

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS VEGETAIS PARA A PREPARAÇÃO DE BIOCOMPÓSITO

E.S.M. Seo^{1,2}, T.M. Moreira², T.F. Silva¹, T.F.O. Rocha¹, I.T.F. Barbosa,^{1,3} A.A.R
Athie¹

¹ Centro Universitário SENAC - Avenida Engenheiro Eusébio Stevaux, 823 – Santo Amaro – São Paulo – CEP: 04696-000

² Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

³ Universidade Presbiteriana Mackenzie

E-mail: emilia.smseo@sp.senac.br

RESUMO

As atividades agroindustriais geram resíduos que, na maioria das vezes, não agregam nenhum valor comercial e não possuem destino apropriado para seu descarte. Porém, há possibilidade de tornar estes resíduos em matéria-prima para fabricação de produtos direcionados a aplicabilidade em diversos segmentos das indústrias. Neste contexto, o presente trabalho objetivou desenvolver o processo de obtenção das fibras de bambu, de cana-de-açúcar e da palha de milho, caracterizando-as para preparação do biocompósito. As fibras vegetais foram secas, trituradas, tratadas por mercerização e, em seguida, neutralizadas com solução ácida e lavadas em água corrente. A partir dos resultados de caracterização das fibras tratadas, observou-se que a lignina e a hemicelulose foram removidas, possibilitando melhor aderência das mesmas em contato com a superfície do polímero. Desta forma, o material compósito pode vir a ser reforçado com as fibras previamente tratadas por processo de mercerização.

Palavras-chave: Fibras vegetais, biocompósito, mercerização.

INTRODUÇÃO

Um dos segmentos mais importantes da economia brasileira é a agroindústria, tanto no abastecimento interno como na exportação. As agroindústrias produzem consideráveis quantidades de resíduos sólidos e líquidos, desde as primeiras etapas dos processos de produção, como extração de matéria-prima, até a finalização do ciclo. Estes resíduos são estocados próximos às próprias áreas de produção, sem

destino definido, podendo causar grandes problemas ambientais e sanitários (LEUCENA et al., 2005).

Nessas condições, com a reciclagem, é possível melhorar o desempenho ambiental, bem como o econômico e o social. Considerando que ela pode contribuir por meio da geração de empregos, reutilização de materiais, e assim, redução do descarte e da poluição (SANTOS et al., 2009).

Conforme afirmado por Alexandre et al., (2010), há uma tendência mundial em buscar recursos naturais alternativos em substituição às fibras sintéticas, que sejam ecologicamente corretos, utilizando o desenvolvimento de novas tecnologias para a todas as áreas onde isto torna-se possível.

Em face do crescente estudo e aplicações das fibras vegetais brasileiras, torna-se fundamental o desenvolvimento deste segmento, com o aproveitamento de recursos renováveis. Neste sentido, o presente trabalho tem por objetivo desenvolver o processo de preparação das fibras do milho, cana de açúcar e bambu, por mercerização, e na sequência, caracterizando-as para a produção de biocompósitos com a matriz de polietileno de alta densidade.

A mercerização é o tratamento da fibra vegetal, que pode ser realizado com solução de hidróxido de sódio. Tem o intuito de melhorar as suas características adesivas, devido à remoção de impurezas superficiais indesejáveis tais como: lignina, cera e óleos. Assim, expondo a superfície das fibras e melhorando a interação com a matriz polimérica.

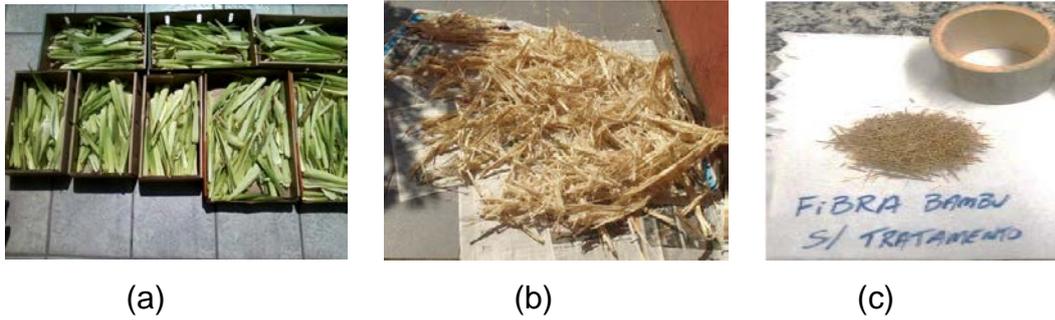
Muitos compósitos nos quais foram utilizadas fibras mercerizadas, as propriedades mecânicas foram superiores àqueles nos quais foram utilizadas fibras não-tratadas (NASCIMENTO et al., 2012).

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo foram utilizadas as fibras vegetais das folhas de milho que recobrem as espigas, as do bagaço da cana de açúcar e as do bambu, conforme apresentadas na figura 1.

Inicialmente, as fibras vegetais foram secas em estufa à ~60°C, o bagaço de cana-de-açúcar e de bambu foram triturados em moinho de facas (figura 2) e as folhas de milho foram moídas após o processo de mercerização.

Figura 1 – Fibras vegetais utilizadas no presente estudo: folhas da espiga do milho (a), bagaço de cana-de-açúcar (b) e fibra de bambu (c)



Fonte: Autores.

Figura 2 – Triturador utilizado para moagem do bagaço de cana-de-açúcar e do bambu



Fonte: Autores.

As folhas de milho utilizadas neste estudo foram as que recobrem a espiga do milho, adquiridas nas feiras livres de São Paulo, elas são previamente secas durante exposição solar. Vários experimentos foram realizados, visando obter a quantidade mínima de hidróxido de sódio. Verificou-se que a concentração de 3% a 5% (porcentagem em massa) de hidróxido de sódio e tempo de agitação de 4 a 7 dias de imersão, dependendo da espessura da folha, estas condições foram adequadas para maior eficiência de extração de fibras.

Durante a etapa de imersão, as folhas são submetidas à agitação, provocando a retirada da polpa da folha de milho e obtendo-se as fibras (figura 3).

Após o ataque alcalino, as fibras são lavadas em água corrente e friccionadas em uma peneira para limpeza. Em seguida, as fibras são submetidas à solução de ácido acético 4% (porcentagem em volume) para neutralização e ficam sob agitação por 1 hora, na sequência as fibras são novamente lavadas com água corrente e por

fim, levadas para secagem em estufa a aproximadamente 60°C por 48 horas e foram armazenadas no dessecador com sílica gel, juntamente à primeira amostragem de fibra, hermeticamente fechadas afim de mantê-las totalmente secas até sua utilização.

A figura 4 ilustra as fibras de milho obtidas após o ataque com hidróxido de sódio.

Figura 3 – Folhas de milho imersas em solução de hidróxido de sódio e sob agitação.



Fonte: Autores.

Figura 4 – Fibras obtidas após o ataque alcalino.



Fonte: Autores.

As folhas de milho tratadas por mercerização e secas a 60° C foram trituradas utilizando um moinho de bolas e posteriormente classificadas por peneiramento abaixo de 48 malhas Tyler.

O bagaço de cana-de-açúcar e bambu triturados foram submetidos a classificação granulométrica com uso de vibrador de peneiras por 20-30 minutos de peneiramento afim de obter particulados abaixo de 48 malhas Tyler.

O processo de mercerização para o bagaço de cana-de-açúcar e bambu foi realizado utilizando o JarTest da marca Nova Ética, apresentado na figura 5. O

procedimento de mercerização foi desenvolvido onde foram realizadas três variações de concentração de NaOH (3%, 5% e 7% em massa).

Figura 5 – Jar Test utilizado no processo de mercerização: bagaço de cana-de-açúcar com concentrações de NaOH, sendo o recipiente da esquerda correspondente à concentração de 7%, do meio de 5% e da direita de 3% (a) e bambu com concentrações de NaOH, sendo o recipiente da esquerda correspondente à concentração de 7%, do meio de 5% e da direita de 3% (b).



Fonte: Autores.

Após a finalização da mercerização no Jar Test, as fibras também foram submetidas à solução de ácido acético, nas mesmas condições experimentais apresentadas para preparação de fibras de milho.

As três fibras tratadas e secas foram caracterizadas por propriedades diferentes, tais como densidade, composição química, estabilidade térmica e aspectos morfológicos, utilizando-se técnicas como picnometria por gás hélio, fluorescência por raios X (FRX), análise termogravimétrica (TGA) e microscopia de varredura eletrônica (MEV), respectivamente.

A fluorescência de raios X por energia dispersiva (EDX) foi empregada para determinação dos elementos inorgânicos que compõe as fibras vegetais, utilizando o equipamento Shimadzu, modelo EDX-720 em atmosfera a vácuo e colimador de 10mm.

A microscopia eletrônica de varredura verificou a morfologia das fibras, utilizando o equipamento Tabletop Microscope, modelo TM 3000 da marca Hitachi.

A picnometria a gás hélio determinou a densidade das fibras, utilizando o equipamento Micromeritics Instrument Corporation, modelo Accupyc 1330, nos parâmetros: número de purgas: 30, pressão de purga: 19,5 psi g, número de repetições: 30, pressão de preenchimento: 19,5 psi g, taxa de equilíbrio: 0,005 psi

g/min, corrida de precisão: utilizada, porcentagem de variação: 0,05%, temperatura da análise: 23°C;

A termogravimetria foi empregada para determinação da temperatura de termo oxidação das fibras, utilizando o equipamento Shimadzu, modelo TGA 51H, controle de sistema TA 60WS, com cerca de 2mg de amostra em cadinhos de alumina, ar como gás de arraste, vazão de 100 mL.min⁻¹ e aquecimento de 20°C até 800 °C nas razões de 10°C.min⁻¹.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os principais elementos detectados nas fibras, são apresentados na tabela e figura 6, sendo o cálcio em maior concentração, que variou entre 37,3% a 49,3% em massa. O silício também foi identificado em quantidades significativas, dentro de 19,2 a 48,5% em massa entre as fibras estudadas. Elementos como alumínio, cobre, enxofre, ferro, fósforo, magnésio e potássio foram encontrados em concentração mássicas menores.

De acordo com Garay (2010), estes elementos em biocompósitos são utilizados como enchimento inerte, ou seja, não desempenham qualquer papel na reação de polimerização e atuam como dissipadores de calor ou diluentes.

Tabela 1 – Composição química quantitativa por EDX das fibras tratadas por mercerização, teor em massa (%).

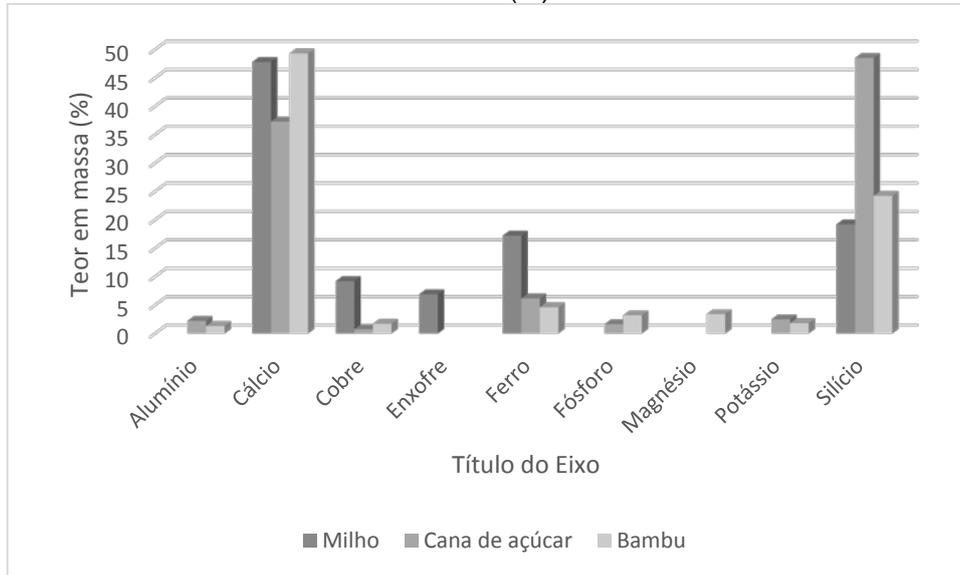
Elementos (%)	Milho	Cana de açúcar	Bambu
Alumínio	-	2,2	1,3
Cálcio	47,8	37,3	49,3
Cobre	9,2	0,75	1,7
Enxofre	6,9	-	-
Ferro	17,2	6,16	4,6
Fósforo	-	1,64	3,2
Magnésio	-	-	3,4
Potássio	-	2,49	1,8
Silício	19,2	48,5	24,2

Fonte: Autores.

A partir das imagens obtidas pelo MEV, as fibras tratadas pelo processo de mercerização, apresentaram microestruturas típicas de fibras vegetais. São constituídas por microfibrilas, microcavidades superficiais, entrâncias e outras peculiaridade (MARINHO, 2012). Entretanto, nota-se que a cobertura da fibra mercerizada foi removida, expondo-a diretamente, como mostram as figuras 7 (a,b)

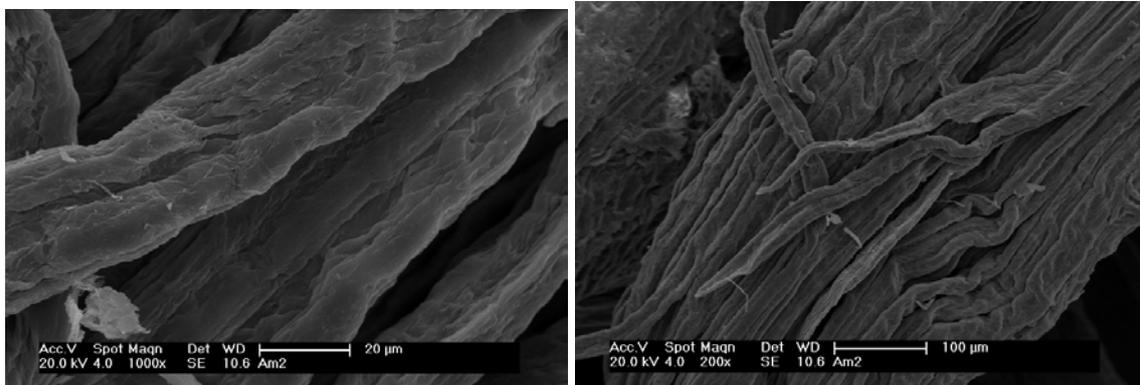
com as fibras de milho, a figura 8 (a,b) com as de cana-de-açúcar e a figura 9 (a,b) com as de bambu.

Figura 6 - Composição química quantitativa por EDX das fibras tratadas por mercerização, teor em massa (%).



Fonte: Autores.

Figura 7 – Microscopia eletrônica de varredura das fibras de milho tratadas por mercerização (a) e fibras de milho secas (b).



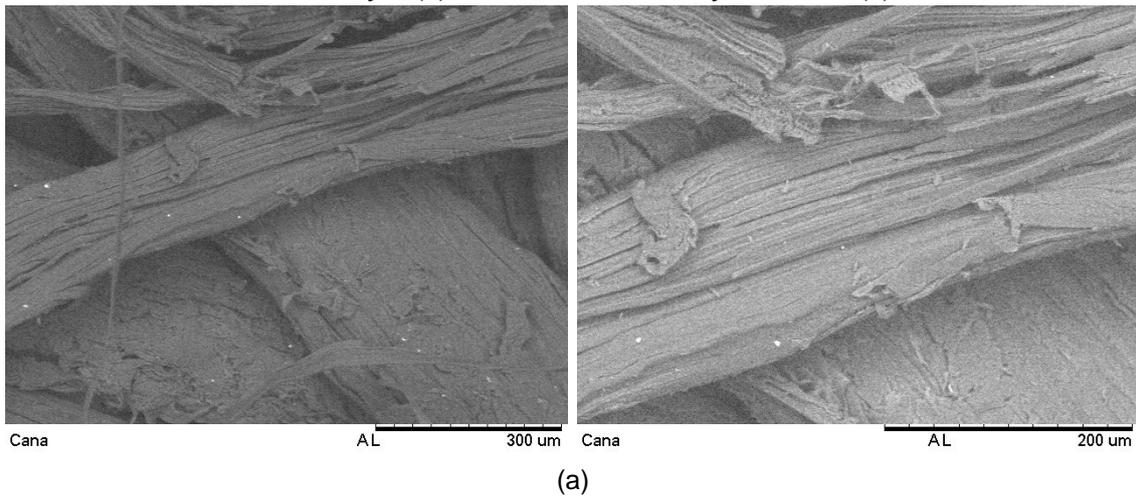
(a)



(b)

Fonte: Autores.

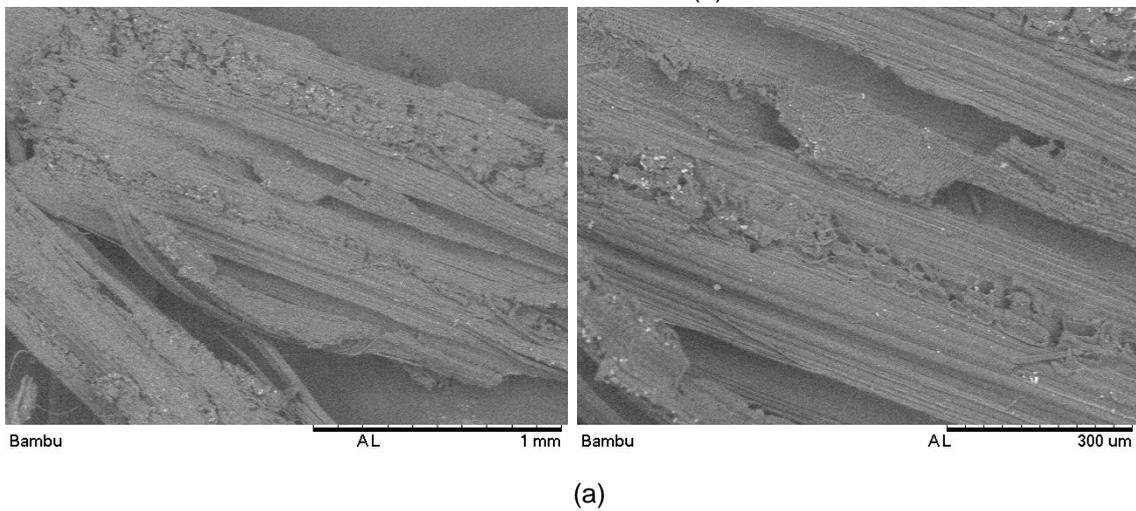
Figura 8 – Microscopia eletrônica de varredura das fibras de cana-de-açúcar tratadas por mercerização (a) e fibras de cana-de-açúcar secas (b).



(b)

Fonte: Autores.

Figura 9 – Microscopia eletrônica de varredura das fibras de bambu tratadas por mercerização (a) e fibras de bambu secas (b).



(b)

Fonte: Autores.

A determinação das densidades das fibras vegetais é demonstrada na tabela 2. As fibras de milho e de cana de açúcar, obtiveram resultados semelhantes, em torno de $1,5 \text{ g.cm}^{-3}$. O bambu apresentou resultado superior, porém também dentro dos parâmetros para fibras vegetais.

Tabela 2 – Densidade das fibras tratadas por mercerização (g cm^{-3}).

Milho (g cm^{-3})	Cana de açúcar (g cm^{-3})	Bambu (g cm^{-3})
1,52 ($\pm 0,048$)	1,54 ($\pm 0,001$)	2,58 ($\pm 0,004$)

Fonte: Autores.

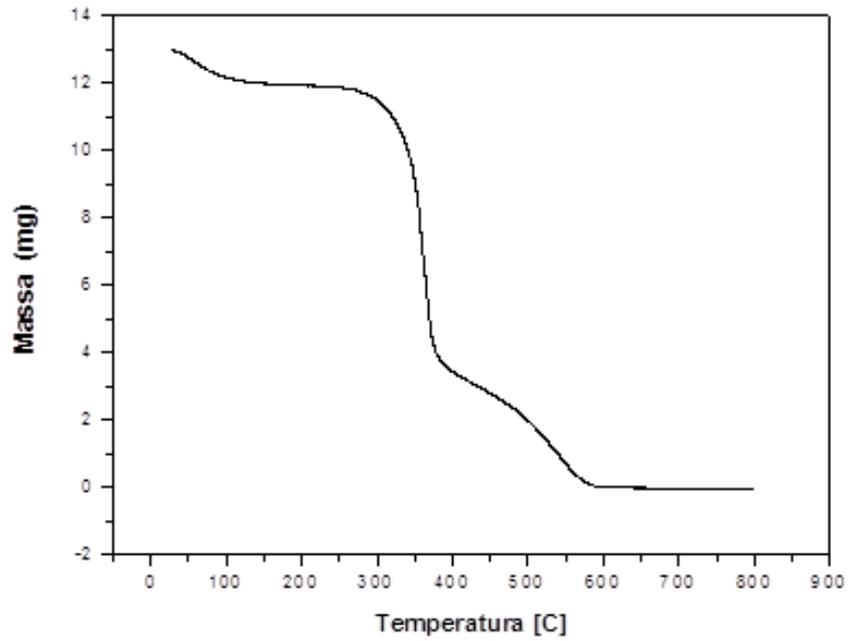
As fibras vegetais apresentam degradação térmica em duas etapas principais. A primeira corresponde à despolimerização térmica da hemicelulose e a quebra de ligações glicosídicas da celulose. A segunda está relacionada com a decomposição da α -celulose. A decomposição da lignina acontece numa ampla faixa de temperatura, entre 200 e 500°C (RAMBO et. al., 2015; PAULA, 2011).

As curvas de termogravimetria apresentadas nas figuras 10, 11 e 12, mostram que as fibras estudadas possuem estabilidade térmica até aproximadamente 200°C, quando ocorre o início da termo oxidação, correspondente ao princípio da decomposição de hemiceluloses, seguida da celulose. Vale ressaltar que a perda de massa inicial, se refere à perda de substâncias voláteis e, majoritariamente, umidade contida nas amostras.

Em torno de 350°C observa-se o início de outro processo de decomposição, envolvendo ligações de lignina, prosseguindo com o aumento de temperatura até ocorrer a perda de massa quase total após a 500°C.

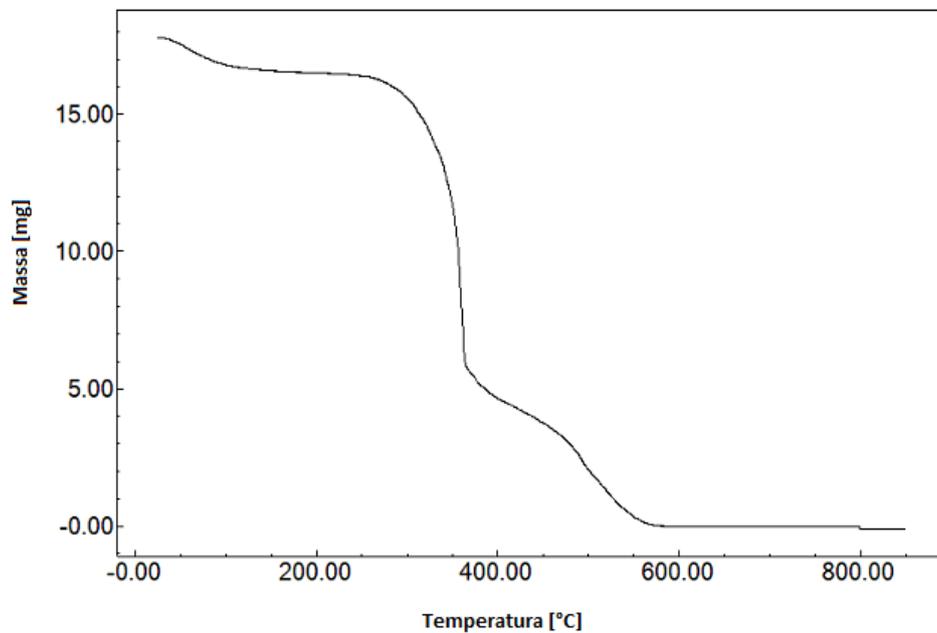
Rambo et. al., (2015), demonstra em sua pesquisa as curvas termogravimétricas de diferentes biomassas lignocelulósicas, dentre elas a do coco. Sendo que todas apresentaram comportamento típico de degradação térmica para este material: liberação de umidade na faixa de 50 a 100°C, decomposição de carboidratos (hemicelulose e celulose) no intervalo de 250 a 400°C, acima de 400°C uma degradação contínua e lenta associada a lignina e ao final do processo, quando ocorre a formação de carvão e cinzas.

Figura 10 - Análise termogravimétrica das fibras de milho tratadas por mercerização.



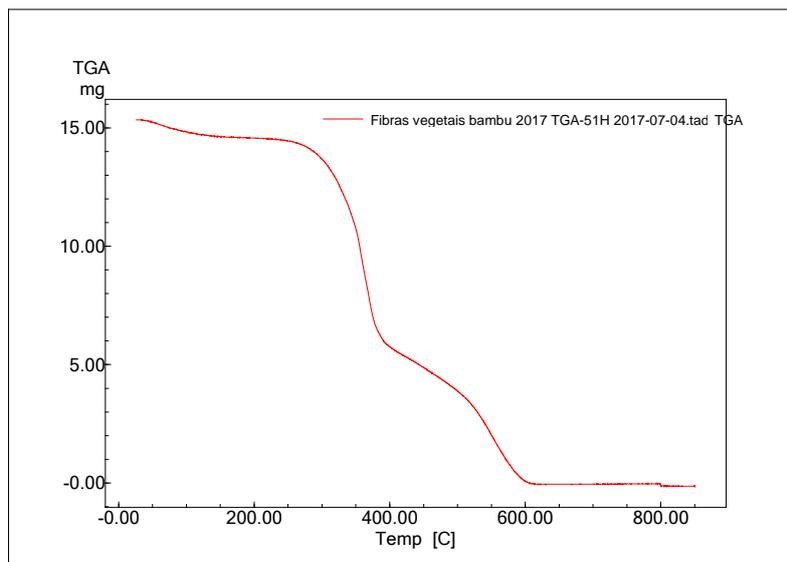
Fonte: Autores.

Figura 11 - Análise termogravimétrica das fibras de cana-de-açúcar tratadas por mercerização.



Fonte: Autores.

Figura 12 - Análise termogravimétrica das fibras de bambu tratadas por mercerização



Fonte: Autores.

CONCLUSÃO

Foram extraídas e caracterizadas as fibras provenientes das folhas que recobrem o milho, o bagaço da cana-de-açúcar e o bambu. Foi avaliada a técnica de mercerização, obtendo-se um resultado efetivo, pois de acordo com as imagens de MEV, observou-se que a cobertura da fibra tratada foi removida, expondo-a diretamente.

A partir dos resultados das análises de densidade (picnometria por gás hélio), fluorescência por raios X, análise termogravimétrica e microscopia de varredura eletrônica (MEV), as fibras estudadas apresentaram condições favoráveis para aumento de resistência do material e procedimentos em altas temperaturas, como moldagem.

REFERÊNCIAS

ALEXANDRE M.E.; NUNES V.M.S.; SALE H.S.; ALMEIDA R.J.S. **Materiais Compósitos Poliméricos Reforçados com a Fibra da Folha do Abacaxizeiro**, V CONNEPI Congresso Norte-Nordeste de Pesquisa e Inovação, 2010.

GARAY, A. C. **Efeito da adição de carbonato de cálcio em compósitos poliméricos moldados por RTM e RTM light**. Dissertação de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais. Escola de Engenharia da UFRGS. Porto Alegre, 2010. Disponível em: <

<https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/28834/000768724.pdf?sequence=1>. Acesso em: novembro, 2017.

LEUCENA, M.V., CHERNICHARO.C.A.L., **Avaliação experimental da compostagem de RSU submetidos a etapa prévia de tratamento anaeróbico**. In: 23º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA. Campo Grande/MS, p.09, 2005.

MARINHO, N. P. **Características das fibras do bambu (*Dendrocalamus giganteus*) e potencial de aplicação em painéis de fibra de média densidade (MDF)**. Dissertação da Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais. Pós-graduação da UTFPR. Curitiba-PR, 2012.

NASCIMENTO D.C.O.; FERREIRA A.S.; MONTEIRO S.N.; AQUINO R.C.M.P.; KESTUR S.G. **Studies on charetization of piassava fibers and their epoxy composites**. Composites part A, 2012, vol.43, issue 3, page 353-362.

PAULA, G. P. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2011.

SANTOS, P.A.; SPINACE, M.A.S.; FERMOSELLI K.K.G.; DE PAOLI M.A. **Efeito da forma de Processamento e do Tratamento da Fibra de Curauá nas Propriedades de Compósitos com Poliamida-6**. Polímeros: Ciência e Tecnologia, 2009, vol. 19, nº 1, 31-39p.

RAMBO, M. K. D.; RAMBO, M. C. D.; ALMEIDA, K. J. C. R.; ALEXANDRE, G. P.; Estudo de análise termogravimétrica de diferentes biomassas lignocelulósicas utilizando a análise por componentes principais. **Ciência e Natura**. v. 34, n. 3, p. 862-868, 2015.

OBTAINING AND CHARACTERIZING VEGETABLE FIBERS FOR THE PREPARATION OF BIOCOMPOSITE

ABSTRACT

Agroindustrial activities generate wastes that, for the most part, do not add any commercial value and do not have an appropriate destination for disposal. However, it is possible to make this waste into raw material for the manufacture of products directed to the applicability in several segments of the industries. In this context, the present work aimed to develop the process of obtaining the fibers of bamboo, sugar cane and corn straw, characterizing them for the preparation of the biocomposite. The vegetable fibers were dried, crushed, treated by mercerization and then neutralized with acid solution and washed in running water. From the results of characterization of the treated fibers, it was observed that the lignin and the hemicellulose were removed, allowing a better adhesion of the same in contact with the surface of the polymer. In this way, the composite material can be reinforced with the fibers previously treated by mercerizing process.

Keywords: vegetable fibers, biocomposite, mercerizing process