida. Esses processos podem envolver quebras ou reconstituições de ligações, como as de van der Waals ou de hidrogênio, assim como a quebra das regiões amorfas, permanecendo as cristalinas (Fernandes et al., 2023). Assim, tanto o formato das fibras quanto o seu dimensionamento contribuem de maneiras distintas para a formação de uma estrutura porosa e interconectada (Guo et al., 2024). A estrutura e o rearranjo das fibras de celulose provenientes do algodão, por exemplo, influenciam as propriedades mecânicas e térmicas dos aerogéis resultantes (Song et al., 2021). A utilização de partículas micro e nanoestruturadas de celulose na construção de materiais contribui para o aumento de propriedades como elasticidade, resiliência e resistência à fadiga. As microfibrilas formam as paredes celulares dos poros e contribuem para a resistência mecânica, enquanto as nanofibras, agregadas em microfilamentos, atuam como molas, contribuindo para a elasticidade e estabilidade da estrutura (Wei et al., 2023).

2.3 – ALGODÃO COMO FONTE DE NANOESTRUTURAS DE CELULOSE

Entre as diversas fontes de celulose, o algodão destaca-se como a fibra têxtil natural mais utilizada globalmente, desempenhando um papel crucial na economia mundial. Nesse cenário, o Brasil consolidou sua posição de destaque em 2023, tornando-se o segundo maior exportador de fibras de algodão no mundo, com um volume de 1,62 milhão de toneladas, ficando atrás apenas dos EUA (FAOSTAT, 2025). Essa crescente relevância brasileira no mercado internacional foi ainda mais evidenciada nos primeiros oito meses de 2024, quando as exportações de algodão já haviam atingido 1,72 milhão de toneladas (Governo Federal, 2024).

Entre os diversos produtos derivados do algodão, a fibra é o principal, sendo amplamente utilizada pela indústria têxtil. O algodoeiro também fornece subprodutos valiosos como o caroço, utilizado na extração de óleo comestível e para a produção de sabão e margarina; a torta, subproduto do caroço, empregada na alimentação animal; o tegumento, que pode ser utilizado na fabricação de plásticos e borrachas sintéticas; e a fibrilha (linter), amplamente usada pela indústria química na produção de plásticos e explosivos (Beltrão; Araújo, 2004). A Figura 3 apresenta o algodão em diferentes aspectos.



Figura 3: Representação visual do algodão bruto e de seus principais constituintes: fibras, sementes e linters. Adaptado de (PROLINTER, 2025).

A fibra do algodão apresenta uma estrutura composta predominantemente por celulose, com teor médio de cerca de 94%, além de menores concentrações de proteínas, pectinas, cinzas, ceras, ácidos e açúcares (Beltrão; Araújo, 2004). Na forma de fibra *in natura* o algodão possui uma cera que reduz sua capacidade de sorção de água, sendo, por isso, comumente removida durante o processo de manufatura.

A ampla presença do algodão no cotidiano, seja em tecidos, materiais de higiene, uso farmacêutico ou oleaginosos, reflete o crescente interesse em pesquisas que envolvem sua utilização e a de seus resíduos.

2.3.1 – Métodos de Obtenção de Nanoestruturas de Celulose

O uso das fibras na formulação de compósitos ocorre, geralmente, por meio de micro- e nanoestruturas de celulose. O processo de obtenção de nanoestruturas envolve a transformação das fibras em estruturas com dimensões em escala micro e nanométrica. A nanocelulose é comumente obtida por duas abordagens principais: *Bottom-up* ou *Top-down*. A *Bottom-up* envolve a produção de celulose bacteriana a partir de açúcares e álcoois. Já a abordagem *top-down* é utilizada para a produção de nanocristais de celulose (CNC) e nanofibras de celulose (CNF) por meio da desintegração de fibras maiores, utilizando processos mecânicos, químicos e enzimáticos (Fernandes et al., 2023).

Dentre os processos químicos, a hidrólise ácida é o método mais comum para a produção de nanocristais de celulose (CNC). A hidrólise ácida atua mais rapidamente sobre as regiões amorfas da celulose, enquanto as regiões cristalinas, mais resistentes, tendem a permanecer. Por isso, obtêm-se nanocristais, que correspondem principalmente à fração cristalina. Contudo, o ataque ácido não é exclusivo: sob condições severas, até a celulose cristalina pode ser degradada. Outros tratamentos, como alcalino, branqueamento, explosão a vapor e ultrassom podem ser combinados à hidrólise ácida para a obtenção de melhores resultados (Sethulekshmi; Saritha; Joseph, 2022).

Os métodos mecânicos promovem a desfibrilação da celulose resultando em sua maioria em celulose nanofibrilada (CNF) (Lavoratti; Scienza; Zattera, 2015). Esses métodos aplicam diferentes tipos de força (mecânica, térmica, indução) para superar as interações existentes entre as fibras, como ligações de hidrogênio e forças de van der Waals, dividindo sua estrutura (Fernandes et al., 2023). A Figura 4 mostra de forma esquematizada as diferentes regiões atingidas pelos processos mecânicos e químicos na fibra de celulose.

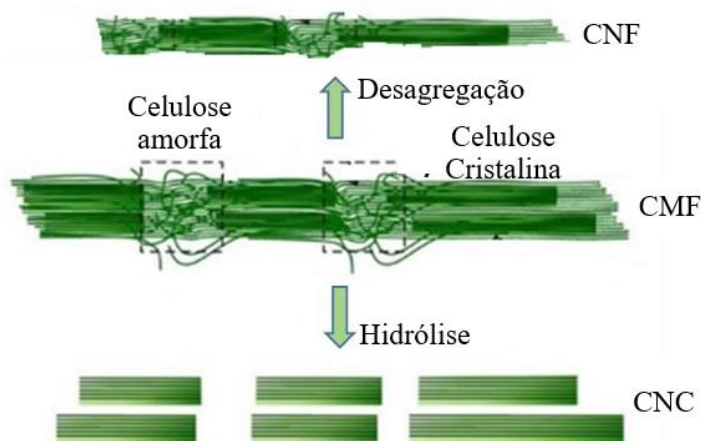


Figura 4: Representação esquemática da obtenção de nanofibras de celulose (CNF) e nanocristais de celulose (CNC). Adaptado de (Fernandes et al., 2023).

Dentre os métodos mecânicos, podemos citar o refino, alto cisalhamento (*high shear*), homogeneização de alta pressão, microfluidização, moagem (*grinding*), moagem de bolas (*ball-milling*), esmagamento criogênico (*cryogenic crushing*), explosão a vapor (*steam explosion*), ultrassom, extrusão e eletrofiação (*electrospinning*). A eficiência e o consumo energético variam consideravelmente entre eles. O refino e moagem, por exemplo, utilizam discos ou esferas para desfibrilar e fragmentar a celulose, sendo técnicas eficientes, porém com possíveis impactos na cristalinidade e estabilidade térmica do material (Ling et al., 2019). A homogeneização em alta pressão promove a fibrilação por forças de cisalhamento e turbulência, sendo eficazes, mas com alto consumo energético (Lavoratti; Scienza; Zattera, 2015). A trituração criogênica, processo auxiliar que envolve o congelamento do material com nitrogênio líquido antes da moagem, também apresenta elevado consumo energético. Já alguns métodos de cisalhamento mecânico de alta velocidade oferecem bom rendimento e possibilita a formação de uma dispersão uniforme da celulose (He et al., 2023).

A hidrólise enzimática, que utiliza enzimas como a celulase, apresenta um menor impacto ambiental, sendo uma alternativa mais sustentável. Entretanto, essa técnica oferece menor rendimento, sendo, por isso, utilizada normalmente como pré-tratamento para facilitar a desfibrilação da celulose (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018).

A fabricação de aerogéis de celulose provenientes do algodão realizada tanto a partir das fibras quanto de suas nanoestruturas, influenciando diretamente suas estruturas porosas e suas propriedades. Além das pesquisas que utilizam o algodão diretamente, muitos estudos abordam a obtenção de fibras e nanocelulose a partir de resíduos de outros setores, como a indústria têxtil (Han et al., 2015; Liu et al., 2024; McNeil; Gupta, 2022; Wei et al., 2023). A extração da celulose a partir de resíduos pode envolver a homogeneização em um meio líquido e métodos de cisalhamento para a decomposição das fibras (CHENG et al., 2017) (Li et al., 2023b).

Outra rota de produção de nanocelulose de algodão é feita com o uso de solventes "verdes" como o N-óxido de N-metilmorfolina, que permite a quebra da estrutura da celulose (He et al., 2023). Similarmente, uma solução de brometo de lítio (LiBr) permite uma extração rápida devido à fraca reticulação entre os grupos hidroxila da celulose e os íons Li^+ , facilitando também o processo de gelificação (Ma et al., 2022). Contudo, a obtenção da celulose a partir da pluma e do línter do algodão é o método mais usual (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018; Russel; Madhu, 2024; Wei et al., 2023).

2.4 – APLICAÇÕES E VANTAGENS DOS AEROGÉIS DE CELULOSE

Os aerogéis de celulose surgem como alternativas promissoras aos aerogéis tradicionais, potencializando suas propriedades intrínsecas que os tornam leves e porosos (conforme detalhado na Seção 2.1). Essa base celulósica confere-lhes, ainda, sustentabilidade e novas funcionalidades, tornando-os ideais para isolamento, sorção e transporte de substâncias (Chen et al., 2014). Desenvolvimentos recentes demonstram sua capacidade de suportar ciclos intensos de fadiga e grandes variações de temperatura, revelando potencial para setores exigentes, como o aeroespacial (Xue et al., 2024).

Em alguns casos, os aerogéis de celulose superam seus análogos sintéticos. Por exemplo, embora os aerogéis de sílica possuam alta porosidade e baixa densidade, são geralmente mais frágeis e menos flexíveis do que os de celulose (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018). Já os aerogéis poliméricos convencionais, apesar do bom isolamento térmico, derivam em sua maioria de fontes não renováveis e não são biodegradáveis.

As propriedades mecânicas dos aerogéis de celulose, como compressibilidade, resiliência e altas taxas de recuperação, combinadas à baixa condutividade térmica, têm possibilitado o desenvolvimento de materiais resistentes ao fogo (Guo et al., 2023). Essas características os tornam particularmente atrativos para aplicações em blindagens de eletrônicos portáteis, oferecendo proteção térmica e contra interferências eletromagnéticas (Song et al., 2021).

A incorporação de grafeno e carbono em aerogéis de celulose também se destacam na produção de baterias de Li-S. A elevada porosidade, a flexibilidade e a capacidade de absorção de eletrólitos desses compósitos conferem-lhes desempenho eletroquímico superior aos coletores de corrente convencionais (Mao et al., 2020).

Outro campo promissor é o da purificação de água e dessalinização. Aerogéis de celulose têm sido utilizados como evaporadores por meio de um mecanismo de evaporação interfacial acionada por energia solar. Nesse processo, o aerogel auxilia na conversão fototérmica, otimizando a produção de vapor de água para a purificação da água. A baixa condutividade térmica dos aerogéis reduz a dissipação de calor, aumentando a eficiência do processo (Liu et al., 2024). Essa aplicação se destaca por ser ecológica, eficiente e baseada no uso de energia solar. Adicionalmente, esses materiais podem gerar um gradiente iônico durante a dessalinização da água do mar, contribuindo, ainda que em pequena escala, para a geração de energia verde (Liu et al., 2024).

Na área médica e alimentícia, os aerogéis de celulose vêm sendo estudados como

veículos de transporte de nutrientes e substâncias bioativas. Sua estrutura altamente capilar favorece a troca gasosa e a sorção controlada, auxiliando, por exemplo, no tratamento de feridas (Jose et al., 2022). Já na indústria alimentícia, são explorados como sistemas de liberação de compostos funcionais e oleogéis (Manzocco et al., 2021).

2.5 – BORRACHA NATURAL E SUA APLICAÇÃO EM COMPÓSITOS

A borracha natural, obtida principalmente do látex da árvore *Hevea brasiliensis*, é uma matéria-prima estratégica devido às suas características e vasta gama de aplicações. Como fonte renovável, sua utilização contribui significativamente para uma sociedade de baixo carbono, substituindo elastômeros sintéticos derivados de combustíveis fósseis. A extração do látex e o sequestro de carbono são processos concomitantes nas plantações, o que reforça ainda mais os seus benefícios ambientais (Feldman, 2017). Embora a *Hevea brasiliensis* ser nativa do Brasil, sua produção global ocorre predominantemente na Oceania, no Sul da Ásia, na Índia, na China e na Costa do Marfim, juntos, são responsáveis por aproximadamente 95% dos 14,3 milhões de toneladas registrados em 2022 (Sanchez et al., 2024).

O látex da borracha natural é uma dispersão coloidal de partículas micrométricas, extraída da parte interna da casca da árvore. Ele contém cerca de 35% em peso de poli-isopreno e menores quantidades de proteínas, carboidratos, lipídios, entre outros componentes, dispersos em um líquido conhecido como soro (Krishnan et al., 2019). Por ser um sol liofóbico, há uma tendência à agregação de suas partículas. Contudo, a estabilidade e as características coloidais do látex são mantidas pela interface entre as partículas e o soro (Valadares, 2009). Lipídios e proteínas atuam como surfactantes naturais na superfície das partículas hidrofóbicas de poliisopreno, gerando uma carga superficial negativa que impedem a agregação das partículas e asseguram a estabilidade da dispersão coloidal (Wang et al., 2016). A Figura 5 ilustra uma representação da partícula de borracha.

Na indústria, a amônia é comumente adicionada ao látex para auxiliar na sua estabilidade, prevenindo a coagulação, ataque de microrganismos e prolongando a vida útil de armazenamento. Outros processos comuns na manufatura do látex é centrifugação e secagem, promovendo propriedades mais uniformes e maior estabilidade do material (Salmazo et al., 2016).

A borracha natural possui importantes propriedades físicas, mecânicas e químicas que ampliam sua aplicabilidade em produtos industriais e médicos. Ela exibe alta flexibilidade,

elasticidade, alongamento e resistência à tração, além de bom isolamento elétrico e menor acúmulo de calor em condições de estresse dinâmico.

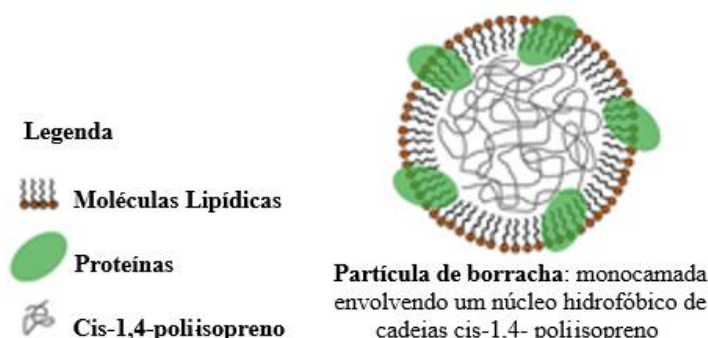


Figura 5: Representações esquemáticas da partícula de borracha: monocamada de lipídios e proteínas envolvendo um núcleo hidrofóbico de partículas poliisopreno. Imagem adaptada (Bottier, 2020).

Sua natureza hidrofóbica e oleofílica expande suas possibilidades de uso em componentes com diferentes afinidades (Zou et al., 2020). Apesar dessas vantagens, a borracha possui desvantagens como resistência limitada ao envelhecimento e uma estabilidade térmica restrita a altas temperaturas (Feldman, 2017). No entanto, estudos indicam que a adição de biocargas, como amido, celulose e quitosana, pode melhorar tais fatores (Kunam; Anushikha; Gaikwad, 2023).

Apesar das intrínsecas propriedades físicas da borracha, sua forma não curada (não vulcanizada) apresenta menor resistência e aplicações mais limitadas (Gopalakrishnan, 2018). A vulcanização, processo químico que forma ligações cruzadas entre as longas cadeias moleculares, confere à borracha maior elasticidade, resistência, deformidade reversível e resistência à fadiga (Salmazo et al., 2016).

A natureza apolar da estrutura molecular da borracha natural faz com que, em contato com solventes hidrofóbicos, apolares ou pouco polares, ela sofra um processo de sorção e intumescimento (inchaço com aumento de volume). Consequentemente, suas propriedades mecânicas são reduzidas (Sethulekshmi; Saritha; Joseph, 2022). A regularidade estrutural, contudo, permite uma cristalinização induzida por deformação durante o estiramento, devido a capacidade de organizar as cadeias moleculares. Essa cristalinidade induzida aumenta a sua resistência a tração, abrasão e ao rasgo (Sethulekshmi; Saritha; Joseph, 2022).

A formulação de um compósito é um conceito amplo que envolve a junção de diferentes materiais para se obter um produto com propriedades e funções específicas. Geralmente, ocorre

a incorporação de cargas em matrizes, as quais são responsáveis pela coesão e orientação desses elementos, transmitindo os esforços por todo o material (Hsissou et al., 2021). A formulação de compósitos de borracha natural é conhecida desde o início do século XX, marcando um importante avanço na tecnologia da borracha com a inserção do negro de fumo (Feldman, 2017). Consequentemente, a adição de cargas ou agentes funcionalizantes tornou-se fundamental para melhorar e adaptar as propriedades da borracha (Gopalakrishnan, 2018). Além das cargas de reforço há também agentes vulcanizantes, aceleradores e ativadores, antioxidantes, agentes de expansão, dentre outros (Pojanavaraphan; Magaraphan, 2008; Salmazo et al., 2016). As propriedades resultantes são influenciadas pelas técnicas de processamento utilizadas, pela dispersão das partículas e pela adesão na interfase do compósito.

O desenvolvimento de nanocompósitos a partir do látex tem-se apresentado como uma melhor opção em comparação a uma mistura mecânica da borracha seca (Sethulekshmi; Saritha; Joseph, 2022). Em compósitos com nanofibras de celulose, por exemplo, a formulação em um meio aquoso permite uma dispersão homogênea das fibras, que associada a interfase fibra-matriz promovem melhorias nas propriedades mecânicas (Dominic et al., 2020). À adesão desses materiais, mas também as forças de ligação entre os polímeros influenciam o aumento das propriedades mecânicas (Dominic et al., 2020; Wongvasana et al., 2023).

Nesse contexto de aproveitamento das características únicas da borracha natural para materiais avançados, o desenvolvimento de aerogéis baseados em borracha natural representa uma área promissora. Considerando a natureza do látex e a possibilidade de formação de redes porosas, estudos têm explorado a borracha natural como matriz principal ou componente em aerogéis, seja para conferir propriedades específicas como hidrofobicidade e elasticidade, ou para atuar como ligante em compósitos com outros biopolímeros, como a celulose (Chhajed et al., 2023; Li et al., 2023a). Isso abre caminho para a criação de materiais porosos com desempenho otimizado para diversas aplicações, alinhando-se com a busca por soluções sustentáveis e de alta performance.

2.6 – INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA DOS AEROGÉIS EM SUAS APLICAÇÕES

O desempenho funcional dos aerogéis está intrinsecamente ligado à natureza da rede e à organização estrutural em múltiplas escalas. Compreender a relação entre suas características estruturais e as funcionalidades específicas é, portanto, essencial para o desenvolvimento e otimização desses materiais avançados.

A estrutura porosa dos aerogéis influencia diretamente parâmetros como densidade, área superficial e volume de poros. Essa estrutura resulta, principalmente, dos métodos de preparação, dos materiais utilizados e das condições de secagem aplicadas (Chhajer; Verma; Maji, 2024). A combinação entre alta porosidade e baixa densidade favorecem aspectos como absorção e isolamento. Entretanto, o excesso de porosidade pode comprometer a resistência mecânica, exigindo um equilíbrio cuidadoso entre leveza e robustez estrutural.

A capacidade de sorção dos líquidos está diretamente relacionada à porosidade do aerogéis. Poros menores apresentam um maior número de canais interconectados, que aumentam a capilaridade e retenção dos fluídos (Mehling et al., 2009). Além disso, uma estrutura com diferentes tamanhos de poros amplia a área superficial específica, facilitando a difusão e reduzindo a resistência à transferência de massa, o que acelera a sorção (Fan et al., 2023). A indução de uma orientação dos poros também pode otimizar o desempenho absorvivo, pois a pressão capilar que impulsiona a transição do líquido nos poros é determinada pela tensão superficial do líquido, pelo raio capilar e o ângulo de contato líquido-sólido (Bidgoli; Mortazavi; Khodadadi, 2019).

As propriedades mecânicas dos aerogéis também são influenciadas pela configuração de sua estrutura. Estruturas fibrosas tridimensionais apresentam boa resistência à fadiga e à compressão. A presença de micro e nanofibras promovem uma distribuição eficiente de tensões e contribuem significativamente para a estabilidade mecânica do material. Por outro lado, estruturas irregulares ou mais densas, tendem a apresentar menor resistência (Chhajer et al., 2023), já que a uniformidade da rede e a presença de ligações intermoleculares aumentam a coesão da matriz e favorecem a recuperação elástica após ciclos de compressão (Su et al., 2024). Ademais, um direcionamento controlado dos poros gera anisotropia mecânica, promovendo, por exemplo, maior resistência à tração em direções paralelas à orientação dos poros e menor resistência em direções perpendiculares (Zhang et al., 2025).

Além da sorção e da resistência mecânica, a estrutura porosa dos aerogéis também influencia outras propriedades, como o isolamento térmico e o desempenho acústico. A baixa densidade junto à alta concentração de poros pequenos reduzem a condução gasosa e a condutividade térmica, melhorando a eficiência isolante (Guo et al., 2025). Poros muito grandes, por sua vez, podem aumentar a convecção interna, comprometendo o isolamento (Xue et al., 2024). Quanto ao desempenho acústico, o tamanho e a orientação dos poros afetam a reflexão e dissipação de energia sonora, sendo úteis em aplicações que exigem atenuação de ruídos (McNeil; Gupta, 2022; Zhao et al., 2025).

A interconectividade da rede e a área superficial dos aerogéis também influencia seu desempenho, tais como em transmissores e difusores. A incorporação de materiais condutores à rede do aerogel pode melhorar sua condutividade elétrica. Em aplicações como baterias, por exemplo, o grafeno aumenta a condutividade elétrica dos eletrodos e a sorção de eletrólitos (Mao et al., 2020). Ademais, em outro campo de estudo, como aplicações de fármacos, maiores áreas superficiais possibilitam um melhor controle na difusão de substâncias e trocas gasosas (Jose et al., 2022).

Além disso, o tamanho das partículas dos materiais de base do aerogel também influencia significativamente o desempenho do mesmo. Por exemplo, o diâmetro das fibras pode afetar a resistência mecânica dos aerogéis, especialmente no caso de fibras em escala nanométrica. Diâmetros menores tendem a atuar como agentes de reforço mais eficazes, aprimorando a resistência à tração, o módulo de Young, a resistência ao rasgamento e a dureza (Xue et al., 2024; Zhao et al., 2025). Já o comprimento das fibras influencia na interface fibra/matriz, influenciando nas propriedades dinâmicas e térmicas do material, como módulo de armazenamento e o módulo de perda (Saba et al., 2016).

A morfologia dos poros desempenha um papel fundamental no desempenho dos aerogéis. Destaca-se a importância de um planejamento integrado em sua produção para adaptar o material a cada aplicação. A relação intrínseca entre estrutura e função demonstra que os aerogéis não são apenas materiais leves e porosos, mas sistemas estruturais complexos que exigem um conhecimento detalhado de sua arquitetura interna para a otimização de suas funcionalidades. No entanto, apesar da versatilidade que sua morfologia confere, a natureza hidrofílica de certas matrizes, como a celulose, pode limitar significativamente sua aplicação em ambientes aquosos, o que aponta para a necessidade de estratégias eficazes de modificação superficial.

2.7 – INFLUÊNCIA DA BORRACHA NA HIDROFOBIZAÇÃO DOS AEROGÉIS

As propriedades dos aerogéis são intrinsecamente moldadas por sua estrutura. No entanto, para expandir sua aplicabilidade, especialmente em ambientes aquosos ou em processos de separação de fluidos, a hidrofobização surge como uma estratégia crucial. Essa modificação aprimora a interação do material com diversos fluidos, conferindo-lhe a notável capacidade de repelir a água e, ao mesmo tempo, absorver preferencialmente óleos e solventes orgânicos (Pereira et al., 2020). Essa característica resulta em alta eficiência na separação de misturas óleo-água, tornando-os promissores para aplicações em remediação ambiental, como

no tratamento de derramamentos de óleo em ambientes aquáticos (Zhang et al., 2025).

Aerogéis hidrofóbicos oferecem diversas vantagens adicionais, incluindo maior usabilidade e reciclabilidade em ciclos de sorção, sendo aplicáveis em processos como filtração ou destilação (Cheng et al., 2017). Além disso, exibem maior estabilidade em condições adversas, como tratamentos ultrassônicos, imersão em solventes ou exposição a soluções com diferentes valores de pH. Essa robustez expande significativamente seu potencial de uso em ambientes com condições diversas (Zhang et al., 2025).

A presença de grupos hidroxila (-OH) na celulose contribui para a natureza hidrofílica do material, favorecendo a formação de ligações de hidrogênio com moléculas de água. Isso confere à celulose uma elevada capacidade de sorção e interação com a umidade do ambiente (Guo et al., 2023). Como consequência, aerogéis de celulose tornam-se mais suscetíveis à desintegração em meio aquoso.

Diante dessas e outras limitações, diversas técnicas de modificação de superfície são desenvolvidas para conferir propriedades específicas. As mais comuns incluem a silanização com compostos organossilanos, como o metiltrimetoxissilano (MTMS) e o polidimetilsiloxano (PDMS), e a deposição química a vapor, que é amplamente utilizada por sua eficiência (Ma et al., 2022). Além disso, a técnica de pulverização também pode ser empregada para aplicar revestimentos funcionais sobre os aerogéis (Liu et al., 2024).

Uma abordagem particularmente eficaz para a hidrofobização envolve a incorporação de materiais intrinsecamente hidrofóbicos diretamente à estrutura do material. Nesse contexto, a borracha natural tem sido utilizada com sucesso, como por exemplo no revestimento de papéis originalmente hidrofílicos. Ao preencher os poros, a borracha torna a superfície mais lisa e hidrofóbica (Kunam; Anushikha; Gaikwad, 2023), o que a posiciona como uma opção promissora para a hidrofobização de aerogéis.

A modificação da hidrofobicidade de aerogéis por meio do látex é considerada uma alternativa simples, econômica e ambientalmente amigável, além de dispensar qualquer necessidade de pré ou pós-tratamentos com produtos químicos nocivos (Chhajed et al., 2023).

3 – METODOLOGIA

Para o desenvolvimento de aerogéis à base de celulose e borracha natural, microestruturas de celulose foram inicialmente preparadas a partir do algodão, visando à formulação de uma dispersão de celulose. Com essa dispersão, foram produzidos aerogéis de celulose, borracha natural e compósitos combinando a borracha e a celulose. Os materiais

resultantes foram então caracterizados quanto às suas propriedades físicas, mecânicas e funcionais. A Figura 6 traz um esquema do desenvolvimento da pesquisa, abrangendo desde a obtenção dos componentes utilizados na formulação dos compósitos até as análises realizadas nos materiais finais.

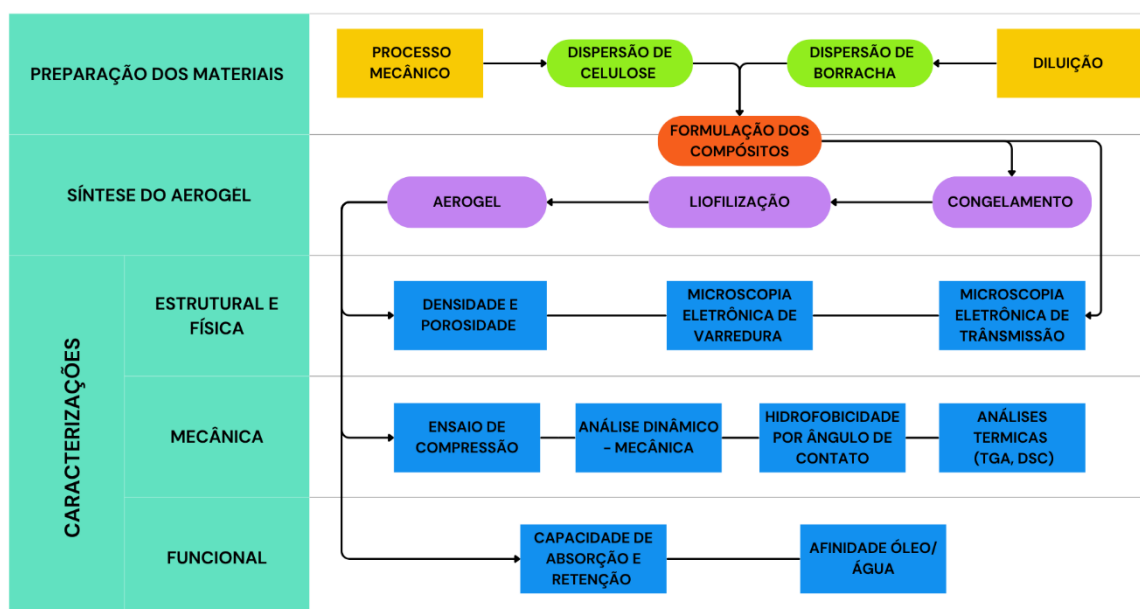


Figura 6: Representação esquemática do desenvolvimento deste trabalho, abrangendo desde a preparação dos aerogéis até as etapas de caracterização.

3.1 – DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS

As nanoestruturas de celulose foram desenvolvidas a partir de algodão comercial hidrofílico da marca Farol, originário de Juiz de Fora, Minas Gerais. Sua obtenção seguiu uma abordagem *top-down*, empregando um dispersor de alta rotação, UltraTurrax IKA, em meio aquoso. A obtenção de nanoestruturas de celulose a partir do algodão baseou-se em estudos anteriores (Carvalho et al., 2025).

O látex de borracha natural foi cedido pelo Professor Dr. Floriano Pastore, do Instituto de Química da Universidade de Brasília. A amostra foi extraída de clones de seringueira RRIM 600 na Fazenda Maira, localizada em Cidade Ocidental, Goiás. Para conservação, o látex foi mantido com amônia a uma concentração de 0,8%. O teor de sólidos do látex foi determinado em triplicata, resultando em uma média de $44,40 \pm 0,02\%$.

3.2 – OBTENÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE ALGODÃO

A dispersão aquosa de celulose foi preparada utilizando água destilada e algodão comercial em uma concentração de ~0,5% em massa (g/g). As nanoestruturas foram obtidas por um processo mecânico de alto cisalhamento. Para isso, um aglomerado de algodão, ainda seco, foi desfeito e cortado em pequenos pedaços com uma tesoura, como ilustrado na Figura 7a. Em seguida, esses pedaços foram adicionados gradualmente à água destilada e processados em um liquidificador comercial (Britannia, modelo BLQ1280, 1150W) até atingir uma homogeneização parcial, aproximadamente 1 hora. Durante essa etapa, utilizou-se o filtro de separação acoplado ao liquidificador para otimizar o cisalhamento.

Após a homogeneização inicial, o material foi submetido a alto cisalhamento no dispersor UltraTurrax. Realizou-se um processo em 12 ciclos de 5 minutos cada, a uma velocidade média de 24.000 rpm. Para evitar o aquecimento excessivo da dispersão durante o processo, este foi realizado em banho de gelo. Ao término, obteve-se uma suspensão de celulose homogênea, como apresentado na Figura 7b.

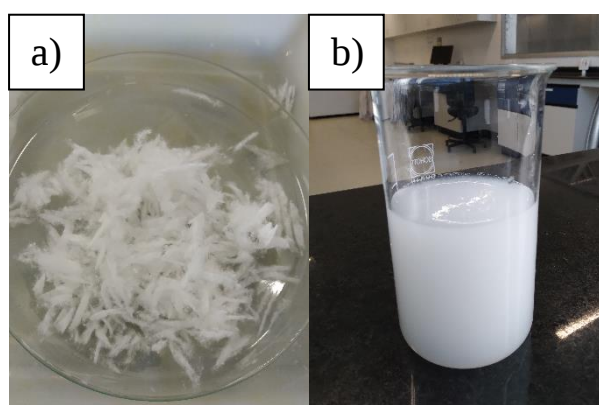


Figura 7: Etapas de preparação da celulose: (a) algodão hidrofóbico antes do processo de desfibrilação e (b) suspensão de celulose após desfibrilação com dispersor.

3.3 – COMPATIBILIZAÇÃO DO TEOR DE SÓLIDOS DO LÁTEX DE BORRACHA NATURAL

A formulação dos compósitos em meio aquoso foi feita utilizando os teores de sólidos de cada componente para a construção das proporções desejadas. Como o teor de sólidos da dispersão de celulose de algodão (0,5 %) serviu como referência, foi necessário ajustar o teor de sólidos do látex de borracha natural. A modificação do teor de sólidos em uma dispersão pode ser realizada pela remoção ou adição de fluido ou partículas, conforme o teor final

desejado. Neste estudo, buscando-se obter teores de sólidos inferiores ao original do látex, optou-se pela adição de água destilada à dispersão.

A massa de água a ser adicionada, em relação à massa inicial da amostra de látex, foi calculada utilizando a Equação 1:

$$m_{\text{água}} = m_{\text{látex}} \left(\frac{Teor_1}{Teor_2} - 1 \right) \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

- $m_{\text{água}}$ = massa de água destilada
- $m_{\text{látex}}$ = massa de látex
- $Teor_1$ = teor de sólidos inicial do látex;
- $Teor_2$ = teor de sólidos final desejado.

Para este trabalho, foram obtidas dispersões coloidais com teores de sólidos de 1, 5 e 10% (m/m).

3.4 – FORMULAÇÃO DOS COMPÓSITOS

A formulação dos compósitos envolveu a mistura de dispersões em meio aquoso, seguindo uma varredura composicional sistemática. Essa estratégia de variação possibilita mapear o comportamento do material, o que permite a identificação otimizada das proporções mais adequadas aos objetivos do estudo. Os resultados das análises obtidos proporcionam um conjunto representativo de dados sem a necessidade de avaliar todas as combinações possíveis.

Além das dispersões puras, constituídas por 100% de celulose (MC 100) e 100% de borracha natural (NR 100), foram desenvolvidos compósitos com proporções em massa intermediárias:

- 80% de celulose e 20% de borracha natural (MCNR 80/20)
- 50% de celulose e 50% de borracha natural (MCNR 50/50)
- 20% de celulose e 80% de borracha natural (MCNR 20/80)

O processo foi dividido em duas etapas. A primeira consistiu na determinação da massa de partículas de borracha necessária para alcançar as proporções preestabelecidas, utilizando a massa de celulose presente na dispersão como referência. A segunda etapa envolveu a

determinação do teor de sólidos ideal para o látex diluído, de modo que, ao misturar os dois componentes, o teor de sólidos total final fosse semelhante entre eles e próximo ao teor de sólidos da dispersão de celulose.

A massa de borracha necessária para cada compósito foi determinada utilizando a Equação 2:

$$m_{NR} = m_{NC} \left(\frac{1}{(\Phi MC)} - 1 \right) \quad \text{Equação 2}$$

Em que:

m_{NR} = massa de borracha natural (g);

m_{NC} = massa de nanoestruturas de celulose (g);

ΦMC = proporção de celulose no compósito.

Em seguida, a quantidade de látex diluído a ser adicionada, em relação à dispersão de celulose e considerando as proporções desejadas, foi calculada substituindo os parâmetros de massa pelo produto da massa das dispersões pelos seus respectivos teores de sólidos, conforme a Equação 3:

$$(md_{borracha} \text{ Teor}_{látex}) = (md_{celulose} \text{ Teor}_{celulose}) \left(\frac{1}{(\Phi MC)} - 1 \right)$$

$$md_{borracha} = \frac{(md_{celulose} \text{ Teor}_{celulose}) \left(\frac{1}{\Phi MC} - 1 \right)}{\text{Teor}_{látex}} \quad \text{Equação 3}$$

Em que:

$md_{borracha}$ = massa da dispersão de borracha (g);

$md_{celulose}$ = massa de dispersão de celulose (g);

$\text{Teor}_{celulose}$ = teor de sólidos na dispersão celulose;

$\text{Teor}_{borracha}$ = teor de sólidos na dispersão de borracha.

Para verificar e ajustar o teor de sólidos final da dispersão combinada, assegurando que os teores fossem semelhantes após a diluição do látex, utilizou-se a Equação 4:

$$\text{Teor}_{total} = \frac{(md_{celulose} \text{ Teor}_{celulose}) + (md_{borracha} \text{ Teor}_{borracha})}{md_{celulose} + md_{borracha}} \quad \text{Equação 4}$$

Através de iterações entre as Equações 1, 2, 3 e 4, determinou-se o teor de sólidos ideal para o látex diluído em cada formulação. Optou-se por utilizar o látex diluído a um teor de 10% para a formulação dos compósitos MCNR 80/20 e MCNR 50/50 e o látex com 1% para o compósito MCNR 20/80. Para a preparação do aerogel de borracha pura foi considerado o látex com teor de 5% de sólidos.

Os compósitos foram então produzidos a partir da mistura das dispersões aquosas de celulose e borracha conforme as proporções desejadas.

3.5 – SÍNTESE DOS AEROGÉIS

A síntese dos aerogéis foi realizada por meio do congelamento e da secagem por liofilização. A Figura 8 ilustra as etapas do processo.

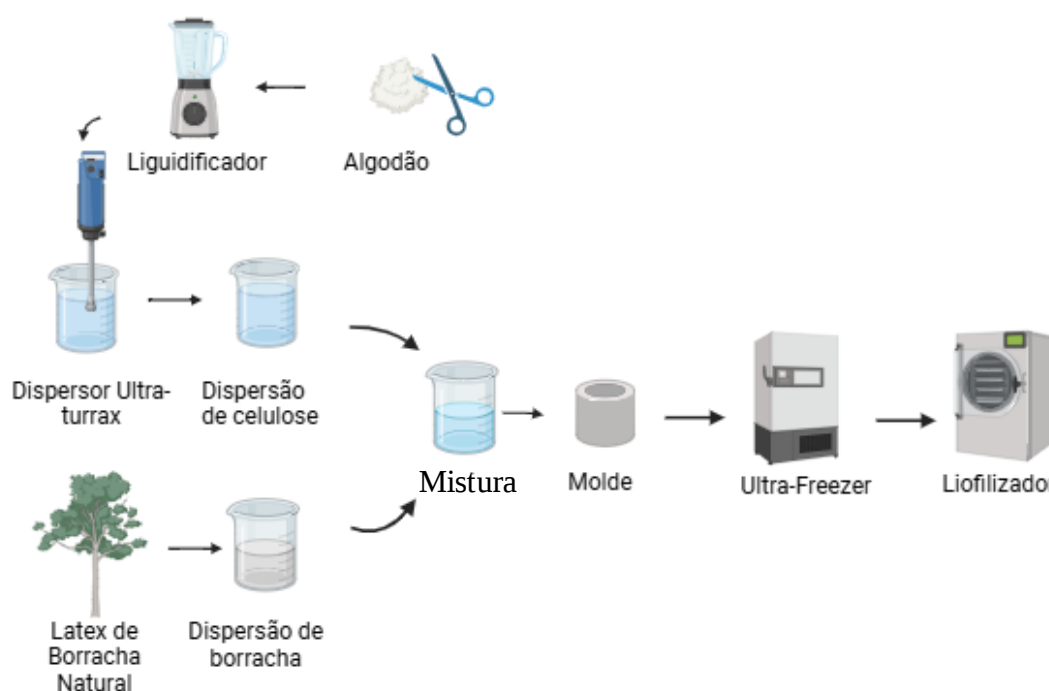


Figura 8: Etapas do processo de fabricação dos aerogéis, desde a obtenção das matérias-primas até a obtenção do produto final.

Para a conformação dos primeiros aerogéis, foram adicionados aproximadamente 3,5 g das dispersões em moldes cilíndricos de silicone com 20 mm de diâmetro e 12 mm de altura.

As amostras foram submetidas a um processo de congelamento em duas fases: primeiro congeladas a -24 °C por 24 horas, seguido de um congelamento a -80 °C por mais 24 horas. Essa sequência de congelamento garantiu a estabilidade necessária das amostras para a

secagem. Após o período de congelamento, os materiais foram transferidos para o processo de secagem no liofilizador Liotop K 120, onde permaneceram por 96 horas. Esse tempo foi determinado para assegurar a remoção completa da água por sublimação.

3.6 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

A análise por microscopia eletrônica de transmissão foi realizada utilizando as dispersões de celulose pura, do látex e dos compósitos. Para o preparo das amostras, 100 µL de cada material foram diluídos em 30 mL de água Milli-Q. Em seguida, as dispersões foram submetidas a um processo de dispersão em banho ultrassônico (Unique) por 5 minutos, seguido por um repouso por 5 minutos.

Posteriormente, uma gota da dispersão aquosa foi depositada em uma tela de cobre de 400 *mesh* recoberta com filmes finos de paládio e carbono. As telas contendo as amostras foram armazenadas em um dessecador por pelo menos 24 horas para secar, sendo mantidas nesse ambiente até o momento da análise. As análises foram conduzidas no microscópio eletrônico por emissão de campo Zeiss Sigma-HV e voltagem aceleração de 30 kV.

3.7 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A análise foi realizada apenas na superfície das amostras com o objetivo de observar suas características morfológicas no estado natural dos materiais. Antes da análise, as amostras foram mantidas em um dessecador por 24 horas para a remoção da umidade.

Devido aos materiais serem isolantes elétricos, foi necessário o processo de metalização com ouro via *sputtering*. Este procedimento foi realizado em um metalizador da marca Quorum Technologies, modelo QT150T-ES, a fim de viabilizar a condução de elétrons e a análise. As amostras receberam um revestimento de aproximadamente 20 nm de ouro.

A caracterização foi realizada utilizando o microscópio Zeiss Sigma-HV com detector do tipo InLens, voltagem aceleração de 5 kV, com diferentes aumentos.

3.8 – DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE E POROSIDADE

A densidade aparente de cada aerogel foi determinada a partir de sua massa e volume, sendo o volume calculado com base em suas dimensões externas. As massas foram medidas utilizando uma balança analítica Shimadzu-AY220, e as dimensões externas foram obtidas com um paquímetro digital (Digimess). Para cada tipo de aerogel, três amostras foram analisadas, e

cada amostra foi medida três vezes. A densidade foi calculada de acordo com a Equação 5, considerando a média dos resultados dessas medições:

$$\rho_o = \frac{m_i}{v} \quad \text{Equação 5}$$

Onde

ρ_o = densidade aparente (g/cm³);

m_i = massa do Aerogel (g);

v = volume do Aerogel (cm³).

A porosidade dos aerogéis foi determinada com base na densidade aparente, calculada acima, e na densidade teórica de cada polímero, considerando-os como corpos maciços. A densidade teórica foi, então, obtida por meio da média ponderada das densidades dos componentes principais, levando em consideração suas frações de massa. Esse cálculo foi realizado conforme a Equação 6:

$$\rho = \frac{1}{\frac{w_1}{\rho_1} + \frac{w_2}{\rho_2}} \quad \text{Equação 6}$$

ρ = densidade teórica (g/cm³);

ρ_1 = densidade do polímero 1 (g/cm³);

ρ_2 = densidade do polímero 2 (g/cm³);

w_1 = fração de massa do polímero 1;

w_2 = fração de massa do polímero 2.

As densidades consideradas para o cálculo foram 1,50 g/cm³ para a celulose em fibras (Pereira et al., 2020) e 0,93 g/cm³ para a borracha natural (Salmazo et al., 2016). Determinadas as densidades, a porosidade em porcentagem foi obtida a partir da Equação 7:

$$porosidade (\%) = \left(1 - \frac{\rho_o}{\rho}\right) 100 \quad \text{Equação 7}$$

O encolhimento volumétrico dos aerogéis foi calculado considerando o volume inicial do material congelado e o volume externo do material após a liofilização, em sua conformação final de aerogel. O volume inicial foi determinado com base no volume interno total do molde cilíndrico utilizado, aproximadamente 3770 mm³. A redução volumétrica foi realizada determinada então pela Equação 8:

$$EV = \frac{V_i - V_a}{V_i} 100 \quad \text{Equação 8}$$

EV = encolhimento volumétrico (%);

V_i = volume inicial congelado (m³);

V_a = volume do aerogel (m³).

3.9 – CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA DOS AEROGÉIS

Para a caracterização térmica dos aerogéis puros e dos compósitos, foram realizadas análises térmicas utilizando um analisador térmico simultâneo TGA/DSC (TA Instruments, SDT Q600). Antes das análises, as amostras foram previamente secas em estufa a 80 °C por uma hora para a remoção do excesso de umidade e, posteriormente, armazenadas em um dessecador portátil até o momento da caracterização.

Aproximadamente 9 mg de cada material foram acondicionados em cadinhos de alumina para a análise. As amostras foram submetidas a um aquecimento controlado na faixa de temperatura de 30 °C a 600 °C, sob atmosfera inerte de nitrogênio, com vazão de 100 mL/min e taxa de aquecimento de 20 °C/min.

3.10 – ENSAIO DE COMPRESSÃO

Os ensaios de compressão mecânica dos aerogéis foram conduzidos com base na norma ASTM D1621-16, utilizando cinco amostras cilíndricas de cada material estudado, como apresentado na Figura 9. A preparação das amostras envolveu a conformação dos aerogéis pela adição de aproximadamente 13 g da dispersão em tubos Falcon de 50 mL, posicionados com a base plana voltada para baixo, garantindo a formação uniforme dos cilindros. Após o congelamento e liofilização, foram obtidas amostras com dimensões aproximadas de 26 mm de diâmetro e 23 mm de altura, com variações decorrentes do encolhimento volumétrico característico de cada material.



Figura 9: Fotografia do corpo de prova em formato cilíndrico para ensaio de compressão. Aerogel MC100.

Para assegurar a estabilização das propriedades físicas, todas as amostras foram previamente acondicionadas em recipientes com umidade controlada, mantidos a $50 \pm 10\%$ de

umidade relativa e temperatura ambiente de 23 °C, por um período de 48 horas antes da realização dos ensaios, conforme especificado na norma.

Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos equipada com uma célula de carga de 500 kg. A velocidade de aplicação da carga manteve-se constante em 1 mm/min, e o ensaio foi conduzido até o registro de uma variação de 5% na força máxima atingida. Essas condições foram padronizadas para garantir a reprodutibilidade dos resultados e a comparação entre os diferentes materiais analisados.

A determinação dos parâmetros ocorreu graficamente, conforme a norma ASTM D1621-16. O *software* que acompanha a realização dos ensaios na máquina universal de testes fornece os dados da carga aplicada e o deslocamento sofrido pelo corpo de prova. A partir destes dados foram determinadas as tensões de compressão e deformações sofridas pelo corpo de prova através das equações Equação 9 e Equação 10 para a obtenção dos gráficos tensão *vs* deformação:

$$\sigma_c = \frac{F}{A} \quad \text{Equação 9}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{Equação 10}$$

onde:

σ_c = tensão de compressão (Pa);

F = carga aplicada (N);

A = área inicial da seção transversal do corpo de prova (m²);

ε = deformação;

Δl = compressão (m);

l_0 = altura inicial do corpo de prova (m).

Uma linha é traçada na porção mais inclinada da curva tensão-deformação para a identificação do ponto de origem, denominado ponto zero. A partir deste ponto, mensura-se uma distância que representa 10% da deformação. Neste ponto, determina-se a resistência à compressão pela divisão da carga e pela área transversal inicial do corpo de prova. É importante que o ponto de referência esteja antes do limite de escoamento. Caso se localize depois, o novo ponto de referência será o ponto no limite de escoamento.

O módulo de elasticidade foi calculado a partir de um ponto qualquer localizado na linha mais inclinada. Aplicam-se os valores da carga e da deformação neste ponto na Equação 11:

$$E_c = \frac{Fl}{A\Delta l}$$

Equação 11

onde:

E_c = módulo de elasticidade de compressão (Pa).

Os resultados foram posteriormente comparados por análises estatísticas.

3.11 – ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA

Por meio da análise dinâmico-mecânica (DMA), foram determinadas as propriedades mecânicas viscoelásticas dos aerogel. No DMA, as amostras são submetidas a uma deformação cíclica sob determinadas condição de temperatura e frequência. A partir dessa análise, é possível determinar o módulo de armazenamento E' , que indica a rigidez do material, e o fator de perda $\tan \delta$, que relaciona o módulo de armazenamento com o módulo de perda E'' , permitindo a identificação das transições viscoelásticas.

A análise foi realizada em um analisador dinâmico-mecânico DMA Netzsch 242 E, em modo de compressão com modulo e suporte de 15 mm. Foram preparadas amostras com formato cilíndrico, com diâmetro variando de 18 a 20 mm e altura de 6 a 8 mm. Os experimentos foram conduzidos em uma faixa de temperatura de -100 °C a 120 °C, com taxa de aquecimento de 2 °C/min, frequência de oscilação de 1 Hz e amplitude de deformação de 25 µm. Conforme a norma ASTM D4065-12, a amplitude de deformação foi determinada de forma a garantir que a deformação permanecesse na região elástica, sendo, portanto, inferior a 1% da altura do corpo de prova.

3.12 – CAPACIDADE DE SORÇÃO E RETENÇÃO DE ÓLEO

A capacidade de sorção e retenção de óleo dos aerogéis foi avaliada utilizando óleo de soja comercial. O ensaio foi realizado em quadruplicata para garantir a validação dos dados, empregando aerogéis produzidos em formato cilíndrico.

Para cada amostra, béqueres contendo aproximadamente 30 mL de óleo foram preparados. A massa inicial seca de cada aerogel foi registrada antes da imersão. Em seguida, cada aerogel foi cuidadosamente colocado sobre o óleo, permitindo que submergisse naturalmente, e permaneceu imerso por 5 minutos. Após esse período, as amostras foram retiradas com o auxílio de uma pinça e mantidas suspensas por 30 segundos para permitir a remoção do excesso de óleo. As amostras foram então pesadas novamente para determinar a massa do aerogel com o óleo absorvida. A Figura 10 mostra o aerogel totalmente submerso em óleo (a) e após a sua retirada (b).

A capacidade de sorção foi calculada com base na massa do aerogel após a sorção e na massa inicial do aerogel, conforme a Equação 12:

$$CapAbs = \frac{m_{abs} - m_0}{m_0} \quad \text{Equação 12}$$

$CapAbs$ = capacidade de sorção (g/g);

m_{abs} = massa do aerogel após sorção (g);

m_0 = massa inicial do aerogel seco (g).

Cada aerogel saturado com óleo foi colocado em um tubo Falcon com uma barreira física semelhante a uma tela no fundo e submetido à centrifugação por 20 minutos a 9000 rpm. Após a centrifugação, as amostras foram pesadas novamente. A capacidade de retenção de óleo do aerogel foi determinada pela porcentagem de óleo remanescente no aerogel após a centrifugação em relação ao total absorvido, conforme a Equação 13:

$$CapRet = \frac{m_c}{m_{abs}} 100 \quad \text{Equação 13}$$

$CapRet$ = capacidade de retenção (%)

m_c = massa do aerogel após centrifugação (g)

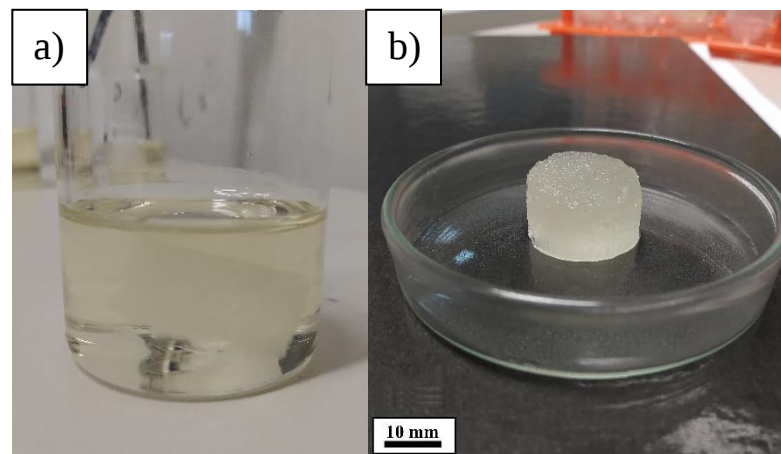


Figura 10: Aerogel MCNR 50/50 durante e após a imersão em óleo: (a) aerogel imerso em óleo e (b) aerogel após a sorção.

A cinética de sorção foi analisada em um período de 30 minutos. Para isso, cada aerogel foi imerso em óleo por um minuto. Após esse tempo, o aerogel foi removido para a medição da massa de óleo sorvida. Em seguida, foi novamente submerso por mais um minuto para uma

nova medição. Esse processo cíclico foi repetido até completar 30 minutos. Os resultados das massas de óleo sorvido foram então plotados em um gráfico.

3.13 – AVALIAÇÃO DA HIDROFOBICIDADE POR ÂNGULO DE CONTATO

A hidrofobicidade da superfície foi classificada com base no ângulo de contato (θ) formado por uma gota de água, seguindo os seguintes critérios:

- Materiais hidrofílicos: $\theta \leq 90^\circ$
- Materiais hidrofóbicos: $\theta > 90^\circ$
- Materiais superhidrofóbicos: $\theta > 150^\circ$

O experimento foi desenvolvido em três etapas: deposição da gota sobre o material, registro de imagens e determinação dos ângulos de contato. Sobre cada aerogel, foi depositada cuidadosamente uma gota de água destilada de aproximadamente 3 μL , utilizando uma micropipeta com capacidade de 2 a 20 μL . Em seguida, o registro das imagens foi realizado com uma câmera fotográfica digital Nikon 3200. A Figura 11 ilustra a estrutura montada para o registro das imagens (a) e a forma como foi registrada o ângulo de contato na superfície do aerogel (b).

As fotografias foram posteriormente analisadas com o software ImageJ, no qual foram realizadas três medições do ângulo de contato para cada imagem. A média dos ângulos obtidos foi utilizada para classificar a molhabilidade dos materiais.

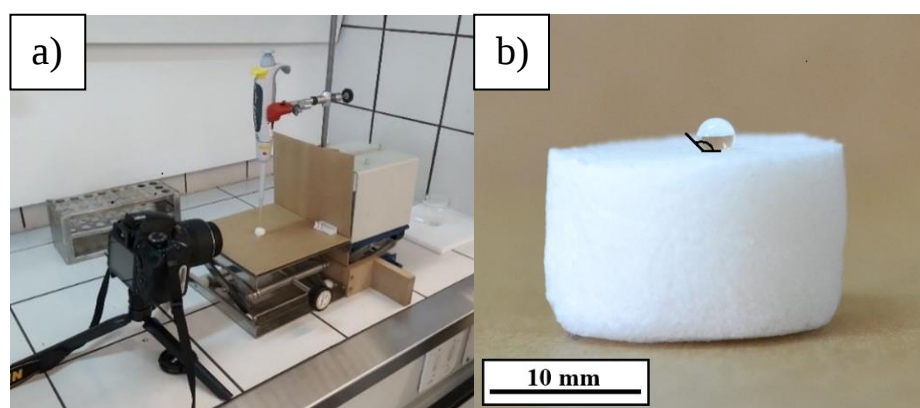


Figura 11: Procedimento de medição do ângulo de contato nos aerogéis: (a) estrutura montada para o registro fotográfico e (b) ângulo formado pela gota sobre a superfície de um aerogel.

3.14 – ESTUDO DA AFINIDADE DO AEROGEL PARA A SEPARAÇÃO DE ÓLEO E ÁGUA

A capacidade de sorção de óleo e água pelos aerogéis foi investigada em duas condições distintas, heterogêneo e homogêneo, utilizando amostras cilíndricas de aerogéis de celulose pura (MC 100), borracha pura (NR 100) e seus compósitos (MCNR 80/20, MCNR 50/50, MCNR 20/80), além de água destilada, óleo de soja comercial e recipientes como placas de Petri e tubos Falcon, como apresentado na Figura 12. A massa seca inicial de cada aerogel foi registrada antes do processo.

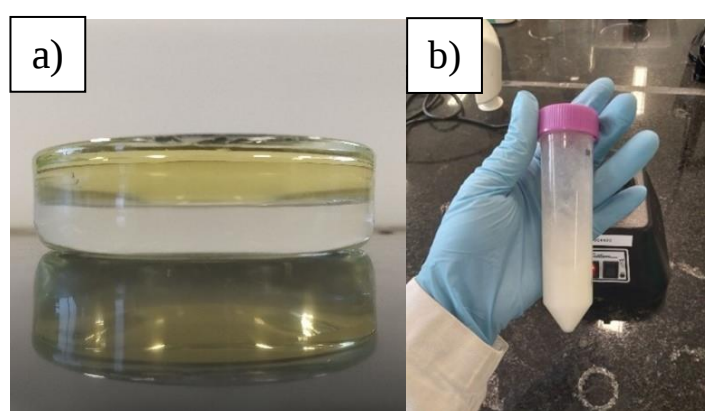


Figura 12: Diferentes condições da mistura óleo-água utilizadas no estudo da afinidade do aerogel para separação de fases: (a) sistema heterogêneo com duas fases bem definidas e (b) sistema homogêneo após agitação intensa.

Ensaio em Meio Heterogêneo: para a condição de meio heterogêneo, foram utilizadas placas de Petri com aproximadamente 32 mm de diâmetro. Em cada placa, adicionou-se 10 mL de água destilada e 10 mL de óleo de soja. Esses volumes foram determinados com base na capacidade da placa, assegurando que o aerogel ficasse totalmente submerso, garantindo o contato uniforme com ambos os componentes. O aerogel foi imerso na solução e mantido por 1 hora.

Ensaio em Meio Homogêneo: para a condição de meio homogêneo, 5 mL de água e 5 mL de óleo foram adicionados a tubos Falcon de 50 mL. A mistura foi então agitada em um vórtex (Fisatom) por 1 minuto para garantir a homogeneização inicial do meio. Em seguida, o aerogel foi imerso na solução e mantido por 1 hora.

Após o período de imersão, os aerogéis de ambas as condições foram cuidadosamente retirados com o auxílio de pinças e suspensos por 30 segundos para permitir a remoção do

excesso de líquido. Posteriormente, as amostras foram transferidas para placas de Petri de massa conhecida, onde a massa total (aerogel + líquido absorvido + placa) foi registrada.

Para determinar a massa de óleo e água absorvida, cada amostra de aerogel foi seca em estufa a 85 °C por 48 horas, com pesagens intermediárias realizadas após 24 horas. Durante todo o processo de secagem e pesagem, as amostras foram mantidas nas placas de Petri para evitar perdas de material, e a massa das placas foi subtraída posteriormente.

A massa de óleo absorvida foi determinada pela diferença entre a massa do aerogel após a secagem e a massa inicial do aerogel, conforme a Equação 14.

A massa de água absorvida foi calculada pela diferença entre a massa total do aerogel após a sorção e a massa final após a secagem, conforme a Equação 15.

A porcentagem de óleo e água em relação ao total absorvido foi determinada pelas Equação 16 e Equação 17.

$$m_{\text{óleo}} = m_f - m_i \quad \text{Equação 14}$$

$$m_{\text{água}} = m_{\text{abs}} - m_f \quad \text{Equação 15}$$

$$\%_{\text{óleo}} = \frac{m_{\text{ol}}}{m_t - m_i} 100 \quad \text{Equação 16}$$

$$\%_{\text{água}} = \frac{m_{\text{ag}}}{m_t - m_i} 100 \quad \text{Equação 17}$$

m_i = massa inicial do aerogel (g);

m_t = massa total do aerogel após sorção (g);

m_f = massa pós estufa (g);

m_{ol} = massa de óleo absorvido (g);

m_{ag} = massa de água absorvida (g).

3.15 – MÉTODOS DE ANÁLISE ESTATÍSTICAS

Neste trabalho, a síntese de compósitos foi realizada seguindo diferentes proporções de cada componente. Dessa forma, para comparar os resultados obtidos nas análises, torna-se necessário utilizar testes estatísticos que garantam a significância estatística das diferenças observadas. Assim, foram realizados os testes de Análise de Variância (ANOVA) e Tukey.

A Análise de Variância (ANOVA) foi empregada para comparar as médias dos resultados dos cinco materiais e verificar se há influência significativa do fator analisado. O teste foi conduzido com um nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$). A hipótese nula (H_0) assume que não há diferença entre as médias dos grupos, enquanto a hipótese alternativa (H_1)

sugere a existência de pelo menos uma diferença significativa. Ambas as análises estatísticas foram realizadas utilizando o Microsoft Excel.

Quando uma diferença significativa foi detectada entre as amostras, o teste de Tukey foi aplicado para realizar comparações múltiplas. Dessa forma, foi possível identificar quais grupos apresentavam diferenças estatisticamente significativas entre si, minimizando o erro tipo I associado a múltiplas comparações.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – APARÊNCIA E MORFOLOGIA DOS AEROGÉIS

Os aerogéis obtidos a partir de dispersões aquosas de celulose de algodão e látex de borracha natural em diferentes proporções estão apresentados na Figura 13. Os aerogéis apresentam boa estruturação e formatos bem definidos, o que evidencia a eficácia da metodologia utilizada na sua produção. A aparente homogeneidade dos materiais também sugere a viabilidade da síntese por meio de uma variação composicional sistemática, do material puro à substituição completa, o que permitiu analisar as propriedades mecânicas, térmicas e químicas resultantes.

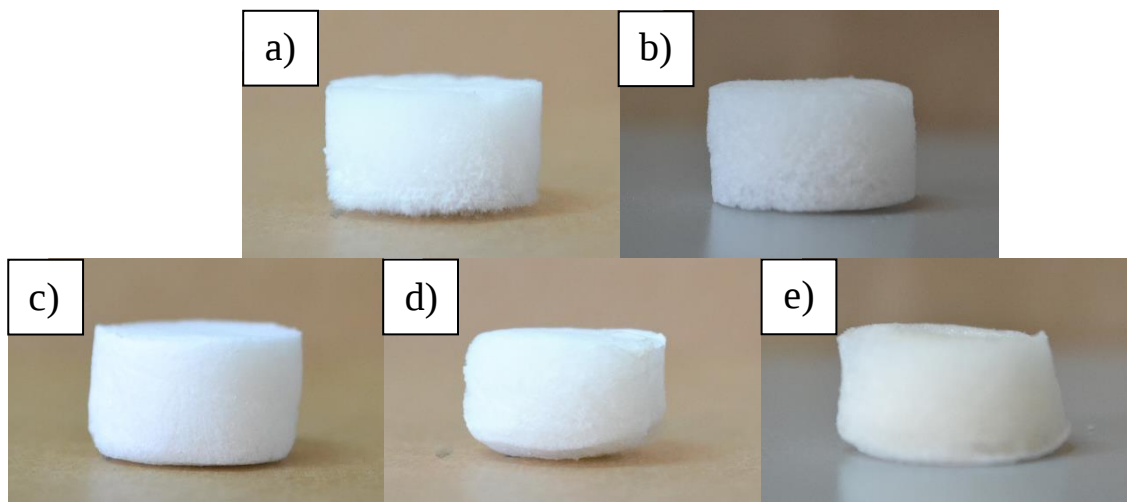


Figura 13: Aerogéis desenvolvidos: aerogéis de (a) celulose pura MC 100, (b) compósitos MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50, (d) MCNR 20/80 e (e) borracha pura NR 100.

A fim de analisar a morfologia e topologia dos aerogéis, foram utilizadas técnicas de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Essas análises permitiram observar detalhadamente tanto as características dos materiais puros quanto dos compósitos, em diferentes escalas, fornecendo uma visão abrangente da estrutura interna e superficial dos materiais. As análises por MET foram realizadas a partir das dispersões

secas dos materiais puros e dos compósitos formulados, enquanto o MEV foi conduzido diretamente nos aerogéis. As micrografias são apresentadas na Figura 14.

A Figura 14a apresenta um conjunto de elementos alongados com diferentes espessuras, que se cruzam em várias direções. Essas estruturas correspondem às fibras de celulose obtidas por cisalhamento e dispersão mecânica das fibras de algodão. Observa-se uma grande variação no diâmetro das fibras, sendo possível identificar fibras com espessuras de até 13 nm. O alto cisalhamento aplicado durante o processo de dispersão rompeu as estruturas originais, transformando-as em microfibrilas. As micrografias de MET não revelam fibras seccionadas, o que sugere que o cisalhamento atingiu preferencialmente as ligações intermoleculares de van der Waals e de hidrogênio, preservando as ligações covalentes da cadeia principal (Fiorote et al., 2019). Embora a variação de espessura indique que o processo não garantiu uma dispersão totalmente homogênea, o aspecto de partículas longas com diâmetros em escala nanométrica permite classificá-las como nanoestruturas (ISO/TS 20477:2017, [S.d.]).

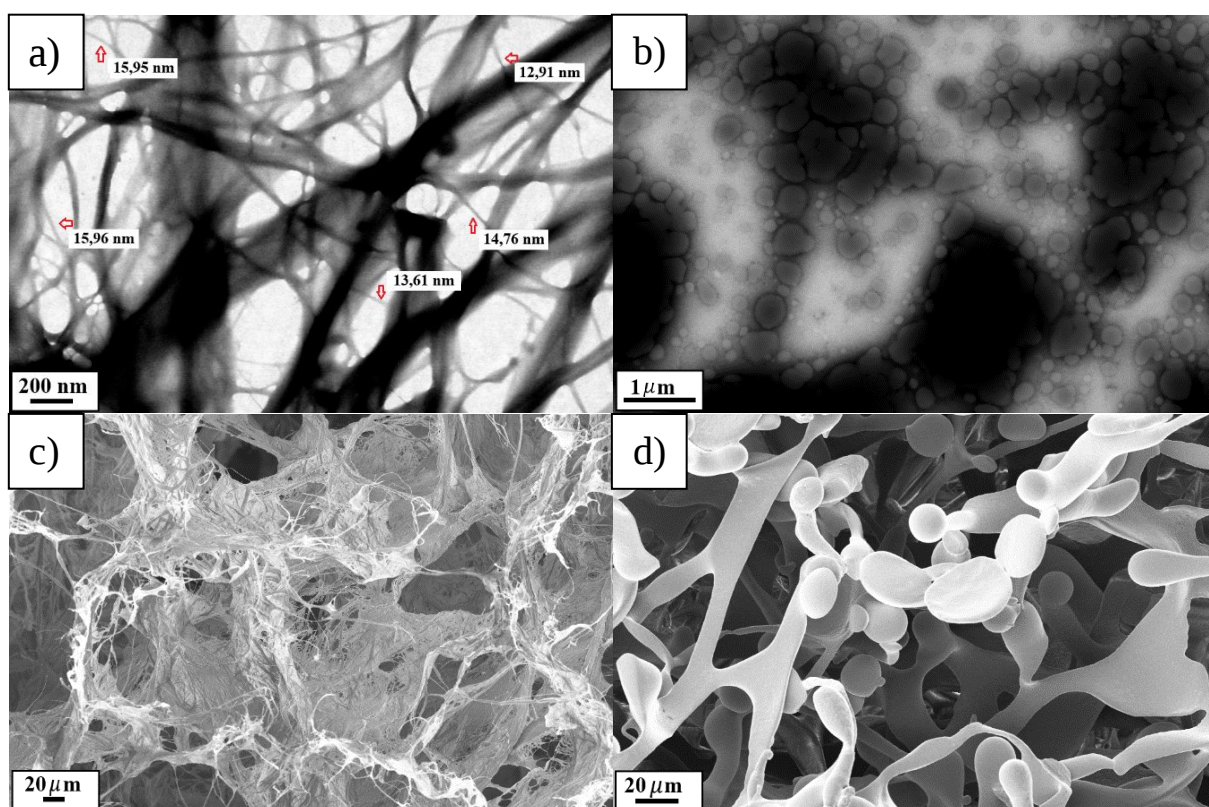


Figura 14: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão das suspensões de (a) celulose e (b) borracha natural e por microscopia eletrônica de varredura dos aerogéis de (c) celulose pura e (d) borracha pura.

Dessa dispersão, originou-se o aerogel visualizado na Figura 14c. Observa-se que a alta razão entre o comprimento e a espessura favoreceu um maior contato entre as fibras,

promovendo o entrelaçamento entre elas e facilitando a formação de redes tridimensionais. A estrutura apresenta tanto macroporos quanto micro e mesoporos, um aspecto favorecido pela própria arquitetura das fibras e suas interações (He et al., 2023). O aumento do contato proporcionado pelas dimensões micro e nano das fibras também contribuiu para uma maior porosidade. Estudos mostram que a nanoestruturação de fibras proporciona maiores áreas de contato, além de uma maior dispersão, quando comparados aos aerogéis formados por fibras de algodão sem tratamento (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018).

Na micrografia referente a borracha natural (Figura 14b), destacam-se as características de suas partículas amorfas: estruturas arredondadas com centros mais escuros, indicativo de uma maior concentração de massa, circundadas por uma auréola mais escura, atribuída às proteínas, fosfolipídios e outros componentes presentes no soro. Consequentemente, na micrografia do aerogel de borracha (Figura 14d), as partículas mantiveram seu formato arredondado, promovendo uma rede com aspecto curvilíneo e espaços maiores entre suas ligações. Ao contrário do aerogel de celulose, as estruturas se mostram menos interconectadas e com menor presença de micro e mesoporos, conferindo um aspecto de maior densidade.

A Figura 15 fornece detalhes sobre os aerogéis dos compósitos.

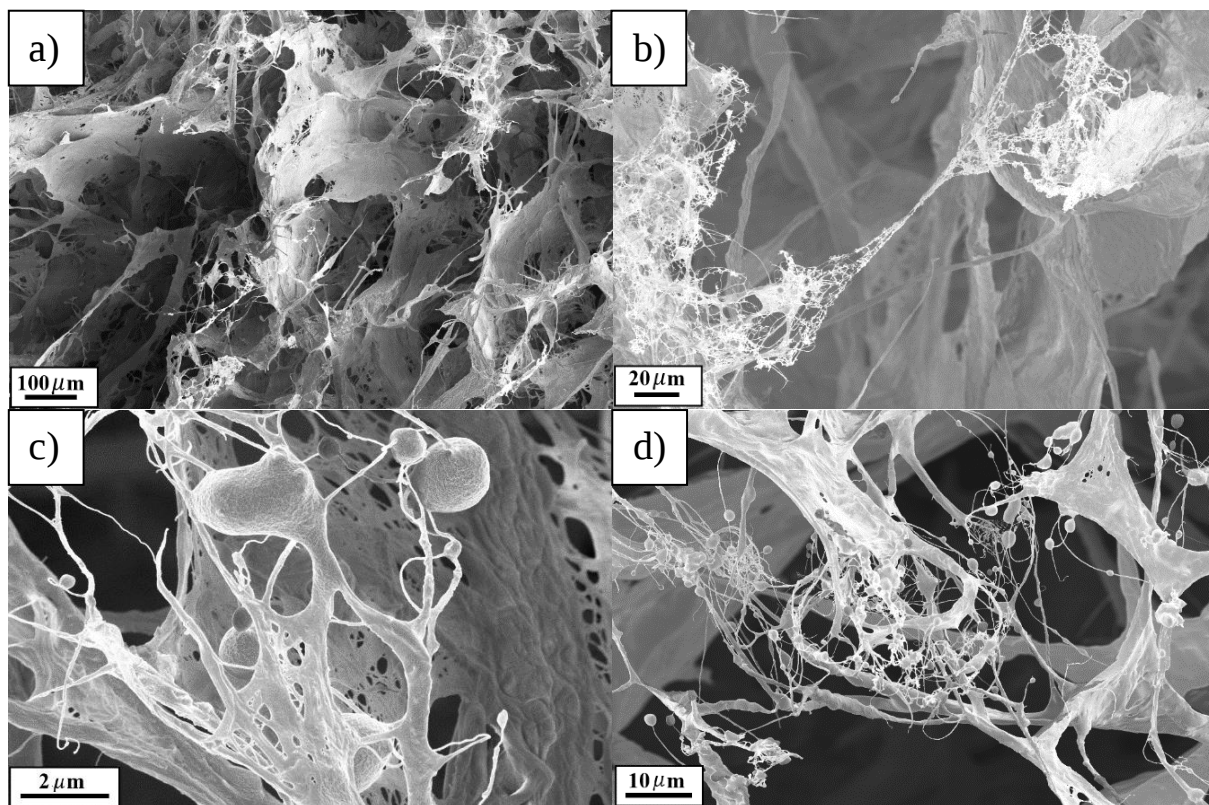


Figura 15: Microscopia Eletrônica de varredura dos aerogéis (a) MCNR 80/20, (b) MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50 e (d) MCNR 20/80 em diferentes ampliações.

No aerogel MCNR80/20 (Figura 15a), observam-se estruturas semelhantes a teias de aranha e placas que delimitam os poros. Essas características, mais evidentes em aerogéis com maiores teores de celulose, são atribuídas ao processo de liofilização. A literatura explica que, durante o congelamento das dispersões, a formação dos cristais de gelo direciona a posição das partículas, e essa disposição é preservada após a sublimação da água, resultando na morfologia observada (Abdullah et al., 2023; Chen et al., 2014).

Ao observar as micrografias dos compósitos MCNR 50/50 e MCNR 20/80 (Figura 15c e 15d), constata-se que, à medida que a porcentagem de borracha aumenta, ocorre uma mudança na morfologia do aerogel. A característica de placas torna-se menos evidente, dando lugar a estruturas mais condensadas e menos interligadas, conferindo um aspecto de maior densidade. A presença da borracha dificulta a formação de uma rede contínua e alinhada das nanofibras de celulose, proporcionada pelo crescimento dos cristais de gelo. O mesmo fenômeno também foi observado em outros estudos (Chhajed; Verma; Maji, 2024). Nessas micrografias, a presença de partículas de borracha distribuídas ao longo das fibras demonstra adesão e estruturação estável, reforçada pela diferença de escala entre as fibras de menor diâmetro e as partículas de borracha, as quais atuam como suporte.

As microscopias de MET do compósito MCNR20/80, apresentadas na Figura 16, permitem observar as interações entre as nanoestruturas de celulose e as partículas de borracha natural (NR). Nas imagens em campo claro, Figura 16a, é possível observar regiões onde as fibras de celulose, em tons mais escuros, estão envoltas pela borracha, que aparece em tons mais claros quando em menores concentrações. Uma análise semelhante, considerando as tonalidades de cores entre as microfibras de celulose e as partículas de borracha, também foi realizada por outros estudos (Fiorote et al., 2019).

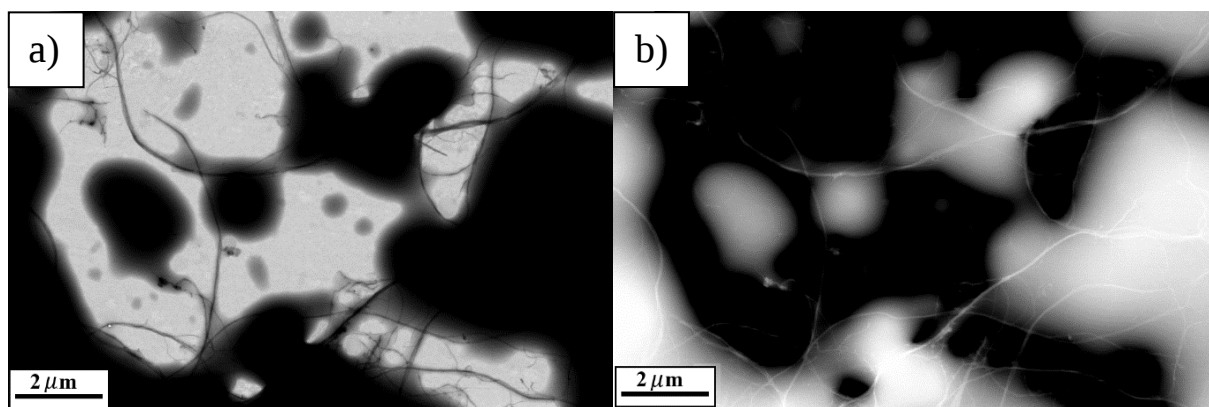


Figura 16: Microscopia eletrônica de transmissão da dispersão do compósito MCNR 20/80. Imagens de (a) campo claro e (b) campo escuro.

Nas imagens de campo escuro, as fibras de celulose aparecem como linhas brilhantes atravessando domínios formados por borracha. A diferença de contraste decorre da cristalinidade da celulose e da natureza amorfa da borracha. Nota-se que as fibras atravessam as partículas de borracha, indicando uma interação efetiva entre os dois componentes. A adesão no material seco está associada a interações entre as partículas, corroborada também pela inexistência de regiões de vazio entre suas interfaces (Fiorote et al., 2019; Valadares, 2005).

Além disso, as deformações observadas nas partículas de borracha, originalmente esféricas (Figura 14b), sugerem que as interações com as nanoestruturas de celulose influenciaram sua morfologia, evidenciados por MEV, como as apresentadas nas Figura 15c e Figura 15d, dos compósitos MCNR 50/50 e MCNR 20/80.

A formulação dos compósitos em meio aquoso, seguida de secagem, mostrou-se eficiente para obter uma estrutura coesa. Isso é favorecido pelo efeito de coalescência, onde o processo de adesão ocorre por meio da agregação e concentração das partículas pela evaporação da água, resultando na adesão devido as forças intermoleculares entre a celulose e a borracha natural.

4.2 – DENSIDADE E POROSIDADE

Após o processo de liofilização, foram determinados a densidade, a porosidade e o encolhimento volumétrico dos materiais obtidos. Os resultados demonstram a efetividade da secagem por liofilização na obtenção de aerogéis de baixa densidade e alta porosidade. A Tabela 1 apresenta os valores dos teores de sólidos dispersões antes do processo de secagem e da densidade, porosidade e encolhimento volumétrico obtidos após liofilização.

Tabela 1: Propriedade texturais dos aerogéis puros e compósitos de celulose e borracha. Teores de sólidos das dispersões e densidade, porosidade e encolhimento volumétrico dos aerogéis.

Amostra	Teor de sólidos (% m/m)	Densidade (g/cm ³)	Porosidade (%)	Encolhimento volumétrico (%)
MC 100	0,5	0,0063 ± 0,0001	99,58 ± 0,00	17,51 ± 2,50
MCNR 80/20	0,62	0,0078 ± 0,0001	99,42 ± 0,01	15,76 ± 0,74
MCNR 50/50	0,95	0,0102 ± 0,0003	99,10 ± 0,03	13,82 ± 1,83
MCNR 20/80	0,83	0,0081 ± 0,0001	99,19 ± 0,01	9,44 ± 1,50
NR 100	5	0,0561 ± 0,0023	93,80 ± 0,29	26,08 ± 5,51

Assim como esperado, os aerogéis desenvolvidos apresentaram baixa densidade e uma alta porosidade. Para os aerogéis de celulose pura e dos compósitos, a densidade variou entre 0,0063 g/cm³ e 0,0102 g/cm³, enquanto o aerogel de borracha pura apresentou 0,0561 g/cm³. Observa-se uma relação direta entre o teor de sólidos das dispersões e a densidade dos aerogéis obtidos. A porosidade, por ser um parâmetro que relaciona a densidade apresentada com o seu volume final, sofre influência do encolhimento volumétrico apresentado por cada amostra. Verificou-se que a porosidade dos aerogéis com celulose apresentaram uma porosidade de mais de 99% e o de borracha pura de 93%, o que demonstra a eficácia da metodologia empregada. A formação de materiais com altíssima porosidade, frequentemente superando 99% em aerogéis de celulose CHENG (Cheng et al., 2017), é um indicador importante para o desempenho esperado de aerogéis.

A Figura 17 apresenta a morfologia dos cinco aerogéis desenvolvidos com aumento de 100x.

Observa-se que os materiais apresentaram alta porosidade, como já indicado pelos índices de porosidade. Considerando que todas as imagens foram obtidas com a mesma ampliação, nota-se uma diferença entre os formatos e tamanhos dos poros entre os aerogéis.

Os aerogéis de celulose pura MC100 (Figura 17a), MCNR 80/20 (Figura 17b) e MCNR 20/80 (Figura 17d), apresentaram poros maiores quando comparados aos aerogéis MCNR 5050 Figura 17c e de borracha pura Figura 17e. Nota-se que há uma relação entre o teor de sólido das dispersões e o menor tamanho dos poros.

Outro parâmetro analisado foi a diminuição do volume após a secagem, em comparação ao volume da dispersão congelada. Essa análise é relevante para uma avaliação macroscópica da estabilidade da matriz polimérica após o processo de secagem. O encolhimento volumétrico está relacionado a diversos fatores, como a composição e o teor de sólidos na dispersão inicial, o tipo de secagem e o grau de dispersão antes do congelamento.

Para os aerogéis com maior teor de celulose (MC100, MCNR 80/20 e MCNR50/50), o encolhimento volumétrico foi relativamente próximo, variando entre 13,82% e 17,51 %. Em contrapartida, o aerogel MCNR20/80 apresentou o menor encolhimento, 9,44%, enquanto o de borracha pura apresentou o maior valor, 26,08%. Entre os três primeiros aerogéis, observou-se uma relação inversa entre o teor de sólidos e o encolhimento volumétrico: quanto menor o teor de sólidos, maior o encolhimento. Esse comportamento pode estar associado tanto à uma maior presença de espaços vazios nas formulações com menor teor, quanto ao fato de um maior

número de nanoestruturas favorecer a formação de mais ligações. Fibrilas menores favorecerem uma melhor acomodação durante a formação do aerogel (Nguyen et al., 2022).

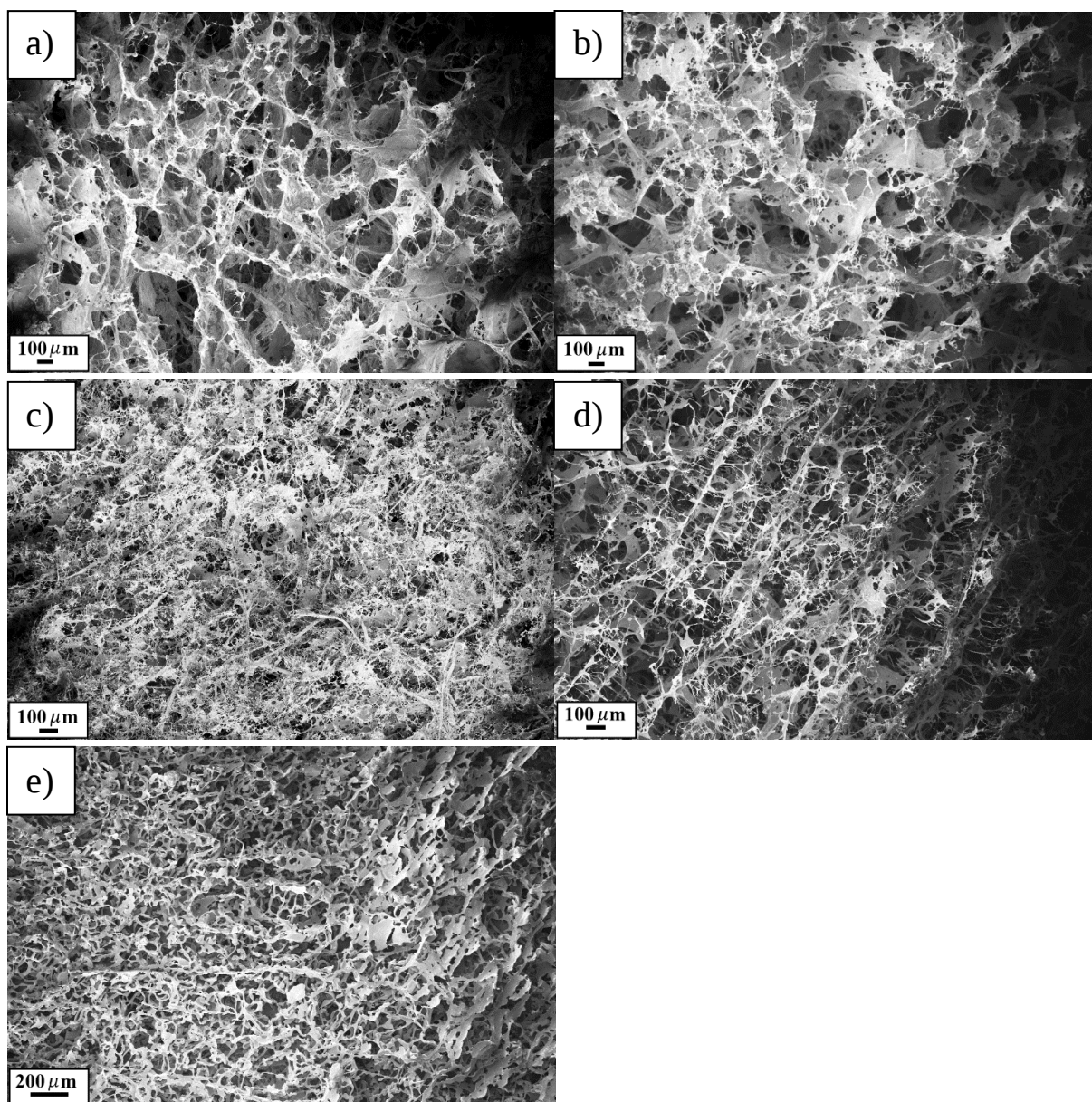


Figura 17: Micrografias eletrônicas de varredura da superfície dos aerogéis dos materiais puros e compósitos com aumento de 100x: (a) MC100, (b) MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50, (d) MCNR 20/80, e (e) NR100.

De forma contrária, o aerogel de borracha natural apresentou o maior encolhimento volumétrico, mesmo tendo maior teor de sólidos. Esse aspecto pode estar relacionado às características intrínsecas da borracha e a morfologia final do material, aspectos mais bem evidenciados nas análises de microscopia. Por fim, destaca-se que o aerogel MCNR 20/80 foi o que apresentou o menor encolhimento volumétrico. Apesar de conter uma maior porcentagem

de borracha em comparação com os demais compósitos, a presença das fibras de celulose permitiu uma melhor manutenção de sua estrutura quando comparado ao aerogel de borracha pura. Isso demonstra a importância da celulose como agente estruturante na formação e estabilidade dos aerogéis.

4.3 – ENSAIO DE COMPRESSÃO

No ensaio de compressão, os materiais apresentaram grande sensibilidade às variações de densidade e porosidade. Dessa forma, a técnica de suavização *Smooth* foi aplicada para uma melhor interpretação visual do comportamento dos materiais. A Figura 18 apresenta as curvas corrigidas de tensão vs. deformação obtidas a partir do ensaio.

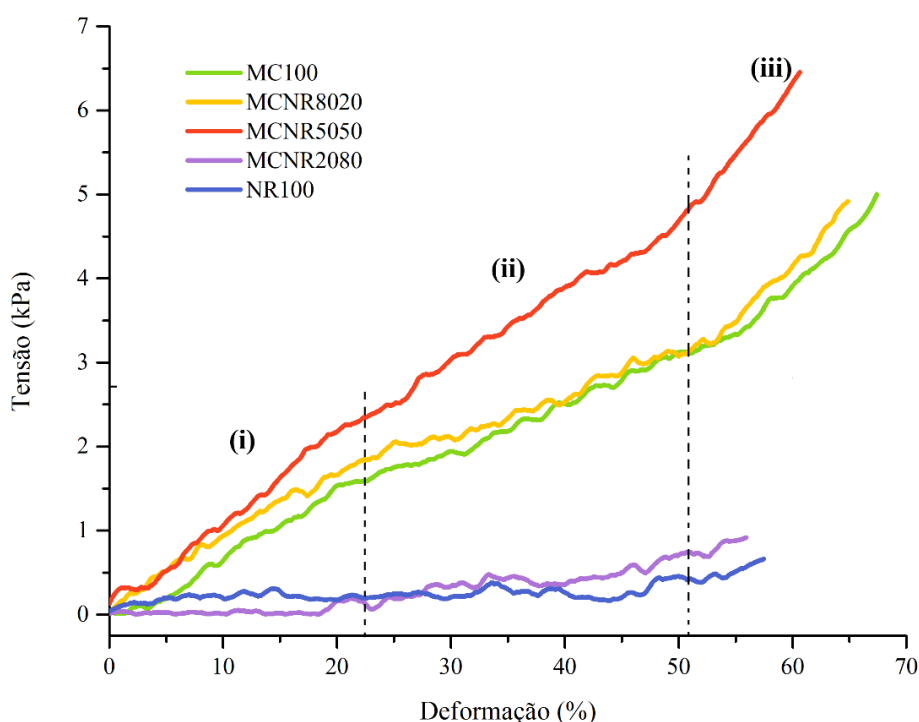


Figura 18: Propriedades mecânicas dos aerogéis sob compressão. Curvas de tensão *versus* deformação obtidas após suavização com *smooth* de 500 pontos, para observação da tendência do comportamento mecânico.

As curvas apresentaram um comportamento típico de aerogéis à base de biopolímero, com a presença de três regiões bem definidas: (i) região elástica, (ii) região plástica e (iii) região de densificação (Sehaqui et al., 2010; Wang et al., 2018). Esse comportamento é observado com maior definição nos aerogéis de maiores porcentagens de celulose MC 100, MCNR 80/20 e MCNR 50/50. A região elástica ocorre até aproximadamente 20–25% de deformação,

apresentando um comportamento linear. Em seguida, observa-se a deformação plástica da estrutura porosa. Por fim, a partir de cerca de 50% de deformação, há um aumento acentuado da tensão, indicando o início da densificação do material. Nesse ponto, a estrutura porosa começa a colapsar, resultando em um material mais denso. O aumento do contato entre as paredes dos poros contribui para o aumento da resistência do material (Zou et al., 2020).

A maior inclinação na curva, na região elástica do aerogel do compósito MCNR50/50, sugere uma maior rigidez e resistência à compressão em comparação as demais materiais.

Por outro lado, nos aerogéis de borracha pura e no compósito MCNR20/80, não foi possível identificar claramente as três regiões. Observou-se apenas uma variação no momento da densificação, aproximadamente a 45% de deformação. Os baixos valores mostram uma menor resistência do material.

A Tabela 2 apresenta as propriedades mecânicas dos aerogéis, obtidas a partir das curvas de tensão *versus* deformação.

Tabela 2: Comportamento compressivo dos aerogéis puros e compósitos em relação à módulo de elasticidade, tensão de compressão e limite de escoamento.

Amostra	Módulo de Elasticidade E (kPa)	Razão $E/\rho \left(\frac{kPa \cdot cm^3}{g} \right)$	Tensão de compressão (kPa)	Limite de escoamento (kPa)
MC 100	$7,68 \pm 0,16^a$	1219	$0,97 \pm 0,19^a$	$2,02 \pm 0,17^a$
MCNR 80/20	$9,39 \pm 0,92^a$	1203	$0,97 \pm 0,13^a$	$2,05 \pm 0,24^a$
MCNR 50/50	$9,27 \pm 1,82^a$	908	$1,49 \pm 0,36^b$	$2,51 \pm 0,37^b$
MCNR 20/80	$1,28 \pm 0,27^b$	158	$0,37 \pm 0,13^c$	$0,28 \pm 0,09^c$
NR 100	$2,77 \pm 0,77^b$	49	$0,23 \pm 0,10^c$	$0,23 \pm 0,16^c$

^{a, b, c} as letras diferentes para a mesma coluna indicam amostras significativamente diferentes ($p < 0,05$).

Ao compararmos os aerogéis dos materiais puros, observa-se que o aerogel de celulose pura (MC 100) exibe maiores valores de módulo de elasticidade e resistência à compressão do que o aerogel de borracha pura. Para os materiais compósitos, a presença da borracha em menores proporções proporcionou um aumento no módulo de elasticidade.

O aumento do módulo de elasticidade e resistência à compressão nos aerogéis pode ser atribuído à maior estabilidade estrutural na matriz de borracha pelas fibras. Conforme indicado na Figura 15 de microscopia, o emaranhamento das fibras favorece maior contato e ligações entre si na rede tridimensional. O efeito da microfibrilação também resulta na melhora da resistência (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018). Em contrapartida, a menor presença das

fibras e a menor conectividade existente no aerogel com maiores porcentagens de borracha pura, resultou na menor resistência mecânica entre os aerogéis.

A combinação entre celulose e borracha resultou em materiais com propriedades mecânicas superiores às dos materiais puros. Isso evidencia a eficiência na transferência de tensão, que por sua vez, demonstra uma forte interação interfacial entre os materiais (Sethulekshmi; Saritha; Joseph, 2022).

Ao comparar com materiais semelhantes na literatura, o desempenho mecânico específico (razão E/ρ) dos aerogéis desenvolvidos neste estudo encontra-se dentro da média observada. Em alguns casos, os aerogéis de celulose superaram a média (Khlebnikov; Silant'ev; Shchipunov, 2018), enquanto aqueles com maiores teores de borracha apresentaram desempenho inferior (Chhajed et al., 2023).

4.4 – PROPRIEDADES TÉRMICAS E DINÂMICO MECÂNICAS DOS AEROGÉIS

O desempenho térmico e a estabilidade são propriedades cruciais no desenvolvimento e estudo de materiais, influenciando diretamente sua aplicação em diversos contextos. Neste estudo, foram realizadas análises de Termogravimetria (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Análise Dinâmico-Mecânica (DMA).

A Figura 19 apresenta as curvas de TG e DSC dos aerogéis de celulose e borracha puras (MC100 e NR100), bem como de seus compósitos (MCNR 80/20, MCNR 50/50 e MCNR 20/80). Inicialmente notamos que todos os materiais apresentam perfis de degradação semelhantes, com um estágio de degradação principal, o que sugere uma similaridade no comportamento térmico entre eles. A degradação dos materiais ocorre na faixa de 300 °C a 450 °C, sendo que os aerogéis permaneceram estáveis até cerca de 250 °C.

Uma perda de massa inicial, de menor intensidade e em baixas temperaturas (inferior a 100 °C) foi identificada nas amostras com maiores teores de celulose, especialmente na de celulose pura. Essa perda, é atribuída à evaporação da umidade presente no material. O percentual de perda de massa observado foi de aproximadamente 6% para o aerogel de celulose pura, diminuindo com o aumento da fração de borracha no material. Assim como demonstra a literatura, a redução da porcentagem de umidade presente também é um indicativo do efeito da hidrofobicidade no aerogel (Chhajed et al., 2023).

Após a região de perda de umidade, observa-se na curva de DSC, do aerogel de celulose pura, um desvio da linha base como um evento endotérmico. Conforme a literatura, este evento

está associado a temperatura de transição vítrea (T_g) das partes amorfas da celulose e de componente como a hemicelulose (Roldi-Oliveira et al., 2022).

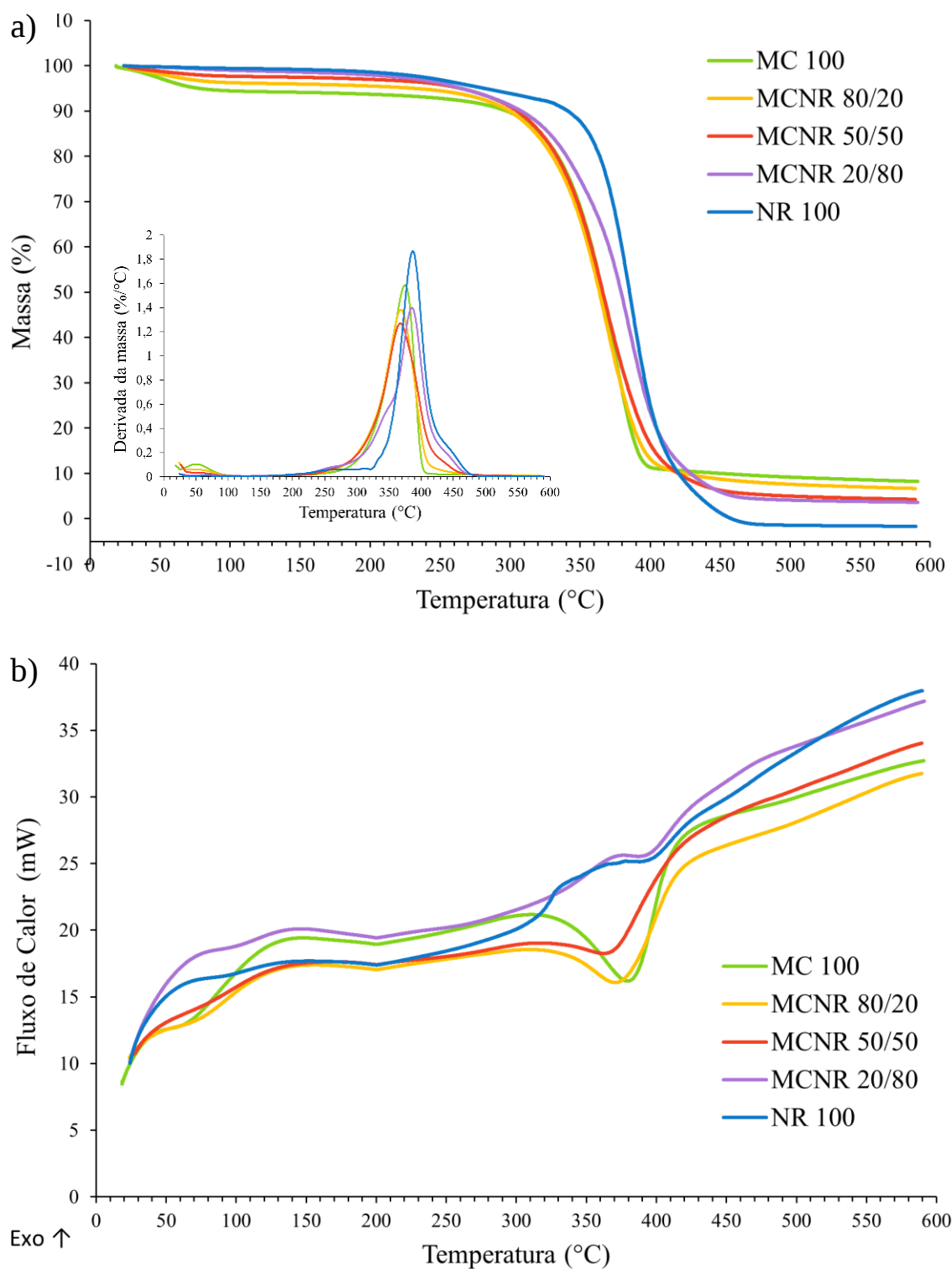


Figura 19: Análises mostrando o comportamento térmico dos aerogéis compostos de celulose e/ou borracha natural: (a) Curvas de TG-DTG; (b) Curvas de DSC.

Para o aerogel de borracha pura, não há uma perda de massa significativa até aproximadamente 250 °C, indicando a ausência de umidade, refletindo a natureza hidrofóbica da borracha. Contudo, entre 250 °C e 300 °C é observado uma pequena perda de massa, manifestada por um pequeno pico que se atenua gradualmente com o aumento da temperatura. Isso pode ser atribuído a decomposição de substâncias voláteis presentes na borracha. A degradação principal do aerogel de borracha pura teve seu início a aproximadamente 360 °C, apresentando um pico em sua derivada mais alto e estreito, o que sinaliza uma degradação mais rápida em relação aos demais aerogéis.

A análise da degradação térmica em ambiente inerte, revelou diferentes porcentagens de massa residual. A borracha pura demonstrou degradação completa até 600 °C, não deixando massa residual, evidenciando sua total transformação em gás. Por outro lado, para os demais aerogéis, a massa residual a 600 °C variou entre 4% e 8%. Essa porcentagem mostrou-se diretamente proporcional à quantidade de celulose presente, resultado da carbonização do biopolímero por pirólise, também observados em estudos na literatura (Nagalakshmaiah et al., 2015). Os principais eventos térmicos de degradação estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3: Principais eventos térmicos obtidos pelas análises de TG e DSC dos aerogéis.

Amostras	Temperaturas de degradação (°C)		Resíduo a 600 °C (%)	Temperatura máxima de degradação $T_{máx}$ (°C)	ΔH de degradação (J/g)
	T_{onset}	T_{endset}			
MC 100	340	390	8	375	195
MCNR 80/20	323	395	7	368	128
MCNR 50/50	325	400	4	367	71
MCNR 20/80	345	410	4	385	15
NR 100	360	415	0	387	13

Ao examinar os compósitos MCNR 80/20 e MCNR 50/50, os valores inferiores de temperatura inicial do evento (T_{onset}) em comparação com os de MC100 sugerem que a degradação nesses compósitos começa mais cedo que do material puro. Essa tendência também se reflete na temperatura de pico de degradação. No entanto, a temperatura final do evento (T_{endset}) dos dois compósitos é superior à da celulose pura, indicando uma faixa de degradação mais ampla. Já o compósito MCNR 20/80 exibe uma temperatura de início de degradação e

uma temperatura máxima de degradação mais elevadas que a celulose, com sua temperatura final (T_{endset}) aproximando-se da observada para a borracha pura.

Ao analisar as curvas DSC, o aerogel de celulose pura apresentou valor de entalpia de degradação superior ao do aerogel de borracha pura, com uma diferença expressiva entre eles: 195 J/g e 13 J/g, respectivamente. A cristalinidade da celulose contribui para sua maior resistência térmica, exigindo uma maior quantidade de energia para sua degradação, o que também é evidenciado pelo aumento do fluxo de calor envolvido. Por outro lado, os aerogéis com maiores teores de borracha, um componente amorfo, embora iniciem seu processo de degradação a temperaturas mais elevadas, não apresentam a mesma resistência térmica elevada, com em uma entalpia de degradação inferior.

Os compósitos apresentaram picos de degradação menos intensos e mais largos em comparação aos materiais puros, o que sugere uma maior estabilidade térmica (Teles et al., 2021). Isso indica que quando comparados aos aerogéis puros, apresentaram melhor capacidade de suportar a maiores temperaturas sem sofrer alterações significativas em suas propriedades físicas e químicas.

No que se refere a interação entre os componentes, a presença de uma única etapa de degradação, é um indicativo de boa dispersão e adesão entre as fibras de celulose e as partículas de borracha (Phomrak et al., 2020). Isso, por sua vez, demonstra a eficácia do processo de síntese dos compósitos em meio aquoso.

A boa interação entre os materiais também foi evidenciada por microscopias eletrônicas e pelo ensaio de compressão. Neste último, a boa interface entre os componentes possibilitou uma maior transferência de tensão, resultando em uma maior resistência à compressão, observada principalmente no aerogel do compósito MCNR 50/50. Essa interação também, será discutida pelos resultados da análise dinâmico-mecânica.

Pela análise dinâmico-mecânica (DMA), foram obtidas as curvas do módulo de armazenamento (E') e do fator de perda ($\tan \delta$) em função da temperatura, apresentadas na Figura 20.

Em relação ao comportamento do módulo de armazenamento (E') em função da temperatura, é possível identificar cinco regiões distintas nas curvas. A primeira é caracterizada por uma região inicial plana. Na segunda, observa-se uma queda de E' , seguida por uma terceira região com baixos valores de módulo. A quarta região apresenta um aumento no módulo, enquanto a quinta e última região corresponde a uma nova estabilização.

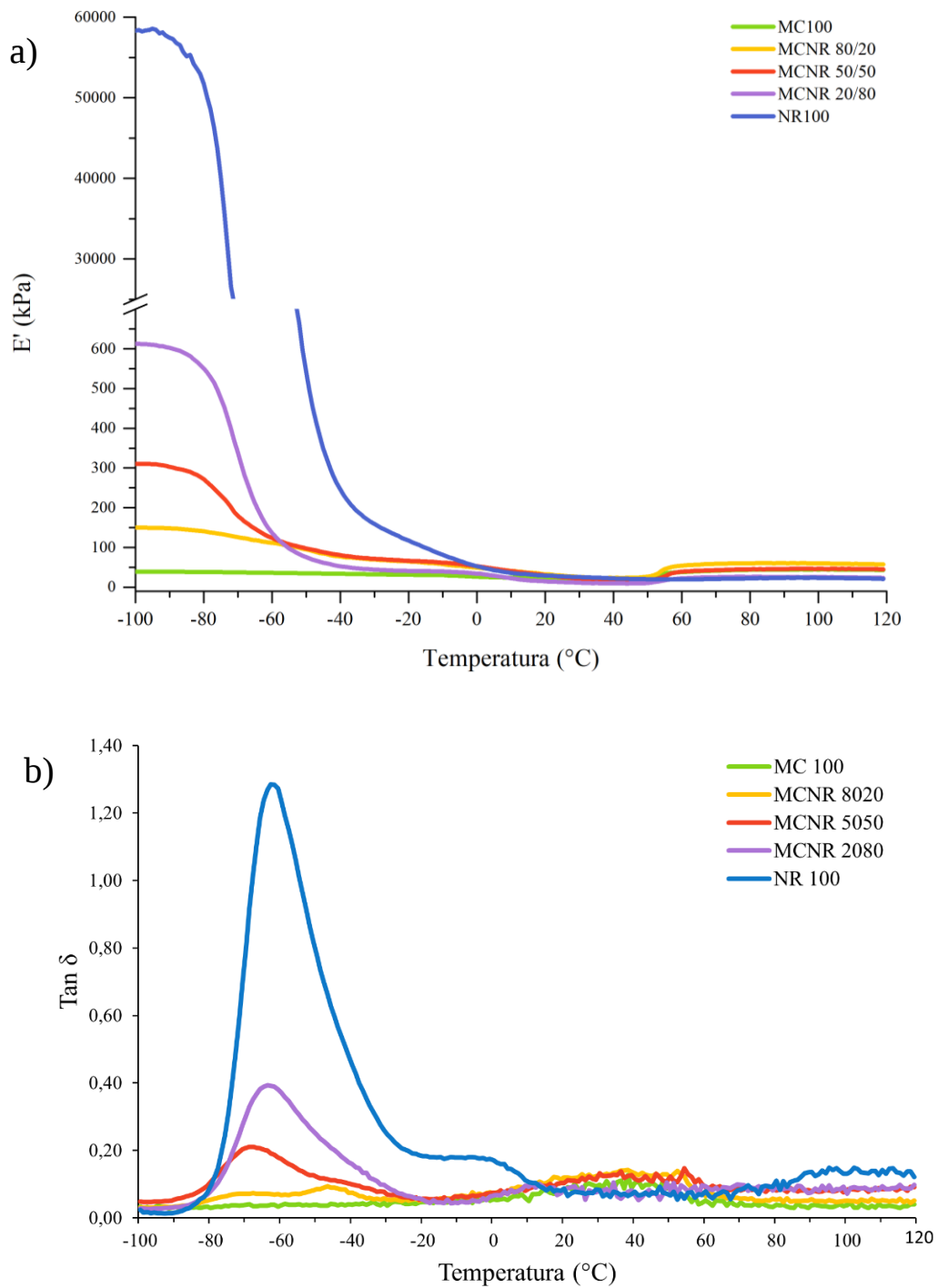


Figura 20: Comportamento dinâmico mecânico dos aerogéis em relação ao (a) módulo de armazenamento (E') e ao (b) fator de perda ($\tan \delta$).

Em temperaturas abaixo de $-85\text{ }^{\circ}\text{C}$ o aerogel de borracha pura se destaca com o maior E' , apresentando uma diferença expressiva dos demais. Nessa faixa, a borracha encontra-se em seu estado vítreo, onde a mobilidade das cadeias moleculares é restrita, conferindo ao material maior rigidez (Wongvasana et al., 2023). Além disso, o elevado valor de E' junto com o baixo

valor de $\tan \delta$ indica a característica elástica do material, ou seja, uma capacidade de armazenar energia significativamente maior do que a energia dissipada, aproximando-se do comportamento de um sólido ideal.

É importante ressaltar que a diferença expressiva das densidades entre os aerogéis também contribui significativamente para essa diferença nos módulos. Os maiores módulos de armazenamento são seguidos pelos compósitos com maiores percentuais de borracha e, por fim, pelo aerogel de celulose pura. A Tabela 4 apresenta as temperaturas e módulos dos principais eventos térmicos observados na análise.

Na segunda região, observa-se a transição do estado vítreo para o estado borrachoso, marcado por uma queda acentuada no módulo de armazenamento com o aumento da temperatura. Neste ponto, as cadeias nas regiões amorfas da borracha iniciam movimentos em larga escala de forma coordenada, resultando em uma maior conformidade da molécula e, consequentemente na diminuição de sua rigidez.

A transição vítrea, por ser característico de materiais amorfos, é observado com mais clareza nos aerogéis com maiores teores de borracha natural, uma vez que a celulose apresenta característica de materiais semicristalinos. Assim, o aerogel MCNR 80/20, por conter uma proporção mais elevada de celulose em relação à borracha, exibiu um comportamento mais próximo ao do aerogel de celulose pura, o qual não apresentou essa transição.

O aerogel de borracha pura exibiu uma T_g de $-63\text{ }^{\circ}\text{C}$, semelhante ao resultado encontrados na literatura para a borracha natural (Nagalakshmaiah et al., 2015). Os compósitos MCNR 20/80 e MCNR 50/50 apresentaram temperaturas menores, $-64\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $-68\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente. A diminuição dos valores de T_g e da intensidade do fator de perda $\tan \delta$ nos compósitos à medida que a proporção de celulose aumenta, sugere uma alteração na dinâmica dos segmentos em relação a borracha, diminuindo a mobilidade molecular (Pojanavaraphan; Schiraldi; Magaraphan, 2010). Isso sugere uma interação interfacial mais eficaz entre a carga e a matriz, atribuída também a maior área superficial das nanoestruturas de celulose (Fiorote et al., 2019; Nagalakshmaiah et al., 2015).

Na terceira região, em temperaturas superiores à T_g , as curvas do módulo de armazenamento E' , se aproximam entre os todos valores. Ao comparar com os aerogéis de borracha pura e celulose microfibrilada, que apresentam picos únicos em temperaturas distintas, percebe-se que os compósitos demonstram um comportamento de transição entre os dois materiais, com dois picos distintos cujas intensidades variam conforme o percentual de cada componente na amostra. Esse comportamento é típico de um sistema polifásico, no qual as fases

amorphas e cristalinas de cada material são parcialmente miscíveis (Lorandi; Cioffi; Ormaghi Jr., 2016).

Na quarta região, por volta de 50 °C, observa-se um pequeno aumento no módulo de armazenamento dos aerogéis, mais expressivo nos materiais com maior teor de celulose. Essa variação está relacionada à evaporação da água presente no material, destacada também nas análises termogravimétricas. A ação da frequência de compressão, junto ao aumento da temperatura, contribui para a perda de umidade e para a reorganização estrutural do aerogel, promovendo o aumento da rigidez do material, refletido na elevação do módulo de armazenamento.

Na quinta região, em temperaturas superiores a 50°C, o módulo de armazenamento tende a se estabilizar. Nessa faixa, observa-se a influência da celulose no seu valor: quanto maior o percentual de celulose no aerogel, maior o de armazenamento. A tendência do aumento em proporção a quantidade de celulose a temperaturas mais altas também foi observado outros estudos sobre compósitos a base de borracha e celulose (Fiorote et al., 2019; Nagalakshmaiah et al., 2015). Nessa região, apesar do aerogel de borracha apresentar uma densidade muito maior, seu módulo de armazenamento foi semelhante aos demais materiais.

Tabela 4: Relação das temperaturas e módulos de armazenamentos dos principais eventos térmicos.

Amostra	T -100 °C	Primeira relaxação				T 23°C	T 120 °C	
	E' (kPa)	T _{inicial} (°C)	T _{final} (°C)	T _g (°C)	Tan δ (máx.)	E' (kPa)	Razão E'/ρ ($\frac{kPa \cdot cm^3}{g}$)	E' (kPa)
MC 100	38,96	-	-	-	-	21,13	3353	43,23
MCNR 80/20	150,47	-94	-24	-	-	30,28	3882	57,66
MCNR 50/50	310,24	-93	-25	-68	0,21	27,09	2655	44,99
MCNR 20/80	612,78	-89	-30	-64	0,39	13,63	1682	23,42
NR 100	58315,10	-92	-47	-63	1,27	28,02	499	21,06

À temperatura ambiente, os aerogéis exibiram uma diferença significativa entre o módulo de armazenamento (E') e o módulo de elasticidade (E), obtido no ensaio mecânico de compressão. A existência dessa diferença, sugere um comportamento viscoelástico, e não puramente elástico. Os valores mais elevados de E' demonstram que os aerogéis exibem maior rigidez sob carregamentos oscilatórios. Apesar da diferença entre os módulos, a ordem relativa

entre as amostras se manteve, sendo o aerogel MCNR 20/80 aqueles que apresentou os menores valores em ambos os métodos de ensaio.

O desempenho mecânico específico entre os materiais foi analisado pela razão entre o módulo de armazenamento (E') e a densidade (ρ) de cada aerogel. Observa-se que os aerogéis de celulose pura MC 100 e do compósito MCNR 80/20 apresentam valores próximos, sugerindo um desempenho mecânico similar. Em contrapartida, o aerogel de borracha pura exibe um valor significativamente menor, sendo mais útil em aplicações onde amortecimento e deformabilidade são prioritários. De forma semelhante aos dois primeiros, o aerogel do compósito MCNR 50/50 apresentou uma razão muito superior à do aerogel de borracha pura, caracterizando-se como um material mais leve e rígido.

4.5 – AVALIAÇÃO DA HIDROFOBICIDADE POR ÂNGULO DE CONTATO

A hidrofbicidade dos aerogéis foi avaliada por meio da análise da molhabilidade da superfície, definida pelo ângulo de contato formado por uma gota de líquido sobre o sólido. Um ângulo elevado indica caráter hidrofóbico, enquanto um ângulo baixo é indicativo de hidrofilicidade (Chhajed; Verma; Maji, 2024). Para o registro dos resultados, foram utilizadas filmagens em vídeo e fotografias.

Os resultados dos testes de hidrofbicidade dos aerogéis são apresentados na Figura 21. Observa-se que os aerogéis compósitos exibiram resultados distintos em relação aos materiais puros. A combinação entre celulose e borracha natural possibilitou a formação de ângulos de contato superiores a 120° , indicando a hidrofbização do aerogel. Esse efeito é atribuído a incorporação e modificação da superfície das fibras de celulose pela borracha, intrinsecamente hidrofóbica. Este mesmo efeito de revestimento, também foi observado em estudos semelhantes na literatura (Chhajed et al., 2023).

No aerogel de celulose pura, a absorção da gota foi praticamente imediata, ocorrendo em menos de um segundo após o contato com a superfície. Esse comportamento pode ser explicado tanto pela alta hidrofilicidade do algodão utilizado na obtenção da celulose quanto pela estrutura altamente porosa do aerogel, que favorece o efeito de capilaridade.

No aerogel de borracha pura, apesar de sua natureza intrinsecamente hidrofóbica, a gota de água não permaneceu por tempo prolongado na superfície. Após o contato inicial, a gota foi gradualmente absorvida, processo que levou aproximadamente 30 segundos. Tal comportamento pode ser atribuído à elevada porosidade e à baixa resistência à compressão do material, que, mesmo com a característica hidrofóbica da borracha, permitiram a penetração da

água em sua estrutura. Esse desempenho sugere uma 'hidrofilia aparente' no aerogel de borracha pura.

Os graus de molhabilidade obtidos neste estudo são compatíveis com dados da literatura, a qual demonstra, por exemplo, a hidrofilição de aerogéis por adição de metiltrimetoxissilano (MTMS) (Cheng et al., 2017; Ma et al., 2022). A característica hidrofóbica obtida pela adição da borracha com a celulose é essencial para a funcionalidade do aerogel em aplicações como a separação de óleo e água.

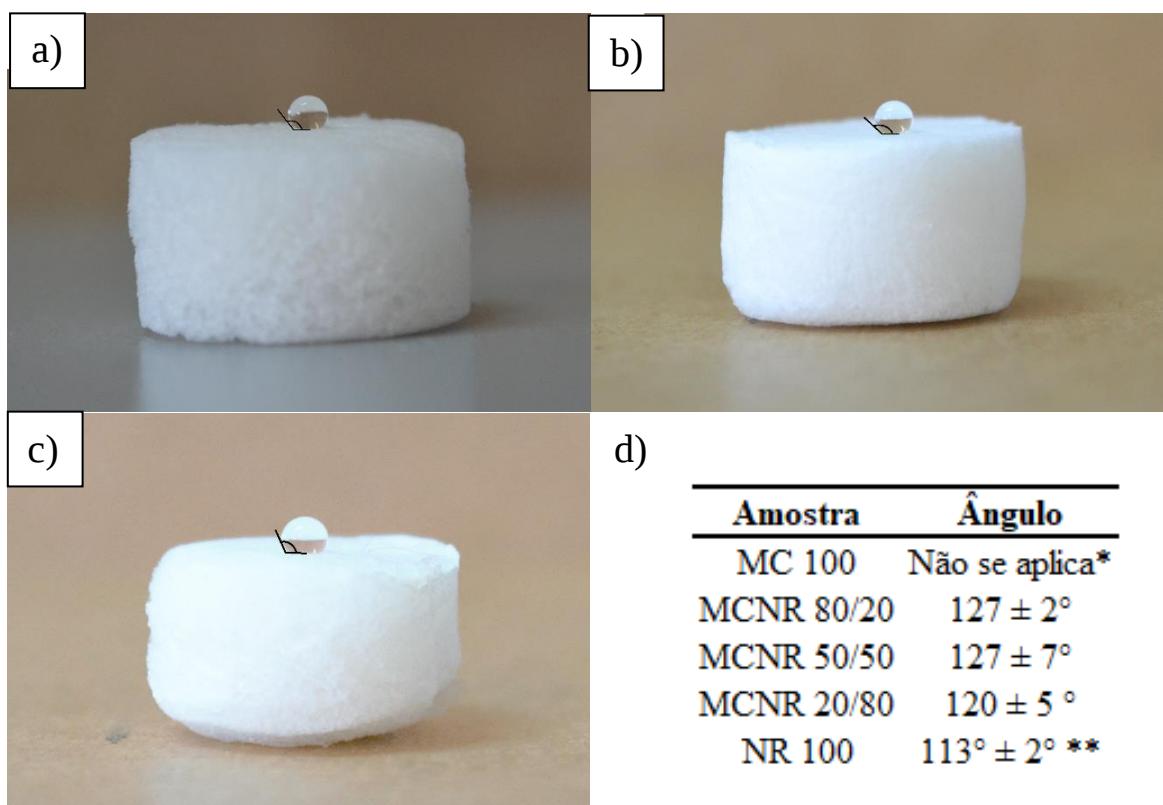


Figura 21: Imagens dos testes com as gotas de água sobre os aerogéis dos materiais compósitos: (a) MCNR80/20, (b) MCNR 50/50 e (c) MCNR 20/80. (d) Tabela dos ângulos formados em cada aerogel. *Absorção instantânea da gota, ** Valor obtido no momento do contato registrado por vídeo.

4.7 – CAPACIDADE DE SORÇÃO E RETENÇÃO DE ÓLEO

Uma das principais aplicações dos aerogéis reside em sua função como materiais absorvedores, especialmente em áreas como o tratamento ambiental, a engenharia e a indústria. Para avaliar a interação dos aerogéis com líquidos e o seu desempenho, realizou-se análises de capacidade de sorção e retenção, utilizando o óleo de soja como fluido. A capacidade de sorção determina a quantidade de fluido que o aerogel é capaz de reter em sua estrutura, enquanto a

capacidade de retenção avalia o potencial do material em manter o óleo mesmo sob forças externas.

Após cinco minutos de imersão e retirada, os aerogéis demonstraram elevada capacidade de sorção. A Figura 22 mostra o estado dos aerogéis após a sorção e antes do processo de centrifugação. Os dados de capacidade de sorção e retenção são apresentados na Tabela 5. A Figura 22 evidencia que os aerogéis de celulose pura e os compósitos demonstraram boa retenção do fluido, mantendo-se estruturalmente estáveis devido à sua alta porosidade, baixa densidade e ao efeito de capilaridade. Por outro lado, o aerogel de borracha pura apresentou um comportamento distinto, colapsando e perdendo sua estrutura original.

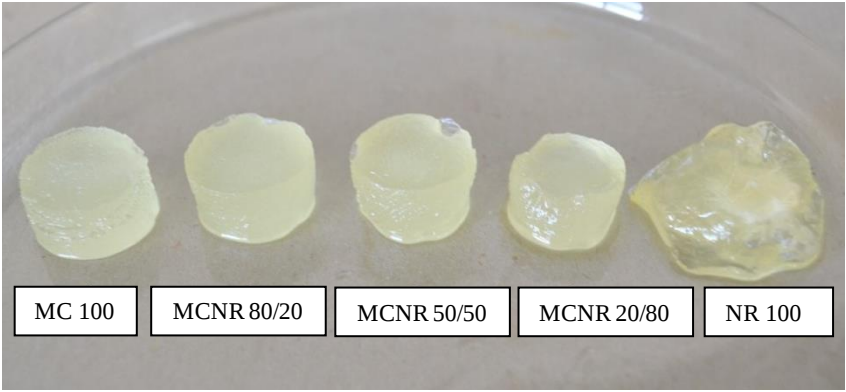


Figura 22: Aparência dos aerogéis após cinco minutos de imersão em óleo de soja.

Tabela 5: Capacidade de sorção e retenção de óleo dos aerogéis.

Amostra	Capacidade de Sorção (g/g)	Capacidade de Retenção (%)
MC 100	134,14 ± 10,30	42
MCNR 80/20	96,91 ± 11,48	41
MCNR 50/50	76,71 ± 8,93	27
MCNR 20/80	65,28 ± 2,06	25
NR 100	15,35 ± 3,45	67

Os resultados indicaram que os aerogéis contendo celulose apresentaram elevada capacidade de sorção inicial, relacionado com a alta porosidade relacionada à sua alta porosidade. Essa capacidade, no entanto, diminuiu progressivamente à medida que a concentração de borracha aumentou. O aumento de borracha reduz a capacidade de formar estruturas porosas auto-organizadas, o que compromete sua capacidade de sorção, assim como observado em outros estudos na literatura (Chhajed et al., 2023). Adicionalmente, a menor

capacidade de sorção do aerogel de borracha pura também está relacionada à alta densidade do material.

Destaca-se que o aerogel de celulose pura demonstrou a maior eficiência de sorção, atingindo um valor superior a 130 vezes sua massa inicial. Altas capacidades de sorção de óleo por aerogéis de celulose, superando 100 vezes a massa, também são registrados em outros trabalhos (Cheng et al., 2017; Li et al., 2023a). O alto desempenho demonstrado pelos aerogéis de celulose e compósitos os consolida como alternativas promissoras para aplicações em sorção de óleo.

A análise da sorção de óleo pelos aerogéis também foi conduzida ao longo de um período de 30 minutos, com medições realizadas a cada minuto. A partir dessas medições, foi possível obter o gráfico apresentado na Figura 23.

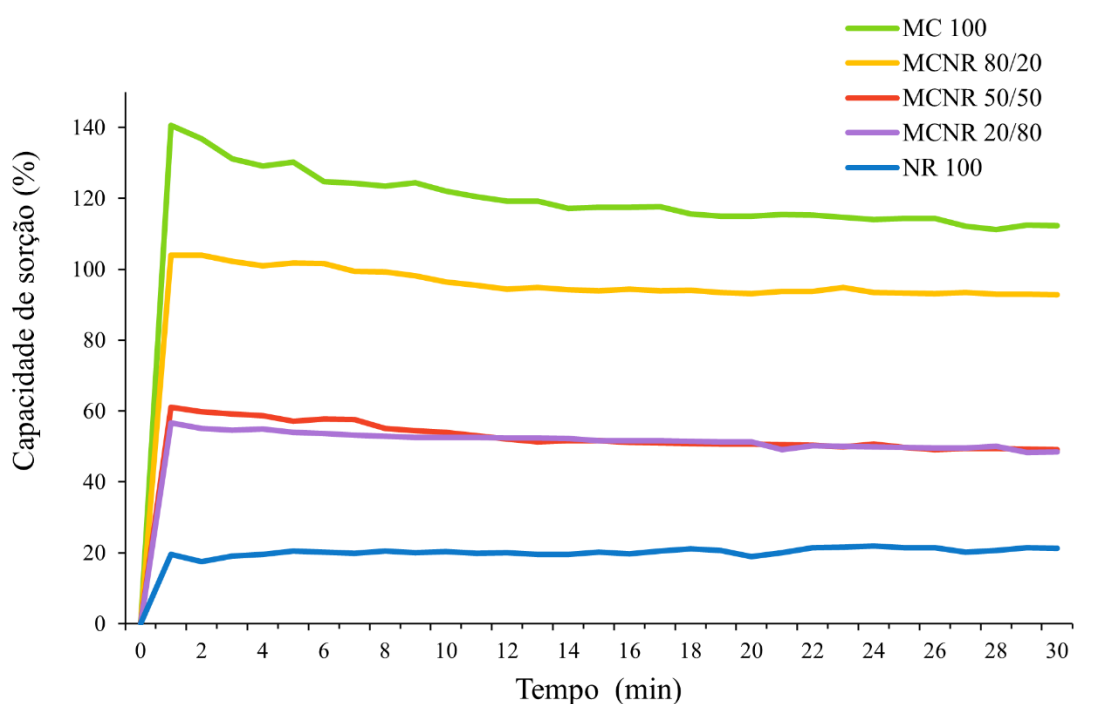


Figura 23: Capacidade de sorção de óleo de soja pelos aerogéis ao longo de 30 minutos, com valores registrados a cada minuto.

Observa-se que um minuto foi suficiente para a sorção máxima nos aerogéis de celulose pura e nos compósitos. Após esse tempo, houve uma redução de massa ao longo do período analisado. Em contraste, o aerogel de borracha pura apresentou um comportamento distinto, com aumento de massa durante todo o processo. Esse crescimento sugere uma intensificação da interação do aerogel de borracha com o solvente, apesar da perda de sua estabilidade estrutural. Essa maior interação também é corroborada pela elevada capacidade de retenção apresentada pelo aerogel de borracha pura após o processo de centrifugação.

A velocidade de sorção de materiais líquidos também está associada à estrutura final obtida em função do processo de secagem empregado. Um exemplo apresentado na literatura é a comparação entre aerogéis obtidos por secagem supercrítica e por liofilização. Similarmente aos resultados aqui apresentados, aerogéis liofilizados demonstraram alta taxa de sorção, atingindo a saturação em menos de um minuto, enquanto na secagem supercrítica o processo foi mais lento (Manzocco et al., 2021). Essa rápida capacidade de sorção é um fator crucial para aplicações diretas que exigem a remoção eficiente de óleo, como em processos de limpeza e remediações ambientais.

4.8 – ESTUDO DA AFINIDADE DO AEROGEL PARA A SEPARAÇÃO DE ÓLEO E ÁGUA

A capacidade de separação de óleo e água pelos aerogéis foi avaliada por meio de experimentos conduzidos em diferentes meios. O objetivo foi investigar o comportamento seletivo dos materiais ao entrar em contato com os dois fluidos simultaneamente.

Em meio heterogêneo, observa-se dois comportamentos distintos, dependendo da composição do aerogel. A Figura 24 mostra o comportamento do aerogel de celulose pura em (a) e do aerogel do compósito MC/NR 50/50 em (b), sendo este último similar ao observado nos demais compósitos e à borracha. No caso da celulose pura, verificou-se que sua preferência pela sorção de água resultou na retenção desse fluido, formando uma camada de separação visível na metade superior do aerogel, devido à não afinidade entre os dois fluidos. De forma inversa, nos aerogéis formados pelos compósitos, a preferência pela sorção de óleo fez com que este permanecesse retido mesmo em um meio aquoso.

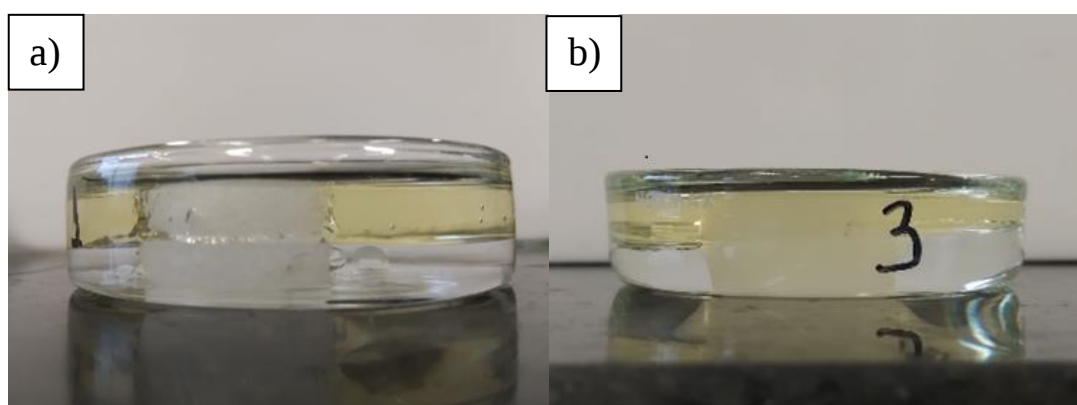


Figura 24: Etapa de imersão dos aerogéis em meio heterogêneo de óleo e água: (a) aerogel de celulose pura MC100; (b) aerogel do compósito MCNR 50/50.

Mesmo após a remoção dos materiais do meio, conforme ilustrado na Figura 25, observou-se que o aerogel de celulose pura reteve mais água, enquanto o compósito MC/NR 50/50 apresentou maior retenção de óleo.

Ao contrário do que foi observado em relação à sorção de óleo na análise anterior, a sorção de água pelo aerogel de celulose comprometeu sua estrutura, tornando-o mais frágil e facilitando sua desintegração. Na literatura, esse efeito é justificado pela quebra das ligações de hidrogênio que sustentavam a estrutura pela água (Chhajed et al., 2023).

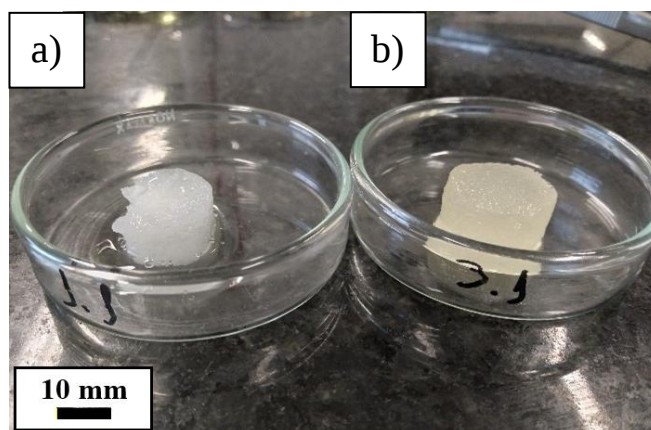


Figura 25: Aerogéis de (a) celulose pura MC100 e do (b) compósito MCNR 50/50 retirados do meio óleo/água.

Após a análise de sorção nos dois meios, homogêneo e heterogêneo os materiais foram submetidos a um processo de secagem por 48 horas. O aspecto final obtido é apresentado na Figura 26.

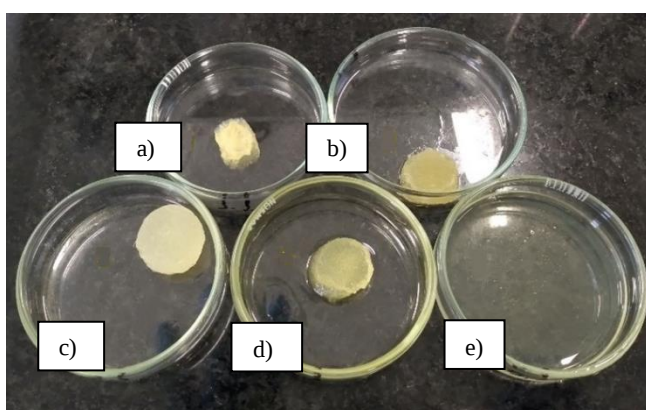


Figura 26: Aerogéis após 48h de secagem em estufa depois do processo de sorção. (a) MC 100, (b) MCNR 80/20, (c) MCNR 50/50, (d) MCNR 20/80 e (e) NR 100.

Observou-se que o aerogel de celulose pura sofreu redução significativa de volume devido à evaporação da água, enquanto o aerogel de borracha pura se dissolveu no óleo devido à interação da borracha com o mesmo e a ação da temperatura, formando uma mistura viscosa.

Com base nas medidas de massa antes, durante e após o processo, foi possível calcular a capacidade de sorção e a porcentagem de retenção de óleo e água por cada aerogel. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 6.

Observa-se uma diferença na capacidade de sorção dos aerogéis entre os dois meios analisados. A homogeneização do meio resultou em menor capacidade de sorção, possivelmente devido às características hidrofóbicas já discutidas e da presença de ar no sistema.

Tabela 6: Capacidades e porcentagens de sorção de óleo e água em misturas heterogêneas e homogêneas.

Amostra	Meio heterogêneo			Meio homogêneo		
	Cap. de sorção (g/g)	% óleo	% água	Cap. de sorção (g/g)	% óleo	% água
MC 100	85,5 ± 6,3	16,1 ± 2,3	83,9 ± 2,3	66,1 ± 7,1	26,4 ± 14,3	73,6 ± 14,3
MCNR 80/20	96,5 ± 5,7	100 ± 0,5	0 ± 0,5	82,2 ± 11,3	81,6 ± 6,7	18,4 ± 6,7
MCNR 50/50	69,0 ± 3,6	100,0 ± 0,1	0,0 ± 0,1	59,5 ± 16,3	85,7 ± 4,4	14,3 ± 4,4
MCNR 20/80	55,7 ± 9,9	99,5 ± 0,4	0,5 ± 0,4	32,0 ± 4,3	92,4 ± 1,8	7,6 ± 1,8
NR 100	13,7 ± 7,7	99,8 ± 0,3	0,2 ± 0,3	6,7 ± 1,6	92,4 ± 4,8	7,6 ± 4,8

Apesar da menor sorção nos meios homogêneos, a tendência de sorção dos aerogéis em relação ao óleo e à água manteve-se a mesma. Os aerogéis de celulose pura absorveram uma maior porcentagem de água, enquanto os demais aerogéis maior porcentagem de óleo.

No meio heterogêneo, a sorção de óleo foi superior a 99% para os aerogéis que continham borracha. A estrutura porosa, aliada ao efeito da capilaridade, possibilitou o armazenamento do fluido, enquanto a afinidade hidrofóbica da borracha contribuiu para a seletividade do material. Apesar do menor desempenho geral em termos de sorção, os aerogéis MC/NR 20/80 e NR100 apresentaram uma maior seletividade ao óleo, o que pode ser atribuído à maior concentração de borracha em sua composição.

A boa seletividade apresentada pelos aerogéis, além de ser importante para a separação de misturas de óleo/água e águas residuais oleosas, permite a recuperação do óleo absorvido por métodos como compressão mecânica, destilação ou extração por solvente. Este aspecto é particularmente benéfico para óleos valiosos, como óleos vegetais.

5 – CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, observa-se que a metodologia empregada para a produção de aerogéis de borracha natural e nanoestruturas de algodão produziu materiais com propriedades diferenciadas para a sorção de água e óleo.

O processo mecânico de cisalhamento foi eficiente na obtenção de nanoestruturas de celulose de algodão e uma dispersão com fibras que variaram seu diâmetro de poucos nanômetros a centenas de nanômetros. Foi possível obter aerogéis estruturados por liofilização a partir da celulose pura, borracha natural pura e seus respectivos compósitos em diferentes proporções, os quais apresentaram homogeneidade, alta porosidade e baixa densidade, conforme almejado em um aerogel. Um dos principais resultados promovidos pela alta porosidade dos materiais foi a capacidade de sorção de óleo.

Por microscopia, observou-se que o método de mistura em meio aquoso, seguido por congelamento e secagem, permitiu a formação de um material poroso, com adesão eficaz de partículas de diferentes fases pela coalescência na formulação dos compósitos. O congelamento também foi responsável por proporcionar uma característica lamelar nas paredes dos aerogéis, principalmente naqueles com maiores teores de celulose. Além da característica lamelar, as nanoestruturas de celulose permitiram uma maior conectividade entre as fibras, proporcionando maior porosidade.

As proporções de celulose e borracha foram significativas nas propriedades avaliadas. Os aspectos morfológicos dos aerogéis variaram gradualmente de estruturas mais interconectadas e laminares, com celulose pura, para menos conectadas, mais curvas e densas, com borracha pura, conforme a porcentagem de cada componente. A ausência das fibras e a menor conectividade existente no aerogel de borracha pura resultaram na menor resistência mecânica entre os aerogéis. Contudo, o compósito formulado com 50% de cada material apresentou a maior resistência mecânica, o que demonstra a influência de ambos os materiais em meio a uma interface.

Em relação ao comportamento térmico do material, a presença da borracha proporcionou um aumento em sua estabilidade térmica. Entretanto, uma maior concentração de celulose aumentou a resistência térmica dos aerogéis, sendo mais benéfica em condições de isolamento térmico. Dinamicamente, a presença da borracha aumentou significativamente o módulo em temperaturas abaixo de sua transição vítrea.

Foi possível promover uma hidrofobicidade aos aerogéis pela simples adição da borracha natural em sua formulação. Assim, nos compósitos formulados classificados como

hidrofóbicos, promoveu-se também alta capacidade de separação do óleo em misturas contendo óleo e água. Além de ser um método de hidrofobização não nocivo, tal característica permite possíveis aplicações em remediações ambientais no que se refere à despoluição de meios aquáticos.

Este trabalho demonstra o potencial da metodologia e dos componentes utilizados na obtenção de aerogéis de grande desempenho de aplicação, especialmente os dos compósitos de celulose e borracha, como materiais funcionais e sustentáveis para áreas como remediação de derramamentos de óleo.

6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDULLAH *et al.* Bio-aerogels: Fabrication, properties and food applications. *Food Science and Nutrition*, v. 63, n. 24, p. 6687–6709, 14 fev. 2023.
- BELTRÃO, Napoleão Esberard de Macêdo; ARAÚJO, Alderi Emídio de. Algodão. O produtor pergunta, a Embrapa Responde. 1. ed. Brasília: [S.n.].
- BIDGOLI, Hosein; MORTAZAVI, Yadollah; KHODADADI, Abbas Ali. A functionalized nano-structured cellulosic sorbent aerogel for oil spill cleanup: Synthesis and characterization. *Journal of Hazardous Materials*, v. 366, p. 229–239, 15 mar. 2019.
- BOTTIER, Céline. Biochemical composition of *Hevea brasiliensis* latex: A focus on the protein, lipid, carbohydrate and mineral contents. *Advances in Botanical Research*, v. 93, p. 201–237, 1 jan. 2020.
- BRUM DA SILVA, Alan Miguel *et al.* Effect of silane treatment on the Curaua fibre/polyester interface. *Plastics, Rubber and Composites*, v. 48, n. 4, p. 160–167, 21 abr. 2019.
- CARVALHO, Laiane *et al.* Production of oleogels from cellulose and starch cryogels: Morphological, thermal, mechanical, and viscoelastic properties. *LWT*, v. 217, p. 1–12, 1 fev. 2025.
- CHEN, Wenshuai *et al.* Comparative study of aerogels obtained from differently prepared nanocellulose fibers. *ChemSusChem*, v. 7, n. 1, p. 154–161, 2014.
- CHENG, Hanlin *et al.* Cotton aerogels and cotton-cellulose aerogels from environmental waste for oil spillage cleanup. *Materials and Design*, v. 130, p. 452–458, 15 set. 2017.
- CHHAJED, Monika *et al.* Synergistic effect of natural rubber for imparting hydrophobicity in nanocellulose aerogel through one-pot synthesis and its application in oil/organic solvent sorption. *Journal of Water Process Engineering*, v. 51, p. 103471, 1 fev. 2023.
- CHHAJED, Monika; VERMA, Chhavi; MAJI, Pradip K. Recent advances in hydrophobic nanocellulose aerogels for oil spill applications: A review. *Marine Pollution Bulletin*, v. 199, p. 116024, 2024.
- DOMINIC, Midhun C. D. *et al.* Cellulose nanofibers isolated from the *Cuscuta Reflexa* plant as a green reinforcement of natural rubber. *Polymers*, v. 12, n. 4, 1 abr. 2020.
- FAN, Yuying *et al.* Removal of dimethylarsinate from water by robust NU-1000 aerogels: Impact of the aerogel materials. *Chemical Engineering Journal*, v. 455, p. 140387, 1 jan. 2023.
- FAOSTAT. Countries by commodity. Disponível em: <https://www.fao.org/faostat/en/#rankings/countries_by_commodity_exports>. Acesso em: 6 jul. 2025.

FELDMAN, Dorel. Natural rubber nanocomposites. *Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry*, v. 54, n. 9, p. 629–634, 31 jul. 2017.

FERNANDES, Ana *et al.* Nanotechnology Applied to Cellulosic Materials. *Materials*, v. 16, n. 8, p. 3104, 14 abr. 2023.

FIOROTE, José Antonio *et al.* Preparation of composites from natural rubber and oil palm empty fruit bunch cellulose: effect of cellulose morphology on properties. *BioResources*, v. 14, n. 2, p. 3168–3181, 2019.

GOPALAKRISHNAN, Jayalatha. Reinforcement of natural rubber using cellulose nanofibres isolated from Coconut spathe. *Materials Today: Proceedings*, v. 5, p. 16724–16731, 2018.

GOVERNO FEDERAL. Conheça características da produção de algodão no Brasil. Disponível em: <<https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/noticias/conheca-caracteristicas-da-producao-de-algodao-no-brasil>>. Acesso em: 6 jul. 2025.

GUO, Jianwei *et al.* Regenerated cellulose/polyethyleneimine composite aerogel for efficient and selective adsorption of anionic dyes. *Separation and Purification Technology*, v. 330, p. 125480, 1 fev. 2024.

GUO, Lixian *et al.* Ultralight and robust polyimide aerogels with tunable porous structures based on cation- π interactions for superior thermal insulation. *Chemical Engineering Journal*, v. 503, p. 158267, 1 jan. 2025.

GUO, Wenwen *et al.* Ultra-light-weight, anti-flammable and water-proof cellulosic aerogels for thermal insulation applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 246, p. 125343, 2023.

HAN, Yangyang *et al.* Flame retardant, heat insulating cellulose aerogels from waste cotton fabrics by in Situ formation of magnesium hydroxide nanoparticles in cellulose gel nanostructures. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, v. 3, n. 8, p. 1853–1859, 3 ago. 2015.

HE, Shaochun *et al.* Regenerated cellulose/chitosan composite aerogel with highly efficient adsorption for anionic dyes. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 244, p. 125067, 31 jul. 2023.

HSISSOU, Rachid *et al.* Polymer composite materials: A comprehensive review. *Composite Structures*, v. 262, p. 113640, 15 abr. 2021.

ISO/TS 20477:2017. Nanotechnologies—Standard Terms and Their Definition for Cellulose Nanomaterial. International Organization for Standardization: London, UK, 2017.

JOSE, Jiya *et al.* Novel 3D porous aerogels engineered at nano scale from cellulose nano fibers and curcumin: An effective treatment for chronic wounds. *Carbohydrate Polymers*, v. 287, p. 119338, 1 jul. 2022.

- KHLEBNIKOV, Oleg N.; SILANT'EV, Vladimir E.; SHCHIPUNOV, Yury A. Dimensionally stable aerogels from cellulose mechanically treated to a moderate microfibrillar degree. *Mendelev Communications*, v. 28, n. 2, p. 214–215, 1 mar. 2018.
- KRISHNAN, Rakesh *et al.* Aqueous tape casting of alumina using natural rubber latex binder. *Ceramics International*, v. 45, n. 15, p. 18543–18550, 15 out. 2019.
- KUNAM, Praveen Kumar; ANUSHIKHA; GAIKWAD, Kirtiraj K. Water resistant paper based on natural rubber latex from *Hevea brasiliensis* and butyl stearate hydrophobic coating for packaging applications. *Industrial Crops and Products*, v. 205, p. 117480, 1 dez. 2023.
- LAVORATTI, Alessandra; SCIENZA, Lisete Cristine; ZATTERA, Ademir José. Dynamic-mechanical and thermomechanical properties of cellulose nanofiber/polyester resin composites. *Carbohydrate Polymers*, v. 136, p. 955–963, 9 out. 2015.
- LI, Xueyi *et al.* A comprehensive review of lignocellulosic biomass derived materials for water/oil separation. *Science of the Total Environment*, v. 876, p. 162549, 10 jun. 2023a.
- LI, Zhenzhen *et al.* An efficient interfacial solar evaporator featuring a hierarchical porous structure entirely derived from waste cotton. *Science of the Total Environment*, v. 903, p. 166212, 10 dez. 2023b.
- LING, Zhe *et al.* Effects of ball milling on the structure of cotton cellulose. *Cellulose*, v. 26, n. 1, p. 305–328, 15 jan. 2019.
- LIU, Mingyuan *et al.* Cotton fiber-based composite aerogel derived from waste biomass for high-performance solar-driven interfacial evaporation. *Industrial Crops and Products*, v. 211, p. 118220, 1 maio 2024.
- LORANDI, Natalia Pagnoncelli; CIOFFI, Maria Odila Hilário; ORNAGHI JR., Heitor. Dynamic Mechanical Analysis (DMA) of Polymeric Composite Materials. *Scientia cum Industria*, v. 4, n. 1, p. 48–60, 20 mar. 2016.
- MA, Zihao *et al.* Highly efficient oil–water separation of superhydrophobic cellulose II aerogel based on dissolution and regeneration of cotton in lithium bromide system. *Journal of Molecular Liquids*, v. 367, p. 120543, 1 dez. 2022.
- MALEKI, Hajar *et al.* Synthesis and biomedical applications of aerogels: Possibilities and challenges. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 236, p. 1–27, 1 out. 2016.
- MANZOCCO, Lara *et al.* Exploitation of κ -carrageenan aerogels as template for edible oleogel preparation. *Food Hydrocolloids*, v. 71, p. 68–75, 1 out. 2017.
- MANZOCCO, Lara *et al.* Structural characterisation and sorption capability of whey protein aerogels obtained by freeze-drying or supercritical drying. *Food Hydrocolloids*, v. 122, p. 107117, 19 ago. 2021.
- MAO, Heng *et al.* High loading cotton cellulose-based aerogel self-standing electrode for Li-S batteries. *Science Bulletin*, v. 65, n. 10, p. 803–811, 30 maio 2020.

- MCNEIL, Steven J.; GUPTA, Honey. Emerging applications of aerogels in textiles. *Polymer Testing*, v. 106, p. 107426, 2022.
- MEHLING, T. *et al.* Polysaccharide-based aerogels as drug carriers. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 355, n. 50–51, p. 2472–2479, 1 dez. 2009.
- NAGALAKSHMAIAH, Malladi *et al.* Structural investigation of cellulose nanocrystals extracted from chili leftover and their reinforcement in cariflex-IR rubber latex. *Carbohydrate Polymers*, v. 136, p. 945–954, 30 set. 2015.
- NGUYEN, Hoang S. H. *et al.* Understanding the effects of cellulose fibers from various pre-treated barley straw on properties of aerogels. *Fuel Processing Technology*, v. 236, p. 107425, 30 jul. 2022.
- OLIVEIRA, Maria C. S. *et al.* Combining and concentrating nanocelluloses for cryogels with remarkable strength and wet resilience. *Carbohydrate Polymers*, v. 330, 15 abr. 2024.
- PAULAUSKIENE, Tatjana *et al.* Sustainable Cross-Linkers for the Synthesis of Cellulose-Based Aerogels: Research and Application. *Journal of Marine Science and Engineering*, v. 10, n. 4, p. 491, 2 abr. 2022.
- PEREIRA, André Luís Sousa *et al.* Bacterial cellulose aerogels: Influence of oxidation and silanization on mechanical and absorption properties. *Carbohydrate Polymers*, v. 250, p. 116927, 13 ago. 2020.
- PHOMRAK, Sirilak *et al.* Natural rubber latex foam reinforced with micro-and nanofibrillated cellulose via dunlop method. *Polymers*, v. 12, n. 9, p. 1–16, 1 set. 2020.
- POJANAVARAPHAN, Tassawuth; MAGARAPHAN, Rathanawan. Prevulcanized natural rubber latex/clay aerogel nanocomposites. *European Polymer Journal*, v. 44, n. 7, p. 1968–1977, jul. 2008.
- POJANAVARAPHAN, Tassawuth; SCHIRALDI, David A.; MAGARAPHAN, Rathanawan. Mechanical, rheological, and swelling behavior of natural rubber/montmorillonite aerogels prepared by freeze-drying. *Applied Clay Science*, v. 50, n. 2, p. 271–279, out. 2010.
- PROLINTER. O LINTER. Disponível em: <<https://www.prolinter.com/copy-of-portifolio>>. Acesso em: 29 jun. 2025.
- ROLDI-OLIVEIRA, Mariana *et al.* Hemicellulose Films from Curaua Fibers (*Ananas erectifolius*): Extraction and Thermal and Mechanical Characterization. *Polymers*, v. 14, n. 15, p. 2999, 15 jul. 2022.
- RUSSEL, Eastus; MADHU, S. A study on physical and morphological properties of novel bio-cotton/E-glass fiber-reinforced vinyl ester/epoxy resin hybrid interpenetrating polymer networks composites. *Biomass Conversion and Biorefinery*, v. 14, n. 15, p. 18201–18210, 1 ago. 2024.
- SABA, N. *et al.* A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Construction and Building Materials*, v. 106, p. 149–159, 1 mar. 2016.

SALMAZO, L. O. *et al.* Influence of the irradiation dose in the cellular structure of natural rubber foams cross-linked by electron beam irradiation. *Industrial Crops and Products*, v. 89, p. 339–349, 30 out. 2016.

SANCHEZ, Eduardo *et al.* Nota Técnica-Câmara Setorial da Cadeia Produtiva da Borracha Natural Grupo de Trabalho da Câmara Setorial da Borracha Natural. , 26 fev. 2024. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/camaras-setoriais-tematicas/documentos/camaras-setoriais/borracha-natural/2024/58a-ro/nota_tecnica_gt_conab-1.pdf>

SEHAQUI, Houssine *et al.* Mechanical performance tailoring of tough ultra-high porosity foams prepared from cellulose i nanofiber suspensions. *Soft Matter*, v. 6, n. 8, p. 1824–1832, 2010.

SETHULEKSHMI, A. S.; SARITHA, Appukuttan; JOSEPH, Kuruvilla. A comprehensive review on the recent advancements in natural rubber nanocomposites. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 194, p. 819–842, 1 jan. 2022.

SONG, Ping *et al.* Lightweight, Flexible Cellulose-Derived Carbon Aerogel@Reduced Graphene Oxide/PDMS Composites with Outstanding EMI Shielding Performances and Excellent Thermal Conductivities. *Nano-Micro Letters*, v. 13, n. 1, p. 91, 16 mar. 2021.

SOUZA, Tatiane de; ANDREANI, Larissa; VALADARES, Leonardo Fonseca. Celulose: pontos de vista. Brasília: [S.n.]. Disponível em: <www.embrapa.br/fale-conosco/sac/>.

SU, Gewen *et al.* Robust cellulose composite aerogels with enhanced thermal insulation and mechanical properties from cotton waste. *Industrial Crops and Products*, v. 211, p. 118242, 17 fev. 2024.

TEIXEIRA, Linconl Araujo; LIBERA, Vilson Dalla Junior; LUZ, Sandra Maria. Chemical treatment of curaua fibres and its effect on the mechanical performance of fibre/polyester composites. *Plastics, Rubber and Composites*, v. 50, n. 4, p. 189–199, 2021.

TELES, Valérya C. *et al.* Obtaining Plasticized Starch and Microfibrillated Cellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunches: Preparation and Properties of the Pure Materials and Their Composites. *BioResources*, v. 16, n. 2, p. 3746–3759, 2021.

VALADARES, Leonardo Fonseca. Nanocompósitos de borracha natural e argila: preparação a partir de látex. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, fev. 2005.

VALADARES, Leonardo Fonseca. Estudo microscópico de adesão de partículas nanométricas. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, mar. 2009.

WANG, Yixin *et al.* Thermal conductivity, structure and mechanical properties of konjac glucomannan/starch based aerogel strengthened by wheat straw. *Carbohydrate Polymers*, v. 197, p. 284–291, 1 out. 2018.

WEI, Lulin *et al.* Aggregation-induced microfilaments enabled cotton cellulose aerogels with highly compressive and fatigue resistance, greatly thermal insulation and fireproofing. *Industrial Crops and Products*, v. 206, p. 117666, 31 out. 2023.

WONGVASANA, Bunsita *et al.* Reinforcement Behavior of Chemically Unmodified Cellulose Nanofiber in Natural Rubber Nanocomposites. *Polymers*, v. 15, n. 5, 1 mar. 2023.

XUE, Qicheng *et al.* Binary-Network structured PI@SiO₂ nanofibrous composite aerogels with temperature invariant superelasticity for thermal insulation. *Chemical Engineering Journal*, v. 493, p. 152424, 20 maio 2024.

ZHANG, Fengfan *et al.* Facile fabrication of robust cork-inspired superhydrophobic aerogel for continuous oil spill and emulsion absorption. *Separation and Purification Technology*, v. 356, p. 129888, 2025.

ZHAO, Zhao *et al.* Resilient and fatigue-resistant hybrid fiber aerogel with oriented pore structure for broadband frequency sound absorption. *Composites Science and Technology*, v. 261, p. 111004, 1 mar. 2025.

ZOU, Li *et al.* Superhydrophobic and superoleophilic polyethylene aerogel coated natural rubber latex foam for oil-water separation application. *Polymer Testing*, v. 85, p. 106451, 19 fev. 2020.