



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA**

**LILIAN STRINGARI**

**EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DO PECÍOLO DO BUTIÁ-  
ANÃO (*Butia lallemantii*)**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**ALEGRETE**

**2016**

**LILIAN STRINGARI**

**EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DO PECÍOLO DO BUTIÁ-  
ANÃO (*Butia lallemantii*)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia.

Orientador: Prof. Dr. Luis Ernesto Roca Bruno

**Alegrete**

**2016**

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do Sistema Gestão GURI (Unificada de Recursos Institucionais).

S918 Stringari, Lilian.

Extração e caracterização da fibra do pecíolo do Butiá-anão (*Butia lallemantii*)/ Lilian Stringari

95p.

Dissertação (Mestrado)- Universidade Federal do Pampa.  
MESTRADO EM ENGENHARIA, 2016.

“Orientador: Prof. Dr. Luis Ernesto Roca Bruno”.

1. Extração. 2. Caracterização. 3. Fibras Vegetais 4. Butiá-Anão. I Título.

**LILIAN STRINGARI**

**EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DO PECÍOLO DO BUTIA-  
ANÃO (*Butia lallemantii*)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

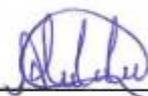
Área de concentração: Tecnologia de Materiais

Banca Examinadora:



---

Prof. Dr. Luis Ernesto Roca Bruno  
Orientador  
(UNIPAMPA)



---

Prof. Dr. André Carlos Cruz Copetti  
(UNIPAMPA)



---

Prof. Dr. Marco Antônio Durlo Tier  
(UNIPAMPA)

*A minha querida mãe.  
Uma mulher sonhadora, inteligente, batalhadora e guerreira.  
Meu eterno exemplo de dedicação, carinho e doação.  
Metade de minha alma, quem sempre me incentivou a seguir em frente  
e se esforçou em me ensinar as virtudes da vida.  
Uma grande mulher!  
A primeira e maior escola de minha vida.  
Foi uma honra conviver sob a atmosfera de seu amor mãe.  
À minha mãe...dedico...*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por mais uma conquista e por me dar força e coragem.

Ao meu pai, Dirceu, minhas irmãs Sabrina, Gabriele, Natalia e Sofia, avós e tios, agradeço pelo incentivo e carinho.

Ao meu grande amigo, e namorado Paulo, pelo carinho, paciência e motivação.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luis Ernesto Roca Bruno, pela orientações, apoio, soluções propostas frente aos obstáculos e pela confiança em mim depositada.

Às queridas amigas Silênia, Naiane e Liange pela ajuda e conselhos,

Aos técnicos dos laboratórios da UNIPAMPA, Frederico Anjos, Dieison Fantineli, Ricardo Zottis, Marcelo Oliveira, Milene Nogueira, Janice Facco e Gean Oldra, por todo o conhecimento transmitido e ajuda nos diversos ensaios e análises.

Ao Professor Mauricio França, pelo auxílio na metalização das fibras e análises microscópicas.

Ao professor Almir Barros da Silva Santos Neto pela oportunidade e primeiras orientações.

Aos técnicos da Emater Alegrete, Carlos e Guilherme pelos conselhos e ajuda na coleta do material estudado,

A todos aqueles que de forma direta ou indireta me ajudaram ao longo do caminho.

## RESUMO

A utilização de fibras vegetais como material de reforço em compósitos tem despertado interesse de empresas e pesquisadores de diversos ramos de atuação em resposta a preservação e minimização do impactos ambientais, além do desenvolvimento de comunidades locais, aproveitando o potencial de uso das espécies. Entre a grande variedade de fibras vegetais existentes, foi escolhida para ser caracterizada neste trabalho a fibra de Butiá-anão, espécie endêmica da região. O objetivo desta pesquisa foi desenvolver metodologia para obtenção das fibras do pecíolo do Butiá-anão e posterior caracterização das fibras. Inicialmente, os pecíolos do Butiá-anão foram esmagados com auxílio de uma calandra e tratados quimicamente em solução de hidróxido de sódio (NaOH) nas concentrações 2%, 6% e 12% que provocou o amolecimento dos pecíolos, com objetivo de retirar parcialmente a lignina e separar as fibras. Suas caracterizações se deram a partir de análises de termogravimetria (TGA), análise morfológica (teor de umidade, densidade, absorção de água), caracterização química pela determinação de seus principais constituintes (celulose, hemicelulose, lignina, extrativos, teor de cinzas), ensaios de tração e microscopia eletrônica de varredura. As fibras apresentaram boa estabilidade térmica, tendo suas degradações iniciadas na faixa de 250°C. As fibras se comportaram fragilmente quando submetidas aos testes de tração, observando que a resistência mecânica diminuiu continuamente com a severidade do tratamento. Os resultados obtidos demonstraram que os tratamentos químicos proporcionaram a redução de lignina e hemicelulose das fibras. A redução destas frações foi constatada também através de imagens de microscopia que mostraram as superfícies das fibras vegetais. Os resultados obtidos foram avaliados e comparados com resultados publicados de outras fibras vegetais, mostrando que as fibras de Butiá-anão tem potencialidades técnicas para utilização como reforço de compósitos poliméricos.

Palavras-chave: Extração, Caracterização, Fibras vegetais, Butiá-anão.

## ABSTRACT

The use of vegetable fibers as reinforcement material in composites has attracted interest from companies and researchers from different areas of activity in response to preservation and minimization of environmental impacts, and the development of local communities, taking advantage of the potential use of species. Among the wide variety of existing vegetable fibers, was chosen in this work characterization fiber Butiá-anão, species endemic to the region. The objective of this research was to develop a methodology to obtain the petiole fibers Butiá-anão and further characterization of the fibers. Initially, the petioles of the Butiá-anão were crushed with the aid of a calender and chemically treated with sodium hydroxide (NaOH) solution at concentrations of 2%, 6% and 12% which caused softening of the petioles, in order to partially remove the lignin and separate the fibers. His characterizations are given from thermogravimetric analysis (TGA), morphological analysis (moisture content, density, water absorption), chemical characterization by determination of its major constituents (cellulose, hemicelulose, lignin, extractives ash content) tensile tests and scanning electron microscopy. The fibers showed good thermal stability, and its degradations initiated at 250°C range. The fibers behaved weakly when subjected to tensile testing, noting that the strength continuously decreased with the severity of the treatment. The results demonstrated that chemical treatments resulted in a reduction of lignin and hemicellulose fibers. The reduction of these fractions was also observed by microscopy images showing the surfaces of vegetable fibers. The results wereevaluated and compared with other vegetable fibers published results showing that the Butiá-anão fibers techniques have potential for use as reinforcement of polymeric composites.

Keywords: Extraction, Characterization, Vegetable fibers, Butiá-anão

## LISTA DE FIGURAS

Figura 01- <i>Butia lallemantii</i> - Deble & Marchiori .....	20
Figura 02- Complexo lignocelulósico: cadeias de celulose envolvidas por hemicelulose e lignina.....	21
Figura 03- Esquema da constituição dos materiais lignocelulósicos .....	23
Figura 04- Classificação geral das fibras vegetais .....	23
Figura 05- Estrutura da fibra vegetal .....	25
Figura 06- Ligações de hidrogênio intra e intermoleculares presentes na celulose .....	26
Figura 07- Unidades de repetição da celulose .....	27
Figura 08- Modelo para descrição da rigidez da fibra. ....	27
Figura 09- Carboidratos que compõem as unidades de hemicelulose.....	28
Figura 10- Principais tipos de ligações entre as unidade fenilpropanoides presentes na molécula de lignina .....	30
Figura 11- Principais unidade aromáticas presentes na macromolécula de lignina .....	30
Figura 12- Comportamento mecânico de fibras vegetais elementares com diferentes ângulos microfibrilares .....	33
Figura 13- Estrutura típica da fibra celulósica (i) sem tratamento e (ii) tratada	39
Figura 14- a) Região da coleta de material (Alegrete); b) Butiá-anão .....	43
Figura 15- Pecíolos de Butiá-anão (cortados).....	44
Figura 16- Calandra .....	44
Figura 17- Tratamento químico com NaOH nas fibras de Butiá-anão.....	45
Figura 18- Fibras obtidas após o processo químico.....	45
Figura 19- Fluxograma da parte experimental.....	46
Figura 20- Determinação do teor de cinzas .....	50
Figura 21- Fibras de Butiá utilizadas para fazer as análises químicas.....	50
Figura 22- Principais etapas da determinação do teor de hemicelulose .....	52
Figura 23- Principais etapas da realização das análises para determinação dos teores de lignina .....	53

Figura 24- Principais etapas da análise para determinação do teor de celulose .....	55
Figura 25- Principais etapas da determinação do teor de extrativos .....	57
Figura 26- Máquina Universal de ensaios mecânicos .....	58
Figura 27- Preparação das fibras para os ensaios de tração; diferentes tamanhos dos corpos de prova .....	59
Figura 28- Gráfico ilustrando os detalhes das propriedade determinadas nos ensaios de tração .....	60
Figura 29- Micrômetro .....	61
Figura 30- Representação do ponto onde foi realizado as medidas de diâmetro após a ruptura.....	61
Figura 31- Metalização das fibras. a) equipamento utilizado b) lâminas com as fibras sendo metalizadas .....	62
Figura 32- Microscópio Eletrônico de Varredura .....	63
Figura 33- Análise termogravimétrica das fibras de Butiá-anão (Curva TGA)..	72
Figura 34- Análise termogravimétrica fibras Butiá-anão (Curva DrTGA).....	73
Figura 35- Histograma do número de fibras em relação aos intervalos de diâmetro.....	74
Figura 36- Gráfico com curvas tensão e deformação das fibras de Butiá-anão	75
Figura 37- Tensão máxima das fibras de Butiá-anão.....	77
Figura 38- Microscopia da fibra tratada de Butiá-anão (detalhe desfibrilamento) (100x).....	78
Figura 39- Microscopia do pecíolo do Butiá in natura (100x). .....	80
Figura 40- Microscopia das fibras tratadas. a) fibra F2%; b) fibra F6% (200X)	80
Figura 41- Micrografias das fibras tratadas F12%. a) fibras superfície lisa (100X); b) degradação da fibra (500x).....	81

## LISTA TABELAS

Tabela 01- Constituição básica das principais fibras vegetais .....	22
Tabela 02- Ângulo espiral e porcentagem de celulose principais fibras vegetais .....	33
Tabela 03- Propriedades mecânicas das principais fibras vegetais .....	35
Tabela 04- Degradação térmica de algumas fibras vegetais .....	36
Tabela 05- Identificação das fibras tratadas.....	46
Tabela 06- Teor de umidade das fibras tratadas e do pecíolo <i>in natura</i> .....	64
Tabela 07- Teor de umidade das principais fibras vegetais .....	65
Tabela 08- Densidade das fibras de Butiá tratadas .....	65
Tabela 09- Densidade das principais fibras vegetais .....	66
Tabela 10- Absorção de água - fibras tratadas .....	67
Tabela 11- Teor de cinza fibras tratadas e do pecíolo <i>in natura</i> .....	68
Tabela 12- Teor de cinza das principais fibras vegetais.....	68
Tabela 13- Teor de extrativos das fibras e do pecíolo <i>in natura</i> do Butiá-anão	69
Tabela 14- Teor de extrativos das principais fibras vegetais.....	69
Tabela 15- Composição química das fibras e do pecíolo <i>in natura</i> do Butiá-anão .....	70
Tabela 16- Composição química de algumas fibras vegetais .....	71
Tabela 17- Resultados tensão máxima, deformação e módulo elástico .....	76
Tabela 18- Resistência à tração das principais fibras vegetais.....	78

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIMBOLOS E SIGLAS

$\mu\text{m}$  - Micrômetro

$\sigma$  - Tensão

A – Área

C% - Teor de Cinza

EDTA - Ácido etilenodiamino tetra-acético

Ext% – Teor de Extrativos

F- Força

FDA - Fibra detergente ácida

FDN - Fibra detergente neutra

F2% - Fibras tratadas com 2% NaOH

F6% - Fibras tratadas com 6% NaOH

F12% - Fibras tratadas com 12% NaOH

GPa - Giga Pascal

H% – Teor de Hemicelulose

HCl - Ácido clorídrico

L% – Teor de Lignina

LVDT - Transformador Diferencial Variável Linear

MPa - Mega Pascal

MEV - Microscópico Eletrônico de Varredura

NaOH- Hidróxido de sódio

OH- Grupo hidroxila

R% - Rendimento

TGA - Sigla do idioma inglês para Análise Termogravimétrica

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	15
1.1 Objetivos .....	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	18
2.1 Fibras vegetais.....	18
2.2 <i>Butiá</i> sp. ....	19
2.2.1 <i>Butia lallemantii</i> Deble & Marchiori .....	19
2.3 Estrutura química das fibras .....	21
2.3.1 Celulose.....	25
2.3.2 Hemicelulose .....	28
2.3.3 Lignina .....	29
2.3.4 Extrativos e cinzas .....	31
2.4 Propriedades físicas, mecânicas e térmicas das fibras.....	32
2.4.1 Propriedades físicas .....	32
2.4.2 Propriedades Mecânicas .....	34
2.4.3 Propriedade térmicas.....	35
2.5 Desfibrilamento (obtenção das fibras).....	37
2.6 Influência do tratamento alcalino nas fibras vegetais.....	37
2.7 Considerações finais da revisão .....	41
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	43
3.1 Materiais .....	43
3.2 Metodologia .....	46
3.2.1 Rendimento da extração das fibras .....	47
3.2.2 Determinação do Teor de umidade.....	47
3.2.3 Densidade.....	48
3.2.4 Absorção de água da fibra .....	48
3.2.5 Determinação do teor de cinzas .....	49
3.2.6 Caracterização química (hemicelulose, lignina e celulose).....	50
3.2.6.1 Determinação de hemicelulose.....	51
3.2.6.2 Determinação de Lignina .....	52
3.2.6.3 Determinação de celulose .....	54

3.2.7 Determinação extrativos .....	55
3.2.8 Análise Termogravimétrica (TGA).....	57
3.2.9 Ensaio de tração da fibra .....	58
3.2.10 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) .....	62
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	64
4.1 Rendimento de fibras .....	64
4.2 Teor de Umidade .....	64
4.3 Densidade .....	65
4.4 Absorção de água.....	66
4.5 Teor de cinzas.....	67
4.6 Determinação do teor de extrativos .....	68
4.7 Determinação da composição química das fibras de Butiá-anão .....	69
4.8 Análise Térmica .....	71
4.9 Ensaio de Tração .....	74
4.10 Microscopia Eletrônica de Varredura .....	79
5 CONCLUSÕES .....	82
5.1 Considerações finais.....	83
5.2 Sugestões de trabalhos futuros .....	83
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	84

## 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais ecologicamente corretos e a melhor adequação dos processos produtivos tem se tornado uma necessidade primordial e grande aliado para minimizar os problemas ambientais no mundo.

Por isso matérias-primas obtidas a partir de fontes renováveis vem sendo alvo de muitos estudos e pesquisas, devido ao seu grande potencial na substituição de derivados petroquímicos. Neste contexto, alguns materiais merecem destaque, como as fibras vegetais. A substituição de fibras sintéticas por fibras vegetais na utilização como reforço em materiais compósitos é uma alternativa bastante atraente, visto que as fibras vegetais são biodegradáveis, de baixo custo, baixa densidade, atoxicidade, baixa abrasividade, sendo também promissoras devido ao desempenho mecânico, semelhante ao das fibras sintéticas usuais (FAVARO, 2006). Os compósitos são materiais constituídos por uma mistura de dois ou mais componentes de natureza diferentes, usualmente combinados em escala macroscópica, e que exibe uma proporção significativa das propriedades dos materiais constituintes, resultando em um material com qualidade superior em relação as propriedades dos componentes em separados (PUPO, 2012).

A utilização das fibras vegetais na produção de compósitos tem aumentado nos últimos anos, principalmente na indústria automobilística, na área de revestimento interno de automóveis, ônibus, caminhões e construção civil (MOTHÉ e ARAUJO, 2004). O emprego das fibras vegetais pela indústria, além de ajudar na preservação ambiental, evitando que estes materiais sejam descartados de forma incorreta, é uma boa alternativa para a geração de empregos e rentabilidade econômica, visando o desenvolvimento e melhoria de vida das comunidades, especialmente da zona rural (SATYANARAYANA *et al.*, 2007).

O Brasil é um país privilegiado, pois além de possuir maior biomassa, também possui a maior extensão territorial cultivável do mundo, porém este potencial deve ser melhor explorado, novas espécies vegetais devem ser

estudadas, a fim de obtenção e caracterização de novas fibras vegetais com potenciais tecnológicos.

Entre a grande variedade de espécies vegetais existentes, foi escolhida para ser caracterizada neste trabalho a fibra de *Butia lallemantii* conhecido popularmente como Butiá-anão. A escolha dessa fibra considerou a possibilidade de melhor aproveitamento desta espécie, visando fonte de lucro, desenvolvimento econômico regional e preservação ambiental da espécie, visto que, o município de Alegrete possui uma vasta área coberta destas palmeiras. Entretanto, existe carência na literatura a cerca desta espécie e das possíveis utilizações da mesma, sendo de fundamental importância maior esclarecimento do seu potencial. Desta forma a proposta da presente dissertação é investigar as principais características químicas, físicas, mecânicas e térmicas das fibras do pecíolo do Butiá-anão.

## **1.1 Objetivos**

### ***Objetivo Geral***

Esta dissertação de mestrado tem como objetivo geral desenvolver metodologia para obtenção das fibras vegetais do pecíolo do Butiá-anão, caracterizando suas propriedades físicas, químicas, térmicas e mecânicas.

### ***Objetivos Específicos***

(i) Estudar a influência do tratamento químico com NaOH em concentrações de 2%, 6% e 12% nas propriedades físicas, térmicas, químicas e mecânicas das fibras;

(ii) Comparar resultados obtidos das fibras de Butiá-anão com outras fibras já estudadas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Fibras vegetais

As fibras vegetais são consideradas polímeros naturais constituídas basicamente por celulose, hemicelulose e lignina (ESTEVEZ *et al.*, 1997). De acordo com Winandy e Rowell (1984) estes constituintes contribuem diferentemente entre si para a resistência mecânica das fibras. As fibras vegetais mais utilizadas na produção de compósitos são: rami, curauá, abacaxizeiro, açai, sisal, piaçava, coco, bagaço da cana-de-açúcar, bambu, banana, entre outros.

As fibras vegetais já vêm sendo utilizadas há muito tempo, desde os primórdios da nossa civilização, quando se adicionava palha ou capim para reforçar tijolos de barros crus. Entretanto o desconhecimento da estrutura das fibras vegetais e suas propriedades limitou a sua utilização. Este grande interesse pela indústria e os constantes avanços nas pesquisas tem aumentado o campo de utilização das fibras, o que vem propiciando a produção de novos produtos e de novas aplicações domésticas e industriais (CHAUAM e CHAUAM, 2013).

O grande interesse por esse tipo de material se dá principalmente pelo ponto de vista econômico e ambiental, já que as fibras são fontes de recursos vegetais renováveis, biodegradáveis, de baixo custo, não são tóxicas, são abundantes na natureza e facilmente modificadas por agentes químicos (LOPES *et al.*, 2011). Além disso, as fibras vegetais quando comparadas com as fibras sintéticas, geram menor desgaste nos equipamentos e consomem, em média, 60% menos energia (GELLERSTEDT e GATENHOLM, 1999).

Segundo Mothé e Araújo (2004) as áreas de atuação das fibras vegetais são amplas por apresentarem propriedades semelhantes às das fibras sintéticas a um menor custo. A indústria automobilística e da construção civil são os segmentos que mais tem investido nesse tipo de material, além do mais, as perspectivas futuras para as fibras vegetais são muito boas também em outras áreas como, por exemplo, a indústria têxtil.

O estudo das fibras é muito importante, pois conhecendo a estrutura interna e sua composição química, se define o melhor tratamento químico e/ou

físico que as fibras devem sofrer, além de conhecer a sua influência nas características do compósito

## 2.2 Butiá sp.

O Butiá é uma palmeira amplamente distribuída no Estado do Rio Grande do Sul e constitui-se como parte importante da biodiversidade deste Estado. É caracterizado por estar presente em diferentes ambientes, desde campos abertos até vegetação de restinga. No Rio Grande do Sul, é registrada a ocorrência de diferentes espécies: *B. capitata*, *B. odorata*, *B. eriospatha*, *B. lallemantii* e *B. yatay* (ROSSATO, 2007).

Existem poucos registros históricos sobre a utilização desta espécie na alimentação ou em atividades comerciais. Porém sabe-se que em muitas regiões do estado os frutos do Butiá são utilizados para a produção de licores, sucos, bolos e geleias (BÜTTOW *et al.*, 2009).

Atualmente a palmeira do gênero Butiá encontra-se em extinção no Sul do Brasil, devido às pressões sofridas pelas atividades agrícolas, como a pecuária extensiva e orizicultura (SOARES e WITECK, 2009).

De acordo com Rivas (2005) a criação de planos de desenvolvimento e promoção dos produtos derivados do butiázeiro, e o incentivo do uso do Butiá por moradores locais são grandes aliados na estratégia de conservação da biodiversidade. Existem algumas empresas realizando pesquisas a fim de compreender a potencialidade de uso desta espécie, como a identificação do seu valor nutricional e técnicas de produção de alimentos, assim como a utilização de seus subprodutos, na utilização de artesanatos (FERNANDES, 2013).

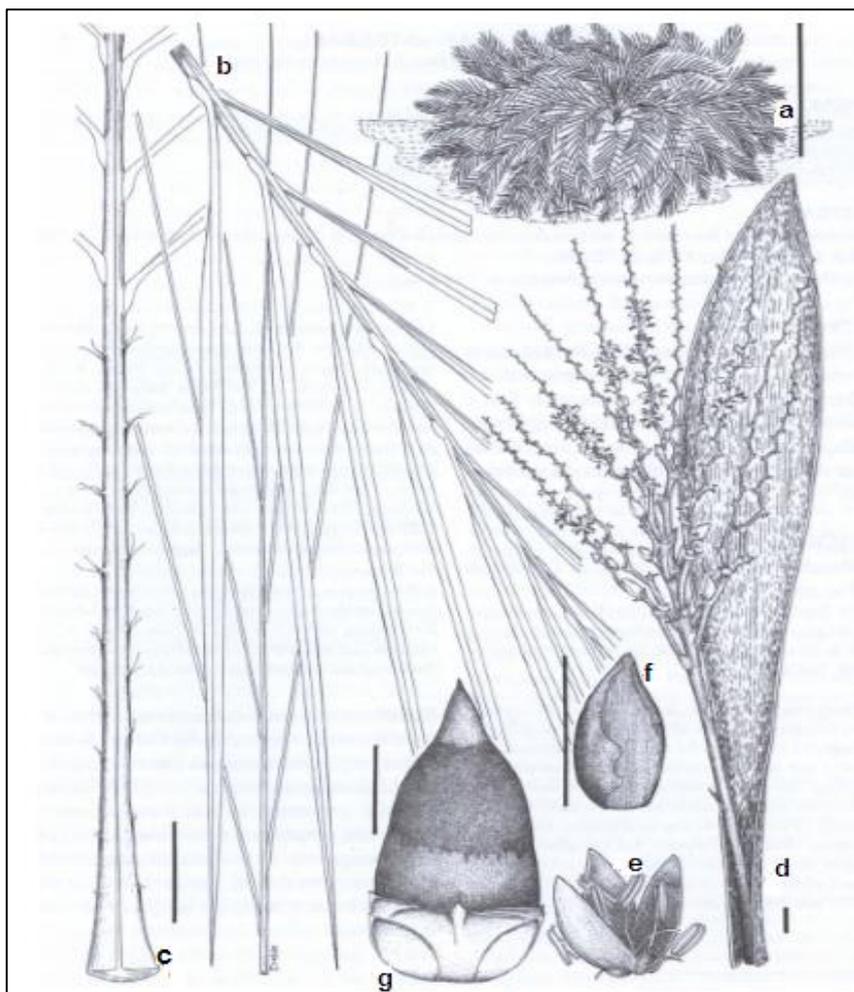
### 2.2.1 *Butia lallemantii* Deble & Marchiori

O *Butia lallemantii* popularmente conhecido como Butiá-anão, é uma palmeira endêmica dos areais (ou campos de areia) do sudoeste do Rio Grande do Sul (MARCHIORI, 1995). Existe registros de sua presença nos municípios de

Alegrete, Manoel Viana, Quaraí, São Francisco de Assis, Santana do Livramento e Rosário do Sul (SOARES *et al.*, 2014).

De modo geral, o Butiá-anão apresenta copa globosa (Figura 6a) formada por folhas pinadas com até 1,60 m de comprimento (Figura 6b); os caules subterrâneos (em número de 3 a 6), medem até 70 cm de comprimento; as inflorescências (Figura 6d) são formadas por flores masculinas (Figura 6e) e femininas de cor amarela (Figura 6f) e dão origem a frutos ovado-lanceolados de cor amarelo- alaranjada (Figura 6g) (RODRIGUES *et al.*, 2013).

Figura 01- *Butia lallemantii* - Deble & Marchiori. Hábito (a), Folha (b), Pecíolo (c), Inflorescência e Espata (d), Flor masculina (e), Flor feminina (f), Fruto (g).



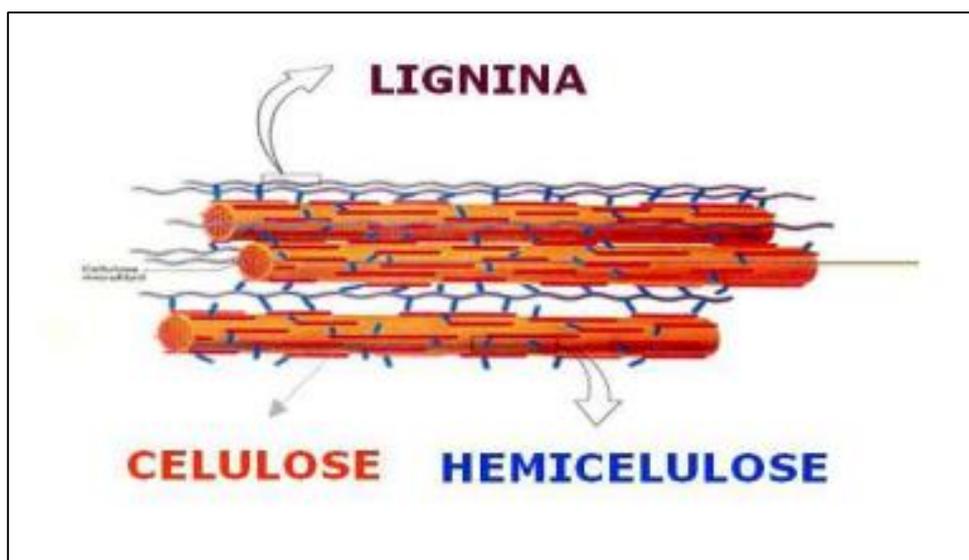
Fonte: Deble & Marchiori, 2006

Por tratar-se de uma espécie nativa do estado do Rio Grande do Sul e de grande ocorrência no município de Alegrete, é de fundamental importância viabilizar pesquisas que venham a avaliar possibilidades de inovação na sua utilização, agregando valores ao Butiá-anão. O emprego dessa fibra poderá desempenhar grande importância na vida das pessoas que moram ao entorno dessas áreas, permitindo a geração de renda na agricultura familiar, além da minimização dos impactos ambientais causados a esta espécie.

### 2.3 Estrutura química das fibras

As fibras naturais de origem vegetal são também denominadas fibras celulósicas, devido a celulose ser seu principal componente químico, ou ainda por fibras lignocelulósicas quando levada em consideração que a maioria das fibras contém lignina, um polímero polifenólico natural (MARINELLI *et al.*, 2008). A figura 02 ilustra a estrutura das fibras vegetais.

Figura 02- Complexo lignocelulósico: cadeias de celulose envolvidas por hemicelulose e lignina



Fonte: Pereira Jr, 2007.

De acordo com Sgriccia *et al.* (2008) as propriedades de uma fibra, como composição química e estrutura, apresentam-se de forma heterogênea, pois são diretamente influenciadas pelas condições climáticas, idade, tipo de solo, processo de nutrição digestiva, tipo de colheita, das folhas, dos frutos ou do caule dos vegetais, devido a isto, cada tipo de fibra vegetal possui seu próprio aspecto quando analisado e submetido ao microscópio (AGOPYAN e DENOLLE, 1988). Na tabela 01 apresenta a composição química das principais fibras vegetais.

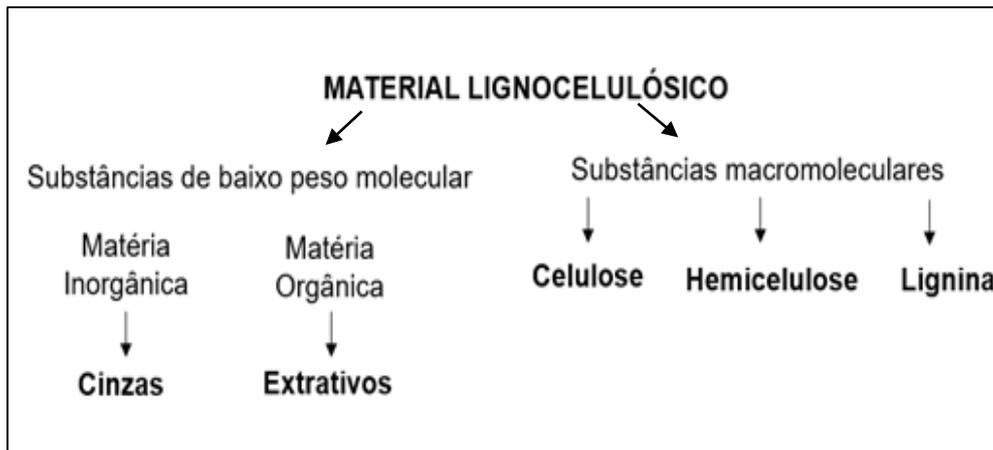
Tabela 01- Constituição básica das principais fibras vegetais

<b>Fibra</b>	<b>Celulose (%)</b>	<b>Hemicelulose (%)</b>	<b>Lignina (%)</b>
Algodão	82,7	5,7	--
Juta	64,4	12,0	11,8
Linho	64,1	16,7	2,0
Sisal	65,8	12,0	9,9
Rami	68,6	13,1	0,6
Coco	36-43	0,15-0,25	20-45

Fonte: Bledzki e Gassan, 1999

Segundo Silva *et al.* (2009) além da celulose, hemicelulose e lignina, as fibras vegetais apresentam na sua estrutura compostos inorgânicos e moléculas extraíveis com solventes orgânicos, como pectinas, carboidratos simples terpenos, alcalóides, saponinas, polifenólicos, gomas, resinas, gorduras e graxas, entre outros. A quantidade destes componentes nas fibras vegetais dependem do tempo de maturação, origem botânica e das condições utilizadas para se obter a fibra (MOREIRA, 2010). Observa-se na figura 03 um esquema da constituição básica dos materiais lignocelulósicos.

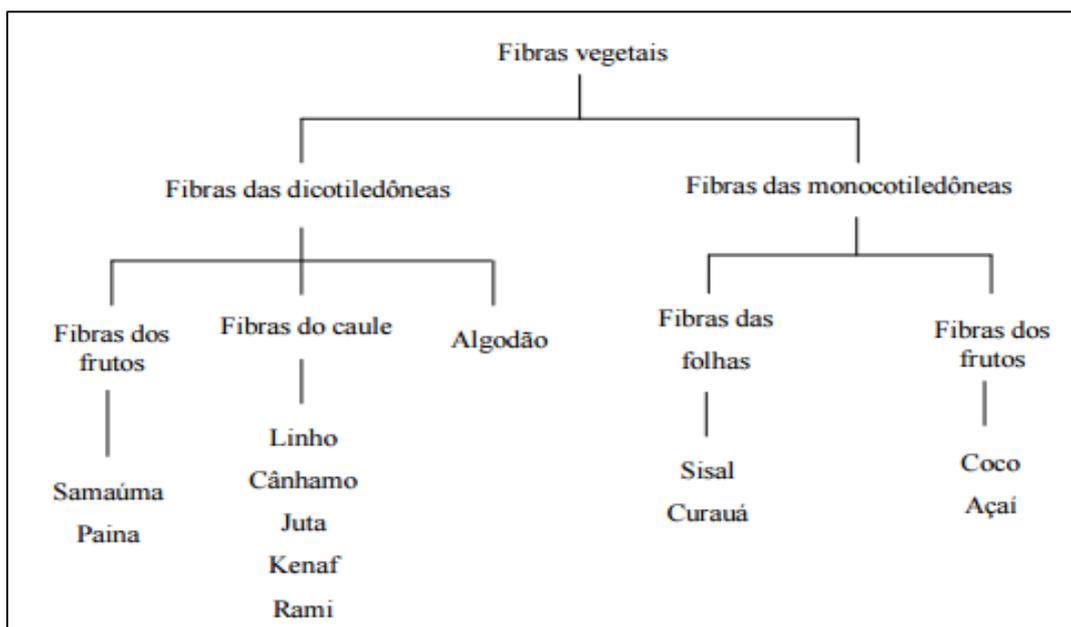
Figura 03- Esquema da constituição dos materiais lignocelulósicos



Fonte: Silva, *et al.* 2009

As fibras podem ser classificadas anatomicamente, ou seja, conforme sua origem na estrutura da planta: fibras de semente, de fruto, de caule, de folha, de talo e de cana (SANTOS, 2010). Exemplos de cada tipo de fibra estão apresentados na Figura 04.

Figura 04- Classificação geral das fibras vegetais



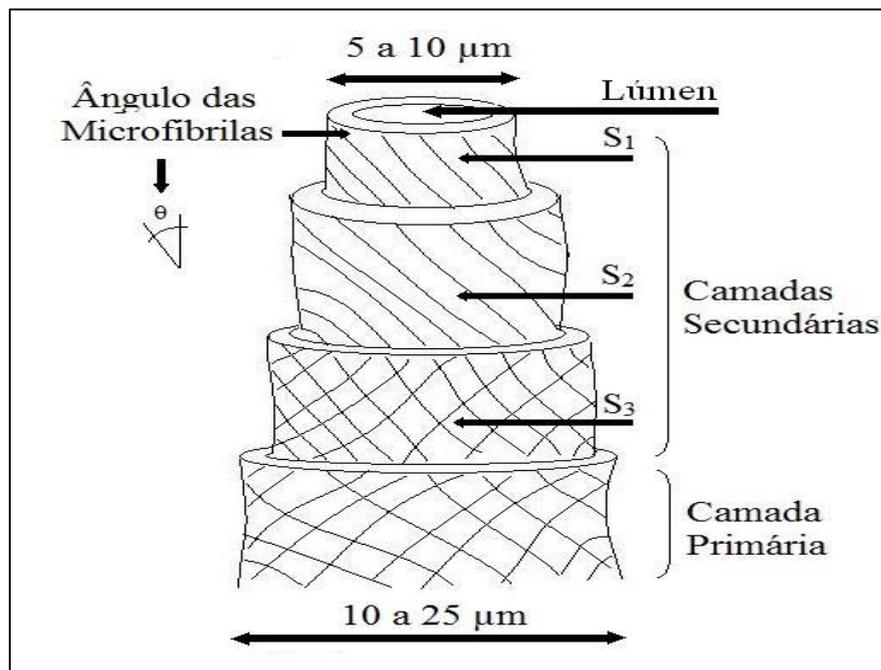
Fonte: Santos, 2010

Muitas vezes podem ser extraídas diferentes fibras de uma mesma planta, como o caso do Buriti, palmeira típica da floresta Amazônica e cerrado no qual as fibras podem ser extraídas tanto da folha quanto do pecíolo (MONTEIRO *et al.*, 2009).

As fibras vegetais são constituídas por células individuais compostas por quatro camadas de microfibrilas dispostas em camadas com espessuras e ângulos de orientação diferentes (SAVASTANO, 2000). Essas microfibrilas são ricas em celulose, polímero vegetal de cadeias longas, envolvidas em uma “matriz” de hemicelulose e lignina, elementos amorfos da fibra (AGOPYAN e SAVASTANO JR, 1998).

Segundo Coutts (1992), as células das fibras têm de 10 à 25  $\mu\text{m}$  de diâmetro, contendo quatro camadas de microfibrilas, que se diferem umas das outras em relação à sua estrutura e composição química (figura 5): as camadas mais externas (camada primária e camada secundária S3) possuem estrutura reticulada e as camadas mais internas (camadas secundárias S2 e S3) possuem forma espiral. Na camada secundária (S2) as microfibrilas estão alinhadas segundo um ângulo  $\theta$ , em relação ao eixo longitudinal da célula, em espiral. Este ângulo pode variar nas diferentes camadas. A camada secundária (S3), a camada mais interna, exibe configuração similar. A camada S2 é a de maior espessura e, também, a de maior teor de celulose. No interior da célula, há uma cavidade central, com dimensão de 5-10  $\mu\text{m}$ , denominada lúmen (BASTOS, 2010). A Figura 05 ilustra a estrutura das fibras vegetais

Figura 05- Estrutura da fibra vegetal



Fonte: Júnior, 2000

A fibra vegetal é composta por diversas células individuais que encontram-se aglomeradas pela lamela intercelular (JÚNIOR, 2000). Na região central da fibra, pode apresentar uma cavidade chamada lacuna que, juntamente com os lúmens, é responsável pela grande incidência de poros permeáveis nas fibras, o que acarreta elevada absorção de água (AGOPYAN e SAVASTANO JR., 1998).

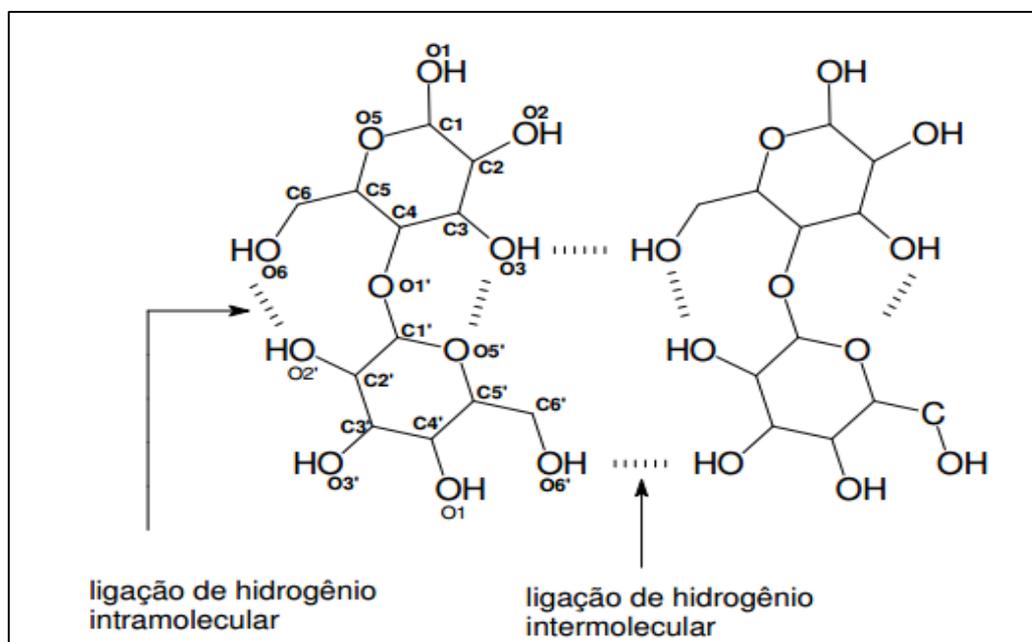
### 2.3.1 Celulose

A celulose é o mais abundante material orgânico da face da terra, sendo o principal componente das fibras vegetais. A porcentagem deste constituinte nas plantas varia conforme a parte da planta escolhida e idade de colheita (40 a 90% em massa da fibra), apresentando maior quantidade na parede celular secundária (SUN *et al.*, 2006), o que confere sustentação vegetal (RAJARATHNAM *et al.*, 1992). Além das plantas, ocorre também em bactérias, algas e em menor quantidade em fungos (FENGEL e WEGENER, 1989).

A celulose é um polissacarídeo pertencente ao grupo dos carboidratos, composto de carbono, oxigênio e hidrogênio e sua fórmula química é  $C_6H_{10}O_5$ .

A celulose, apresenta como unidade elementar a anidro-d-glicose, que contém três radicais hidroxilas (-OH) que formam ligações de hidrogênio dentro das moléculas (intramoleculares) e entre moléculas de celulose (intermoleculares), bem como com grupos hidroxila da umidade do ar, formando longas cadeias lineares e uniformes, o que justifica as fortes ligações químicas intermoleculares e intramoleculares (figura 06) (SMOOK, 1994). Essas fortes ligações químicas, conferem as fibras resistência a hidrólise, aos tratamentos alcalinos e agentes oxidantes, uma vez que o líquido só pode ser retido no espaço microfibrilar (AZWA *et al.*, 2013).

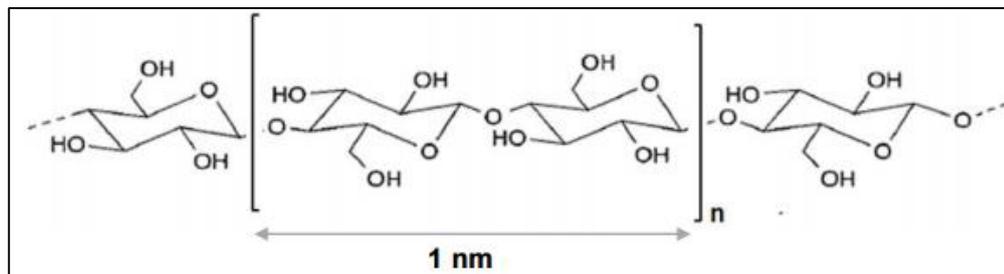
Figura 06- Ligações de hidrogênio intra e intermoleculares presentes na celulose



Fonte: Hon e Shiraishi, 1991

A unidade repetitiva de celulose é denominado de unidade celobiose (ROWELL *et al.*, 1987), ilustrada na figura 07.

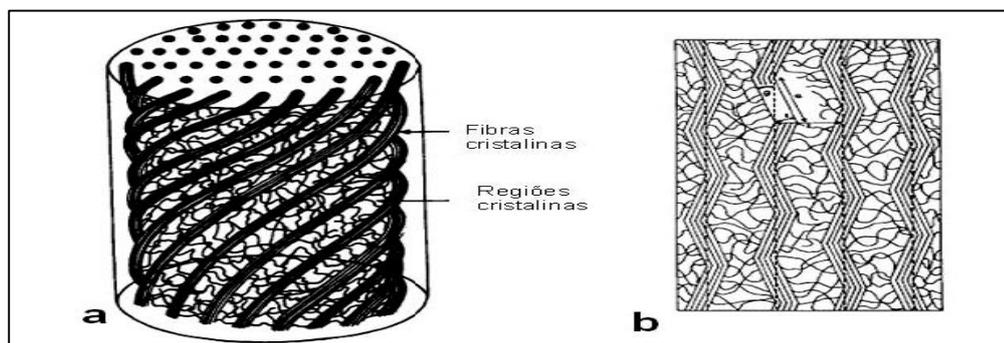
Figura 07- Unidades de repetição da celulose



Fonte: Sciuto, 2015

As interações intramoleculares são responsáveis pela rigidez das cadeias unitárias e as intermoleculares pela formação da fibra vegetal, ou seja, as cadeias moleculares de celulose se alinham, formando microfibrilas, que se encontram ligadas à hemicelulose e a lignina (MATULOVA *et al.*, 2005). Devido a sua forma ser cristalina as fibras apresentam rigidez e boa estabilidade estrutural (KABIR *et al.*, 2012), além de boa resistência a degradação (BIERMANN, 1996). A Figura 08 apresenta o modelo de descrição da rigidez da fibra em regiões cristalinas e o ângulo espiral em relação ao eixo da fibra.

Figura 08- Modelo para descrição da rigidez da fibra (a) camadas em uma visualização em 3D, (b) camadas projetadas em um exibição 2D.



Fonte: Bledzki e Gassan, 1999

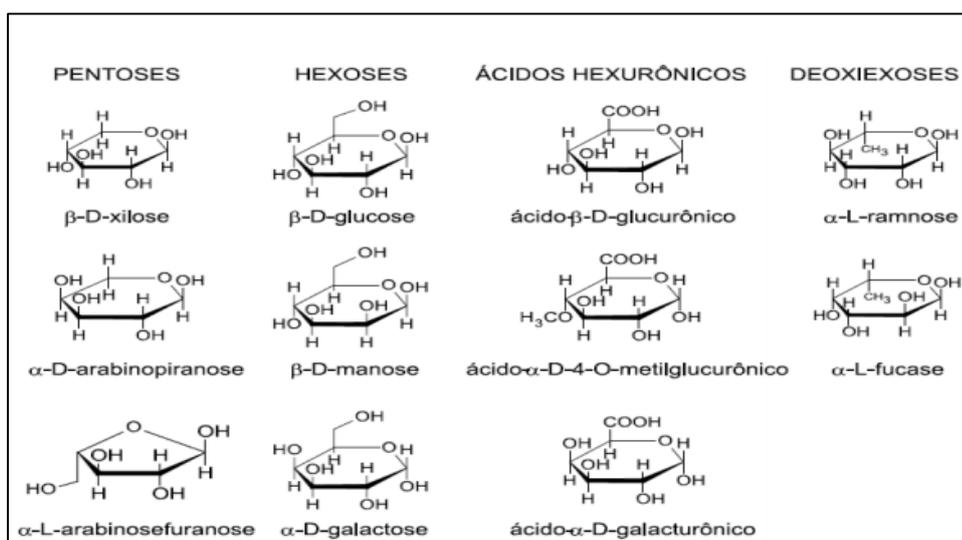
Fibras com alto teor de celulose, segundo Santos (2006), são econômica e tecnicamente viáveis para serem utilizadas na produção de têxteis, papel e como reforços em compósitos, porém, deve-se observar não só o teor de

celulose contida nas fibras, mas também qual será o uso final das fibras obtidas. As fibras que apresentam maior percentuais de celulose são as fibras de juta, linho, rami e sisal (convencionais), sendo indicadas para uso como material de reforço em compósitos (SANTOS, 2006).

### 2.3.2 Hemicelulose

As hemiceluloses também conhecidos como poliose estão associados a celulose e a lignina nos tecidos vegetais e são responsáveis pela flexibilidade nas plantas. As hemiceluloses são polissacarídeos não celulósicos formados por cadeias curtas e ramificadas (BROWNING, 1963) apresentando em sua composição unidades de açúcar, como: a  $\beta$ - D -manose,  $\beta$ - D -xilose,  $\beta$ - D -glicose,  $\alpha$ - L-arabinose,  $\alpha$ - D-galactose, ácido  $\beta$  -D-glicurônico, ácido  $\beta$ - D-galactourônico, ácido  $\alpha$ -D-4-O-metilglucurônico (FENGEL e WEGENER, 1989). Ligações de hidrogênio unem fortemente as hemiceluloses a celulose. As hemiceluloses mais abundantes são as xilanas. (LUNDQVIST *et al.*, 2003). A figura 09 apresenta os carboidratos que compõem as unidades de hemicelulose.

Figura 09- Carboidratos que compõem as unidades de hemicelulose



Fonte: Rodrigues e Camargo, 2008

Devido ao baixo grau de polimerização e sua natureza altamente amorfa, as hemiceluloses são bastante hidrofílicas e mais facilmente atingidas pelos reagentes químicos do que a celulose (YANG *et al.*, 2008). Apesar disso, são capazes de formar fortes ligações de hidrogênio, podendo cristalizar-se após a perda de algum constituinte da cadeia (LAI, 1996). A hemicelulose está presente em todas as camadas da parede celular, principalmente nas camadas primárias e secundárias (BISARIA e GHOSE, 1981). O teor de hemicelulose nas plantas pode variar de 20 a 35% dependendo do tipo de tecido vegetal e espécie a que pertence (SILVA, 2011).

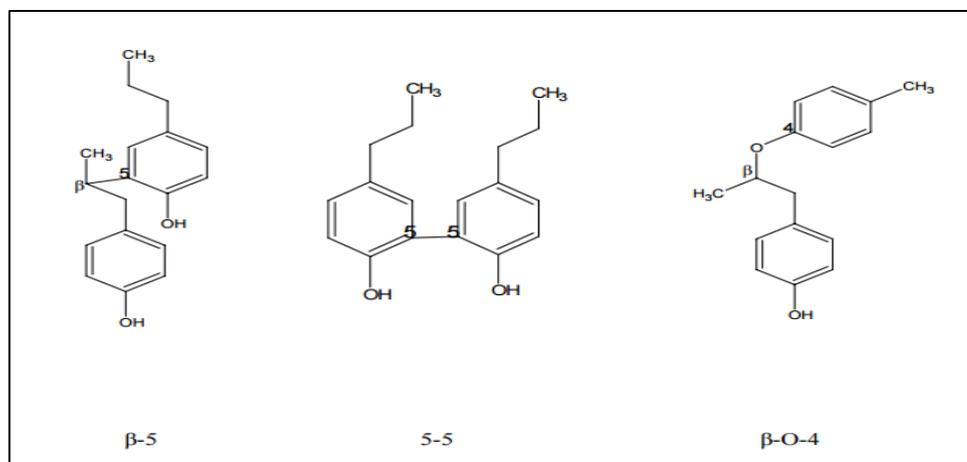
Fibras com alto teor de hemicelulose e lignina apresentam menor resistência a tração e menor módulo de elasticidade, é o caso das fibras de bagaço de cana-de-açúcar, que comparadas com outras fibras, apresentam maior percentual de hemicelulose (27%) e lignina (21%) (BERTOTI, 2009).

### **2.3.3 Lignina**

Depois da celulose, a lignina é a macromolécula mais produzida do planeta, ocupando cerca de 30% dos carbonos da biosfera (CALVO-FLORES e DOBADO, 2010) e seu teor nos resíduos vegetais pode atingir até 40% do seu peso seco (GIORDANO, 2007).

A lignina pode ser definida como uma macromolécula tridimensional, altamente complexa e amorfa, cujo polímero é originado de uma polimerização desidrogenativa dos álcoois coniferil, sinapil e p- coumaril que são unidades aromáticas de fenilpropanóides unidas por ligações éter e carbono- carbono (FENGEL e WEGENER, 1989). Os principais tipos de ligações entre unidades fenilpropanóides presentes na molécula de lignina é mostrado na figura 10.

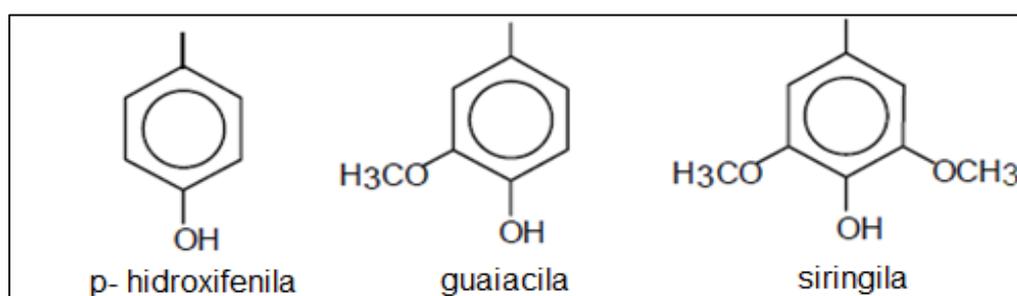
Figura 10- Principais tipos de ligações entre as unidade fenilpropanoides presentes na molécula de lignina



Fonte: Fengel e Wegener, 1989

As ligninas podem ser divididas de acordo com os constituintes da unidade estrutural básica, ou seja, as ligninas guaiacila e ligninas guaiacila-siringila. As ligninas guaiacila contêm principalmente unidades de guaiacil, enquanto ligninas guaiacila-siringila contêm quantidades aproximadamente iguais de unidades guaiacil e siringil. Os dois tipos de lignina contêm, ainda, proporções menores de unidades *p*-hidroxifenila (PAIVA *et al.*, 2000). Na figura 11 estão representados as principais unidades aromáticas presentes na macromolécula de lignina.

Figura 11- Principais unidade aromáticas presentes na macromolécula de lignina



Fonte: Paiva *et al.* 2000

Durante o desenvolvimento das células das plantas, a lignina é o último componente a ser incorporado na parede celular, interpenetrando as fibrilas e unindo as fibras celulósicas, assim, conferindo rigidez, impermeabilidade e boa resistência a ataques de microorganismos aos tecidos vegetais, além de participar do sistema de transporte interno de água, nutrientes e metabólitos (KOGA, 1988). Sua concentração nas fibras influencia a estrutura, as propriedades, a morfologia, a flexibilidade e a taxa de hidrólise. Fibras com alto teor de lignina são de excelente qualidade e bastante flexíveis (AGRAWAL *et al.*, 2000).

#### **2.3.4 Extrativos e cinzas**

Além dos componentes básicos já vistos, existem outras substâncias que compõem a estrutura dos vegetais. São substâncias de baixo peso molecular que não fazem parte da parede celular. Uma classificação simples pode ser feita dividindo estas substâncias em material orgânico e inorgânico. O material orgânico é chamado de extrativos e a parte inorgânica é denominada como teor de cinzas (MARABEZI, 2009).

Como o próprio nome já diz extrativos são substâncias presentes nos vegetais que são extraíveis em água ou solventes orgânicos, como álcool e éteres (MIMMS, 1993). Fengel e Wegener (1989) classificam os extrativos orgânicos em carboidratos, terpenos, esteroides, glicosídeos e substâncias aromáticas, alifáticas e nitrogenadas.

Os extrativos estão em toda as partes da planta (casca, folhas, frutos, caule e sementes) e são responsáveis por determinadas características das plantas, tais como cor, odor, sabor e propriedades abrasivas (BROWNING, 1963). Segundo D´Almeida (1988) sua ocorrência varia de acordo com a espécie vegetal, ocorrendo em maiores teores na casca e nas raízes (HILLIS,1962). Elevados teores de extrativos podem influenciar negativamente na compatibilidade química entre fibras e matriz polimérica, visto que muitos deles são ácidos graxos e compostos fenólicos (CHAND *et al.*, 1989).

Já as cinzas compreendem cerca de 1% da massa dos vegetais (SJÖSTRÖM, 1981) e geralmente são constituídos pelos íons cálcio, manganês, ferro, magnésio, cobre, alumínio, potássio, sódio, entre outros. Normalmente, são encontrados na forma de silicatos, carbonatos, fosfatos e sulfatos (COSTA *et al.*, 1997).

## **2.4 Propriedades físicas, mecânicas e térmicas das fibras**

A qualidade das fibras vegetais, bem como seu desempenho como reforço em compósitos, dependem de alguns fatores essenciais, como: a composição química, ângulo microfibrilar, defeitos e estrutura (FARUK *et al.*, 2012).

### **2.4.1 Propriedades físicas**

O ângulo microfibrilar das fibras é importante na definição de várias propriedades do vegetal e está relacionado com o comprimento e com a resistência individual da fibra (WIMMER *et al.*, 2002). De acordo com Tienne *et al.* (2009), a resistência e a dureza podem ser afetados pelo ângulo microfibrilar, onde, fibras com ângulos menores apresentam maiores resistências, enquanto fibras com ângulos maiores apresentam maior elasticidade.

Chand *et al.* (1988) afirmam que a resistência à tração e o módulo de elasticidade das fibras vegetais são diretamente proporcionais ao teor de celulose e inversamente proporcionais ao ângulo das microfibrilas. Já o alongamento máximo de ruptura aumenta com o ângulo, pois é maior o trabalho de fratura necessário para o estiramento das microfibrilas. A tabela 02 apresenta o ângulo espiral e a porcentagem de celulose das principais fibras vegetais.

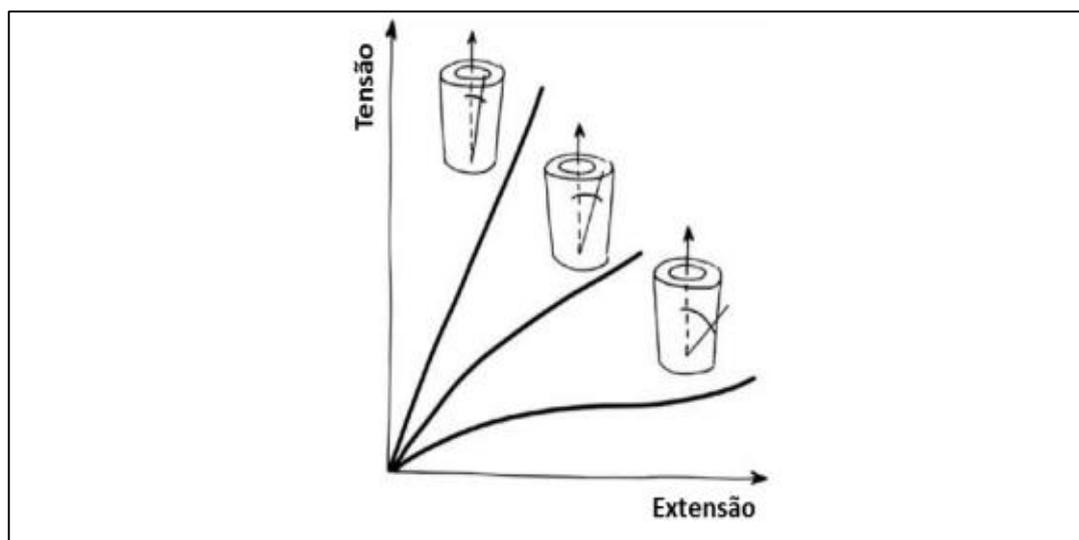
Tabela 02- Ângulo espiral e porcentagem de celulose principais fibras vegetais

Fibra	Ângulo espiral (°)	Celulose (%)
Algodão	-	82,7
Juta	8,0	64,4
Linho	10,0	64,1
Sisal	20,0	65,8
Coco	45,0	36-43
Rami	7,5	68,6

Fonte: Bledzki e Gassan, 1999

A figura 12 apresenta o comportamento mecânico das fibras vegetais com os diferentes ângulos microfibrilares.

Figura 12- Comportamento mecânico de fibras vegetais elementares com diferentes ângulos microfibrilares



Fonte: Müssig e Stevens, 2010

A fibra de coco possui a menor resistência dentre as fibras vegetais, uma vez que apresenta baixo teor de celulose e, ainda alto ângulo espiral das fibrilas (BLEDZKI e GASSAN, 1999).

## 2.4.2 Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas das fibras vegetais estão relacionadas com o seu comportamento perante a aplicação de forças ou cargas. Dependendo do tipo de força aplicada e da estrutura básica, cada tipo de fibra mostrara um comportamento diferente (PÉREZ, 2003). A força expressa por unidade de área ou volume pode ser entendida como um esforço ou tensão, já a tração, consiste na força aplicada que tende a aumentar a dimensão ou volume do corpo de prova, em um esforço paralelo às fibras (PÉREZ, 2003).

De acordo com Fonseca (2012) para aplicação das fibras como reforço de compósitos, as propriedades mecânicas das fibras devem ser avaliadas por meio de ensaio de tração paralela às fibras. O ensaio de tração paralela às fibras permite a avaliação de diversas propriedades dos materiais, como a tenacidade, percentual de alongamento e o ‘Módulo de Young’.

A tenacidade é definida como o estresse específico, ou seja, esta relacionada ao máximo da razão da carga por densidade linear da fibra, em uma curva tenacidade-alongamento, que uma fibra pode suportar antes que ocorra a ruptura, normalmente, as fibras vegetais têm uma tenacidade maior, associada a um menor alongamento, ou vice-versa (REDDY e YANG, 2005)

O ‘Módulo de Young’ é a razão entre a tensão aplicada e a deformação sofrida pelo corpo, quando o comportamento é linear, expresso em força por unidade de área de seção transversal, e o esticamento, expresso como uma fração do comprimento original. De acordo com Kaswell (1963), o módulo pode ser relacionado à resistência e rigidez da fibra têxtil. Assim quanto maior o módulo de um material, menos ele se estende em função de aplicação de determinada força. Algodão apresenta menor módulo de Young que o linho e juta e, portanto, é mais flexível e macio (REDDY e YANG, 2005).

Trabalhando com fibras de coco, Tomczak (2011) afirmou que a influência do diâmetro da fibra nas propriedades mecânicas pode ser explicado em termos de propriedades estruturais, visto que, com o aumento do diâmetro, há variações no número de células constituintes, alterando outros parâmetros estruturais, tais como ângulo, volume das células constituintes e número de defeitos. Todos estes fatores atuam diminuindo a resistência das fibras (queda da tensão de

ruptura e módulo elástico). A tabela 03 exibe as propriedades mecânicas das principais fibras vegetais.

Tabela 03- Propriedades mecânicas das principais fibras vegetais

Fibra	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento (%)	Referência
Juta	400-800	10-30	1,5-1,8	RAZERA <i>et al.</i> , 2002
Linho	800-1500	60-80,	1,20-1,60	CHARLET <i>et al.</i> , 2007
Carauá	500-1150	11,80	3,70-4,30	ZAH <i>et al.</i> , 2007
Rami	500-870	44	1,2	HATAKEYAMA <i>et al.</i> , 1982
Sisal	468-640	--	3-7	MISHRA, 2003

Segundo Monteiro *et al.* (2011) fibras com diâmetros menores apresentam resistência relativamente mais alta do que as fibras com diâmetros maiores, dando destaque as fibras de Rami, Curauá e Piaçava que atingiram valores de resistência a tração acima de 1000 MPa. Outro ponto importante citado pelos autores é a dificuldade de obter naturalmente diâmetros menores devido ao processo para obtenção das fibras seja feito de forma artesanal.

Fermoselli *et al.* (2003) avaliaram o comportamento mecânico das fibras de Curauá e afirmaram que a resistência à tração específica das fibras é de 900 ( $\pm 200$ ) MPa g<sup>-1</sup> cm<sup>-3</sup>, semelhante as fibras de vidro que apresentaram resistência a tração de 880-1830 MPa g<sup>-1</sup> cm<sup>-3</sup>, sendo considerada uma alternativa econômica e ambientalmente viável para ser usada como agente de reforço em compósitos poliméricos.

#### 2.4.3 Propriedade térmicas

O emprego de fibras vegetais como reforço possui algumas limitações devido à heterogeneidade à qual estão sujeitas sua composição química, sua estrutura e suas propriedades. Esta heterogeneidade de características acontece devido aos vegetais sofrerem grande influência do meio ambiente durante seu crescimento (FARIAS, 2012).

A primeira desvantagem que delimitam o uso das fibras vegetais em materiais compósitos é a baixa resistência térmica. As fibras vegetais se degradam a temperaturas acima de 200°C, temperatura normalmente inferior a aquela usada no processamento de polímeros (FARIAS, 2012). A termogravimetria é uma técnica que investiga a estabilidade térmica do material e determina a temperatura máxima de aplicação do mesmo. A termogravimetria (TGA) e sua derivada (DTG) indicam a perda de massa do material em cada estágio, fornecendo informações sobre a natureza e a extensão de degradação do material (JOSEPH *et al.*, 2003). Conforme Tomczak *et al.* (2007) as fibras vegetais possuem regiões bem específicas de decomposição, onde nas faixas de temperatura entre 200°C e 290°C ocorre a degradação da hemicelulose, na faixa entre 240° e 350°C da celulose e na faixa 280° a 500°C da lignina. A tabela 04 apresenta a temperatura de degradação térmica de algumas fibras vegetais.

Tabela 04- Degradação térmica de algumas fibras vegetais

<b>Fibra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>
Sisal	250
Piaçava	225
Juta	282
Linho	330

Fonte: Martin *et al.*, 2009; Aquino, 2003

Ao sofrer degradação, o material perde massa sob a forma de produtos voláteis, sendo essa perda acompanhada e registrada pelo equipamento através da curva de decomposição térmica do material (AQUINO, 2003). Diversos fatores podem afetar os resultados obtidos pela TGA dentre eles o tamanho da amostra, a atmosfera da câmara, a velocidade de aquecimento, entre outros. Sendo assim, o relato da temperatura de degradação de um material deve ser complementado pela indicação de velocidade de aquecimento usada na análise. É necessário se fixar uma mesma velocidade de aquecimento para analisar e comparar materiais distintos (AQUINO, 2003).

Mulinari *et al.* (2009), a fim de avaliar o comportamento térmico de fibras de bagaço de cana- açúcar, trataram as fibras com solução alcalina e realizaram

análises termogravimétricas. Os resultados obtidos mostraram que o tratamento com solução alcalina de NaOH modificou a temperatura de degradação das fibras e que a estabilidade térmica das fibras tratadas aumentou cerca de 5,5% comparadas às fibras *In natura*.

## **2.5 Desfibrilamento (obtenção das fibras)**

O desfibrilamento em materiais fibrosos são processos que visam à remoção parcial da lignina existente nos vegetais, permitindo a separação ou individualização das fibras. São três os métodos principais conhecidos: processo mecânico, processo químico e processo semi-químico (CARVALHO, 2007). No presente trabalho foi utilizado o processo semi-químico e por isso não iremos nos aprofundar nos demais processos.

O processo semi-químico é um processo intermediários aos outros dois, pois, conseqüentemente, requerem um tratamento químico, seguido de um tratamento mecânico, visando a separação das fibras. Alguns processos são conhecidos comercialmente, dando destaque ao processo de soda a frio. Neste processo o material lignocelulósico é cortado geralmente em forma de cavacos e colocada numa solução de NaOH (soda cáustica) diluída, por algumas horas e depois desfibrada mecanicamente, observando-se que uma menor quantidade de energia mecânica é necessária. A energia química do NaOH rompe algumas forças adesivas intercelulares, notando-se fibras mais completamente separadas, devido a dissolução da lignina e hemicelulose (CARVALHO, 2007).

## **2.6 Influência do tratamento alcalino nas fibras vegetais**

É fundamental considerar que as fibras naturais apresentam incompatibilidade com a matriz polimérica, isto acontece devido as fibras serem geralmente hidrofílicas e polares, enquanto a matriz polimérica é normalmente hidrofóbica (ARBELAIZ *et al.*, 2006), podendo ocorrer assim, a formação de vapores e bolhas durante o processamento devido à tendência das fibras a absorver umidade, o que reduz o potencial das fibras a ser utilizada como reforço em polímeros. Segundo Spinacé *et al.* (1996) apud Gonzaga (2014) a

concentração de umidade nessas fibras varia entre aproximadamente 9% e 12%, em condições atmosféricas normais. A determinação do teor de umidade, tempo e temperatura necessários para eliminar essa umidade são de extrema importância para o processamento de compósito, uma vez que tais fatores exercem forte influência sobre a adesão da interface fibra/matriz.

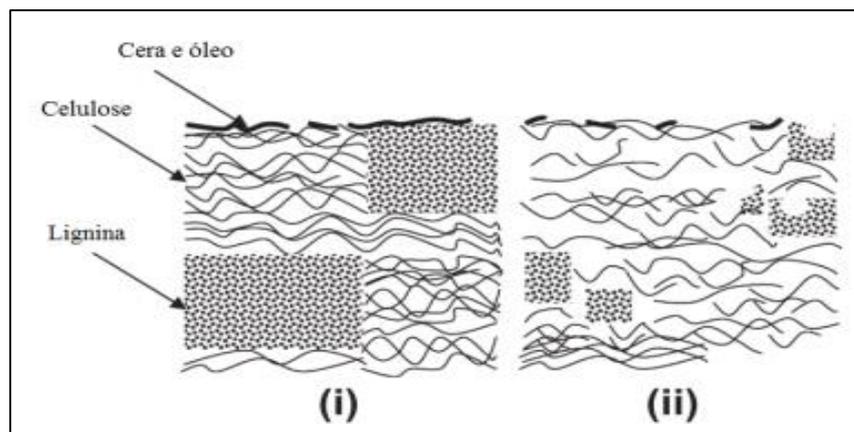
A fim de aumentar a hidrofobicidade das fibras e melhorar as propriedades de adesão, alguns tratamentos químicos vem sendo utilizados para a modificar sua superfície, fazendo com que ocorra uma maior interação matriz/fibra. Uma solução possível para melhorar a interação fibra/matriz é a modificação química das fibras, por meio de tratamentos químicos (KALIA *et al.*, 2009).

O tratamento alcalino, normalmente realizado em solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) é um dos métodos mais utilizados para a modificação das fibras vegetais (REIS, 2013). Este método, mesmo que em concentração baixíssima de álcali, visa limpar a superfície da fibra de ceras e graxas que se grudam ao manusear as mesmas, além de remover parcialmente a hemicelulose e a lignina (FENGEL e WEGENER, 1989).

A Figura 13 mostra uma ilustração da ação do tratamento alcalino e a aparência de uma fibra antes e após o tratamento, deixando a celulose mais exposta e a lignina, ceras e óleo parcialmente removidos.



Figura 13- Estrutura típica da fibra celulósica (i) sem tratamento e (ii) tratada



Fonte: Leonard e Martin (2002) apud Vieira (2013)

O tratamento químico com hidróxido de sódio aumenta a rugosidade da superfície da fibra, e isto ocorre devido ao rompimento da ligação de hidrogênio no grupo hidroxila (OH) presente na estrutura da fibra (AMICO *et al.*, 2005 apud SGHAIER, *et al.*, 2012). Esse rompimento da ligação de hidrogênio no grupo hidroxila permite que grupos que antes eram inacessíveis a agentes químicos, efetuem ligações de hidrogênio intra e intermoleculares.

Segundo Barreto *et al.* (2011) para garantir melhor efetividade no tratamento com NaOH algumas condições devem ser levadas em conta como, a concentração, tempo e temperatura da solução. Estas variáveis podem afetar diretamente as propriedades mecânicas, térmicas, a biodegradabilidade e, conseqüentemente, a aderência entre a matriz e as fibras.

Muitos autores têm estudado a influência dos tratamentos químicos das fibras no comportamento mecânico dos compósitos a fim de otimizar estas características e promover a maior utilização das fibras vegetais como alternativa viável em substituição as fibras sintéticas nos compósitos.

Em estudo revelado por Ray e Sarkar (2001) fibras de juta foram tratadas com NaOH a 5% durante 8 horas e constataram a melhoria de 45% na tenacidade e 79% no módulo de elasticidade nas fibras de juta tratadas em relação as fibras não tratadas.

Goda *et al.* (2006) trataram as fibras de rami em solução alcalina de NaOH (concentração de 15%) e após as fibras foram tracionadas. Os autores

concluíram que a resistência a tração da fibra tratada com NaOH melhora de 4 a 18% quando comparadas com as fibras não tratadas, enquanto o módulo de Young das fibras tratadas decresce, devido ao tratamento alcalino que promove mudanças morfológicas e químicas na estrutura das microfibrilas da fibra.

Sanches *et al.* (2010) estudaram a influência do tratamento de fibras de bagaço de cana-de-açúcar nas propriedades mecânicas e dinâmico-mecânicas, quando utilizadas em compósitos com matriz de poliéster. As fibras foram submetidas a tratamento químico com solução alcalina de NaOH a 10% em massa, por 24 horas à temperatura ambiente. O tratamento melhorou as propriedades de impacto, aumentou o módulo de elasticidade na flexão, porém não alterou significativamente o módulo de elasticidade na tração dos compósitos em relação à matriz sem reforço. Os autores também constataram que o tratamento das fibras melhorou a compatibilidade desta com a matriz, quando comparada com compósitos com a fibra sem tratamento.

Martins *et al.* (2012), trataram fibras de Sisal com soluções de NaOH em concentrações de 1%, 2% e 4%, durante 30 minutos a 25°C. Ao final do tratamento foi realizada a neutralização com HCl. Foram confeccionados compósitos com matriz de poliéster. O tratamento das fibras com NaOH se mostrou eficiente na melhora da adesão entre a fibra e a matriz polimérica resultando no aumento de 51,7% no módulo de elasticidade do material compósito.

Pires *et al.* (2012) avaliaram a influência do tratamento químico das fibras nas propriedades mecânicas e dinâmico-mecânicas dos compósitos de matriz epóxi reforçadas com fibras de Juta. As fibras foram modificadas a partir de solução de NaOH. Foram confeccionados compósitos com fibras tratadas e não tratadas. Os compósitos com fibras tratadas apresentaram propriedades mecânicas maiores do que as da matriz epóxi sem reforço e compósitos com fibras sem tratamento. Foi constatado que as fibras tratadas possuem menor quantidade de vazios e que ocorreu menor arrancamento das fibras do compósito, sugerindo maior adesão com a matriz polimérica do que os compósitos com fibras sem tratamento.

Beltrami *et al.* (2014), também demonstraram que o tratamento alcalino das fibras de curauá influenciam nas propriedade mecânicas dos compósitos com

matriz PHBV (hidroxibutirato-co-hidroxivalerato). Os resultados dos ensaios mostraram que o tratamento alcalino das fibras por NaOH a 5%, aumentaram 30% a resistência à flexão e 12% à resistência ao impacto, quando comparados aos compósitos com fibras sem tratamento. Estes resultados indicam que o tratamento alcalino promoveu uma melhoria na adesão das fibras na matriz, o que melhorou significativamente as propriedades mecânicas dos compósitos.

Mahjoub *et al.* (2014) estudaram a influência do tratamento químico efetuado com 5% de solução de hidróxido de sódio nas fibras de Sisal, apresentando melhores resultados nas propriedades de um compósito híbrido com fibra de vidro devido à maior concentração de álcali da solução.

A fim de melhorar a adesão interfacial das fibras de Alfa (planta originária da Argélia) com a matriz de polipropileno, Mechakra *et al.* (2015) trataram quimicamente as fibras com NaOH (1,6 mol/l) durante 48 e 24 horas, e constataram que os tratamentos com NaOH melhoram significativamente a ligação entre a fibra e a matriz. No entanto, as fibras tratadas durante 24 horas se mostraram menos quebradiças e mais rígidas em relação as fibras tratadas durante 48 horas.

## **2.7 Considerações finais da revisão**

Nesta revisão bibliográfica observou-se a grande importância de substituir fibras sintéticas por fibras vegetais, visto que apresentam propriedades semelhantes, porém menor custo. As fibras vegetais merecem destaque, em razão da enorme variedade de espécies passíveis de serem pesquisadas. Algumas fibras ocorrem espontaneamente na natureza, outras são cultivadas como atividade agrícola e ainda há aquelas que são resíduos gerados, principalmente, pela agroindústria.

A elevada disponibilidade de fibras lignocelulósicas, somada à necessidade de produção de materiais mais ecologicamente corretos, abre uma grande oportunidade para avanços tecnológicos que agreguem valor aos produtos, ao mesmo tempo, atuem na minimização de impactos a natureza.

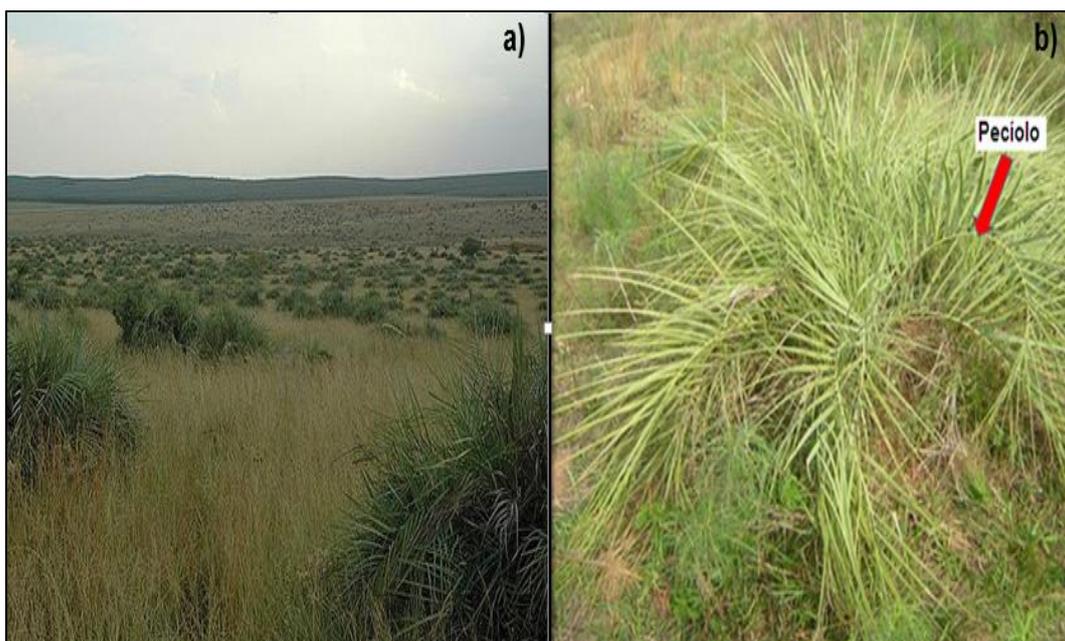
Diante disto, esta pesquisa pretende caracterizar as fibras vegetais do pecíolo do Butiá-anão, a fim de verificar seu potencial de uso para aplicação futura em matrizes poliméricas.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais

O Butiá-anão, é uma espécie nativa dos campos arenosos do oeste e sudoeste do Rio Grande do Sul (DEBLE & MARCHIORI, 2006). O Butiá-anão foi coletado na região rural do Durasnal aproximadamente a 30 km do município de Alegrete. A figura 14 apresenta a localidade de coleta dos pecíolos Butiá-anão e um exemplar desta espécie.

Figura 14- a) Região da coleta de material (Alegrete); b) Butiá-anão



Fonte: Própria autora

Os pecíolos do Butiá foram cortados em pedaços de aproximadamente 250 mm, com o objetivo de obter fibras longas (figura 15).

Figura 15- Pecíolos de Butiá-anão (cortados)



Fonte: Própria autora

Para o processo de obtenção das fibras foi utilizado o método de desfibrilamento semi-químico. Os pecíolos *in natura* foram passados numa calandra) a fim de provocar esmagamento e aumento na superfície de contato, como demonstrado na figura 16. Esta calandra foi projetada e desenvolvida especialmente para a obtenção das fibras de Butiá, com distância entre os rolos de 3 mm.

Figura 16- Calandra



Fonte: Própria autora

Posteriormente os pecíolos foram imersos em soluções de NaOH com concentrações (2%, 6% e 12% em massa) à temperatura ambiente por 6 horas, conforme figura 17.

Figura 17- Tratamento químico com NaOH nas fibras de Butiá-anão



Fonte: Própria autora

Em seguida, o material foi enxaguado em água corrente e posteriormente em água destilada, a fim de remover todas as impurezas e substâncias solúveis, até que se obtivesse pH neutro. Finalmente as fibras foram desfiadas manualmente e secas em estufa a temperatura de 60°C por 24 horas (figura 18).

Figura 18- Fibras obtidas após o processo químico



Fonte: Própria autora

Para facilitar o manuseio das amostras, chamaremos este procedimento de obtenção das fibras como tratamentos e as fibras identificadas de acordo com a concentração do NaOH empregada (tabela 05).

Tabela 05- Identificação das fibras tratadas

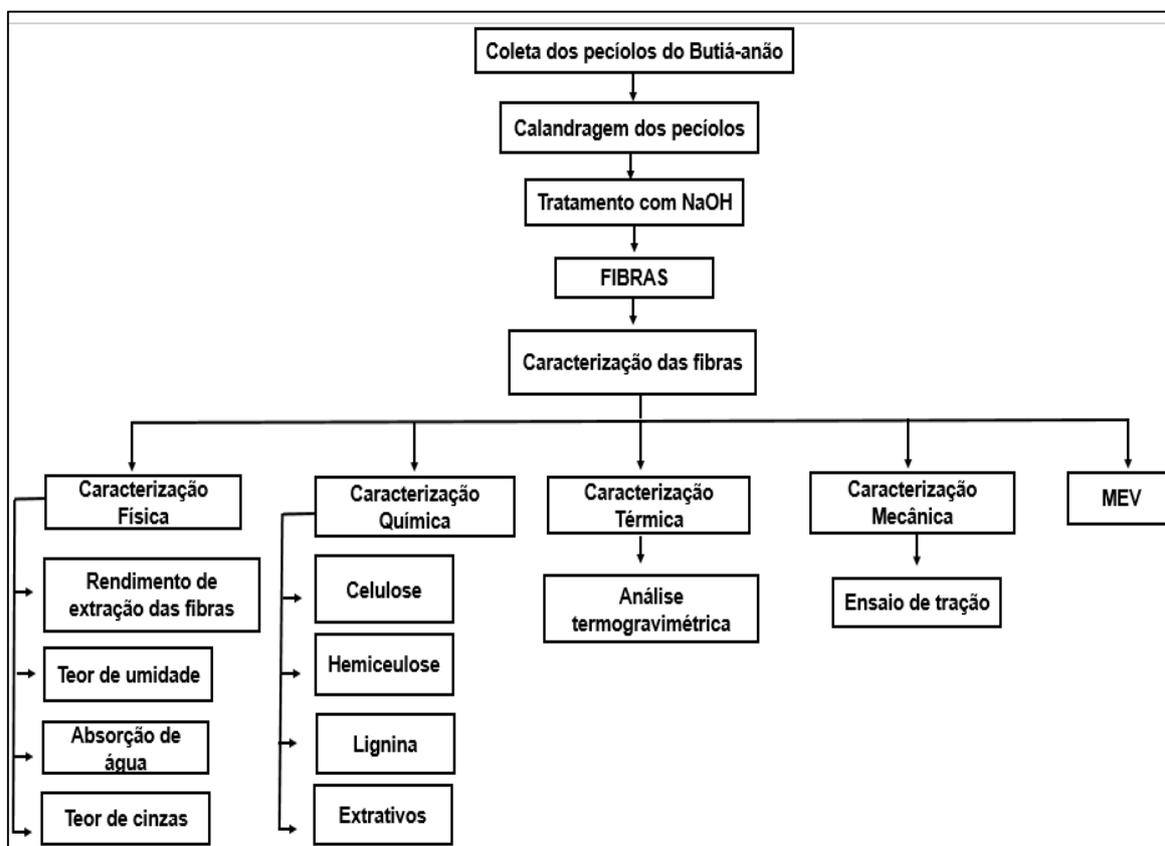
Concentração (NaOH)	Tempo de exposição	Nomenclatura
2% de NaOH	6 horas	F2%
6% de NaOH	6 horas	F6%
12% de NaOH	6 horas	F12%

Fonte: Própria autora

### 3.2 Metodologia

A Figura 19 mostra o fluxograma de obtenção e caracterização das fibras do pecíolo do Butiá-anão, demonstrando as etapas realizadas neste trabalho.

Figura 19- Fluxograma da parte experimental



Fonte: Própria autora

### 3.2.1 Rendimento da extração das fibras

Para determinar o rendimento de extração das fibras, os pecíolos *in natura* foram secos em estufa por 24 horas a 105°C e seus pesos anotados. Após os pecíolos foram submersos em NaOH a 12%. A quantidade de fibras obtidas deste procedimento foram pesadas e assim calculado o rendimento da extração através da equação 1 a seguir.

$$R (\%) = \frac{F}{P} \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde:

R (%)= Rendimento

F= Fibras obtidas (g)

P= Pecíolos secos (g)

### 3.2.2 Determinação do Teor de umidade

Conforme a norma TAPPI T550 om-03, amostras com 2g de fibras foram pesadas em uma balança analítica da marca Shimadzu, AUY220 e colocadas em béqueres tarados. As amostras foram colocados em estufa (marca Nova Ética, 400-5 ND), a 105 °C durante 24 horas. Após este período, as amostras foram retiradas da estufa e colocadas em dessecador para resfriar e evitar contato com a umidade do ar. As amostras foram novamente pesadas e pela diferença nas massas, foi encontrado o teor de umidade das fibras. O teor de umidade porcentual  $m$  (%), foi determinada pela equação 2

$$m(\%) = \left( \frac{m_u - m_s}{m_u} \right) \times 100 \quad \text{Eq. (2)}$$

Sendo:

$m_u$ = massa úmida em (g)

$m_s$ = massa seca (g)

Foram determinadas o teor de umidade das fibras F2%, F6% e F12%.

### 3.2.3 Densidade

A densidade das fibras de Butiá-anão foi determinada segundo a norma NBR 11936 (1991), sendo utilizada a técnica de picnometria gasosa. Para este ensaio foi utilizado uma balança analítica SHIMADZU AUY220, o picnômetro gasoso Quantachrome Instruments, ULTRAPYC 1200e, com índice de pureza do Hélio de 6%. Este equipamento mede o volume de gás (até uma pressão de 117,2kPa) que preenche a célula porta- amostra e, através da diferença entre este volume medido e o volume conhecido da célula, tem-se o volume da amostra. Normalmente utiliza-se hélio porque este gás, além de inerte, penetra facilmente nos poros (acessíveis) da amostra, devido ao pequeno tamanho dos seus átomos, permitindo, assim, determinar o volume do sólido com mais rigor (STRAIT, 1995). Esta determinação foi realizada na Unipampa/ Campus Bagé.

### 3.2.4 Absorção de água da fibra

Certa quantidade de fibras foram secas em estufa a 60°C por 24 horas e pesadas. As fibras foram imersas em água, retirando- as após decorrido determinados intervalos de tempos, enxugando- as superficialmente e imediatamente pesando- as em um balança eletrônica de precisão 0,001g. As pesagens foram feitas em intervalos de quinze, trinta e sessenta minutos, 24 horas e após 48 horas. O ensaio foi conduzido com duas repetições para cada tratamento. A quantidade de água absorvida foi calculada pela equação 3:

$$Abs = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100\% \quad \text{Eq. (3)}$$

Onde:

Abs= absorção de água da fibra

$m_i$  = massa seca inicial (g)

$m_f$  = massa após imersão em água (g)

### 3.2.5 Determinação do teor de cinzas

A determinação do teor de cinzas foi realizada conforme a norma TAPPI T211 om- 02. Os cadinhos foram colocados em mufla marca Zezimag a  $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  durante 3 horas a fim limpá-los de impurezas e posteriormente tará-los. Após, os cadinhos foram transferidos para um dessecador, onde ficaram até completo resfriamento. Os cadinhos foram pesados em balança analítica. As fibras foram colocados e pesadas no cadinho a quantidade equivalente a  $2,0 \pm 0,2$  gramas de fibras absolutamente secas. A mufla foi ligada por  $\pm 20$  minutos até atingir  $300^{\circ}\text{C}$  com ela fechada. A temperatura foi elevada para  $525^{\circ}\text{C}$  e após, colocados os cadinhos com as fibras por 10 minutos, deixando a porta da mufla meio aberta. Posteriormente a mufla foi fechada e as amostras ficaram por 3 horas.

Após as amostras ficaram dentro da mufla por aproximadamente  $\pm 8$  horas até resfriarem. As amostras foram transferidas para o dessecador até manter peso constante e pesadas (figura 20). O teor de cinzas foi determinada pela equação 4:

$$Cz\% = \frac{mc}{ma} \times 100 \quad \text{Eq. (4)}$$

Onde:

Cz%= teor de cinzas em porcentagem.

mc = massa de cinzas (g)

ma = massa da amostra (g)

Figura 20- Determinação do teor de cinzas



Fonte: Própria autora

### 3.2.6 Caracterização química (hemicelulose, lignina e celulose)

A determinação dos percentuais de hemicelulose e lignina presentes nas fibras foi efetuada seguindo a metodologia proposta por Silva (1981). Já para a determinação de celulose foi utilizado a metodologia descrita por Rech *et al.* (2006). Foram analisadas a composição dos pecíolos *in natura* e as fibras F2%, F6% e F12%. Todas as análises químicas foram realizadas no Laboratório de Bromatologia da Unipampa/ Campus Dom Pedrito. A figura 21 mostra as fibras utilizadas nas análises, sendo possível observar a mudança na cor e textura das fibras tratadas com as diferentes concentrações de NaOH.

Figura 21- Fibras de Butiá utilizadas para fazer as análises químicas



Fonte: Própria autora

### 3.2.6.1 Determinação de hemicelulose

Para a determinação do teor de hemicelulose foi necessária a preparação das soluções:

a) Solução de fibra detergente ácida (FDA): foi misturado em um béquer 20 g de brometo-cetil-trimetilamônio e 1 L de ácido sulfúrico, a mistura foi agitada até dissolução completa, e em seguida a solução foi transferida para um frasco âmbar.

b) Solução de fibra detergente neutra (FDN): em um béquer foi misturada 30 g de sulfato láurico de sódio, 18,61 g de EDTA, 6,81 g de borato de sódio, 4,56 g de fosfato ácido de sódio, 10 mL de 2-metoxietanol e 1 L de água, e agitadas em agitador magnético até a dissolução completa dos sólidos e a mistura transferida para um frasco âmbar. Posteriormente ao preparo das soluções, para facilitar as análises, amostras com 1g de fibra, foram postas em sacos de TNT pré- tarados e colocadas em um béquer, 100 mL de FDA e algumas gotas de antiespumante polipropileno glicol P2000, a mistura foi espalhada e acoplado a um digestor de fibras (marca Marconi), por 1h, até a solução ferver. Depois de fervida a solução, as fibras foram lavadas 3 vezes com água fervente e filtradas. As amostras foram lavadas 2 vezes com 30 mL de acetona, sendo transferida para uma cápsula de porcelana e levadas a estufa a 105 °C por 8 h, resfriadas em dessecador e pesadas. Foi realizado o mesmo procedimento com a solução FDN, sendo adicionado ao bequer no momento da adição da amostra de fibra 0,5 g de sulfito de sódio. O teor de hemicelulose foi calculado através da diferença da massa entre o resíduo da fibra detergente ácida (FDA) e da fibra detergente neutra (FDN), conforme a equação 5 a seguir:

$$H\% = res.FDN - res.FDA \quad \text{Eq. (5)}$$

Onde:

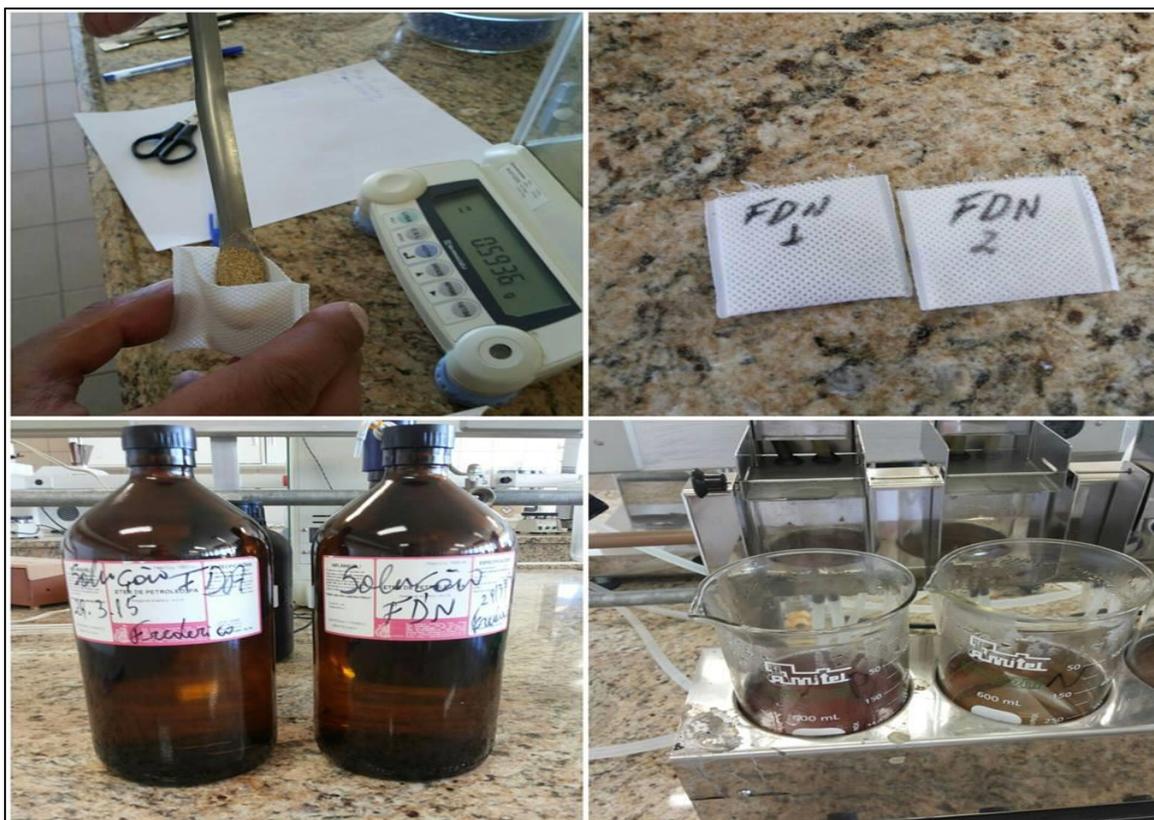
H%= Hemicelulose

res.FDN= Resíduo fibra detergente neutra

res.FDA= Resíduo fibra detergente ácida.

A figura 22 apresenta as principais etapas da realização da determinação de hemicelulose.

Figura 22- Principais etapas da determinação do teor de hemicelulose



Fonte: Própria autora

### 3.2.6.2 Determinação de Lignina

Amostras foram preparadas com aproximadamente 1g de fibras secas e postas em saquinhos de TNT pré- tarados. As amostras foram transferidas para o béquer de 400 mL, após foi adicionado 15 mL de ácido sulfúrico a 72% ao béquer. As fibras permaneceram na solução por 2 horas a 20°C. Posteriormente a solução com as fibras foi transferido para um béquer maior (1000 mL) e adicionados 560 mL de água. A solução com as fibras foi fervida por 4 horas na chapa de aquecimento, mantendo o volume constante por adição ocasional de água quente ao béquer. As fibras foram lavadas com água quente. Os saquinhos

com as fibras foram colocados em um béquer e secos em estufa a  $\pm 100^{\circ}\text{C}$  até peso constante. Após o béquer foi transferido para o dessecador, esperando esfriar. O teor de lignina foi calculado de acordo com a equação 6.

$$L\% = \frac{mr}{ma} \times 100 \quad \text{Eq. (6)}$$

Onde:

L% = porcentagem de lignina residual

mr = massa do resíduo (g)

ma = massa da amostra (g)

A figura 23 exhibe as principais etapas para a determinação de lignina das fibras e do pecíolo *in natura*.

Figura 23- Principais etapas da realização das análises para determinação dos teores de lignina



Fonte: Própria autora

### 3.2.6.3 Determinação de celulose

Para determinação do teor de celulose, foi preparado o reagente ácido (9,1% de ácido nítrico, 72,7% ácido acético e 18,2% de água) e amostras com aproximadamente uma grama de fibras secas foram pesadas e postas em tubos de ensaio. Foi adicionada 16,5 ml de reagente ácido as amostras e levadas a banho-Maria. Após a água ferver as amostras permaneceram durante 30 minutos em banho-maria. As amostras foram retiradas do banho-maria e adicionados 20 ml de etanol. Foi separada a parte líquida da sólida por filtração em cadinho de goach de porcelana. Após as amostras foram filtradas nos cadinhos de goach, foram feitas lavagens com 20 ml de etanol quente. A seguir foram lavadas com 20 ml de benzeno quente e finalmente com 20 ml de éter sulfúrico.

As amostras foram secas em estufa a 105°C por 4 horas; esfriadas em dessecador e pesadas. As amostras foram incineradas em mufla a 550°C durante 2 horas, até peso constante. A celulose foi determinada pelas seguintes equações (7,8,9).

Onde

$$\text{Resíduos (g)} = \text{MCMA} - \text{MC} \quad \text{Eq. (7)}$$

MCMA= massa do cadinho + massa da amostra após digestão.

MC= massa cadinho

$$\text{Cinza (G)} = \text{MCMC} - \text{MC} \quad \text{Eq. (8)}$$

Onde:

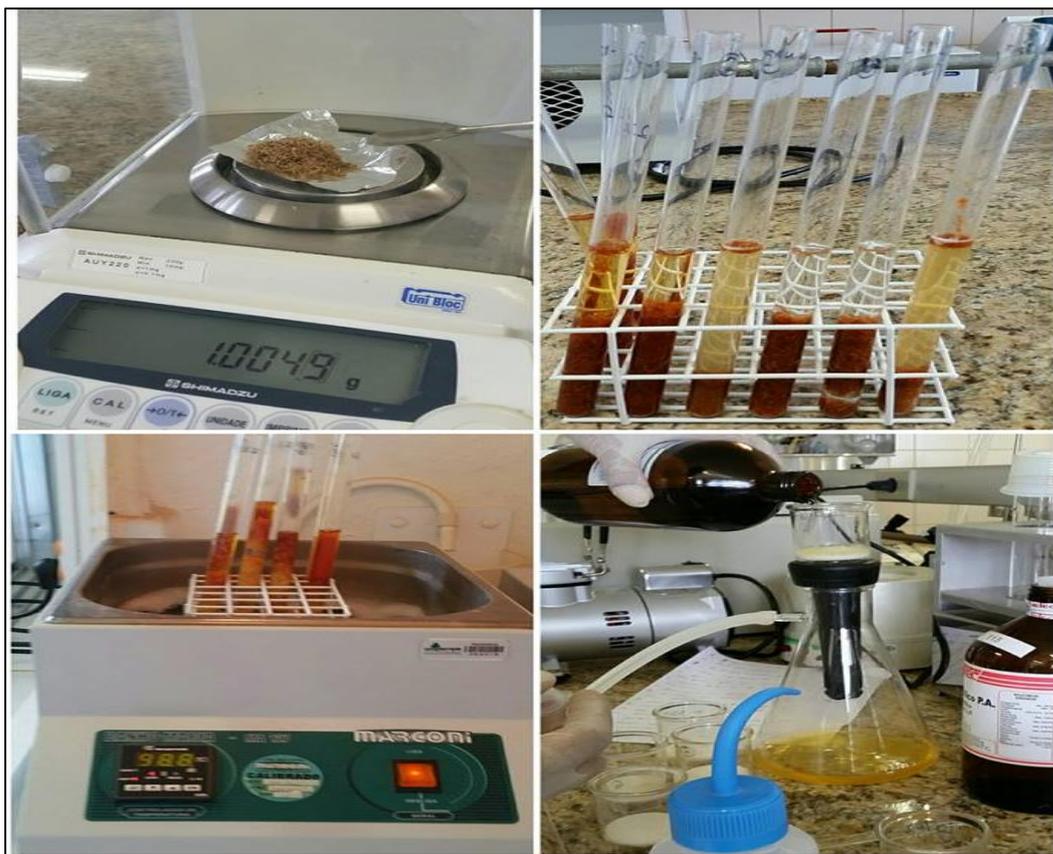
MCMC= massa do cadinho + massa da cinza

MC= massa cadinho

$$\text{Celulose (g)} = \text{resíduo (g)} - \text{cinza (g)} \quad \text{Eq. (9)}$$

A figura 24 apresenta os principais procedimentos para a determinação do teor de celulose das fibras.

Figura 24- Principais etapas da análise para determinação do teor de celulose



Fonte: Própria autora

### 3.2.7 Determinação extrativos

A determinação do teor de extrativos das fibras foi feita seguindo a norma padronizada pela Tappi T 204 cm-97 (1997). As fibras foram moídas em moinho de facas. Foram preparadas duas amostras para cada tipo de tratamento e duas para o material *in natura*. Para facilitar a análise as amostras com aproximadamente duas gramas, foram postas em saquinhos de TNT pré-tarados dando seguimento ao processo.

As amostras foram colocadas em um extrator soxhlet. A primeira extração foi feita, primeiramente com etanol/tolueno (1:2) por um período de 8 horas. Na sequência esta amostra foi levada para estufa por 1 hora a 105 C, para eliminar o excessos de solventes. A segunda extração foi realizada com etanol 95% por um período de 6 horas, e levada para estufa nas mesmas condições anteriores e mesmas finalidades. As amostras foram pesadas e suas massas anotadas. As amostras então foram lavadas com 300 ml de água quente destilada e deionizada e o excesso de água foi extraído pelo sistema de sucção (cadinho de goach/ kitasato/ bomba de vácuo) e transferidas para um béquer com 400 mL de água destilada e deionizada. As amostras ficaram 1 hora em banho- maria e passado esse tempo as amostras foram filtradas e lavadas com 100mL de água deionizada. As amostras foram secas em estufa durante 24 horas. Após resfriada as amostras foram pesadas novamente e anotadas as massas. Com isso calculou-se a percentagem de extrativos totais (Ex T%) através da equação 10.

$$ExT\% = \frac{Pas\ 1 - Pas\ 2}{Pas\ 1} \times 100 \quad \text{Eq. (10)}$$

Onde:

ExT %= Teor de extrativos totais (%)

Pas 1 = Peso absolutamente seco antes da secagem em estufa

Pas 2 = peso absolutamente seco depois da secagem em estufa

A figura 25 apresenta as principais etapas da determinação do teor de extrativos.

Figura 25- Principais etapas da determinação do teor de extrativos



Fonte: Própria autora

### 3.2.8 Análise Termogravimétrica (TGA)

A estabilidade térmica das fibras foi avaliada através de análise termogravimétrica de acordo com a Norma Americana ASTM E 1131 (2003). A utilização desta técnica teve como objetivo fornecer informações quantitativas sobre a decomposição térmica da fibras de Butiá-anão. O equipamento utilizado foi TGA 50 acoplado com analisador térmico TA60WS, ambos da Shimadzu. Os corpos de prova foram aquecidos a uma taxa de 20°C/min, iniciando na temperatura ambiente até atingirem a temperatura de 900°C. Atmosfera de Nitrogênio (99,99%) de 20ml/min. Foram ensaiadas amostras de fibras F2%, F6% e F12%. Os ensaios foram realizados na UNIPAMPA/Campus Bagé.

### 3.2.9 Ensaio de tração da fibra

Para verificar se houve mudança na resistência mecânica das fibras com os diferentes tratamentos químicos foram realizados ensaios de tração direta das fibras, seguindo-se o preconizado pela Norma Americana ASTM 2256. O ensaio foi realizado utilizando-se uma máquina de ensaio universal marca Shimadzu, com capacidade de carga de 5 KN (Figura 26), sendo empregada a velocidade de 5 mm/min. O ensaio foi realizado na UNIPAMPA/Campus Alegrete.

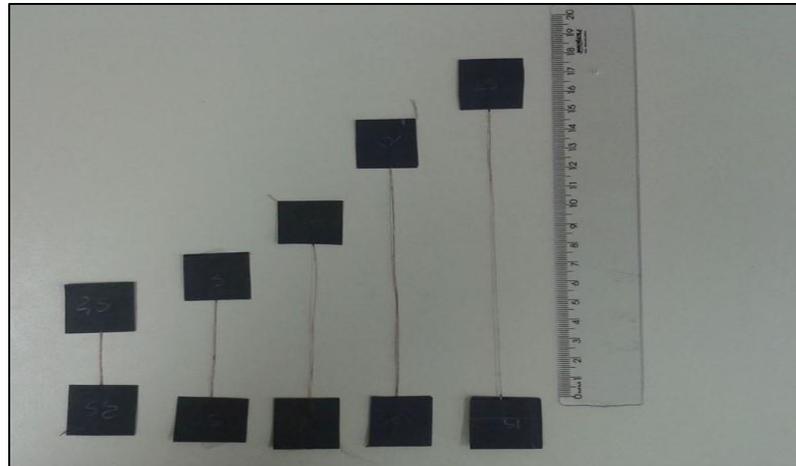
Figura 26- Máquina Universal de ensaios mecânicos



Fonte: Própria autora

Para avaliar as propriedades de tração (tensão máxima e deformação) das fibras, corpos de provas para cada tipo de tratamento foram preparados. Papel cartolina foi colado nas extremidades das fibras para melhor fixação nas garras pneumáticas da máquina de tração, conforme figura 27.

Figura 27- Preparação das fibras para os ensaios de tração; diferentes tamanhos dos corpos de prova



Fonte: Própria autora

Os comprimentos das fibras utilizadas foram 25 mm, 50 mm, 80 mm, 120 mm e 150 mm (figura 27). A distância entre as garras coincidiu com o comprimento útil da fibra. Para cada comprimento de fibra foram preparadas 15 corpos de provas (tabela 06).

Tabela 06- Quantidade de fibras preparadas para cada comprimento/tratamento

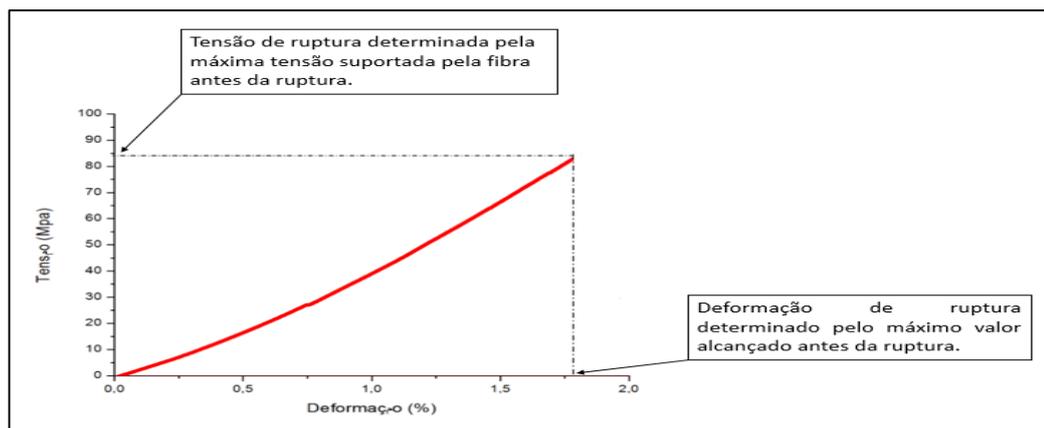
Quant	F2%	F6%	F12%
15	25mm	25mm	25mm
15	50mm	50mm	50mm
15	80mm	80mm	80mm
15	120mm	120mm	120mm
15	150mm	150mm	150mm
<b>TOTA= 75 fibras para cada tratamento</b>			

Fonte: Própria autora

O valor da tensão de ruptura foi estimado como o máximo valor de tensão que a fibra suportou, assim como o valor da deformação na ruptura como a máxima deformação antes da ruptura.

Na Figura 28 estão ilustrados os detalhes de como as propriedades foram determinadas.

Figura 28- Gráfico ilustrando os detalhes das propriedade determinadas nos ensaios de tração



Fonte: Própria autora.

A tensão imposta na fibra no ensaio de tração foi calculada pela equação 11.

$$\sigma = F/A \quad \text{Eq. (11)}$$

Onde:

F= força aplicada

A= área da seção transversal

A deformação das fibras foi determinada pela relação entre o alongamento e o comprimento inicial da fibra. O valor do alongamento foi gerado pelo software da máquina de tração após o afastamento das garras até o ponto de ruptura. Devido às reduzidas dimensões das fibras não foi possível a utilização de instrumentos de medida de deformação ou deslocamento como extensômetros elétricos ou LVDT.

Como as fibras apresentam variação em seu diâmetro por não serem perfeitamente cilíndricas, as medidas de diâmetro foram avaliadas com auxílio de micrômetro antes dos ensaios de tração, sendo realizadas cinco medidas e determinado o valor médio do diâmetro para cada fibra (figura 29)

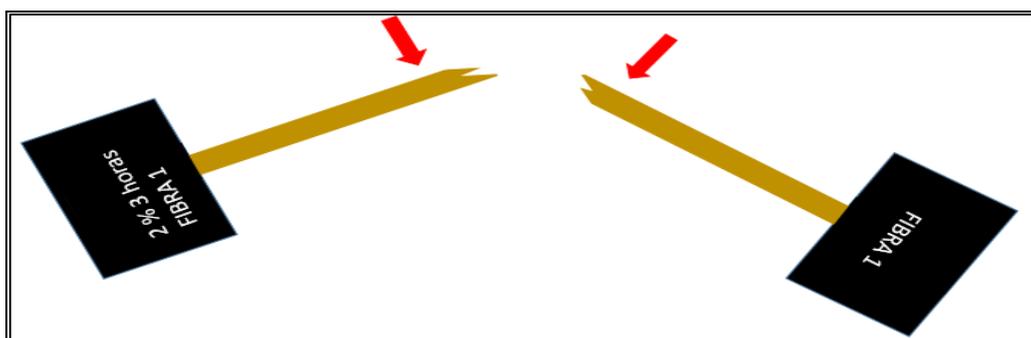
Figura 29- Micrômetro



Fonte: Própria autora

Além disto após os ensaios de tração o diâmetro no ponto onde ocorreu a ruptura foi medido em microscópio de varredura. A figura 30 mostra um esquema do ponto onde ocorreu a ruptura e que posteriormente foram feitas as medidas de diâmetro.

Figura 30- Representação do ponto onde foi realizado as medidas de diâmetro após a ruptura



Fonte: Própria autora

Importante salientar que, após os ensaios de tração, foi empregado o software *ASS/STAT* para análise estatística através do Método Tukey ANOVA. Essa análise visa, fundamentalmente verificar se existe uma diferença significativa entre os resultados.

### 3.2.10 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para caracterizar a morfologia das fibras de Butiá-anão. Observando visualmente os efeitos dos tratamentos na remoção de lignina e hemicelulose. Também foi utilizado para fazer a medição dos diâmetros das fibras após as mesmas serem submetidas aos ensaios de tração. A visualização da amostra por microscopia eletrônica só é possível após a metalização da mesma para que este sofra um bombardeio de feixe de elétrons altamente energéticos e a imagem desta seja formada através da emissão de elétrons secundários e raios X pela amostra no estado excitado e do retroespalhamento de elétrons primários originados de colisões inelásticas com o sólido em análise (SOUZA, 1996). As fibras fraturadas nos ensaios mecânicos foram fixadas em lâminas de vidro com fita adesiva e metalizadas com ouro, em metalizadora da marca SCANCOAT SIX (figura 31).

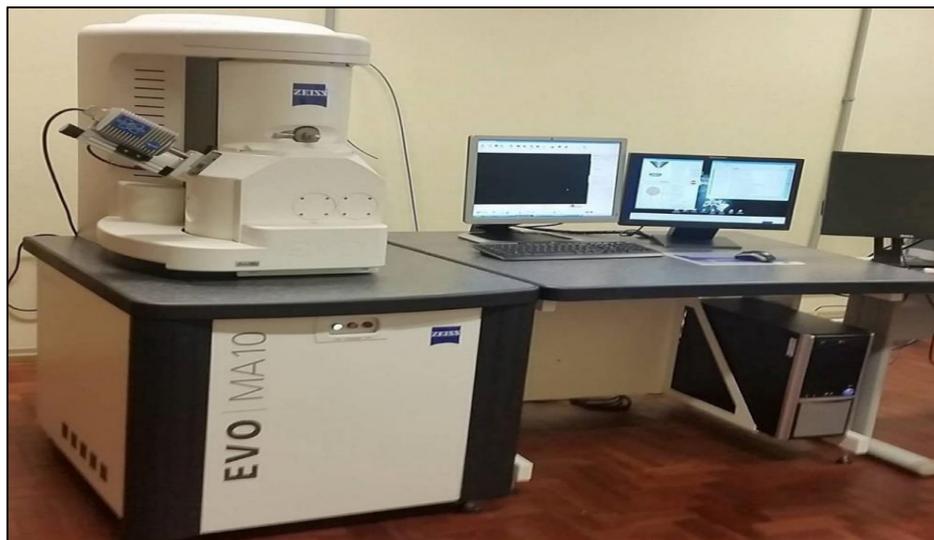
Figura 31- Metalização das fibras. a) equipamento utilizado b) lâminas com as fibras sendo metalizadas



Fonte: Própria autora

Após a metalização, as amostras foram analisadas em um microscópio de varredura da marca ZEISS EVO- MA10. A figura 32 mostra uma configuração esquemática do equipamento.

Figura 32- Microscópio Eletrônico de Varredura



Fonte: Própria autora

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Rendimento de fibras

A partir do processo químico e mecânico (calandragem) foi possível a extração e obtenção das fibras de Butia- anão. Obteve-se um rendimento médio de 66%. É importante lembrar que a extração foi realizada manualmente o que acarretou desgaste mecânico das fibras e um maior tempo de extração. A utilização de uma máquina desfibradeira auxiliaria muito este processo, podendo gerar um melhor rendimento de fibras.

### 4.2 Teor de Umidade

Como os materiais lignocelulósicos são altamente hidrocópicos é muito importante à determinação do teor de umidade dos mesmos. A tabela 07 apresenta os valores de umidades das fibras de Butiá submetidas as diferentes concentrações de NaOH.

Tabela 07- Teor de umidade das fibras tratadas e do pecíolo *in natura*

<b>Tratamento</b>	<b>Teor de umidade (%)</b>
F2%	10,90
F6%	10,85
F12%	10,60

Fonte: Própria autora

As fibras tratadas com as diferentes concentrações de NaOH apresentaram teor de umidade similar.

Mochnacz (2003) estudando o teor de umidade das fibras de sisal não tratadas e tratadas com solução de NaOH nas concentrações 0,25%, 0,50%, 1%, 2%, 5% e 10%, obteve teores de umidade na faixa de 11%. Gehlen (2014) em sua dissertação de mestrado não constatou nenhuma alteração significativa do

teor de umidade na fibras de Curauá após a tratamento com percentual de 5 % de NaOH

Em geral, o teor de umidade das fibras vegetais varia em torno de 5% a 20%, pois essas fibras são hidrofílicas e constantemente trocam umidade com o ambiente. Essa característica afeta diretamente as propriedades mecânicas dos compósitos porque a umidade pode conduzir a processamentos desfavoráveis e a produtos porosos (SAHEB e JOG, 1999). Comparando os resultados encontrados com os das demais fibras vegetais extraídas de várias referências, podemos observar variação no percentual de teor de umidade (tabela 08).

Tabela 08- Teor de umidade das principais fibras vegetais

<b>Fibra</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Referência</b>
Butiá-anão	10,78***	Própria autora
Coco	13	ANSEL, 2009
Linho	10	BLEDZKI e GASSAN, 1999
Sisal	11,7	SYDENSTRICKER <i>et al.</i> , 2003
Algodão	8,0	EDWARDS <i>et al.</i> , 1997

\*\*\*valor médio teor de umidade fibras F2%, F6% e F12%.

### 4.3 Densidade

Em geral, a densidade das fibras vegetais varia muito e depende de fatores como processo de extração, idade da planta, presença de umidade e condições do solo, dentre outros (RAO e RAO, 2007). O resultado das densidades obtidas para as fibras de Butiá são exibidas na tabela 09.

Tabela 09- Densidade das fibras de Butiá tratadas

<b>Tratamento</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>
F2%	2,02
F6%	2,09
F12%	2,20

Fonte: Própria autora

As fibras de Butiá apresentaram valores de densidade maiores que as outras fibras vegetais. A tabela 10 a seguir apresenta a densidade das principais fibras vegetais.

Tabela 10- Densidade das principais fibras vegetais

<b>Fibra</b>	<b>Densidade (g/c<sup>3</sup>)</b>	<b>Referências</b>
Butiá-anão	2,10 <sup>***</sup>	Própria autora
Sisal	1,45	RAO <i>et al.</i> , 2007
Curauá	1,10	SPINACÉ <i>et al.</i> , 2009
Linho	1,50	MARINELLI <i>et al.</i> , 2008
Algodão	1,50	MARINELLI <i>et al.</i> , 2008
Coco	1,52	GHETHAMMA, 1998
Juta	1,45	RAO <i>et al.</i> , 2007

<sup>\*\*\*</sup>valor médio das fibras F2%, F6% e F12%.

De acordo com Moraes (2010) diferentes condições de tratamento resultam em diferentes valores de densidade, quando há interação da solução de NaOH na camada S3, ocorre uma densificação na camada S2, aumentando a densidade da fibra. Ainda conforme o autor é notável o aumento da densidade conforme o acréscimo na concentração de NaOH. Moraes (2010) verificou este aumento na sua dissertação de mestrado, trabalhando com fibras de sisal tratadas com NaOH (2%, 5% e 10% com variados tempos). Isto significa que os tratamentos aplicados alteraram a estrutura celular das fibras e também reduzem o teor de vazios das fibras (VILAY *et al.* 2008; BERTOTI *et al.* 2009).

Carvalho (2011) em sua tese de doutorado tratou fibras de carnaúba com NaOH (concentrações de 1%, 3% e 5%) e constatou um pequeno aumento em suas densidades.

#### 4.4 Absorção de água

Pode-se notar pela Tabela 11 que as fibras de Butiá-anão absorveram mais que 70% de sua capacidade logo nos primeiros 15 minutos em imersão, chegando quase a sua estabilidade nas primeiras 24 horas, com aproximadamente 100% de saturação.

Tabela 11- Absorção de água - fibras tratadas

Tratamento	Absorção de água (%)				
	Tempo de imersão (h)				
	1/4	1/2	1	24	48
F2%	91,0	94,8	96,5	101,69	101,70
F6%	90,5	94,0	91,4	97,3	97,5
F12%	72,0	77,20	79,80	80,1	80,15

Fonte: Própria autora

De acordo com Savastano Jr e Pimentel (1997), em geral as fibras atingem mais de 50% de sua capacidade higroscópica logo nos primeiros 15 minutos de contato com água, o que confirma os resultados apresentados neste trabalho.

A hemicelulose presente nas fibras são as principais responsáveis pela absorção de água, mas a acessibilidade da celulose amorfa e lignina promovidas pelos tratamentos, também contribuem para este processo (SPINACÉ *et al.* 2009). Este fato explica o motivo das fibras F12% apresentarem redução na absorção de água de aproximadamente 20% quando comparadas com as fibras F2% e F6%.

#### 4.5 Teor de cinzas

Normalmente o teor de cinzas em fibras é de cerca de 0,5 %, embora valores consideravelmente mais altos podem ocorrer em algumas espécies (FENGEL, 1982). Os principais constituintes das cinzas são cálcio, potássio, magnésio, sulfato, fosfato, carbonato, silicato e pequenas quantidades de outros elementos. A determinação do teor de cinzas é sempre feita por incineração para remover os compostos orgânicos (RAMOS *et al.* 1993).

A tabela 12 apresenta os teores de cinzas das fibras de Butiá-anão e do pecíolo *in natura*.

Tabela 12- Teor de cinza fibras tratadas e do pecíolo *in natura*

Tratamento	Teor de cinza
	TEOR PERCENTUAL (MÉDIO ± ERRO PADRÃO)
<i>IN NATURA</i>	2,6 ± 0,30
F2%	1,8 ± 0,13
F6%	1,8 ± 0,21
F12%	1,6 ± 0,06

Fonte: Própria autora

Os valores encontrados apresentam variações, quando comparadas com outras fibras vegetais encontradas nas literaturas. Estas variações podem ocorrer de espécie para espécie, localização do cultivo, idade da planta, entre outros. A tabela 13 apresenta o teor de cinzas das principais fibras vegetais e das fibras de Butiá-anão.

Tabela 13- Teor de cinza das principais fibras vegetais

Fibra	Teor de cinza (%)	Referência
Butiá-anão	1,73 ***	Própria autora
Carauá	0,9	HOAREAU <i>et al.</i> , 2005
Juta	1,0	LEÃO <i>et al.</i> , 2002
Banana	1,2	SATYANARAYANA, 2007
Sisal	3,18	MOCHNACZ, 2003
Bagaço de cana	4,30	SYDENSTRICKER <i>et al.</i> , 2003
Linho	1,5	LEÃO <i>et al.</i> , 2002

\*\*\*valor médio do teor de cinza das fibras F2%, F6% e F12%

#### 4.6 Determinação do teor de extrativos

Os extrativos recebem este nome devido à sua facilidade de serem extraídos com água, solventes orgânicos neutros, ou volatizados a vapor. Os extrativos são removidos durante os tratamentos químicos alcalinos (BLEDZKI e GASSAN, 1999). A tabela 14 apresenta os resultados de teores de extrativos das fibras de Butiá tratadas e do pecíolo *in natura*.

Tabela 14- Teor de extrativos das fibras e do pecíolo *in natura* do Butiá-anão

<b>Tratamento</b>	<b>Teor de extrativos TEOR PERCENTUAL (MÉDIO ± ERRO PADRÃO)</b>
<i>IN NATURA</i>	12,36 ± 0,20
F2%	6,45 ± 0,28
F6%	6,43 ± 0,13
F12%	5,67 ± 0,02

Fonte: Própria autora

É possível concluir que houve uma remoção significativa dos extrativos após o tratamento. Podemos observar também que quanto maior a concentração de NaOH, maior foi a remoção deste composto. Guimarães *et al.* (2012), analisaram a composição química da polpa de Bambu, e constataram que houve redução do percentual de extrativos e lignina, após as mesmas serem tratadas quimicamente. A tabela 15 apresenta os teores de extrativos das principais fibras vegetais.

Tabela 15- Teor de extrativos das principais fibras vegetais

<b>Fibras</b>	<b>Teor de extrativos (%)</b>	<b>Referência</b>
Butiá-anão	6,18***	Própria autora
Rami	6,4	HEINZE E LIEBERT, 2001
Sisal	6,2	SYDENSTRICKER <i>et al.</i> , 2003
Juta	1,8	HEINZE E LIEBERT, 2001
Linho	1,5	FARUK <i>et al.</i> , 2012
Serragem	5,5	BATZIAS e SIDIRAS, 2004

\*\*\*Valor médio do teor de extrativos das fibras F2%, F6% e F12%.

#### 4.7 Determinação da composição química das fibras de Butiá-anão

A tabela 16 mostra a determinação dos principais constituintes das fibras de Butiá tratadas F2%, F6% e F12% e do pecíolo *in natura*.

Tabela 16- Composição química das fibras e do pecíolo *in natura* do Butiá-anão

Tratamento	Celulose	Hemicelulose	Lignina
	TEOR PERCENTUAL (MÉDIO ± ERRO PADRÃO)		
IN NATURA	39,60 ± 0,23	22,96 ± 0,09	28,60 ± 0,25
F2%	43,78 ± 0,50	20,37 ± 0,88	22,64 ± 0,34
F6%	44,21 ± 0,33	20,04 ± 0,67	22,18 ± 0,03
F12%	50,58 ± 0,18	16,15 ± 0,83	18,46 ± 0,40

Fonte: Própria autora

Pode-se observar uma redução no teor de lignina e hemicelulose nas fibras tratadas em relação ao pecíolo *in natura*, notando –se que quanto maior a concentração de NaOH, maior foi a redução. Este fato deve-se ao tratamento químico utilizado, visto que o mesmo, remove a lignina, que é considerada o ligante natural entre as fibrilas de celulose (BENINI, 2011).

Zimmermann *et al.* (2013) estudaram a influência do NaOH sobre fibras de bananeira e verificaram que o tratamento alcalino proporcionou extração de componentes menos estáveis, como a hemicelulose, lignina, ceras e óleos de baixo peso molecular. Razera (2006) em sua tese de doutorado, estudou a influência do tratamento químico de NaOH na composição química das fibras de bananeira e constatou-se que as fibras tratadas apresentam menor teor de lignina em relação as fibras não tratadas.

A composição química das fibras vegetais está relacionada com suas propriedades mecânicas e é sensível a diversos fatores como condições climáticas e de plantio, idade e parte da planta de onde são extraídas (BLEDZKI e GASSAN, 1999). Estes fatores resultam em uma grande variedade de composições químicas das fibras, até mesmo entre plantas da mesma espécie. A tabela 17 mostra a composição química de algumas fibras vegetais.

Tabela 17- Composição química de algumas fibras vegetais

Fibra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Referência
Butiá-anão	46,19***	18,85***	21,09 ***	Própria autora
Acuri	38,5	21,6	29,1	CARMONA, 2011
Carandá	41,7	25,6	21,0	CARMONA, 2011
Rami	80-85	3 - 4	0,5	SATYANARAYANA <i>et al.</i> , 2007
Juta	72	13	13	MWAIKAMBO e ANSELL, 2002
Sisal	67 - 78	10 – 14,2	8 - 11	BLEDZKI e GASSA, 1999
Carauá	70,7- 73,6	9,9	7,5 -11,1	SILVA e AQUINO, 2008

\*\*\* Valor médio das fibras F2%, F6% e F12%.

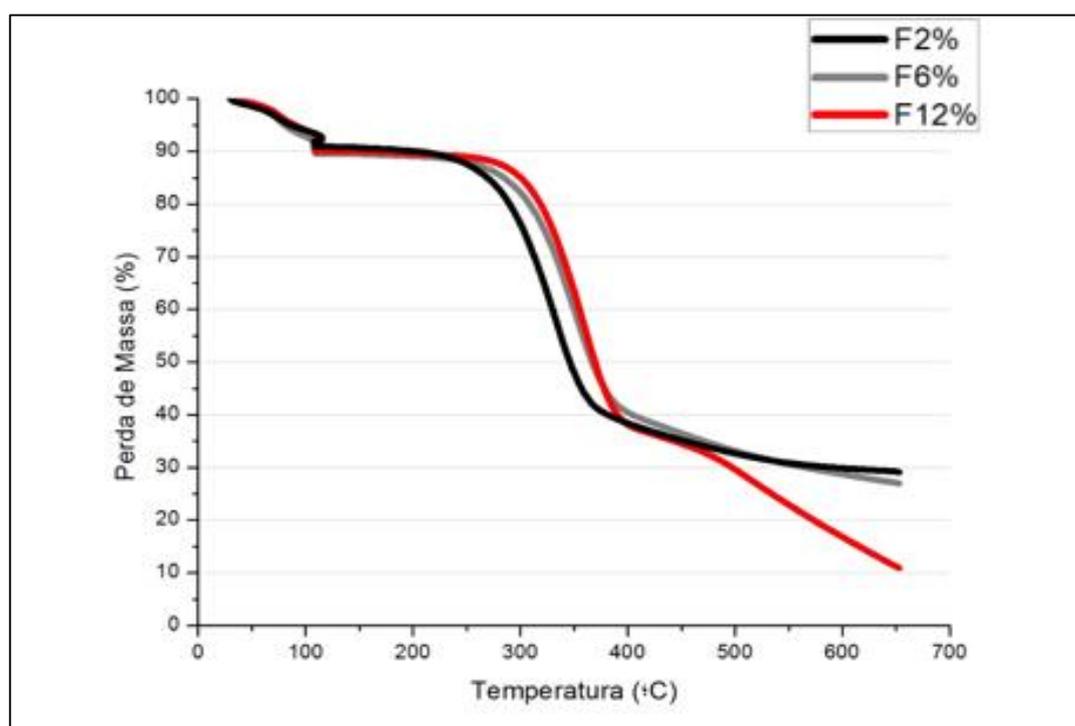
As fibras de Butiá apresentaram resultados similares com a composição química do Acuri e carandá. Esta similaridade pode estar relacionada a parte de onde as fibras foram extraídas e a família botânica, visto que o Acuri e a Carandá também são palmáceas e as fibras foram extraídas do pecíolo. As fibras de Butiá apresentaram teor de celulose inferior as fibras de sisal, rami e juta, fibras que possuem grandes potenciais tecnológicos.

#### 4.8 Análise Térmica

A termogravimetria (TGA/DrTGA) foi utilizada para verificar a estabilidade térmica e a degradação das fibras de Butiá-Anão. A figura 33 apresenta as curvas das análises termogravimétricas das fibras com os diferentes tratamentos. As fibras apresentaram três regiões distintas de perda de massa. A primeira região mostra uma perda de massa de 8,5% que ocorre entre a temperatura ambiente e aproximadamente 115°C, a qual é atribuída à presença de água na fibra. Apesar das fibras serem secas antes das análises, a eliminação de água é dificultada pelo caráter hidrofílico das fibras (PAIVA, 1997). De 115 a 250°C a fibra mantém estabilidade térmica. Entre 250 e 400°C ocorre perda de massa de 50%, atribuída a degradação térmica de compostos orgânicos, principalmente celulose, hemicelulose e lignina. Devido à lenta taxa de decomposição dos resíduos, a perda de massa de 400°C a 500°C é de apenas 5%. A 500°C o teor de resíduos que restou é de aproximadamente 30% para as fibras F2% e F6%, e de 10% para as fibras F12%, esta quantidade de resíduos restante é associada à condensação dos componentes da lignina e de

sua aromatização em atmosfera de nitrogênio a altas temperaturas, além da presença do conteúdo de cinzas na fibra (MARTIN *et al.*, 2009). Pode-se observar que ocorreu deslocamento para a direita das curvas das fibras F6% e F12% em relação as fibras F2% ficando evidente que as fibras tratadas com concentrações mais altas apresentam maior estabilidade térmica, pois os tratamentos químicos provocaram maior perda de compostos como hemicelulose e parte da lignina (SANCHEZ *et al.*, 2010).

Figura 33- Análise termogravimétrica das fibras de Butiá-anão (Curva TGA)



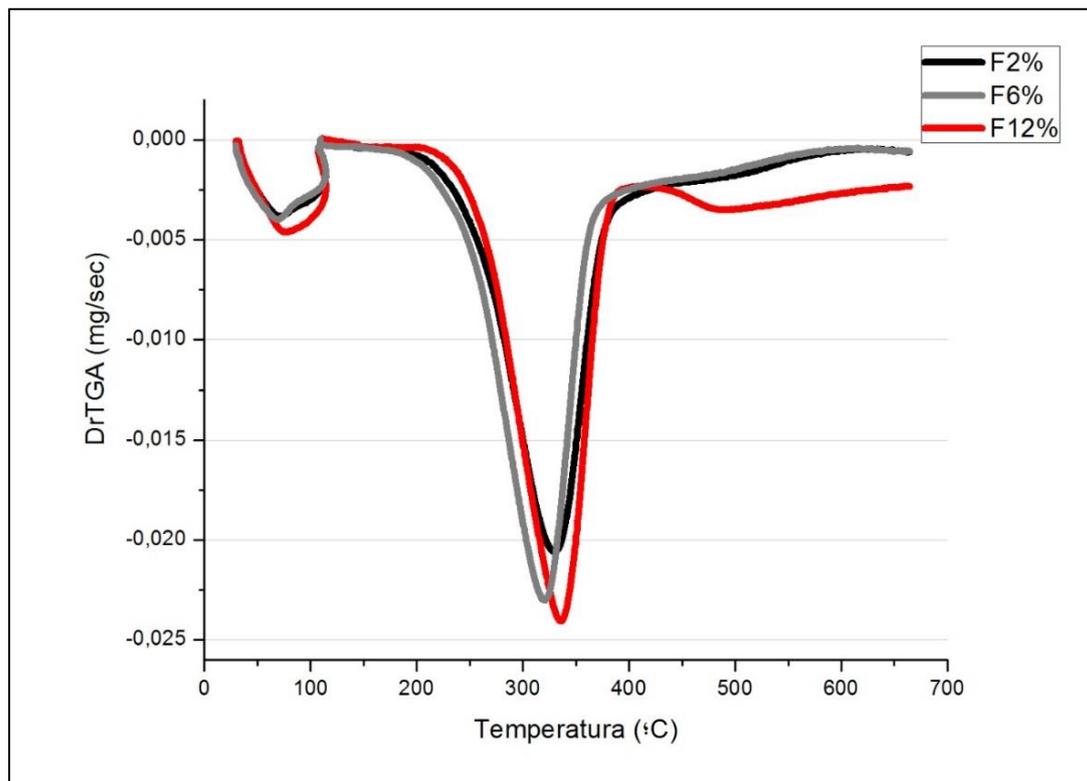
Fonte: Própria autora

A figura 34 mostra curvas de DrTGA das fibras de Butiá-anão e apresentaram três estágios diferentes. O primeiro estágio deve-se a perda de umidade. Nas três tratamentos um ombro é detectado a 200- 270°C atribuída a decomposição de componentes da hemicelulose. Um pico principal a 310°C- 340°C aparece para as três amostras e esta atribuído a decomposição da celulose. Um segundo ombro é detectado a aproximadamente 400°C e é

atribuído a decomposição de lignina iniciada pela desidratação, em princípio de cadeias existentes insaturadas. Pode-se observar que ocorreu deslocamento na curva da fibra F12% o que atribui maior estabilidade térmica, deixando novamente evidente a influência das concentrações de NaOH nas propriedades térmicas das fibras vegetais.

O tratamento químico em fibras de Butiá mostrou-se relevante gerando maior estabilidade térmica nas fibras tratadas com concentrações mais altas de NaOH, indicando que as fibras de Butiá podem suportar maiores temperaturas de processamento sem degradar, podendo então ser empregadas em compósitos de matrizes poliméricas.

Figura 34- Análise termogravimétrica fibras Butiá-anão (Curva DrTGA)

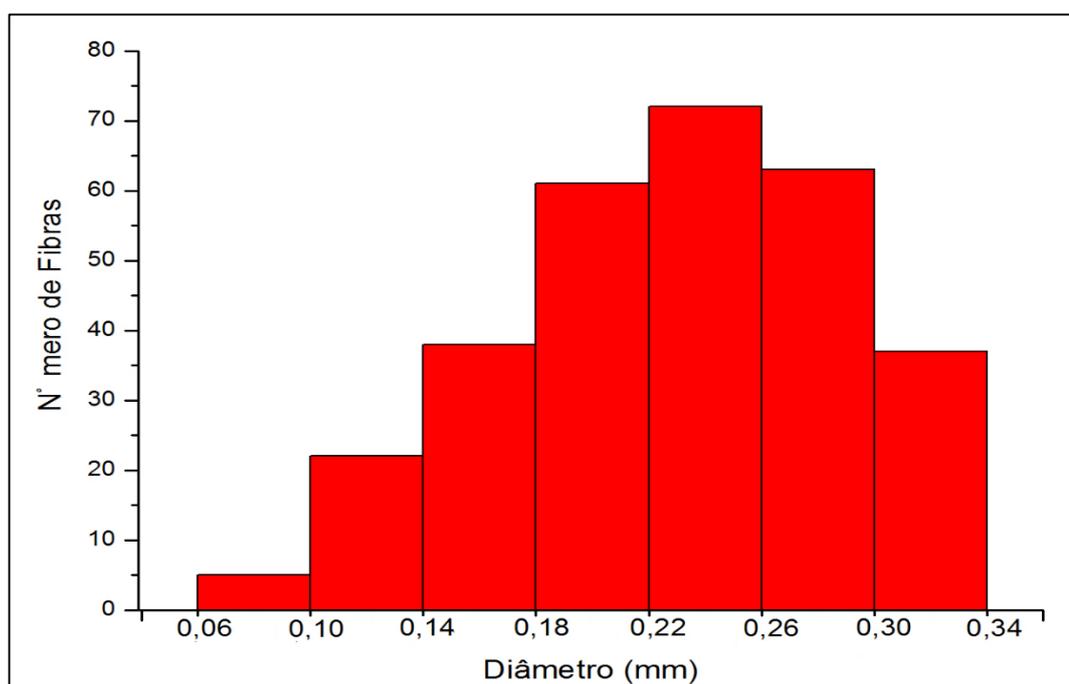


Fonte: Própria autora

## 4.9 Ensaios de Tração

Devido a variação existente nos diâmetro das fibras vegetais, as fibras foram medidas individualmente com micrômetro antes dos ensaios de tração. O diâmetro médio das fibras estão representados na figura 35.

Figura 35- Histograma do número de fibras em relação aos intervalos de diâmetro

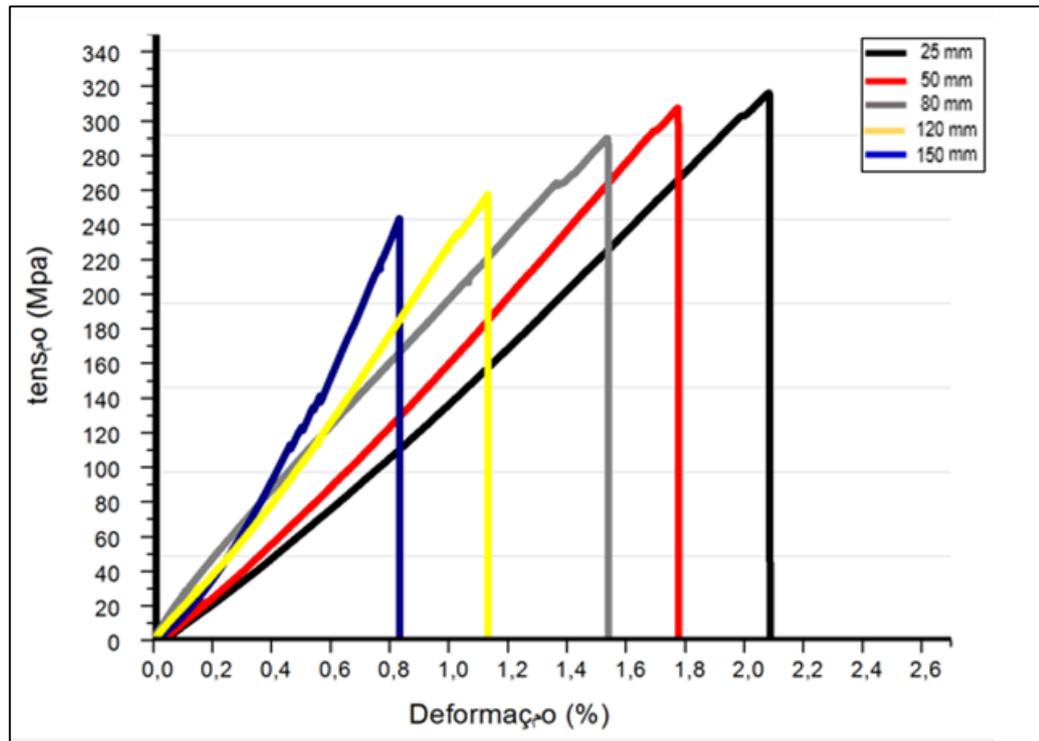


Fonte: Própria autora

Após os ensaios de tração das fibras foram feitas medidas de diâmetros no ponto de ruptura, porém estes valores foram desconsiderados, visto que as fibras se desfibrilaram tendo um aumento significativo em seu diâmetro quando visualizadas em microscópio.

Curvas de tensão- deformação para as fibras de Butiá foram obtidas e estão apresentadas na figura 36. Estas curvas apresentam comportamento frágil, com baixos valores de deformação relativa, similar à outras fibras vegetais (CARMONA, 2011).

Figura 36- Gráfico com curvas tensão e deformação das fibras de Butiá-anão



Fonte: Própria autora

Os módulos de elasticidade das fibras vegetais foram obtidos a partir da região linear das curvas e as tensões máximas das fibras foram obtidas na ruptura das fibras vegetais. A análise dos valores obtidos para as principais propriedades mecânicas das fibras de Butiá estão apresentadas na tabela 19.

Segundo a norma ASTM D3822 (2007), quando o comprimento do corpo-de-prova diminui, resistência à tração pode aumentar, pois tem probabilidade menor de ocorrência de defeitos da estrutura para a propagação das fissuras. Esta situação pode ser observada na figura 36 onde as fibras com menor comprimento obtiveram resistências maiores.

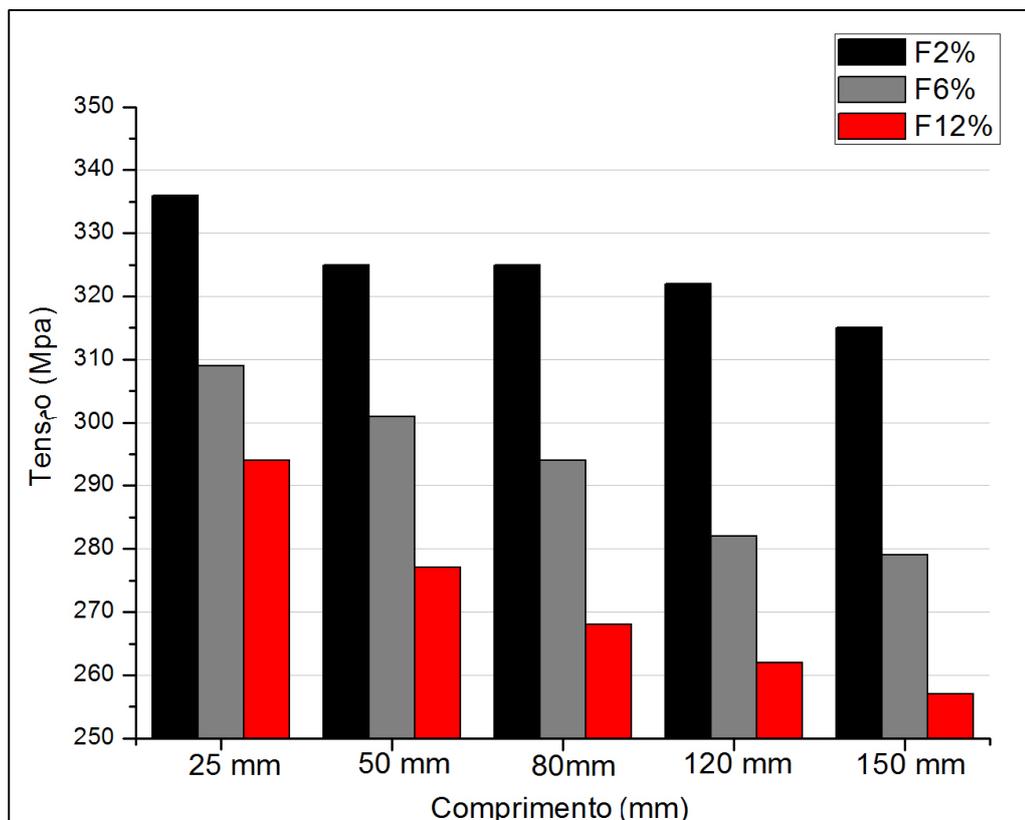
Tabela 18- Resultados tensão máxima, deformação e módulo de elasticidade das fibras de Butiá-anão

	Comprimento	Tensão (MPa)	Deformação (%)	Módulo de elasticidade (GPa)
F2%	25 mm	336 ± 15	1,8 ± 0,2	17,65 ± 0,79
	50 mm	325 ± 9	1,7 ± 0,1	19,26 ± 2,55
	80 mm	325 ± 14	1,5 ± 0,1	21,16 ± 2,47
	120 mm	322 ± 9	1,3 ± 0,1	23,90 ± 1,67
	150 mm	315 ± 6	1,0 ± 0,2	26,65 ± 3,15
			<b>324,6*</b>	-
F6%	25 mm	309 ± 18	2,2 ± 0,4	14,94 ± 3,38
	50 mm	301 ± 13	1,7 ± 0,1	17,85 ± 1,08
	80 mm	294 ± 13	1,5 ± 0,1	19,43 ± 1,45
	120 mm	282 ± 9	1,4 ± 0,1	20,75 ± 2,52
	150 mm	279 ± 9	1,3 ± 0,1	20,95 ± 0,79
			<b>293,0*</b>	-
F12%	25 mm	294 ± 9	2,4 ± 0,3	12,59 ± 1,28
	50 mm	277 ± 20	1,4 ± 0,1	18,88 ± 1,24
	80 mm	268 ± 15	1,3 ± 0,1	20,47 ± 1,81
	120 mm	262 ± 19	1,2 ± 0,1	20,41 ± 3,95
	150 mm	257 ± 18	1,2 ± 0,1	20,74 ± 4,21
			<b>271,6*</b>	-

Fonte: Própria autora. \*Valores médio dos tratamentos

Para melhor visualização dos resultados obtidos nos ensaios de tração, as médias das tensões dos diferentes comprimentos foram somadas e em seguida feita a média geral das tensões dos determinados tratamentos. Pode-se observar que as fibras F2% apresentaram resistência média à tração de 324,9 MPa, as fibras F6% resistência de 293,0 MPa e as fibras F12% e resistência de 271,6 MPa, o que resultou em uma redução na resistência mecânica de 9,18% e 16,40% respectivamente quando comparadas com as fibras F2%. Segundo a análise estatística, houve diferença significativa entre as tratamentos, indicando que as concentrações dos tratamentos químicos influenciaram nas propriedades mecânicas das fibras. Esta situação pode ser verificada também na figura 37, onde as fibras F2% apresentaram maior resistência mecânica que as demais.

Figura 37- Tensão máxima das fibras de Butiá-anão



Fonte: Própria autora

Tomczak *et al.* (2007) em ensaios de tração correlacionaram propriedades mecânicas de fibras de curauá com o comprimento da fibra. E comprovaram que as fibras com maiores comprimentos apresentaram resistência e deformação menores, já o módulo elástico foi maior.

De acordo com Razera (2006) os tratamentos com NaOH diminuem a cristalinidade das fibras, além de degradarem as cadeias de hemicelulose e celulose. Ainda a extração da lignina pode alterar o arranjo das fibras de tal modo que diminuiu a resistência mecânica das fibras.

A tabela 19 apresenta a resistência à tração e módulo de elasticidade das principais fibras vegetais e das fibras de Butiá

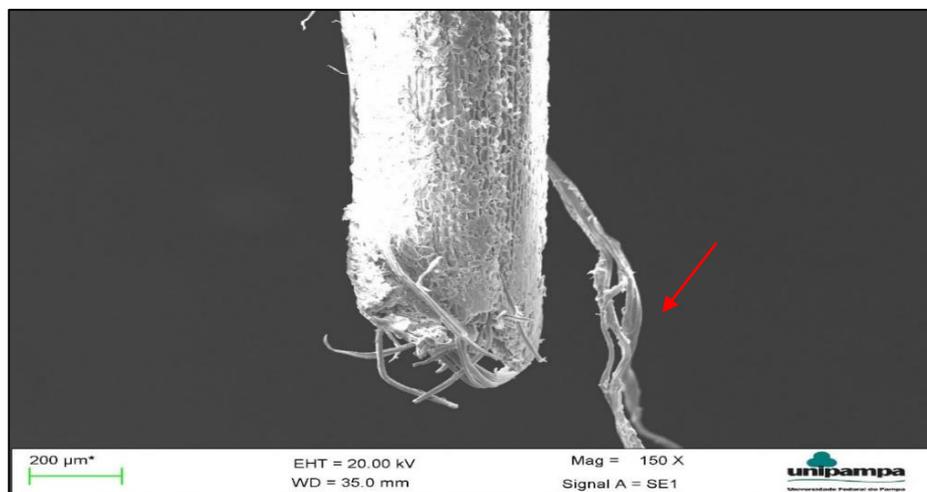
Tabela 19- Resistência à tração das principais fibras vegetais

Fibra	Resistência à tração (MPa)	Módulo elasticidade (GPa)	Referência
Butiá- F2%	324,6*	21,72*	Própria autora
Butiá- F6%	293,0*	18,78*	Própria autora
Butiá- F12%	271,6*	18,61*	Própria autora
Sisal	126 - 800	3,80 - 62,0	SATYANARAYANA <i>et al.</i> , 2007
Juta	400 - 800	12,0 -100	SATYANARAYANA <i>et al.</i> , 2007
Rami	500 - 870	7,30-25,0	SATYANARAYANA <i>et al.</i> , 2007
Linho	345 - 1035	27,6	BLEDZKI e GASSAN, 1999
Coco	175	4,0 - 6,0	BLEDZKI e GASSAN, 1999
Piaçava	160	6,0	D'ALMEIDA <i>et al.</i> , 2006

\*Valores médios

As fibras de Butiá-anão apresentaram resultados de tensão e módulo um pouco inferiores as fibras de juta, sisal e rami (tabela 19), fibras consideradas de alto potencial tecnológico. Estes resultados podem ser decorrentes do processo de extração através dos tratamentos químicos que influenciaram entre outros fatores, em um alto grau de desfibrilamento das fibras, devido ao excesso de extração de lignina, dados estes que foram observados durante os ensaios de tração e no momento da ruptura (figura 38).

Figura 38- Microscopia da fibra tratada de Butiá-anão (detalhe desfibrilamento) (100x)



Fonte: Própria autora

D'Almeida *et al.* (2006) em estudo realizado com a fibras de piaçava, encontraram baixos valores de resistência à tração comparada com fibras mais comuns como sisal e juta. Porém ressaltam que apesar da fibra possuir baixa resistência à tração, estudos mostram que as fibras de piaçava podem ser utilizadas como reforço em compósitos de matriz de poliéster, pois comparada às fibras de juta, coco e banana, o compósito com fibra de piaçava apresentou valores de tensão de ruptura na reflexão muito semelhantes.

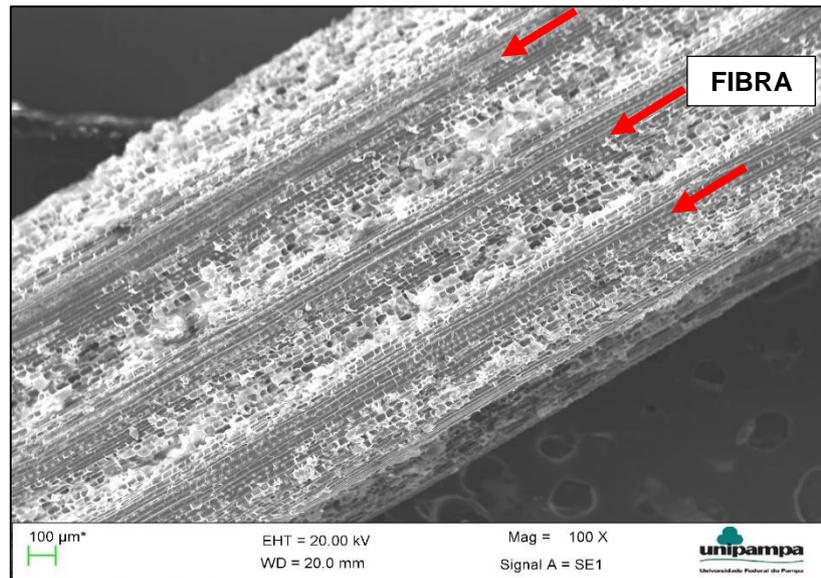
Todos os ensaios foram realizados cuidadosamente, para que os valores obtidos fossem representativos e válidos. Alguns resultados foram desconsiderados por conta de algum tipo de problema em sua realização. Alguns corpos de provas escolhidos já possuía falhas em sua estrutura, levando a obtenção de resultados errôneos, geralmente com valores muito abaixo dos demais. Também foram desconsiderados os resultados obtidos em testes nos quais as fibras quebraram junto a base do suporte de cartolina. Isso provavelmente se deu por conta da quebra da fibra decorrente do esmagamento promovido pelas garras.

As fibras de Butiá-anão apresentaram resultados relevantes de tensão máxima, possuindo assim, grande possibilidade de utilização como reforços em matrizes poliméricas e portanto seu potencial deve ser melhor estudado.

#### **4.10 Microscopia Eletrônica de Varredura**

A análise da superfície das fibras através de microscopia ótica ou eletrônica é uma importante ferramenta para avaliação da estrutura da fibra e de modos de fratura. De acordo com Tomczak (2010) a análise longitudinal da superfície das fibras vegetais demonstra que a superfície das fibras é rugosa, com presença de várias imperfeições, trincas e poros, podendo também ser observados resíduos de materiais orgânicos que ficam aderidos na superfície das fibras, provenientes do método de extração das fibras. A microscopia da seção longitudinal do pecíolo do Butiá-anão *in natura* é mostrada na Figura 39, sendo possível observar as fibras celulósicas longas envolvidas por células de parênquimas, além de hemicelulose e ligninas.

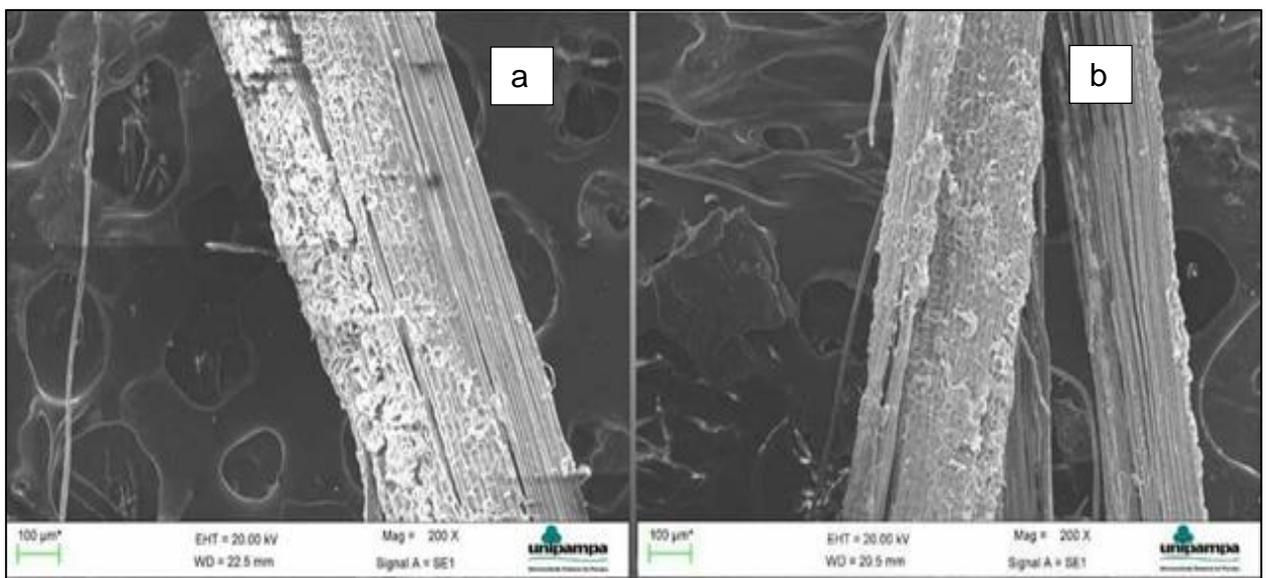
Figura 39- Microscopia do pecíolo do Butiá *in natura* (100x).



Fonte: Própria autora

Devido ao tratamento com NaOH grande parte da hemicelulose e lignina do pecíolo foram removidos, fazendo com que as fibras longas se soltassem. A figura 40 exibe as fibras tratadas com NaOH a 2 e 6%.

Figura 40- Microscopia das fibras tratadas. a) fibra F2%; b) fibra F6% (200X)

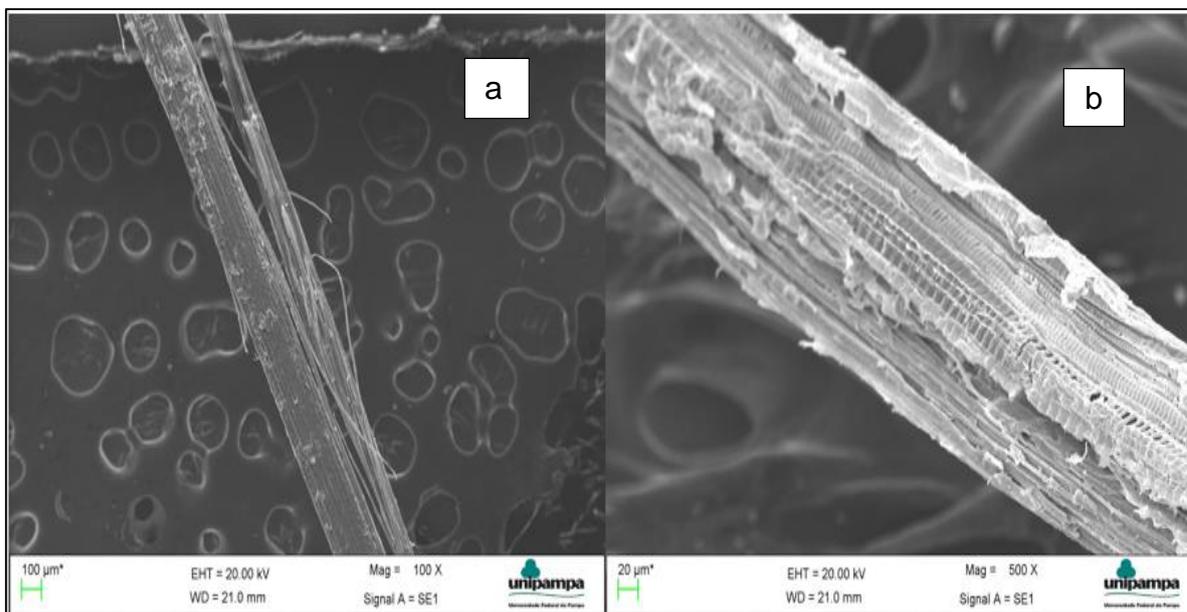


Fonte: Própria autora

Nas fibras tratadas F2% e F6% pode ser observada a presença de grande quantidade fragmentos na superfície das fibras. Estes fragmentos são provenientes de resíduos de células parenquimáticas, lignina e hemicelulose nas quais as fibras estavam ligadas, que não foram completamente retiradas pelo método para obtenção das fibras vegetais. Não foi possível observar rugosidade na superfície.

As fibras F12% se apresentaram mais lisas, com poucos fragmentos aderidos a superfície. Porém algumas fibras apresentaram certos pontos de degradação, provavelmente devido ao alta concentração de álcali do tratamento (figura 41).

Figura 41- Micrografias das fibras tratadas F12%. a) fibras superfície lisa (100X); b) degradação da fibra (500x)



Fonte: Própria autora

## 5 CONCLUSÕES

- Fibras vegetais de Butiá-anão, até então desconhecidas da comunidade científica, foram extraídas e caracterizadas neste estudo. As fibras foram extraídas do pecíolo e o método utilizado mostrou-se eficiente, com rendimento de 66%.

- Os valores médio para o teor de umidade e peso específico da fibra de Butiá-anão, são respectivamente (10,63%) e (2,10 g/cm<sup>3</sup>).

- Para o procedimento experimental utilizado no ensaio de absorção, percebeu-se que a taxa de absorção da fibra Butiá-anão ocorre mais intensamente nos primeiros minutos em imersão. As fibras F12% apresentaram menor absorção de água.

- As fibras de Butiá-anão apresentaram segundo as determinações efetuadas os seguintes percentuais médios: 46,19% de celulose, 18,85% de hemicelulose, 21,09% de lignina, 6,18% de extrativos e 1,73% de teor de cinzas.

- Os processos de degradação térmica das fibras de Butiá-anão, através de análise térmica de TGA, mostraram que as fibras, apresentaram boa estabilidade térmica, tendo sua degradação iniciada a partir de 250°C. As fibras F12% apresentaram leve melhora na estabilidade térmica, devido ao tratamento mais severo, visto que boa parte das hemiceluloses e ligninas, já tinham sido extraídas.

- As fibras de Butiá-anão apresentaram um comportamento frágil sob tração, com baixos valores de deformação. Foram determinados os módulos de elasticidade sendo encontrados valores médios de 18,61, 18,78 e 21,71 GPa, para as fibras F12%, F6% e F2%, respectivamente. As fibras F2% foram as que apresentaram maior resistência mecânica cerca de 9,18% e 16,40% a mais que as fibras F6% e F12% respectivamente.

- Nos ensaios de tração foram verificados também que a resistência a tração é maior nas fibras de menor comprimento, visto que os mesmos podem apresentar menores falhas e fraturas em suas estruturas.

-Os resultados da microscopia eletrônica de varredura mostraram que as fibras F2% e F6% apresentam muito resíduos aderidos a sua superfície, já as

fibras F12% apresentaram superfície mais limpas, porém com certos pontos de degradação proveniente do tratamento mais severo.

- As fibras de Butiá-anão apresentam propriedades térmicas e mecânicas dentro da faixa relatada na literatura, mostrando-se adequada para ser utilizada como reforço em compósitos poliméricos.

## **5.1 Considerações finais**

As fibras de Butiá-anão caracterizadas neste trabalho apresentaram bons resultados, semelhantes a outras fibras vegetais já estudadas, portanto apresentam grande potencial de utilização em compósitos poliméricos. Entretanto, esta fibra necessita de mais estudos, principalmente sobre métodos de extração da fibra, de forma que fosse mais adequada e produtiva e garantisse alguma disponibilidade contínua de fornecimento destas fibras. Além disso, seria necessário desenvolver um plano de manejo, de forma que a retirada dos pecíolos das palmeiras fosse feita de maneira a não interferir na vida e produtividade da planta, visando garantir a preservação desta espécie. Seria interessante explorar o potencial de outras partes da planta, como os frutos e folhas, com o objetivo de agregar mais valores ao Butiá-anão.

## **5.2 Sugestões de trabalhos futuros**

- Desenvolver outras metodologias de extração da fibra, a fim de obter melhores rendimentos.
- Determinação do ângulo da microfibrila e espessura das paredes celulares, ambos os aspectos são importantes no estudo das propriedades mecânicas da fibra.
- Fazer o estudo da cristalinidade da fibra pelo método de difração de Raio-X;
- Elaborar compósitos com fibras de Butiá-anão como reforços em matrizes de polipropileno.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGOPYAN, V.; SAVASTANO JR., H. A experiência brasileira com as fibras vegetais. 1998. Disponível em: <http://www.piniweb.com.br/construcao/noticias/a-experiencia-brasileira-com-as-fibras-vegetais-85326-1.asp> Acesso em: 15/09/2014.

AGOPYAN, V.; DENOLLE, A. Materiais de construção reforçados com fibras: uso do papel-imprensa. In: IPT – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Tecnologia de Edificações. São Paulo. p.35-38. 1988.

AGRAWAL, R.; SAENA, N. S.; SHARMA, K. B.; THOMAS, S.; SREEKALA, M. S. Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treat oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites. *Materials Science & Engineering*. V. 277, p. 77-82, 2000.

AMERICAN SOCIETY OF TESTING MATERIALS. Standard Test Method for Tensile Properties of Yarns by the Single-Strand Method. D2256. West Conshohocken, 2010.

AMERICAN SOCIETY OF TESTING MATERIALS Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry. E1131. West Conshohocken, 2013.

AMERICAN SOCIETY OF TESTING MATERIALS Standard Test Method for tensile properties of plastics, ASTM D 638, 2010.

AMICO, S. C.; SYDENSTRICKER, T. H. D.; SILVA, P. S. C. P. – Evaluation of the influence of chemical treatment on the tensile strength of sisal fibers by a Weibull distribution analysis. *Metals, Materials and Processes*. India. V.17, nº 3-4, p. 233-242, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR 11936: Determinação do Peso Específico de Plásticos com o Uso de Picnômetro. 1977.

ANSEL, M. Static and Dynamic Properties of composites. Symposium on Fibre Reinforced Composites. Port Elizabeth. South África. 24-25 February, 2009.

AQUINO, R. C. M. P. Desenvolvimento de compósitos de fibras de piaçava da espécie *Attalea Funifera* Mart e matriz de resina poliéster. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goitacazes, 2003.

ARBELAIZ, A.; FERNANDEZ, B.; VALEA, A.; MONDRAGON, I. Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly ( $\xi$ -caprolactone) composites: influence of matrix modification and fibre content. *Carbohydrate Polymers*. V.64, p. 224-232, 2006.

AZWA, Z. N., YOUSIF, B. F., MANALO, A. C. A review on the Degradability of Polymeric Composites Based on Natural Fibers, *Materials and Design*, V. 47, p. 424-442, 2013.

BASTOS, D. C. Estudo da Redução da Hidrofilicidade de Filmes Biodegradáveis de Amido de Milho Termoplástico com e sem Reforço de Fibra de Bananeira Através do Tratamento por Plasma de SF<sub>6</sub>. Tese de doutorado (Programa de

Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

BARRETO, A. C. H.; ROSA, D. S.; FECHINE, P. B. A.; MAZZETTO, S. E. Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol-based biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. v. 42, p. 492–500, 2011.

BATZIAS, F. A.; SIDIRAS, D.K. Dye adsorption by calcium chloride treated beech sawdust in batch and fixed -bed systems. *Journal of Hazardous Materials*, v.114, n.1-3. p.167-174, 2004.

BELTRAMI, L. V. R.; SCIENZA, L. C.; ZATTERA, A. J. Efeito do Tratamento Alcalino de Fibras de Curauá sobre as Propriedades de Compósitos de Matriz Biodegradáveis. *Revista Polímeros Ciência e Tecnologia*, V. 24, n°.3, p.388-394, 2014. Disponível em: <[http://www.scielo.br/pdf/po/2014nahead/aop\\_polimerosao1467.pdf](http://www.scielo.br/pdf/po/2014nahead/aop_polimerosao1467.pdf)> Acesso em: 13 out. de 2014.

BENINI, K.C.C.C. Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas: hips/fibra da casca do coco verde e bagaço de cana de açúcar. Dissertação - Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais, p. 125, 2011.

BERTOTI, A. R.; LUPORINI, S.; ESPERIDIÃO, M. C. A. Effects of acetylation in vapor phase and mercerization on the properties of sugarcane fibers. *Carbohydrate polymers*. v. 77, p. 20 – 24, 2009.

BIERMANN, C.J. *Handbook of pulping and papermaking*. Academic Press. 2 ed. San Diego, p. 754,1996.

BISARIA, V. S.; GHOSE, T. K. Biodegration of cellulosic materials: Substrates, microorganisms, enzymes and products. *Enzyme and Microbial Technology*, v. 3, p. 90- 104, 1981.

BLEDZKI, A. K., GASSAN, J. "Composites reinforced with cellulose based fibres", *Progress in Polymer Science*, v. 24, p. 221-274, 1999.

BROWNING, B. L. *The chemistry of wood*. New York: Interscience. p. 574, 1963.

BÜTTOW, M. V.; BARBIERI, R. L.; HEIDEN, G. Conhecimento tradicional associado ao uso de butiás (*Butia* spp., arecaceae) no sul do Brasil. *Revista Brasileira de Fruticultura Jaboticabal - SP*, v. 31, n. 4, p. 1069 -1075, 2009.

CALVO-FLORES, F. G.; DOBADO, J. A. Lignin as renewable raw material. *Chem. Sus. Chem.* v. 3, p.1227–1235, 2010.

CARMONA, V. B. Desenvolvimento de compósitos biodegradáveis a partir de amido termoplásticos e fibras vegetais. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2011.

CARVALHO, L. C. Produção de fibras de bambu para a fabricação de compósito poliuretana de mamona. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007. Disponível em: <[http://www.puc-rio.br/Pibic/relatorio\\_resumo2007/relatorios/civ/civ\\_leila\\_carvalho.pdf](http://www.puc-rio.br/Pibic/relatorio_resumo2007/relatorios/civ/civ_leila_carvalho.pdf)> Acesso: 07 março 2016.

CARVALHO, L. F. M. Tratamentos de fibras de carnaúba [*Copernicia prunifera* (mill.) h. e. moore] para o desenvolvimento de compósito biodegradável com matriz de polihidroxibutirato. Tese de doutorado (Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio grande do Norte, Natal, 2011.

CHAND, N.; VERMA, S.; KHAZANCHI, A. C. SEM and Strength Characteristics of Acetylates Sisal Fiber. *Journal of Materials Science Letters*, Chapman and Hall, v.8, p. 1307-1309, 1989.

CHARLET, K.; BAILEY, C.; MORVAN, C.; JERNOT, J.P.; GOMINA, M.; BRÉARD, J. Characteristics of Herme`s flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. *Composites: Part A*. v. 38, p.1912-1921, 2007.

CHAUHAN, A., CHAUHAN, P. Natural Fibers Reinforced Advanced Materials. *Chemical Engineering & Process Technology*, 2013.

COSTA, M. M.; COLODETTE, J. L.; GOMIDE, J. L.; FOELKEL, C. E. B. Avaliação preliminar do potencial de quatro madeiras de eucalipto na produção de polpa solúvel branqueada pela seqüência AO (ZQ)P. *Revista Árvore*, v.21, nº.3, p.385-392, 1997.

COUTTS, R. S. P. From forest to factory to fabrication. In: *International Symposium on Fibre Reinforced Cement and Concrete*, Sheffield, London, E & FN, p.31-47, 1992.

D'ALMEIDA, J. R. M.; AQUINO, R. C. M. P.; MONTEIRO, S. N. "Tensile mechanical properties morphological aspects and chemical characterization of piassava (*Attalea funifera*) fibers". *Composites: Part A*, v. 37, p. 1473–1479, 2006.

D'ALMEIDA, M. L. O.; *Celulose e papel: tecnologia da fabricação de pasta celulósica*. v.1, 2.ed. São Paulo: Senai/IPT, p. 559, 1988.

DEBLE, L. P.; MARCHIORI, J. N. C. *Butia lallemantii*, uma nova Arecaceae do Brasil, Balduína, Santa Maria, n. 9, p. 1-3, 2006.

EDWARDS, H. G. M.; FARWELL, D. W.; WEBSTER, D. F. T. Raman microscopy of untreated natural plant fibres. *Spectrochimica Acta, Part A*. v.53, p. 2383-2392, 1997.

ESTEVEZ, A. G.; GÁLVEZ, L.; DE LA OSA, O. - "Sugar Cane Bagasse. Utilization for Production of Composites. The State of the Art in Cuba", in: *Lignocellulosic - Plastics Composites*, 1997.

FARIAS, J. G. G. Modificação superficial de fibras de coco por tratamento a plasma para utilização como fase de reforço em amido termoplástico. Trabalho de conclusão de Curso (Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

FARUK, O.; BLEZKI, H.; FINK, H. P.; SAIN, M. "Biocomposites Reinforced with Natural Fibers: 2000-2010". *Progress in Polymer Science*. v. 37, p. 1552-1596, 2012.

FAVARO, S. L.; LOPES, M. S.; OLIVEIRA, F.; RADOVANOVIC, E. "Preparação de Compósitos de Polietileno Pós-Consumo com Fibras de Sisal e Estudo de

suas Propriedades Físico–Químicas e Morfológicas”. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006.

FENGEL, D. Characterization of cellulose by Deconvoluting the OH valency range FTIR Spectra. *Holzforschung*, v.46, nº.4, p. 283-288, 1982.

FENGEL, D.; WEGENER, G. “Wood: chemistry ultrastructure reactions”. Walter de Gruyter, Berlin, 1989.

FERMOSELLI, K. K. G.; SPINACÉ, M. A. S.; LAMBERT, C. S.; DE PAOLI, M. A. Tratamento superficial de fibras de Curauá para reforço de compósitos com polímeros. 7º Congresso Brasileiro de Polímeros, Belo Horizonte, 2003.

FERNANDES, V. D. Dos “trinta gloriosos” ao projeto de desenvolvimento sustentável: a emergência da introdução de espécies nativas no mercado – o caso do Butiá. XXVII Simpósio Nacional de História. Natal, RN, 2013.

FONSECA, A. S. Caracterização anatômica e química das fibras do estipe de *Desmoncus polyacanthos* Mart. Dissertação de mestrado (Programa de Pós-Graduação Ciência e Tecnologia da Madeira) - Universidade Federal de Lavras, MG, 2012.

GEHLEN, L. R. Efeito da utilização de fibras lignocelulósicas (açai e curauá) em compósitos com matriz de resina poliéster insaturado. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais – PIPE) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

GELLERSTEDT, F.; GATENHOLM, P. “Surface properties of lignocellulosic fibers bearing carboxylic groups”. *Cellulose*. v. 6, p.103-121,1999.

GHETHAMMA, V. G.; KALAPRASAD, G.; GROENINCKX, G.; THOMAS, S. Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composite. *Composites: Part A*, v. 36, p. 1499-1506, 2005. .

GIORDANO, B. N. E. Resíduo do processamento da palmeira-real (*archontophoenix alexandrae*) na fazenda princesa do sertão: implantação da indústria para a fabricação de biscoitos fibrosos. Trabalho de conclusão de curso (Curso Ciências Agrárias) - Universidade Federal de Santa Catarina, 2007.

GODA, K.; SREEKALA, M. S.; GOMES, A.; KAJI, T.; OHGI, J. Improvement of plant based natural fibers for toughenig green composites – Effect of load application during mercerization of ramie fibers. *Composites: Part A*. v. 37, p. 2213-2220, 2006.

GONZAGA, F. M. Estudo da influência do tratamento alcalino/mecânico nas propriedades mecânicas de compósitos de fibras curtas de sisal/epóxi. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.

GUIMARÃES, M. J.; NOVACK, K M.; BOTARO, V. R.; PROTÁSIO, T. P. Caracterização de polpas de bambu modificadas quimicamente visando melhorias em suas interações interfaciais para aplicações em compósitos. *Revista Iberoamericana de polímeros*. v.3, p. 89-102, 2012.

HATAKEYAMA, T.; NAKAMURA, K.; HATAKEYAMA, H. Studies on heat capacity of cellulose and lignin by differential scanning calorimetry. *Polymer*, v. 23, p. 1801-1804, 1982.

HEINZE, T.; LIEBERT, T. Unconventional methods in cellulose functionalization. *Progress in Polymer Science*, v. 26, n. 9, p.1689- 1762, Novembro, 2001

HERBÁRIO FLORESTAL DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA. Disponível em: <[http://w3.ufsm.br/herbarioflorestal/especie\\_detalhes.php?nome\\_filtrado=buita-anao](http://w3.ufsm.br/herbarioflorestal/especie_detalhes.php?nome_filtrado=buita-anao)> Acesso em 19 de out. 2014.

HILLIS, W. E. Wood extratives and their significance to the pulp and paper industries. New York: Academic Press, p. 513, 1962.

HOAREAU, W.; TRINDADE, W. G.; SIEGMUND, B.; CASTALLAN, A.; FROLLINI, E. Sugar cane bagasse and curaua lignins oxidized by chlorine dioxide and reacted with furfuryl alcohol: Characterization and stability. *Polymer Degradation and Stability*, v. 86, p. 567-576, 2005.

HON, D. N. S.; SHIRAIISHI, E. N. Wood and cellulosic chemistry. New York, 1991.

JOSEPH, P. V.; JOSEPH, K.; THOMAS, S.; PILLAI, C. K. S.; PRASAD, V. S.; GROENINCX, G.; SARKISSOVA, M. The Thermal and Crystallization Studies of Short Sisal Fiber Reinforced Polypropylene Composites. *Composites: Part A*. v.34, p.253-266, 2003.

JÚNIOR, H. S. Materiais à base de cimento reforçados com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para construção de baixo custo. Tese (Doutorado em Engenharia de Construção Civil) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

KABIR, M.M., WANG, H., LAU, K.T. Chemical Treatments on Plant-Based Natural Fibre Reinforced Polymers Composites: An Overview, *Composites: Part B*. v. 43, p. 2883 – 2892, 2012.

KALIA, S.; KAITH, B.S.; KAUR, I. Pretreatments of Natural Fibers and their Application as Reinforcing Material in Polymer Composites- A Review. *Polymer Engineering and Science*, 2009.

KASWELL, E. R. Wellington sears handbook of industrial textiles. Massachusetts Institute of Technology e Wellington Sears Company, Cambridge, p.757, 1963.

KOGA, M. E. T. Celulose e papel. 2. Ed. São Paulo IPT/SENAI, v.1, p.46-113, 1988.

LAI, Y. Z. Reactivity and accessibility of cellulose, hemicellulose and lignins. In: HON, D. N. S.; SHIRAIISHI, N. (Ed.). *Chemical modification of lignocellulosic materials*. New York. M. Dekker, p.35- 96,1996.

LEÃO, A.; FROLLINI, E.; RAZERA, I. A. T.; TRINDADE, W. G. In “Anais do 4º International Symposium of Polymers and Composites”, São Pedro, Brasil, p.507, 2002.

LEONARD, Y. M.; MARTIN, P. A. Chemical modification of hemp, sisal, jute and kapok fibres by alkaalisation. *Appl Polym Sci*. v. 84, p. 2222–34, 2002.

LOPES, F. F. M.; ARAÚJO, G. T.; NASCIMENTO, J. W. B.; VASCONCELOS, R. F.; DANTAS, J. M. Avaliação dos efeitos da acetilação nas propriedades das fibras de caroá. *Rev. Brasileira. Eng. Agrícola e Ambiental*, v.15, nº.1, p.84- 89, 2011.

LUNDQVIST, J.; JACOBS, A.; PALM, M.; ZACCHI, G.; DAHLMAN, O.; STALBRAND, H. Characterization of galactoglucomannan extracted from spruce

(*Piceae abies*) by heat-fractionation at different conditions. *Carbohydrate polymers*, v. 51, p. 203-211, 2003.

MAHJOUR, R.; YATIM, J. M.; SAM, A. R. M.; HASHEMI, S. H. Tensile Properties of Kenaf Fiber due to Various Conditions of Chemical Fiber Surface Modifications. *Construction and Building Materials*. nº 55, p. 103-113, 2014.

MARABEZI, K. Estudo sistemático das reações envolvidas na determinação dos teores de Lignina e Holocelulose em amostras de Bagaço e Palha de Cana-de-Açúcar. Dissertação de Mestrado (Programa de pós em físico-química) - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009.

MARCHIORI, J. N. C. Vegetação e Areas no Sudoeste Rio-Grandense. *Ciência e Ambiente*, Santa Maria, n. 11, p. 81-92, 1995.

MARINELLI, A. L.; MONTEIRO, M. R.; AMBRÓSIO, J. D.; BRANCIFORTI, M. C.; KOBAYASHI, M.; NOBRE, A. D. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. *Polímeros ciência e tecnologia*, v. 18, n. 2, p. 92-99, 2008.

MARTIN, A. R.; MARTINS, M. A.; MATTOSO, L. H. C.; SILVA, O. R. R. F Chemical and structural characterization of sisal fibers from *Agave sisalana* variety. *Polímeros*. v.19, p. 40-46, 2009.

MARTINS, R. L.; BASTIAN, F. L.; THIRÉ, R. M. S. M. Tratamento alcalino de fibras de Sisal para utilização como fase de reforço em compósitos de matriz polimérica. Painel PEMM, Rio de Janeiro, RJ, 2012.

MATULOVA, M.; NOUAILLE, R.; CAPEK, P.; PÉAN, M.; FORANO, E. Degradation of wheat straw by *Fibrobacter Succinogenes* S85: a liquid- and solid-state nuclear magnetic resonance study. *Applied and Environmental Microbiology*, v. 71, p. 1247-1253, 2005.

MECHAKRA, H.; NOUR, A.; LECHEB, S.; CHELLIL, A. Mechanical characterizations of composite material with short Alfa fibers reinforcement. *Composite Structures*, v. 124, p. 152–162, 2015.

MIMMS, A. Kraft pulping, a compilation of notes. Atlanta. TAPPI PRESS. ed.2, p. 181, 1993.

MISHRA, S.; MOHANTY, A. K.; DRZAL, L. T.; MISRA, M.; PARIJA, S.; NAYAK, S. K.; TRIPATHY, S. S. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. *Composites Science and Technology*, nº. 63, p. 1377-1385, 2003.

MOCHNACZ, S. Preparação e caracterização de fibras de sisal (*Agave sisalana*) para utilização em compósitos poliméricos. Dissertação (Mestrado em Engenharia- PIPE) Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.

MONTEIRO, S. N.; PERISSÉ, F. D. L.; COSTA, L. L.; BEVITORI, A. B.; SILVA, I. A. S.; BARBOSA, A. P. Natural Lignocellulosic Fibers as engineering materials – na overview. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. v. 42, p. 2963-2974, 2011.

MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; MOTTA, L. C.; MARQUES, L. S.; PORTELA, T. G. R. "Statistical analysis to characterize the uniformity of

mechanical properties of butiti fibers”. Proceedings of the Characterization of Mineral, Metals & Materials, p.1-8, 2009.

MORAES, A. G. O. Estudo do íon boroidreto como agente protetor de fibras de sisal no tratamento em meio alcalino. Dissertação (mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

MOREIRA, F. K. V. Desenvolvimento de nanocompósitos poliméricos biodegradáveis a partir de pectina, amido e nanofibras de celulose. Dissertação de Mestrado (Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.

MOTHÉ, C. G.; ARAUJO, C. R. Caracterização térmica e mecânica dos compósitos de poliuretano com fibras Curauá. *Polímeros*, v.14, nº. 4, p. 274-278, 2004.

MULINARI, D. R.; CARVALHO, K. C. C.; CONEJO, L. S.; VIDAL, A. D.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H. Caracterização térmica das fibras de bagaço de cana-de-açúcar tratadas para aplicação em luminária frigorífica. Anais do 10<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Polímeros, Foz do Iguaçu, 2009.

MUSSING, J.; STEVENS, C. Industrial Applications of Natural Fibeer: Struture Properties and Technical Applications. Wiley, 2010.

MWAIKAMBO, L.Y.; ANSELL, M. P. Chemical modifications of hemp, sisal, jute and kapok fibers by alkalization. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 84, nº 12, p. 2222-2234, 2002.

PAIVA, J. M. F. Compósitos Lignocelulósicos: Matrizes Poliméricas de Resina Fenólica Reforçadas com Fibras de Bagaço de Cana-de-açúcar. Dissertação de Mestrado (Ciências e Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo, São Carlos, 1997.

PAIVA, J. M. F.; TRINDADE, W. G.; FROLLINI, E. Compósitos de matriz termofixa fenólica reforçada com fibras vegetais. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, p. 171- 176, São Carlos, SP, 2000.

PEREIRA Jr., N. Biomassas residuais de composição lignocelulósica para a produção de etanol e o contexto de refinaria, 2007.

PEREIRA, Jr.; COUTO, M. A. P. G.; SANTA ANNA, L. M. M. Biomass of lignocellulosic composition for fuel ethanol production and the context of biorefinery. Ed. Amiga Digital, p.45, 2008.

PÉREZ, J. A. Propiedades físicas y mecánicas de la madera. 2. ed. Mérida: Facultad de Ciencias Forestales y Ambientales, 2003.

PINTO, P. C.R. “Comportamento da lenhina de *Eucalyptus globulus* durante o processo de deslenhificação kraft”. 2000.

PIRES, E. N.; MERLINI, C.; AL-QURESHI, H. A.; SALMÓRIA, G. V.; BARRA, G. M. O. Efeito do Tratamento Alcalino de Fibras de Juta no Comportamento Mecânico de Compósitos de Matriz Epóxi. *Revista Polímeros*, v. 22, p.339-344, 2012. Disponível em: <[http://www.scielo.br/pdf/po/v22n4/aop\\_0974.pdf](http://www.scielo.br/pdf/po/v22n4/aop_0974.pdf)> Acesso: 15 de out. 2014.

- PUPO, H. F. F. Painéis alternativos produzidos a partir de resíduos termoplásticos e da pupunheira (*Bactris gasipaes Kunth*). Dissertação de Mestrado (Ciências Agrônômicas) - Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2012.
- RAJARATHNAM, S., SHASHIREKA, M.N., BANO, Z. Biopotentialities of the Basidiomycetes. *Advances in Applied Microbiology*, v. 37, p. 233-361, 1992.
- RAMOS, L. P.; NAZHAD, M. M.; SADDLER, J. N. Effect of enzymatic hydrolysis on the morphology and fine structure of pretreated cellulosic residues. *Enzyme microb. Technol.* v. 15, p. 821-831, 1993.
- RAO, K. M. M. PRASAD, A. V.; BABU, M. N. V. R.; RAO, K. M.; GUPTA, A. V. S. S. K. S. Tensile properties of elephant Grass fiber reinforced polyester composites. v. 42, p. 3226-3272, 2007.
- RAO, K. M. M.; RAO, K. M. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Composites Structures*. v. 77, p. 288-295, 2007.
- RAZERA, I. A. T. Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósito de matriz fenólica e lignofenólica. Tese (Doutorado em Ciências (Físico-química))- Universidade Federal de São Paulo, São Paulo, 2006.
- RAZERA, I. A. T.; TRINDADE, W. G.; LEÃO, A. L., FROLLINI, E. Jute and curauá fibers as reinforcements in phenolic and lignophenolic matrix composites. In: *International Conference ISNaPol*. p. 507-514, 2002.
- RAY, D.; SARKAR, B. K. Characterization of alkali-treated jute fibres for physical and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 80, p. 1013-1020, 2001.
- RECH, C. L. S.; XAVIER, E. G.; DEL PINO, F. A. B.; ROLL, V. F. B.; RECH, J. L.; CARDOSO, H. B. P.; NASCIMENTO, P. V. N. *Análises Bromatológicas e Segurança Laboratorial*. Editora e gráfica Universitária, Pelotas, 2006.
- REDDY, N.; YANG, Y. Properties and potential applications of natural cellulose fibers from cornhusks. *Green Chemistry*, Cambridge, v. 7, n°. 4, p.190-195, 2005.
- REIS, E. G. Compósitos de fibras de taquara (*merostachys sp.*) e matriz de poliéster e epóxi. Dissertação de Mestrado (Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, SC, 2013.
- RIVAS, M. Desafios y alternativas para la conservación in situ de los palmares de *Butia capitata* (Mart.) Becc. *Agrociencia*, Montevideo, v. 9, n.2, p.161-168, 2005.
- RODRIGUES, C. P.; CAMARGO, J. A. Bagaço de cana-de-açúcar como potencial para geração de energia elétrica e etanol celulósico. São Joaquim da Barra: Iara Coimbra, p.25, 2008.
- RODRIGUES, P. R. F.; BARBIERI, R. L.; GOMES, J. C. C.; MORSEL, T. B. G. Ocorrência de *Butia lallemantii* no município de Alegrete (RS) e ameaças às populações naturais. In: *Congresso de Iniciação Científica xv*, 2013, Pelotas, [Anais].Pelotas: UFPel, 2013.

ROSSATO, M. Recursos genéticos de palmeiras nativas do gênero Butiá do Rio Grande do Sul. Tese de Doutorado (Programa de pós-graduação em Agronomia) -Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, 2007.

ROWELL, R. M.; SANADI, A. R.; CAULFIED, D. F.; JACOBSON, R. E. Utilization of natural fibers in plastic composites: problems and opportunities. In: LIGNOCELLULOSIC- Plastics Composites. São Paulo, USP/UNESP, p. 23-51, 1997.

SAHEB, D. N.; JOG, J. P. Natural Fiber Polymer Composites: A Review, *Advances in Polymer Technology*, v.18, n.4, p.351-363, 1999.

SANCHEZ, E. M. S.; CAVANI, C. S.; LEAL, C. V.; SANCHEZ, C. G. Compósito de resina de poliéster insaturado com bagaço de cana de açúcar: influência do tratamento das fibras nas propriedades. *Polímeros*. v. 20, p.194, 2010.

SANTOS, A. M. Estudo de compósitos híbridos polipropileno / fibras de vidro e coco para aplicações em engenharia. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Paraná, 2006.

SANTOS, V. T. O. Composição e digestibilidade enzimática do bagaço de cana-de-açúcar pré- tratado com ácido sulfúrico diluído em reator estático. Dissertação de Mestrado (Biotecnologia) - Universidade de São Paulo, Lorena, São Paulo, 2010.

SATYANARAYANA, K. G.; GUIMARÃES, J. L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brasil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. *Composites Part A*. v. 38, p. 1694-1709, 2007.

SAVASTANO, H. J. Materiais à base de cimento reforçado com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo. 2000, Tese (Livre-Docência em Engenharia Civil) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

SAVASTANO JR, H.; PIMENTEL, L. L. Viabilidade do aproveitamento de resíduos de fibra vegetal para fins de obtenção de material de construção. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, Campina Grande, PB, v. 4, n°. 1, p. 103-110, 1997.

SCIUTO, D. L. Produção de holocelulases por *Clonostachys byssicola* cultivado em casca de soja - purificação parcial e caracterização de uma endoglicanase. Dissertação (Programa de Pós Graduação em Biologia Microbiana) - Universidade de Brasília, DF, 2015

SGHAIER, A. O. B.; CHAABOUNI, Y.; MSAHLI, S.; SAKLI, F. – *Ind. Crop. Prod.*, 36, p. 257, 2012.

SGRICCIA, N., HAWLEY, M.C., MISRA, M. Characterization of natural fiber composites. *Chemical Engineering and Materials Science*, v.39, p. 1632-1637, 2008.

SJÖSTRÖM. E. *Wood Chemistry fundamentals and applications*. New York. Academic Press. 223p. 1981.

SILVA, D. J. *Análise de Alimentos: Métodos Químicos e Biológicos*. Viçosa, UFV, Impr. Univ., 1981.

SILVA, G. M. Pré-tratamento do bagaço de cana de açúcar com amônia aquosa para a produção de etanol. Dissertação mestrado- Universidade de São Carlos, São Paulo, 2011.

SILVA, R. ; HARAGUCHI, S. K.; MUNIZ, E. C.; RUBIRA, A. F. Aplicação de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. Química Nova. V.32, p. 661-671, 2009.

SILVA, R. V.; AQUINO, E. M. F. Caraua fiber: A new alternative to polymeric composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites. V. 27, p. 103-112, 2008.

SMOOK, G. A. Handbook for pulp and paper technologists. Angus Wilde Publications Inc. Second Printing, 1994.

SOARES, K.P.; LONGHI, S.J.; WITECK NETO, L.; ASSIS, L.C. de. Palmeiras (Arecaceae) no Rio Grande do Sul, Brasil. Rodriguésia, v.65, n°.1, p. 113-139, 2014. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/rod/v65n1/v65n1a09.pdf>> Acesso em: 18 de nov. 2014.

SOARES, K.; WITECK, L. Ocorrência de Butiá capitata e outras espécies do gênero Butiá na região central do Rio Grande do Sul, Brasil, 2009.

SOUZA, L. A. C. Evolução da tecnologia de policromia nas esculturas em Minas Gerais no Século XVIII: O interior inacabado da Igreja Matriz de Nossa Senhora da Conceição, em Catas Altas do Mato Dentro, um monumento exemplar. Tese (Doutorado)- Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1996.

SPINACÉ, M. A. S.; DE PAULA, C. M. S. S. Efeito da Influência do Tratamento Químico de Fibras de Sisal na Resistência Mecânica de Compósitos sisal/epóxi. Campinas, 1996.

SPINACÉ, M. A. S.; LAMBERT, C. S.; FERMOSELLI, K. K. G.; DE PAOLI, M. A. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. Carbohydrate Polymers. v. 77, p. 47-53, 2009.

STRAIT, L. H.; RUDE, T. J.; RUHALA, L. A. Measurement of fiber density by Helium pycnometry. In: REED, J. S. Principles of ceramics processing. 2.ed., New York, John Wiley. p.1948-1957, 1995.

SUN, X.Z.; ANDREW, I.G.; JOBLIN, K.N.; HARRIS, P.J.; MCDONALD, A. Polysaccharide compositions of leaf cell walls of forage chicory (*Cichorium intybus* L.). Plant Sci, v.170, p.18-27, 2006.

SYDENSTRIKER, T. H. D.; MOCHNACZ, S.; AMICO, S. C. Pull -out and the evaluations in sisal -reinforced polyester biocomposites. Polymer Testing Elsevier, v. 22, p. 375-380, 2003.

TAPPI - TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY Determination of equilibrium moisture in pulp, paper and paperboard for chemical analysis. TAPPI T- 550 om-03. Atlanta: Tappi Press, 2008.

TAPPI - TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY. Acid – insoluble lignin in wood and pulp. TAPPI T-222 om-98. Atlanta: Tappi Press, 1999.

TAPPI - TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY. Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 525°C. TAPPI T- 211 om-02. Atlanta: Tappi Press, 2002.

TAPPI TECHNICAL DIVISIONS AND COMMITTEES. TAPPI test methods: T 264 cm-97: preparation of wood for chemical analysis. Atlanta: Tappi Technical Divisions and Committees, p.3, 1997.

TIENNE, D. L. C.; OLIVEIRA, J. N.; PALERMO, G. P. M.; SOUSA, J. S.; LATORRACA, J. V. F. Influência do espaçamento no ângulo das microfibrilas e comprimento de fibras de clone de eucalipto. Revista Forestal Latinoamericana, Mérida, v. 24, n°.1, p. 67-83, 2009.

TOMCZAK, F. Estudos sobre a estrutura e propriedades de fibras de coco e curauá do Brasil. Tese (doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010.

TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, G.; SYDENSTRICKER, T. H. D. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III – Morphology and properties of Brazilian curauá fibers. Composites: Part A, v. 38, p. 2227-2236, 2007.

UTRAKI, L. A. Principles of Polymer Systems. London, MacGraw- Hill, 1987.

VIEIRA, L. M. G. Efeito do tratamento químico e da adição de nano sílica em compósitos híbridos de sisal. Dissertação (mestrado em Materiais e Processos de Fabricação) – Universidade Federal de São João Del- Rei, São João Del- Rei, 2013.

VILAY, V.; MARIATTI, M.; TAIB, MAT. R.; TODO, M. Effect of fiber surface treatment and fiber loading on the properties of bagasse fiber – reinforced unaturated polyester composites. Composites Science and Technology. v. 68, p.631-638, 2008.

ZAH, R.; HISCHIER, R.; LEÃO, A.L.; BRAUN, I. Curauá fibers in the automobile industry – a sustainability assesment. Journal of Cleaner Production, v.15, p.1032-1040, 2007.

ZIMMERMANN, M.V.G.; TURELLA, T.C.; ZATTERA, A.J. Influência do tratamento químico da fibra de bananeira em compósitos de poli (etileno-co-acetato de vinila) com e sem Agente de Expansão. Polímeros: Ciência e Tecnologia, v. 71, 2013.

WIMMER, R.; DOWNNESS, G. M.; EVANS, R. Temporal variation of microfibril angle in Eucalyptus nitens grown in different irrigation regimes. Tree Physiology, Victoria, v. 22, n°. 7, p. 449-457, 2002.

WINANDY, J. C.; ROWELL, R. M. The chemistry of wood strength. Advances in the Chemistry Series, v.207, p. 311-655, 1984.

YANG, B. WYMAN C. E. Characterization of the degree of polymerization of xylooligomers produced by flowthrough hydrolysis of pure xylan and corn stover with water. Bioresource Technology, v. 99, p. 5756- 5762, 2008.

