TRATAMENTO ALCALINO DA FIBRA DE PIAÇAVA (ATTALEA FUNIFERA MARTIUS)

E. B. C. Santos[2], C. G. Moreno[1], J. J. P. Barros[1], D. A. Moura[1], F. C. Fim[1], R. M. R. Wellen[1,2], L. B. Silva[1,2]

[1] Departamento de Engenharia de Materiais, Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, Campus João Pessoa – Paraíba, Brasil.

[2] Programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal da Paraíba, Campus João Pessoa – Paraíba, Brasil.

lucibalbino@yahoo.com.br

RESUMO

No presente estudo foi realizado o tratamento alcalino da fibra de piaçava com tamanho inferior a 270 MESH para a remoção de impurezas. Os tratamentos foram realizados sob agitação magnética com soluções de 2, 4, 6 e 8% de Hidróxido de Sódio (NaOH), em diferentes intervalos de tempo variando de 100 a 400 minutos, com intervalos de 25 minutos, com intuito de se obter a concentração e tempo de imersão ótimos. A partir deste resultado foram realizadas as caracterizações por microscopia ótica (MO) e por difração de raios X (DRX). A concentração 2% foi utilizada por remover de forma eficiente as impurezas sem agredir de forma excessiva a fibra. A fibra tratada apresentou picos de difração em torno de 22,0°, referentes à estrutura cristalina da celulose. Através da microscopia ótima foi possível observar a eficácia do tratamento a 2% de NaOH na remoção de impurezas superficiais.

Palavras-chave: Tratamento alcalino, Fibra de Piaçava, MO, DRX.

INTRODUÇÃO

Com o aumento crescente da população e da utilização de recursos não renováveis pelas gerações atuais e futuras cresce também a preocupação com os impactos ambientais causados pelo homem e suas criações. Dessa forma, essa preocupação com o meio ambiente tem colaborado com o desenvolvimento de tecnologias e materiais ambientalmente corretos, ou mais sustentáveis, portanto pesquisas relacionadas a materiais mais naturais estão sendo realizados nos mais diferentes centros de estudo mundo a fora, com intuito de descobrir como reduzir ao máximo os impactos ambientais causados pelo homem e suas tecnologias [1-3].

Com o aumento da exigência na forma de fabricação dos materiais e com a busca por alternativas mais sustentáveis, isto tem gerado um estimulo para que materiais não tóxicos a natureza sejam criados e com isso uma classe de materiais vem ganhando destaque, sendo eles os materiais compósitos utilizando reforços renováveis. Sendo assim, esses materiais estão sendo estudados com o objetivo de desenvolver outros mais naturais, que não causem danos a natureza e possam ser absorvidos de forma mais rápida e eficaz pelo meio ambiente [1-4].

O desenvolvimento de materiais compósitos com características biodegradáveis, recicláveis e que causem o mínimo de impacto possível no meio ambiente tem sido alvo dos mais diversos estudos. O uso de fibras lignocelulósicas como reforços, exemplo: as fibras de coco, piaçava, bambu, entre outras, juntamente com matrizes poliméricas biodegradáveis, como exemplo uma matriz de Polihidroxibutirato ou PHB, se tornou uma alternativa sustentável e que pode substituir uma diversa gama de materiais [5].

Além do menor impacto ambiental gerado, outras vantagens de utilizar as fibras lignocelulósicas são: baixa densidade e abrasividade, elevado ganho de resistência, durabilidade e também aumenta as propriedades mecânicas gerais dos compósitos, em comparação as da matriz pura, além do baixo custo. Em muitas situações os resíduos provenientes do setor produtivo, que neste caso poderiam ser descartados, são reutilizados como reforços das matrizes nos materiais compósitos. Estudos envolvendo fibras lignocelulósicas e polímeros biodegradáveis têm sido realizados, tendo em vista gerar o menor impacto possível na natureza [6-8].

Este trabalho tem como objetivo principal a realização de tratamentos superficiais alcalinos com Hidróxido de Sódio (NaOH) com objetivo de eliminar as impurezas, pectinas e hemicelulose, que fazem parte da estrutura da fibra, assim

como realizar caracterizações estruturais e morfológicas das fibras após os tratamentos alcalinos.

MATERIAIS E METÓDOS

Materiais: O Polihidroxibutirato (PHB) foi gentilmente doado pela empresa PHB Industrial AS (Brasil). Tem ponto de fusão de aproximadamente 170 ºC.

As fibras de piaçava da espécie *attalea funifera martius* foi gentilmente doado pela empresa Bruxaxá, na forma de sobras de produção de vassouras no estado do Pernambuco. O hidróxido de sódio P.A foi adquirido junto com a Synth.

Para a pesagem da fibra foi utilizada a balança digital de precisão marca SHIMADZU, modelo AX200.

Para a moagem da fibra foi utilizado o moinho de facas tipo Willys e moinho de bolas com jarra trituradora de bolas marca CHIAROTTI, modelo 16-300 com jogo de esferas de porcelana de diâmetros 6, 10 e 16 mm.

Para a analise granulométrica da fibra foi utilizado o agitador de peneiras marca BERTEL, com um jogo de peneiras com as seguintes malhas na ordem: 50, 60, 80, 100, 200 e 270 MESH

Preparação, lavagem e secagem inicial das fibras: Inicialmente as fibras foram cortadas em tamanhos entre 1 e 7 centímetros de comprimento e separadas em um recipiente aberto e armazenadas em local fresco e seco para a devida preparação mostrada no fluxograma da figura 2.

Em seguida as fibras foram pesadas em estado bruto em balança digital de precisão antes do início do tratamento das mesmas.

As fibras *in natura* passam por um processo de limpeza em agitação magnética através de barras magnéticas em lotes de 10±2% gramas imersas em solução de detergente neutro comercial na concentração de 2% de volume durante 24±1 horas. Após as 24 horas a solução foi descartada e as fibras foram filtradas e enxaguadas com água destilada em quantidade aproximada de 2 litros para cada amostra de 10 gramas, com o objetivo de retirar por completo a solução de sabão. Então as fibras lavadas foram novamente pesadas e colocadas para secar em estufa com circulação de ar à temperatura de 70 graus durante 120±3 minutos, novamente foram pesadas e armazenadas em dissecador.

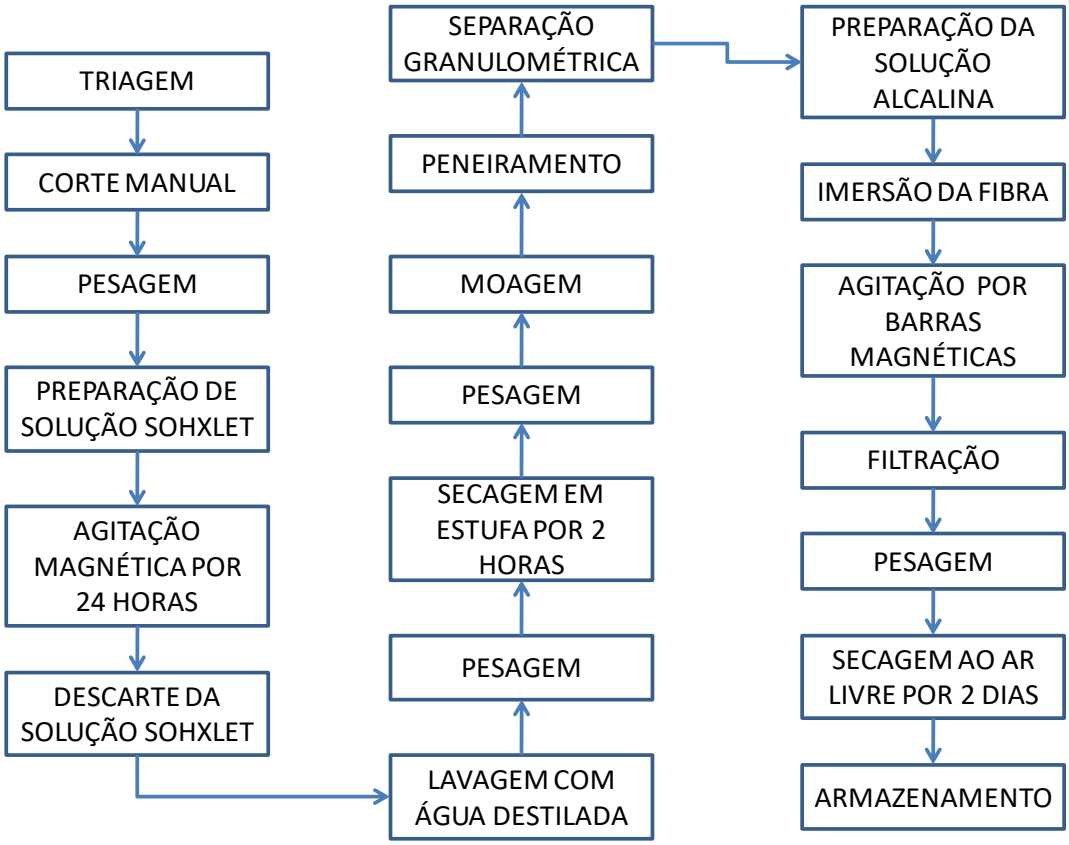

Figura 2: fluxograma de processamento para obtenção da fibra de piaçava tratada em solução de NaOH.

<u>Moagem e análise granulométrica da fibra:</u> As fibras foram moídas em moinho de facas, o resíduo desta primeira moagem foi novamente moído no moinho de bolas por 2 horas em jarra trituradora de bolas, para minimizar as perdas do material durante a moagem da mesma.

As fibras, após moagem, foram peneiradas em um agitador de peneiras, utilizando um jogo de peneiras com as seguintes malhas na ordem: 50, 60, 80, 100, 200 e 270 MESH, a taxa de 5 Hz durante 15 minutos e em seguida separadas, pesadas, catalogadas e armazenadas em dissecadores com sílica gel, para minimizar o contato das amostras com umidade.

<u>Tratamento Alcalino da fibra:</u> Soluções alcalinas de NaOH são preparadas nas proporções de 2, 4, 6 e 8% de concentração. As fibras lavadas com tamanho inferiores a 270 MESH foram pesadas em quantidades de 1,5 gramas e levadas sob agitação em agitadores magnéticos com o tempo variando entre 100 e 400 minutos, com intervalos de 25 minutos, na proporção 1,5 gramas de fibra para 7ml de solução alcalina.

As amostras, após imersão e agitação, foram filtradas, pesadas e secas ao ar livre durante 48 horas, em seguida foram novamente pesadas e armazenadas em eppendorfs ou em embalagens com fechamento hermético, sendo ambos guardados em dissecadores com sílica gel.

Caracterização da fibra: A difratometria por raios-X (DRX) das fibras de piaçava selecionadas foi realizada no Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste (CETENE), utilizando um difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Advance Davinci, sob radiação por tudo de CuKα, a voltagem de 40 kV e corrente de 40 mA e com filtro de Ni, analisando a uma velocidade de 0,6º por minuto em um espectro de 5 a 90º, sendo a amostra comportada em porta amostra de acrílico, nivelado com espátula e adicionado diretamente no equipamento.

A microscopia ótica das fibras foi feita em microscópio ótico marca Zeiss, modelo Axiotech 30, com captura de imagem feita por uma câmera acoplada do modelo ColorView e software de captura de imagem AnalySIS. Para tanto, as fibras foram comprimidas na forma de pastilha circular com massa aproximada de 1±0,05 grama e levada imediatamente para análise. As imagens foram registradas em escala de 5x, 10x, 20x e 50x. Esta análise microscópica foi realizada no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR) do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPB.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Resultado do tratamento alcalino em função do tempo de imersão: Essa análise teve como objetivo determinar o tempo ótimo para a realização do tratamento superficial da fibra com o hidróxido de sódio. Para tanto, se fixou a concentração do NaOH em 2% e se variou o tempo de análise. As amostras tratadas apresentaram em todas as configurações de tempo propostas, um aumento na sua massa final após a secagem ao ar livre. O tempo inicial foi de 50 minutos e o tempo final de 400 minutos com intervalos de 25 minutos entre os tratamentos, conforme figuras 3 e 4 abaixo. Pode se observar que no tempo de 225 e 250 min, a amostra passou a perder peso, o que significa que ocorreu a máxima remoção superficial da fibra e que a partir desse valor de tempo, a fibra volta a ganhar peso. Possivelmente, a estrutura da fibra sem a camada superficial se tornou mais permeável à absorção de água. Portanto, o tempo de 225 minutos é o indicado para a realização do estudo do efeito da concentração do NaOH no tratamento superficial da fibra na seção

seguinte.

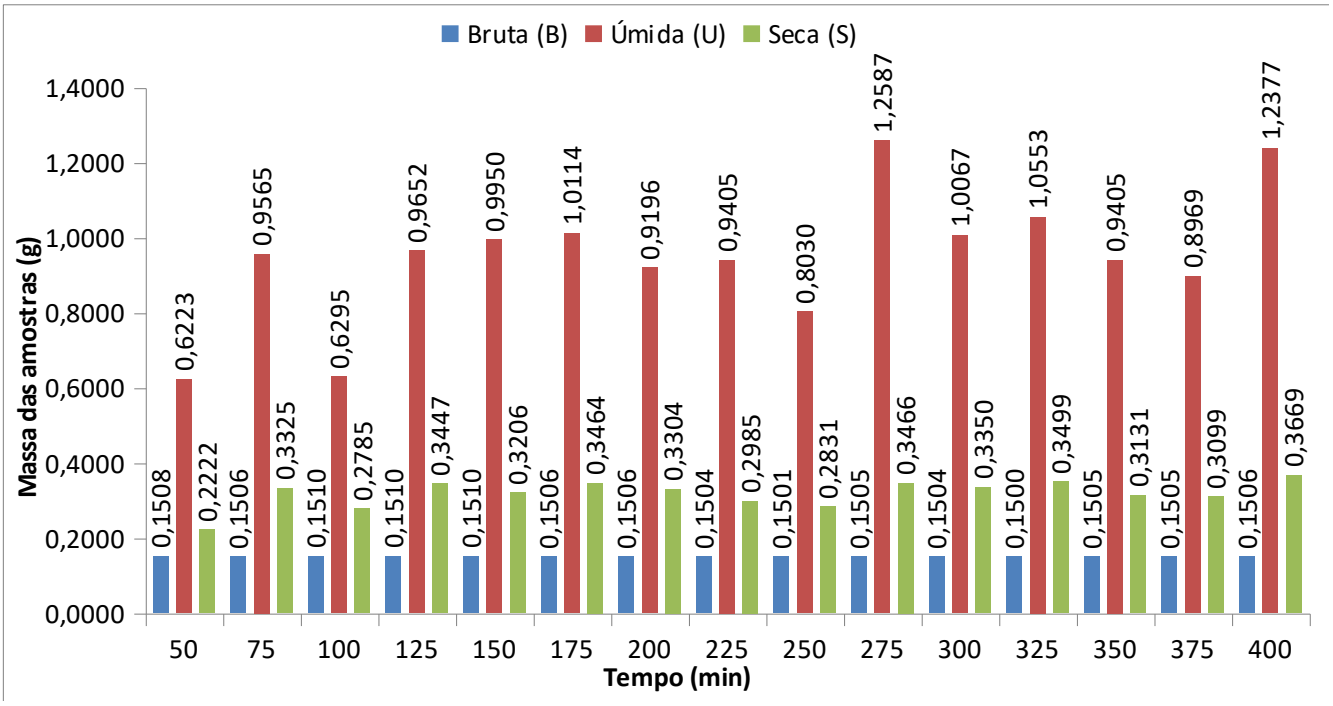

Figura 3: Massa das amostras tratadas em solução alcalina de NaOH a 2% em função do tempo de imersão.

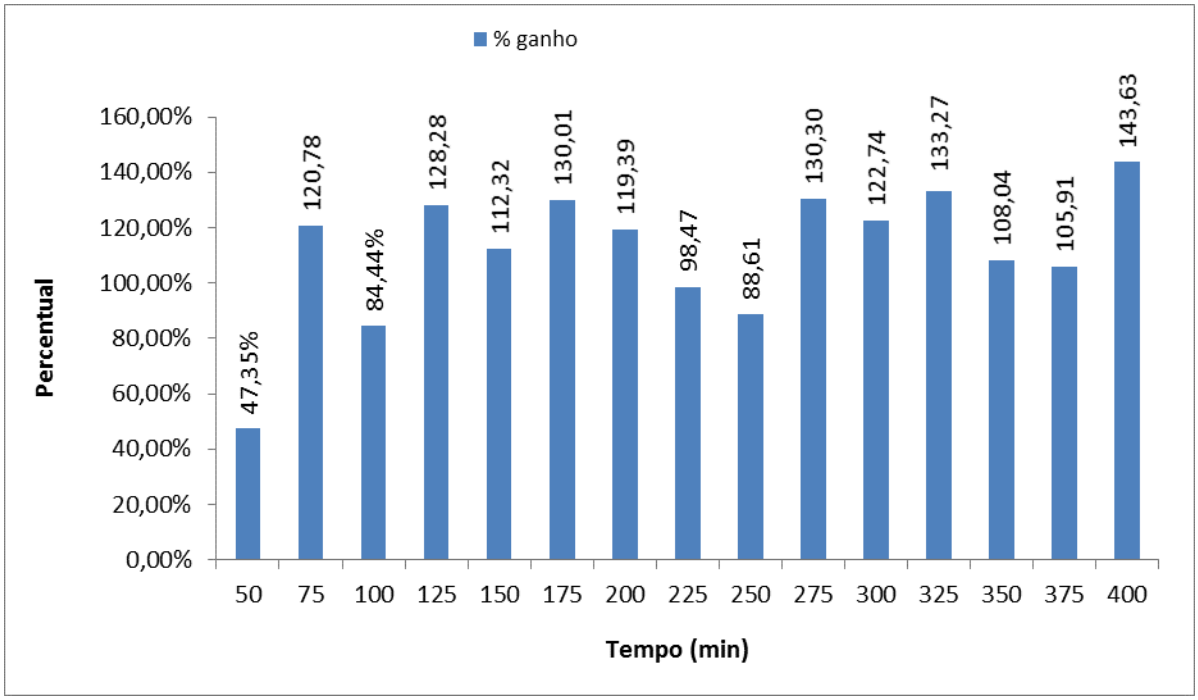

Figura 4: Ganho de massa, em percentagem, das amostras tratadas com solução de NaOH a 2% em função do tempo de imersão.

Resultado do tratamento alcalino em função da Concentração: Após o estudo do tempo ótimo onde foi determinado que o melhor tempo é o de 225 minutos, iniciou-se um estudo com diversas soluções alcalinas para a determinação da concentração ótima, as amostras foram tratadas com soluções alcalinas de NaOH com concentrações de 2%, 4%, 6% e 8% em peso.

Foi observado que a solução de NaOH com concentração de 2% resultou em menor ganho de peso. Com base na mesma análise feita na seção anterior em relação ao tempo de imersão da fibra na solução alcalina de 2% de NaOH, podemos sugerir que essa concentração foi menos efetiva em remover camadas superficiais da fibra em relação às demais concentrações estudadas, uma vez que quanto maior a retirada de camadas superficiais a fibra se torna mais permeável e consequentemente aumenta a sua massa devido à penetração de água em sua estrutura. Nesse estudo, utilizaremos a concentração de 2% de NaOH e tempo de 225 minutos, vislumbrando a utilização dessa fibra como reforço em uma matriz polimérica susceptível a degradação na presença desse álcali.

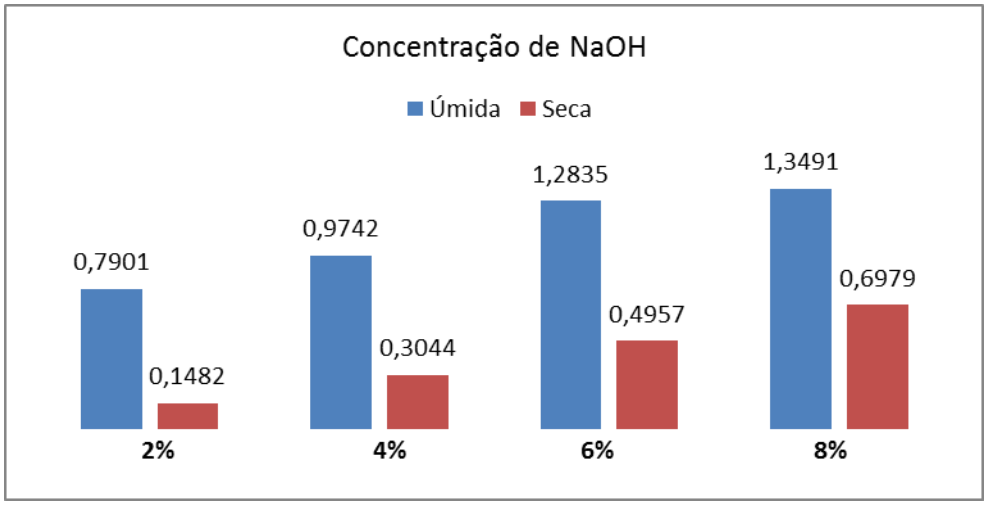

Figura 5: Massa das amostras tratadas em solução alcalina de NaOH a 2%, 4%, 6% e 8% em função do tempo ótimo.

Caracterização da fibra através da Difração de Raios X: As fibras de piaçava tratadas em solução alcalina de NaOH, quando submetidas ao ensaio de DRX, apresentaram picos medianos, com valores máximos de 3591 para a fibra tratada em solução de NaOH à concentração de 2%, com ângulos de Bragg igual a 22,1925º , representativo da celulose [9,10]. Já a fibra de piaçava apenas lavada

com sabão estudada por Moura e colaboradores [11] apresentou valor de intensidade igual a 4114 e ângulo 2θ=21,694º e isto pode ser observado na figura 6. Ao se comparar os difratogramas da fibra lavada e tratada com NaOH pode se observar que a banda amorfa em torno de 2θ=16º se mostrou menor para a fibra tratada com alcalino. Pode se sugerir que a camada superficial da fibra constituída por fase amorfa foi mais removida com tratamento alcalino da fibra.

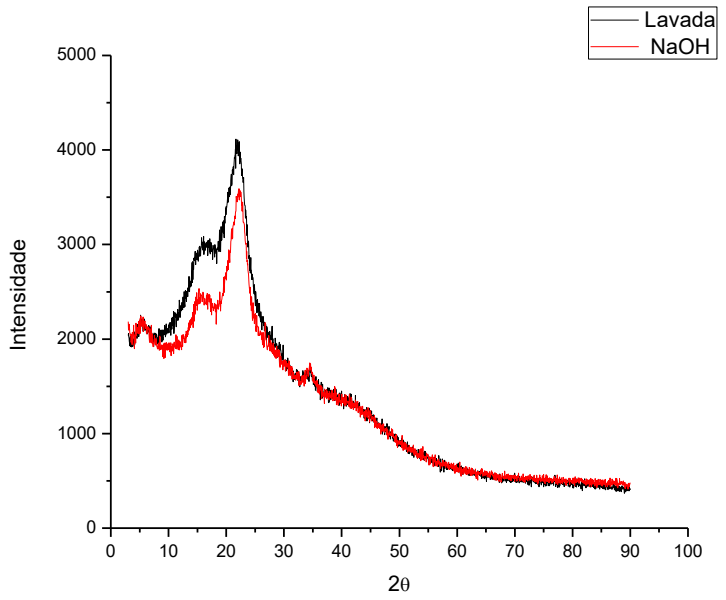

Figura 6: DRX das fibras de piaçava tratadas com NaOH.

Caracterização da fibra através de Microscopia Ótica (MO): Quanto à microscopia ótica, Figura 7, pode-se observar que o tratamento alcalino com hidróxido de sódio resultou em uma maior limpeza e remoção de graxas e pectinas da fibra, de modo que os sulcos superficiais estão bem mais visíveis em comparação com a fibra apenas lavada com sabão [11].

A rugosidade apresentada na MO demonstra que o tratamento alcalino causou a desestruturação da fibra quando comparada com a fibra apenas lavada com sabão [11]. Ao que parece ocorreu remoção dos constituintes superficiais, como lignina; esse resultado está conformidade com o observado por DRX. Miranda e colaboradores [9] sugerem que o grau de cristalinidade da fibra será maior quando ocorre à remoção de constituintes como a hemicelulose e a lignina e isto facilitam a separação das microfibrilas de celulose, devido ao tratamento alcalino com 4% e

10% de NaOH.

Portanto, possivelmente a remoção desses constituintes pode ter ocorrido na fibra tratada com 2% de NaOH, estudada nesse trabalho.

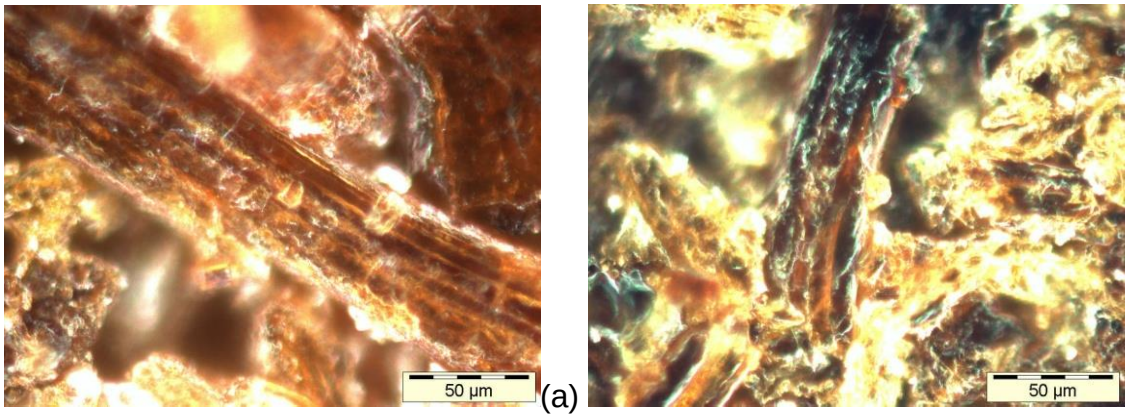

Figura 7: Microscopia ótica da fibra de piaçava lavada, 50x (a) e fibra de piaçava tratada com NaOH, 50X (b).

CONCLUSÕES

A partir dos estudos realizados no presente trabalho foi possível concluir que o tratamento alcalino a 2% é realmente eficaz na remoção de impurezas e elementos indesejáveis como as pectnicas, hemicelulose e graxas, através das caracterizações realizadas foi comprada a remoção destes elementos, mostrando então uma superfície mais rugosa e com a presença de sulcos mais profundos quando comparada com a fibra apenas lavada, sendo esta uma característica superficial importante na interação interfacial em materiais compósitos poliméricos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- MONTEIRO, Sergio N. et al. Propriedades de compósitos de tecido de juta descartado reforçando matriz de polietileno reciclado. Revista Matéria, v. 11, n. 4, p. 403-411, 2006.

2- AGRELA, Sara P. et al. Preparação e caracterização de compósitos de polietileno de alta densidade com resíduos de fibras de piaçava da espécie

Attalea funifera MART. In: Anais do 10o Congresso Brasileiro de Polímeros. 2009.

3- CARVALHO, L. H. et al. Propriedades mecânicas de compósitos poliméricos reforçados por fibra da folha do abacaxi. Anais do ISNAPOL 2004, São Pedro, SP, Brasil, 2004.

4- ALEXANDRE, Márcio Eliel et al. Materiais compósitos poliméricos reforçados com a fibra da folha do abacaxizeiro. In: V CONNEPI-2010. 2010.

5- MACHADO, Miriam LC et al. Estudo das propriedades mecânicas e térmicas do polímero poli-3-hidroxibutirato (PHB) e de compósitos PHB/pó de madeira. Polímeros: Ciência e Tecnologia, v. 20, n. 1, p. 65-71, 2010.

6- DE PAULA, PAULA GOMES. Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica. 2011.

7- KOENIG, K. M.; SYPKENS, C. W. Wood-Plastic Composites For Market Shore. Wood and Wood Products, v. 107, n. 5, p. 49-58, 2002..

8- GORE, Al. An inconvenient truth: The planetary emergency of global warming and what we can do about it. Rodale, 2006.

9- MIRANDA, Cleidiene S. et al. EFFECT OF SURFACE TREATMENT ON PROPERTIES OF BAGASSE PIASSAVA FIBER Attalea funifera Martius.Química Nova, v. 38, n. 2, p. 161-165, 2015.

10-LEMOS, A. R. Caracterização físico-química, bioquímica e avaliação da atividade antioxidante em genótipos de urucueiros (Bixa Orellana L.). 2008. 65f. Tese de Doutorado. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Processos de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, BA.

11- Moura, D. A., Moreno, C. G., Barros, J. J. P., Santos, E. B. C., Fim, F. C., Wellen R. M. R., Silva, L. B. Estudo da otimização de beneficiamento da fibra de piaçava (attalea funifera martius). 22º CBECIMAT, Natal, RN – BR. No prelo 2016.

ALKALINE TREATMENT ON PIASSAVA (ATTALEA FUNIFERA MARTIUS) FIBER

Alkaline treatment on piassava fiber with size inferior to 270 mesh was performed to remove impurities. The treatments took place under magnetic stirring and Sodium Hydroxide (NaOH) solution with 2, 4, 6 and 8% of concentration; processing time ranged between 100 and 400 minutes, with intervals of 25 minutes; the main object was to reach the optimum concentration and time. The *concentration 2% was used to remove efficiently the impurities without damaging excessively the fiber. The fibers were characterized by means of X-ray diffraction (XRD) and optical microscopy (OM). Fibers presented XRD diffraction peak around 22º, due to the crystalline structure of cellulose. By optical microscopy was observed the treatment efficacy of the 2% NaOH solution in removing surface impurities.*

Key words: Alkaline treatment, *Piassava fiber, XRD, OM*