

FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS

GUSTAVO DE ASSIS BAIÃO MIRANDA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
DE PEAD REFORÇADOS COM FIBRA DE PALMEIRA REAL
TRATADA VIA POLPAÇÃO ORGANOSOLV

VOLTA REDONDA
2017

FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
DE PEAD REFORÇADOS COM FIBRA DE PALMEIRA REAL
TRATADA VIA POLPAÇÃO ORGANOSOLV

Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA, como requisito obrigatório para obtenção do título de Mestre em Materiais, sob a orientação do Prof. Dr. Bruno Chaboli Gambarato, na área de concentração de Processamentos e Caracterização de Materiais reciclados, compósitos, nanomateriais e biomateriais, linha de pesquisa Materiais Compósitos,

Aluno:

Gustavo de Assis Baião Miranda

Orientador:

Prof. Dr. Bruno Chaboli Gambarato

VOLTA REDONDA

2017

FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária:Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

M672dMiranda, Gustavo de Assis Baião.

Desenvolvimento e caracterização de compósitos de PEAD reforçados com fibra de palmeira real tratada via polpação organosolv. / Gustavo de Assis Baião Miranda. - Volta Redonda: UniFOA, 2017.

46p. : Il

Orientador(a): ProfºDrºBruno Chaboli Gambarato

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2017

1. Materiais - dissertação. 2. PEAD. 3. Compósitos. 4. Fibra de palmeira. I. Gambarato, Bruno Chaboli. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 620.1

FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluno: Gustavo de Assis Baião Miranda

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE PEAD
REFORÇADOS COM FIBRA DE PALMEIRA REAL TRATADA VIA
POLPAÇÃO ORGANOSOLV**

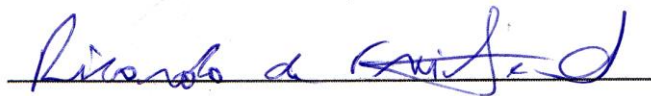
Orientador:

Prof. Dr. Bruno Chaboli Gambarato

Banca Examinadora



Prof. Dr. Bruno Chaboli Gambarato



Prof. Dr. Ricardo de Freitas Cabral



Profa. Dra. Ana Karine Furtado de Carvalho

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus por me dar saúde e iluminar meu caminho durante mais esta etapa da vida.

Agradeço a minha família. Meus pais pelo grande exemplo, aos irmãos pelo bom relacionamento e momentos felizes. Especialmente minha esposa Leila e filha Isabela pela paciência e compreensão.

Agradeço ao meu orientador Bruno Chaboli Gambarato pela paciência, dedicação e ensinamentos que possibilitaram que eu realizasse este trabalho.

Agradeço aos Professores, funcionários e técnicos pelo acolhimento e carinho que recebemos durante o período do curso.

Agradeço também o UNIFOA pelo excelente ambiente oferecido aos seus alunos com profissionais qualificados e estrutura que disponibiliza para nos ensinar.

RESUMO

No atual contexto mundial, faz-se necessário o reaproveitamento de materiais, bem como a boa gestão de resíduos sólidos. A dependência dos derivados do petróleo na produção de materiais plásticos é grande e pode, por meio do desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais, ser diminuída. Neste trabalho, foram desenvolvidos compósitos poliméricos utilizando polietileno de alta densidade (PEAD) como matriz e a fibra obtida a partir do processamento da palmeira real australiana tratada via polpação organosolv. O tratamento organosolv ocorreu sob refluxo utilizando como solvente uma mistura etanol, água e ácido clorídrico como catalisador. O processamento dos compósitos ocorreu em misturador termocinético e os corpos de prova para as análises mecânicas foram injetados a 300°C. Foram avaliadas neste trabalho composições contendo 5 e 10% de fibras in natura e tratada, além da utilização de um agente compatibilizante, o polietileno graftizado com anidrido maleico a 2%. Os resultados mostram que o tratamento organosolv foi capaz de remover compostos amorfos presentes na biomassa, que apresentou valores de cristalinidade de 30,1% antes e 40,8% depois. Os ensaios mecânicos mostraram que a adição de fibra à formulação promove um aumento nas propriedades mecânicas do material em tração. O Módulo de Young variou de 153 MPa para o PEAD puro até 221 MPa para a composição contendo 10% de fibra tratada. Os compósitos com fibra tratada foram aqueles que apresentaram os melhores resultados mecânicos, fato que comprova a melhora na interação fibra-matriz promovida pelo tratamento. Nos ensaios de flexão, verificou-se que o material contendo a fibra apresenta-se mais flexível, com módulo de elasticidade de 562 Mpa. Quanto ao agente compatibilizante EPOLENE C16, parece não contribuir para uma melhora significativa nas propriedades do material final.

Palavras-chave: PEAD, compósitos, fibra da palmeira, organosolv

ABSTRACT

In the current world context, it is necessary to reuse materials, as well as the good solid waste management. The dependence of oil derivatives in the production of plastics is great and can, through the development of composites reinforced with vegetable fibers, be decreased. In this work, polymeric composites were developed using high density polyethylene (HDPE) as matrix and the fiber obtained from Australian royal palm tree treated by organosolv pulping. The organosolv treatment was performed under reflux using as solvent a mixture ethanol, water and hydrochloric acid as catalyst. The processing of the composites was performed in a thermokinetic mixer and the proof bodies for mechanical analysis were injected at 300°C. In this work were evaluated compositions with 5% and 10% of in natura fibers and treated, beyond the use of a compatibilizer agent, the polyethylene grafted with maleic anhydride at 2%. The results show that the organosolv treatment was able to remove amorphous compounds present in biomass, that presented crystallinity values of 30,1% before and 40,8% after. The mechanical tests show that the addition of fiber to the formulation promotes an increase in mechanical properties of the material under traction. The Young's Modulus ranged from 153 MPa for the pure HDPE to 221 MPa for the composition with 10% of treated fiber. The composites with treated fiber presented the best mechanical results, fact that proves the improvement in the interaction fiber-matrix promoted by the treatment. In the bending tests, it was verified that the material containing the fiber is more flexible, with modulus of elasticity of 562 MPa. As for the compatibilizer agent EPOLENE C16, does not seem to contribute to a significant improvement in the properties of the final material.

Key words: HDPE, composites, palm fiber, organosolv.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades físicas, mecânicas, térmicas e Ópticas dos Polietilenos	16
Tabela 2: Composição dos Compósitos.....	25
Tabela 3: Índice de cristalinidade das Biomassas	31
Tabela 4: Parâmetros da análise térmica.....	34
Tabela 5: Parâmetros obtidos a partir de ensaio de tração.....	35
Tabela 6: Parâmetros obtidos a partir do ensaio de flexão	37

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura do Polietileno	14
Figura 2: Célula unitária de um cristal de Polietileno.....	15
Figura 3: Estrutura da Celulose	17
Figura 4: Modelo da estrutura macromolecular da parede celular de vegetais	19
Figura 5: Resíduos do processamento da Palmeira Real Australiana (A)-estípes; (B) bainhas externas e internas; (C) segmento foliar.	20
Figura 6: representação da interação entre as fibras de celulose e o PE-g-MAH.	21
Figura 7: (a) Misturador termo cinético; (b) Moinho de facas; (c) injetora.....	26
Figura 8: Compósito homogeneizado e triturado	26
Figura 9: Difrátômetro de raios X.....	27
Figura 10 : Analisador térmico.....	28
Figura 11: Equipamento EMIC DL 10000- Ensaio de Tração.....	29
Figura 12: Equipamento EMIC DL 10000- Ensaio de Flexão	29
Figura 13: Difrátograma de Raios X- fibra in natura e fibra tratada	30
Figura 14: Termo degradação da fibra da Palmeira in natura e sua derivada.....	32
Figura 15: Termo degradação da Palmeira tratada e sua derivada.....	33
Figura 16: Gráfico Tensão x Deformação – Ensaio de Tração.....	35
Figura 17: Gráfico Tensão x Deformação – Ensaio de Flexão	37

LISTA DE SIGLAS

%	Porcentagem
°C	grau Celsius
CaCo ₃	Carbonato de Cálcio
CP10N	Compósito contendo 10% de fibra in natura
CP10T	Compósito contendo 10% de fibra tratada
CP10TC	Compósito contendo 10% de fibra tratada e EPOLENE C16
CP5N	Compósito contendo 5% de fibra in natura
CP5T	Compósito contendo 5% de fibra tratada
CP5TC	Compósito contendo 5% de fibra tratada e EPOLENE C 16
et al.	e colaboradores
g	Gramma
g/cm ³	Gramas por centímetro cúbico
h	hora
HCl	Ácido clorídrico
Kn	Kilonewton
L	Litro
Ma	mili Ampère
Min	minutos
ml	mililitro
Mpa	Mega Pascal
NaOH	Hidróxido de Sódio
PE	Polietileno
PEAD	Polietileno de alta densidade
PE-g-MAH	Polietileno graftizado com anidrido maleico
PET	Polietileno-tereftalato
pH	potencial hidrogeniônico
PP	Polipropileno
PS	Poliestireno
PVC	Policloreto de vinila
UniFOA	Centro Universitário de Volta Redonda

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 OBJETIVOS	12
2.1 Objetivo geral	12
2.2 Objetivos específicos	12
2.3 Justificativa.....	12
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
3.1 Compósitos	13
3.2 Polietileno.....	14
3.3 Biomassas vegetais	16
3.3.1 Celulose	17
3.3.2 Hemiceluloses	17
3.3.3 Lignina.....	18
3.4 Fibra de Palmeira Real.....	19
3.5 Compósitos reforçados com fibras naturais	20
3.6 Tratamento Organosolv.....	22
4 MATERIAISE MÉTODOS.....	24
4.1 Materiais.....	24
4.1.1 Obtenção das Fibras	24
4.1.2 PEAD	24
4.1.3 Compatibilizante	24
4.2 Métodos	24
4.2.1 Polpação Organosolv	24
4.2.2 Processamento dos Compósitos.....	25
4.3 Caracterização dos materiais.....	27
4.3.1 Difractometria de Raios X	27
4.3.2 AnáliseTérmica.....	28
4.3.3 Ensaios mecânicos	28
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	31
5.1 Caracterização da Fibra	31
5.1.1 Difractometria de Raios X	31
5.1.2 AnáliseTérmica.....	32

5.2 Ensaaios Mecânicos	35
5.2.1 Ensaio de Tração	35
5.2.2 Ensaio de Flexão.....	38
6 CONCLUSÕES	40
7 TRABALHOS FUTUROS.....	41
8 REFERÊNCIAS	42

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais poliméricos reforçados com fibras naturais tem se mostrado como uma boa alternativa para a indústria nos últimos anos. Tal processo permite obter materiais com menores teores de derivados de petróleo (JOHN; THOMAS, 2008), e ainda promove o aproveitamento de subprodutos agroindustriais, contribuindo assim para a melhor gestão dos resíduos sólidos.

Dentro deste contexto, podem ser utilizados como matrizes polímeros como o polietileno (PE), polipropileno (PP), poli cloreto de vinila (PVC), poli etileno-tereftalato (PET) no desenvolvimento de materiais compósitos. Esses materiais representam boa parte dos polímeros termoplásticos utilizados no Brasil e no mundo. O aspecto mais interessante em relação às fibras naturais é seu impacto ambiental positivo, pois elas são oriundas de fontes renováveis com baixo consumo de energia em sua produção, como também são consideradas neutras em relação a emissão de dióxido de carbono (KOLTZENBURG et al, 2017).

O Brasil, por ser um grande produtor agrícola, tem potencial para alimentar o mercado de compósitos com as mais diversas biomassas, como aquelas derivadas da cana-de-açúcar, do processamento do coco, do trigo, do arroz e da palmeira real australiana (LIMA et al, 2014).

Na obtenção de compósitos reforçados com biomassas vegetais, a interação entre a fibra hidrofílica e a matriz polimérica hidrofóbica é fator determinante nas propriedades do material final (LUZ, 2008). Por este motivo, faz-se necessária a aplicação de um tratamento prévio à fibra com o objetivo de melhorar tal interação, obtendo-se, assim, melhores propriedades mecânicas (MULINARI et al, 2010; SHANMUGAM; THIRUCITRAMBALAM, 2013). Os tratamentos podem utilizar ácidos ou bases como catalisadores e ainda podem ocorrer em meio aquoso ou meio orgânico. Uma das vantagens de se utilizar um solvente orgânico é a possibilidade da recuperação do solvente por destilação após o tratamento. (RUZENE et al, 2007; ZHAO et al, 2009).

Assim, neste trabalho, foram desenvolvidos materiais compósitos a partir de uma matriz de polietileno de alta densidade (PEAD) reforçados com a fibra da palmeira real australiana tratada via polpação organosolv ácido-catalisada.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Este trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar um compósito de matriz polimérica de polietileno de alta densidade reforçado com fibra proveniente da palmeira real australiana modificada por tratamento organosolv. Para tal, os seguintes objetivos específicos são propostos:

2.2 Objetivos específicos

- a) Aplicar um tratamento organosolv à fibra da palmeira real utilizando uma mistura etanol: água como solvente e HCl comocatalisador;
- b) Avaliar as modificações estruturais promovidas pelo tratamento utilizando Difractometria de Raios X e AnáliseTermogravimétrica;
- c) Preparar diferentes formulações de compósitos utilizando a matriz de PEAD reforçada com fibra *in natura* etratada;
- d) Realizar ensaios mecânicos de tração e flexão, visando obter informações acerca das propriedades mecânicas do material e da interação entre a biomassa e amatriz;
- e) Avaliar se a adição de polietileno graftizado com anidrido maleico promove melhora nas propriedades mecânicas domaterial;

2.3 Justificativa

A boa gestão de resíduos sólidos no Brasil é uma preocupação constante. Por se tratar de um dos maiores produtos agrícolas mundiais, o país gera, anualmente, um montante muito elevado de resíduos agrícolas, que, além de serem utilizados na conversão em energia elétrica, podem ser aproveitados no desenvolvimento demateriais.

Dentro do contexto da utilização de biomassas no desenvolvimento de materiais, a produção de biocompósitos é uma opção atrativa, uma vez que

pode contribuir para a redução na utilização dos compostos derivados do petróleo, bem como promover um aproveitamento do resíduo agrícola, aumentando, dessa forma, sua vida útil e seu valor agregado.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Compósitos

Os materiais compósitos compreendem aqueles que exibem uma característica multifásica, ou seja, que se apresentam como uma combinação de dois ou mais materiais não solúveis entre si. Em geral, seus constituintes incluem uma fase contínua denominada matriz e uma fase dispersa denominada reforço (MARINUCCI, 2011).

Nos compósitos poliméricos, a matriz é um polímero e os reforços podem ser obtidos a partir de diversos materiais, como biomassas vegetais (fibras vegetais e resíduos da agroindústria), materiais inorgânicos (sais inorgânicos como carbonatos e fosfatos), fibra de vidro, fibra de carbono e demais mantas e fibras naturais ou sintéticas. O papel da matriz é manter a orientação das partículas do reforço e seu espaçamento, além de transmitir as forças de cisalhamento entre as diversas camadas, além de proteger o material do reforço do ambiente exterior (MARINUCCI, 2011).

Para o desenvolvimento de compósitos, diversas matrizes poliméricas podem ser utilizadas. Essas matrizes podem ser obtidas a partir de polímeros termoplásticos ou termorrígidos. A principal diferença entre esses dois tipos de material se encontra no seu comportamento quando da elevação da temperatura. Os polímeros termoplásticos, quando aquecidos a temperaturas suficientemente elevadas, se tornam fluidos e, com o resfriamento, tornam-se sólidos novamente. No entanto, os polímeros termorrígidos, devido à presença de ligações cruzadas entre as cadeias macromoleculares, quando aquecidos a temperaturas excessivas, rompem essas ligações degradando o polímero (CALLISTER, 2016)

Os materiais do reforço devem apresentar resistência, rigidez e maleabilidade que, geralmente, se encontram nas fibras. O seu papel é suportar as cargas máximas e impedir que as deformações ultrapassem limites aceitáveis (THAKUR et al, 2017).

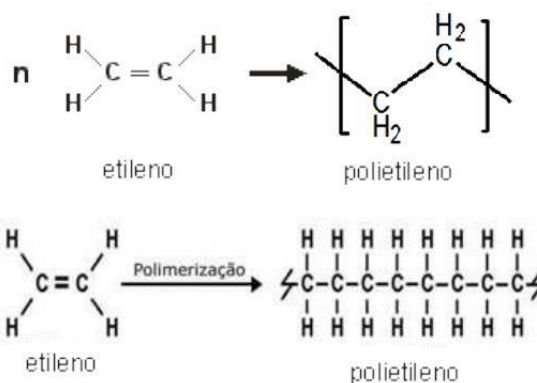
3.2 Polietileno

Polímeros são estruturas químicas macromoleculares que apresentam unidades repetitivas denominadas *meros* ou monômeros. Podem ser naturais, como é o caso da seda, couro e a madeira, bem como sintéticos, como é o caso dos plásticos e borrachas (KOLTZENBURG et al,2017).

Na classe dos plásticos, o petróleo representa a principal matéria-prima. Os insumos químicos utilizados na síntese de polímeros são produzidos, em geral, nas refinarias de petróleo e as olefinas - hidrocarbonetos insaturados - representam as principais matérias-primas no desenvolvimento de polímeros termoplásticos. Os plásticos derivados desses compostos são, portanto, chamados de poliolefinas e englobam os principais materiais plásticos de uso comum da sociedade, como é o caso do polietileno (PE), polipropileno (PP), poliestireno (PS) e outros (SOLOMONS et al, 2016).

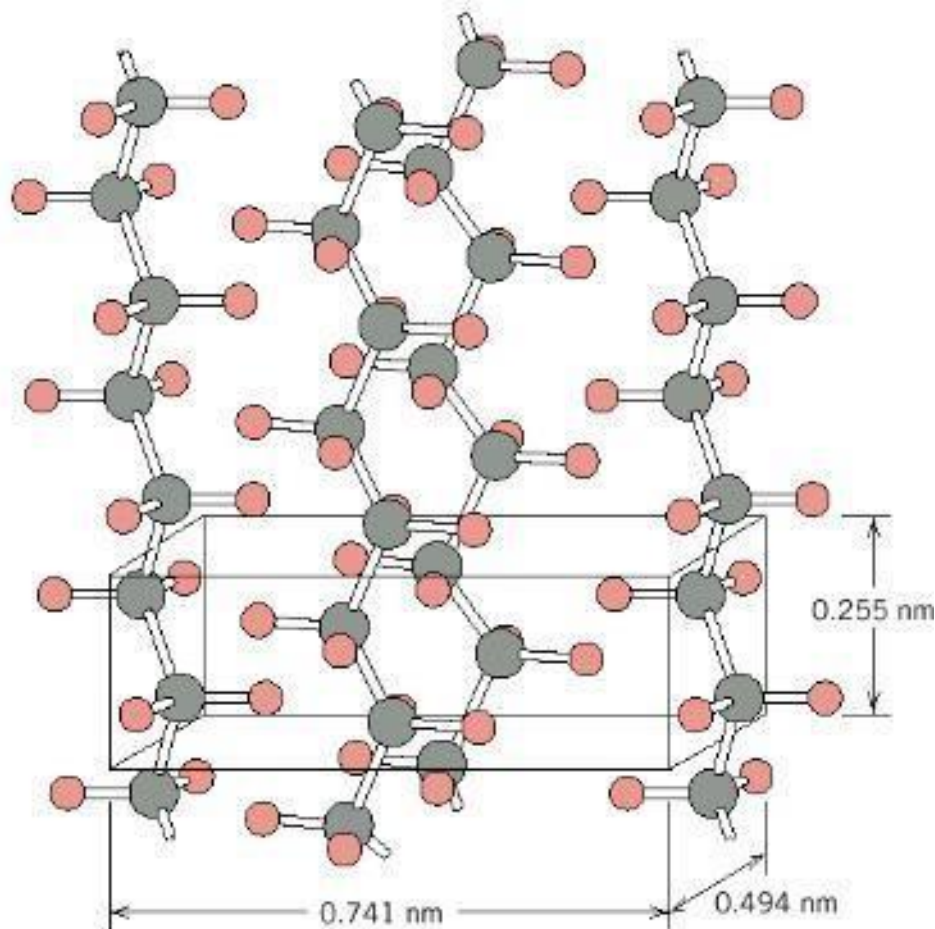
Os polietilenos são materiais termoplásticos semicristalinos e flexíveis, que apresentam uma diversa gama de aplicações na indústria devido às suas propriedades químicas, físicas e térmicas. A estrutura dos polietilenos é formada por unidades monoméricas de etileno, como mostra a Figura 1. Trata-se de uma estrutura essencialmente linear capaz de se agrupar intermolecularmente e formar cristais, como mostra a Figura 2. As propriedades dos polietilenos são dependentes das quantidades das fases amorfa e cristalina, bem como da distribuição de massa molar entre as estruturas (THAKUR et al,2017).

Figura 1 – Estrutura do polietileno



Fonte: Adaptado de Solomonset al (2016)

Figura 2 - Célula unitária de um cristal de polietileno



Fonte: Callister Jr (2016)

O polietileno é, de longe, o material plástico mais utilizado. A principal razão é por que além de barato, possui diversas importantes propriedades industriais, que incluem tenacidade à temperatura ambiente e a baixas temperaturas, boa resistência suficiente para muitas aplicações, boa flexibilidade, excelente resistência a corrosão, excelentes propriedades de isolamento, é inodoro e insípido, e possui baixa transmissão de vapor de água (SMITH; HASHEMI, 2012)

Como pode ser visto na Tabela 1, os polietilenos se encontram uma faixa de densidade que varia de 0,910 a 0,965 g/cm³. O polietileno de alta densidade (PEAD) é um polímero altamente linear e sua estrutura compacta lhe confere uma alta densidade. É obtido a partir do etileno em um processo industrial utilizando catalizador metalocênico denominado Ziegler-Natta (SMITH; HASHEMI, 2012).

Tabela 1 – Propriedades físicas, mecânicas, térmicas e ópticas dos polietilenos

Testes DIN, ASTM	Propriedades	Densidade dos PE's			Peso molecular ultra elevado (PEUAPM)
		Baixa	Média	Alta	
Físicas					
D(53479)	Densidade (g/cm³)	0,910-0,925	0,926-0,940	0,941-0,965	0,928-0,941
D(53473)	Absorção de água 24h, 3mm de espessura (%)	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Mecânicas					
D(53455)	Resistência à tração (10² kgf/cm²)	0,4-1,4	0,8-2,4	2,1-3,8	2,8-4,2
D(53455)	Alongamento na ruptura (%)	90/800	50/600	20/1000	200/500
D(53457)	Módulo de flexão (10² kgf/cm²)	0,06-0,5	0,5-10	0,7-1,5	0,7-1,2
D256 (ASTM)	Resistência ao impacto (Kg)	Não quebra	-	-	Não quebra
D785 (ASTM)	Dureza Rockwell R	10	15	65	67
Térmicas					
D(52612)	Condutividade térmica (10 ⁻⁴ cal/s cm² °C/cm)	8,0	8,0-10,0	11,0-12,4	11,0
D(52328)	Expansão térmica linear (10 ⁻⁵ cm/°C)	20	15	14	15
D(53461)	Temperatura de deflexão (°C)	32-42	42-50	45-55	50
Ópticas					
D542 (ASTM)	Índice de refração	1,51	1,52	1,52	-
D1003 (ASTM)	Transmitância (%)	4-50	40-50	10-50	-

Fonte: Adaptado de Cury (2017)

Os métodos mais comuns de processar o PEAD são por moldagem e injeção a sopro (FÁVARO, 2007; PIVA, 2004). Diversos trabalhos têm utilizado o PEAD como matriz no desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais (SILVA, 2017; CURY, 2017; MILÉO, 2015). Por este motivo, além de sua versatilidade de aplicações, como suas excelentes propriedades e preço, o PEAD foi escolhido como matriz polimérica para o desenvolvimento dos compósitos neste trabalho.

3.3 Biomassas vegetais

O Brasil é um grande produtor agrícola e, por este motivo, também são geradas grandes quantidades de subprodutos tais como as biomassas vegetais. Dentre elas podem ser citadas o bagaço e a palha de cana, a casca de arroz, a palha do trigo, fibras de coco, bananeira, palmeira, sisal, resíduos lenhosos e cascas de frutas e vegetais (HIDALGO-SALAZAR et al, 2017; FACCA et al, 2007). Além de boas propriedades químicas e mecânicas, as biomassas vegetais se apresentam com baixo custo, baixa densidade e ainda contribuem para o apelo ambiental que visa a boa gestão de resíduos (MANO et al, 2010).

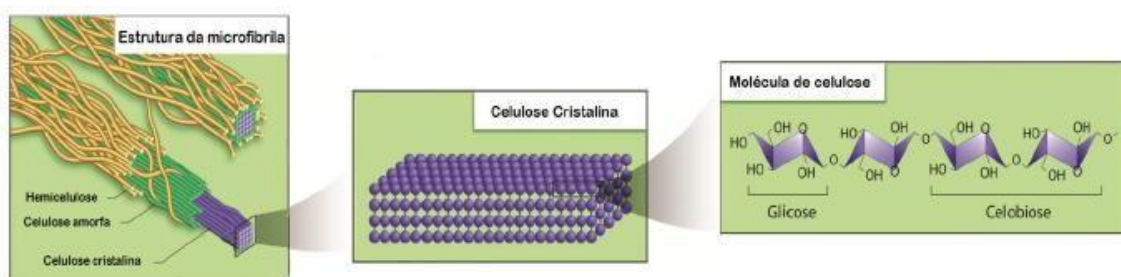
Uma característica comum a todas as biomassas vegetais é sua

composição. Em geral, esses materiais são compostos por celulose, hemicelulose, lignina, cinzas inorgânicas e extrativos, sendo os 3 primeiros os principais constituintes macromoleculares (HENRIKSSON e LENNHOLM, 2009).

3.3.1 Celulose

Dos componentes macromoleculares das biomassas vegetais, a celulose é o mais abundante. Trata-se do polímero natural mais abundante no planeta e apresenta uma estrutura polimérica composta por moléculas de β -D- glicose, organizadas em unidades de celobiose, ligadas via ligação glicosídica β -1,4, como mostra a Figura 3.

Figura 3 - Estrutura da celulose



Fonte: Adaptado de Henriksson e Lenholm (2009)

O grau de polimerização é geralmente muito alto, podendo atingir valores de cerca de 15000 resíduos de celobiose em uma única cadeia, colocando a cadeia de celulose dentre as mais longas entre os polissacarídeos conhecidos (HENRIKSSON; LENNHOLM, 2009). Devido à linearidade das cadeias, as moléculas adjacentes formam uma rede de agregados, denominados microfibrilas, insolúveis em água, com comprimento e largura variados.

3.3.1 Hemiceluloses

As hemiceluloses são uma classe de compostos macromoleculares amorfos constituídos por diversos açúcares, principalmente pentoses (D-xilose, L-arabinose e L-ramnose), hexoses (D-glicose, D-manose e D-

galactose) e ácidos urônicos (ácidos 4-O-metil-D-glucurônico e D-galacturônico) (SJOSTROM, 2013).

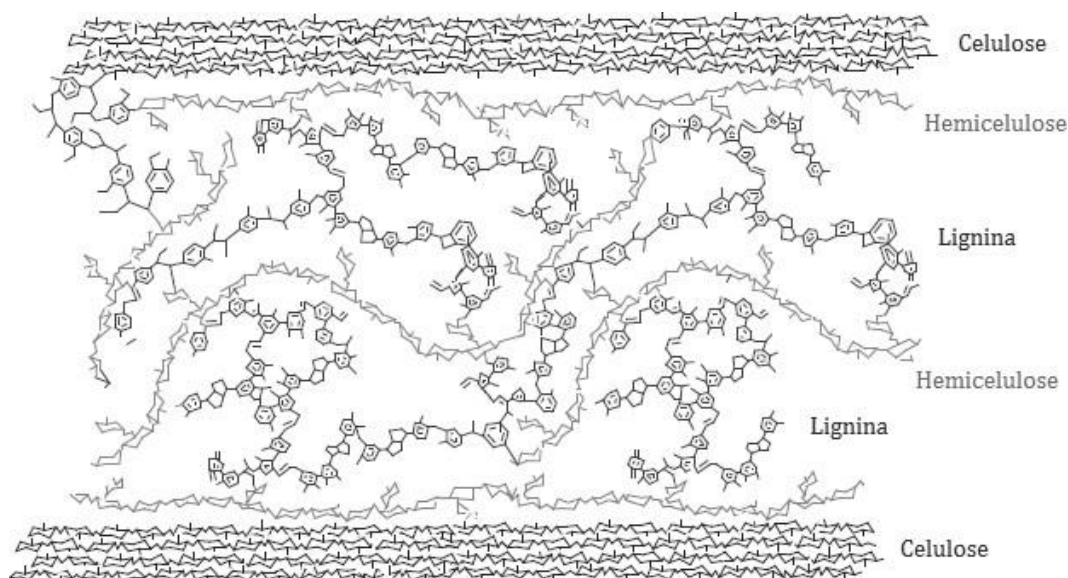
As hemiceluloses apresentam um papel importante nas propriedades mecânicas da parede celular vegetal. O padrão estrutural pode ter relevância nas interações supramoleculares, que ocorrem na parede secundária. É possível que essas moléculas sirvam como uma interface entre a celulose e a lignina, facilitando a incrustação das fibrilas. Elas podem, ainda, estar relacionadas à manutenção do espaçamento das fibrilas de celulose e à regulação da porosidade e resistência da parede celular (GAMBARATO, 2014). Comparadas à celulose, as hemiceluloses apresentam maior reatividade devido à maior acessibilidade pelos reagentes, por exemplo, na hidrólise ácida ou polpação, por ser amorfa e apresentar grande polidispersidade (FENGEL; WEGENER, 1989).

3.3.3 Lignina

A lignina é o composto polifenólico mais abundante na natureza. É formada a partir da polimerização radicalar de 3 monômeros precursores: o álcool coniferílico, o álcool sinapílico e o álcool p-cumarílico. A polimerização destes 3 compostos fornece uma estrutura macromolecular complexa, que varia conforme a planta e confere ao vegetal resistência química, mecânica e proteção contra ataque de fungos e bactérias (HENRIKSSON; LENNHOLM, 2009). No desenvolvimento de compósitos poliméricos, a lignina pode contribuir na compatibilização entre a matriz e o reforço, promovendo melhores propriedades mecânicas e estruturais (MILÉO, 2015).

As interações entre a lignina, a celulose e as polioses determinam a ultraestrutura da parede celular dos materiais lignocelulósicos. A Figura 4 mostra um modelo da estrutura macromolecular de vegetais proposto por Lawokoet al. (2003). Segundo este estudo, acredita-se que a maior parte da lignina esteja localizada entre as cadeias de hemiceluloses, embora haja algumas ligações diretas entre a lignina e a celulose (HENRIKSSON; LENNHOLM, 2009).

Figura 4 - Modelo da estrutura macromolecular da parede celular de vegetais



Fonte: Adaptado de Henriksson e Lenholm (2009).

3.4 Fibra de Palmeira Real

Até meados dos anos 90, a Palmeira Real Australiana (*Archontophoenix alexandrae*) era utilizada apenas como planta ornamental, no entanto surgiu como espécie alternativa para extração de palmito. O Palmito da Palmeira Real Australiana tem sido bem aceito comercialmente devido ao seu sabor, coloração e textura. E o cultivo dessa espécie não é muito exigente quanto a solos, adaptando inclusive, a solos pobres e com baixo pH. O clima adequado é o quente e úmido (FERMINO et al, 2010).

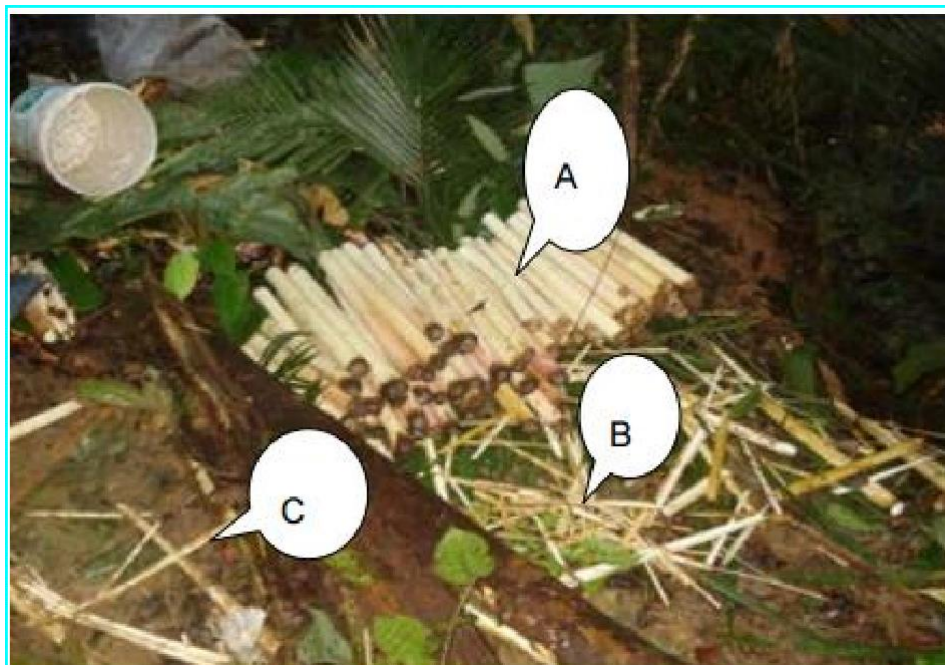
Uma vez que o Brasil figura entre os maiores produtores mundiais de palmito envasado, são geradas muitas toneladas de resíduos no meio ambiente. Estima-se que para cada palmeira extraída, o resíduo gerado constitui 80-90% do peso total da planta e é formado principalmente por caule (estipe), folíolos e bainhas das folhas (VIEIRA et al, 2009).

Estes resíduos são utilizados como fonte energética na alimentação de caldeiras, na fabricação de fertilizantes ou na cobertura de solos. Dentro da lógica industrial, um destino mais nobre a estes resíduos representa uma oportunidade econômica.

A Figura 5 mostra os principais resíduos obtidos do processamento da

Palmeira Real Australiana.

Figura 5- Resíduos do processamento da Palmeira Real Australiana. (A) - estipes; (B) - bainhas externas e internas; (C) - segmento foliar



Fonte: Oliveira (2015)

3.5 Compósitos reforçados com fibras naturais

Diversos trabalhos na literatura mostram o desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras oriundas de biomassas vegetais. Os polímeros termoplásticos, como o PEAD, se apresentam como boas alternativas para compor a matriz polimérica, uma vez que se trata de um material de baixo custo, com boas propriedades mecânicas e que pode ser reciclado a partir de diversos produtos.

Silva (2016) obteve um compósito utilizando como matriz polimérica o PEAD e como reforço duas biomassas derivadas do processamento do pinhão manso, uma oleaginosa utilizada na obtenção de biodiesel. O material resultante deste trabalho apresentou propriedades mecânicas superiores ao polímero puro, mesmo com a adição de 15% de biomassa.

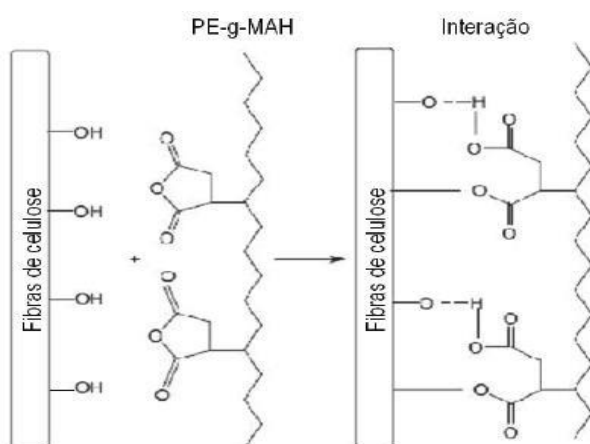
O trabalho de Marinelliet al (2008) mostrou que é possível desenvolver compósitos poliméricos com fibras naturais, obtendo-se boas propriedades

químicas e mecânicas e ainda contribuindo para a sustentabilidade amazônica.

Zattera et al (2015) desenvolveram compósitos utilizando matriz polimérica de PEAD com reforço de pó de *Pinus taeda* e alumina calcinada. Os resultados mostraram que a adição da biomassa de *Pinus taeda* promove melhores aumentos nas propriedades mecânicas de tração e flexão do que a alumina calcinada. Os autores atribuíram o melhor desempenho do material vegetal à existência de espaços vazios entre as partículas que constituem o grão de alumina e que originam pontos frágeis quando incorporados à matriz polimérica.

Oliveira e Mulinari (2014) e Oliveira et al (2010) avaliaram o desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais utilizando um polietileno graftizado com anidrido maleico (PE-g-MAH) como agente compatibilizante. A função principal deste composto é promover uma melhor interação química entre a fase contínua e a fase dispersa do compósito. Os resultados mostraram que a utilização deste composto pode auxiliar na melhora das propriedades mecânicas de alguns compósitos. A Figura 6 mostra uma esquematização da interação entre as fibras de celulose e o PE-g-MAH.

Figura 6 - Representação da interação entre as fibras de celulose e o PE-g-MAH



Fonte: Oliveira et al (2010)

3.6 Tratamento Organosolv

O aproveitamento das dos resíduos ligno celulósicos geralmente requer uma ou várias etapas de separação dos componentes macromoleculares (celulose, hemiceluloses, lignina e extrativos). Diversos fatores contribuem para a recalcitrância desses à desconstrução química ou biológica (HU; RAGAUSKAS, 2012). Podem ser citados o teor de lignina, acetilação natural das hemiceluloses, os complexos lignina-carboidrato, a cristalinidade da celulose e seu grau de polimerização, o volume dos poros e a área superficial da celulose como fatores que contribuem para a dificuldade de aplicação das biomassas vegetais na indústria (SIERRA et al., 2008). Assim, diversos processos de fracionamento dos materiais ligno celulósicos têm sido desenvolvidos com o objetivo de maximizar o rendimento de cada uma das frações, permitindo, ao máximo, o aproveitamento integral da biomassa.

O objetivo dos processos de tratamento é promover mudanças na ultraestrutura do material, de modo a liberar as fibras de celulose e aumentar a acessibilidade dos agentes de hidrólise aos componentes estruturais da biomassa (ALVIRA et al., 2010).

Dentre os tratamentos, podem ser citados a polpação em meio alcalino (GAMBARATO, 2014), o pré-tratamento por explosão a vapor (GAMBARATO, 2014) e os tratamentos envolvendo solventes orgânicos, comumente chamados de tratamentos organosolv (ZHAO et al, 2017). Neste trabalho, optou-se pela utilização do tratamento organosolv para a remoção de compostos amorfos presentes na biomassa. A escolha se deu em função da vantagem ambiental de se poder recuperar o solvente orgânico após o uso, bem como dos bons resultados obtidos no trabalho de Cury (2017) e Silva (2016).

Os tratamentos organosolv são utilizados pela indústria de madeiras de coníferas desde os anos 1970 para a obtenção de polpa celulósica de alta qualidade. Podem ser utilizados diversos solventes orgânicos, como etanol, ácido acético e glicerol (ZHANG et al, 2016). Estes solventes podem ser utilizados em sua forma pura ou em mistura com água. Os processos ocorrem com a adição de um catalisador ácido sob a temperatura de refluxo

do solvente ou ainda sem catalisadores sob temperaturas e pressões mais elevadas (ZHAO et al, 2017). Durante o tratamento, os extrativos são removidos por solubilidade no meio e a lignina e a hemicelulose são parcialmente degradadas por solvólise. A severidade do processo (temperatura, pH, pressão, tempo, relação sólido:líquido) determina o grau de degradação da biomassa, podendo, sob determinadas condições, obter uma polpa celulósica com elevado grau de pureza (ZHANG et al, 2016).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

4.1.1.Obtenção das Fibras

As fibras de palmeira foram obtidas diretamente com a empresa Biosolvit na cidade de Barra Mansa – RJ. O material foi recebido, lavado exaustivamente com água e seco em estufa a 100°C até a umidade constante. Em seguida, as fibras foram moídas até que passassem pela peneira de 40 mesh e armazenadas.

4.1.2.PEAD

A resina HC7260LS-L fabricada pela empresa BRASKEM, é um polietileno de alta densidade desenvolvido para o segmento de injeção. Possui densidade, dureza e rigidez elevados. Sua distribuição estreita de massa molar resulta em baixa tendência à deformação. Esta resina é aditivada contra a ação da radiação ultravioleta e suas aplicações são: caixaria, caixas para uso industrial, capacetes, assentos sanitários, utilidades domésticas, brinquedos, tampas e paletes.

4.1.3.Compatibilizante

O agente compatibilizante utilizado neste trabalho foi o EPOLENE C16, um polietileno graftizado com anidrido maleico (PE-g-MAH). Fabricado pela WESTLAKE, é um polímero de baixa densidade. É útil como polímero base para adesivos e revestimentos, possui boa tolerância ao enchimento é aderente à base de solvente e foi utilizado neste trabalho com o intuito de melhorar a interação entre as fibras e a matriz polimérica.

4.2 Métodos

4.2.1 Polpação Organosolv

As fibras de palmeira foram submetidas à um processo de polpação

organosolv. O objetivo deste tratamento é degradar parte da lignina por solvólise e remover parte da hemicelulose do material. Assim, obtêm-se um material mais fibroso, rico em celulose. Para tal, a reação ocorreu em balão reacional de 1L contendo 50 g de fibra (base seca), 500 mL de etanol 92%, 11 mL de ácido clorídrico (HCl) a 10 mol.L^{-1} e água deionizada para completar o volume de 550 mL de meio reacional. A reação se processou em manta aquecedora a 80°C , sob refluxo de um condensador de bolas, durante 1h. Ao final do processo, o conteúdo da reação foi filtrado e lavado com água deionizada até pH neutro. Em seguida, o material foi seco e armazenado.

4.2.2 Processamento dos Compósitos

Os compósitos foram processados nas proporções exibidas na Tabela 2. Foram processados compósitos contendo 5 e 10% de fibras tratadas e não tratadas. Foi realizado ainda o processamento de amostras com 5 e 10% de fibra tratada contendo 2% do agente compatibilizante EPOLENE C16.

Tabela 2 – Composição dos compósitos

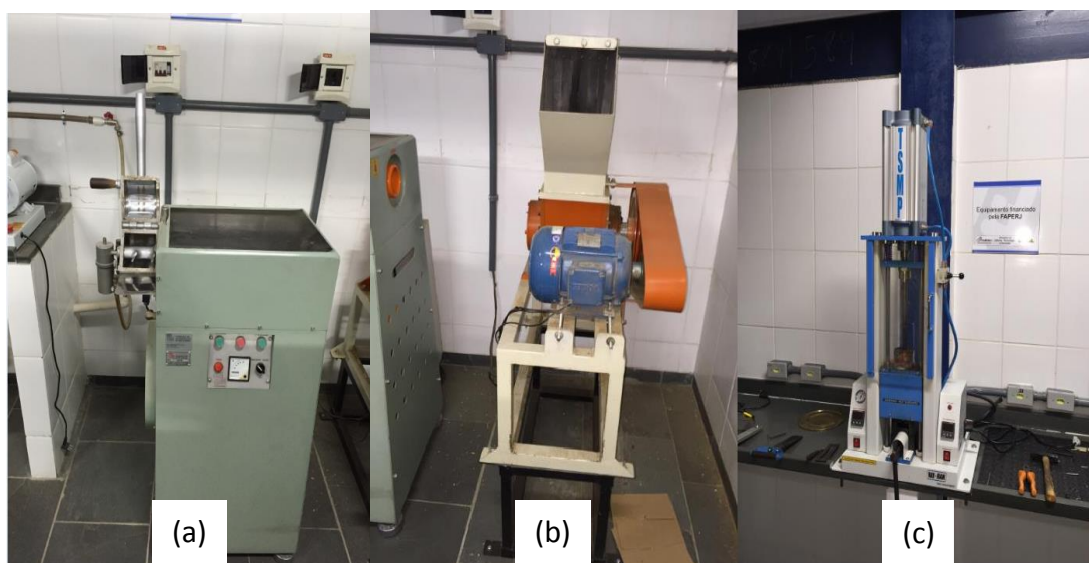
AMOSTRA	PEAD	FIBRA In Natura	FIBRA Tratada	Agente Compatibilizante
PEAD	100%	-	-	-
CP5N	95%	5%	-	-
CP5T	95%	-	5%	-
CP5TC	93%	-	5%	2%
CP10N	90%	10%	-	-
CP10T	90%	-	10%	-
CP10TC	88%	-	10%	2%

Fonte: o Autor (2017)

Inicialmente as fibras foram secas em estufa a 100°C antes do processamento dos compósitos, para, dessa forma, obter um material que não sofresse influência da umidade inerente às biomassas.

O processamento dos compósitos ocorreu nos laboratórios do Centro Integrado de Tecnologias do UNIFOA. Os compósitos foram processados em um misturador termo cinético DRYSER, por 60s e, após o resfriamento, os materiais foram moídos em moinho de facas para posterior injeção dos corpos de prova em uma injetora RAY RAM – modelo TSMP, a 300°C. Os equipamentos utilizados nesta etapa do trabalho são mostrados na Figura 7.

Figura 7 – (a) Misturador Termo cinético; (b) Moinho de facas; (c) Injetora



Fonte: o Autor (2017)

A Figura 8 mostra o aspecto dos compósitos após o processamento.

Figura 8 - Compósito homogeneizado e triturado



Fonte: o Autor (2017)

4.3 Caracterização dos materiais

4.3.1 Difratometria de Raios X

As fibras *in natura* e tratada foram submetidas à difratometria de raios X (DRX), com o objetivo de se obter informações acerca da cristalinidade do material. Os difratogramas foram obtidos em um difratômetro de Raios X da marca Shimadzu, modelo XRD 6100 (Figura 9), disponível no Laboratório de Caracterização de Materiais do UNIFOA. A análise se processou com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha$, e voltagem de 40 kV, corrente de 40 mA, varredura 0,05 ($2\theta/5s$) para valores de 2θ entre 10 e 50° . Com os resultados obtidos, foi possível calcular os índices de cristalinidade da biomassa por meio da equação 1 definida pelo método empírico de Segal et al. (1959), que fornece um valor aproximado.

Figura 9 - Difrátômetro de Raios-X



Fonte: o autor (2017)

$$I_c = \frac{I_{(002)} - I_{(am)}}{I_{(002)}} \times 100$$

Onde:

I_c – Índice de cristalinidade (percentual)

$I_{(002)}$ – Pico de intensidade de difração que representa o material cristalino, perto de $2\theta=22^\circ$;

$I_{(am)}$ – Pico de intensidade de difração que representa o material amorfo, perto de $2\theta=16^\circ$;

4.3.2 Análise Térmica

As fibras in natura e tratada foram submetidas à análise termogravimétrica (TGA) com o objetivo de se obter informações acerca da composição do material antes e após o tratamento. As amostras foram analisadas em um Analisador Térmico Simultâneo Perkin Elmer STA 6000 (Figura 10), instalado nos laboratórios do UNIFOA, utilizando uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, numa faixa de temperatura de 30 a 800°C , sob atmosfera de $20\text{ mL}.\text{min}^{-1}$ de gás nitrogênio.

Figura 10 - Analisador térmico



Fonte: o Autor (2017)

4.4.3 Ensaios mecânicos

Os compósitos e o PEAD puro foram submetidos a ensaios de tração e flexão, realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do UniFOA, num equipamento da marca EMIC 10000DL (Figuras 11 e 12). Os ensaios de tração foram realizados com célula de carga de 5kN a uma velocidade de $5\text{ mm}.\text{min}^{-1}$. Foram analisados 5 corpos de prova de cada composição, dimensionados de acordo com a norma ASTM D 638-03.

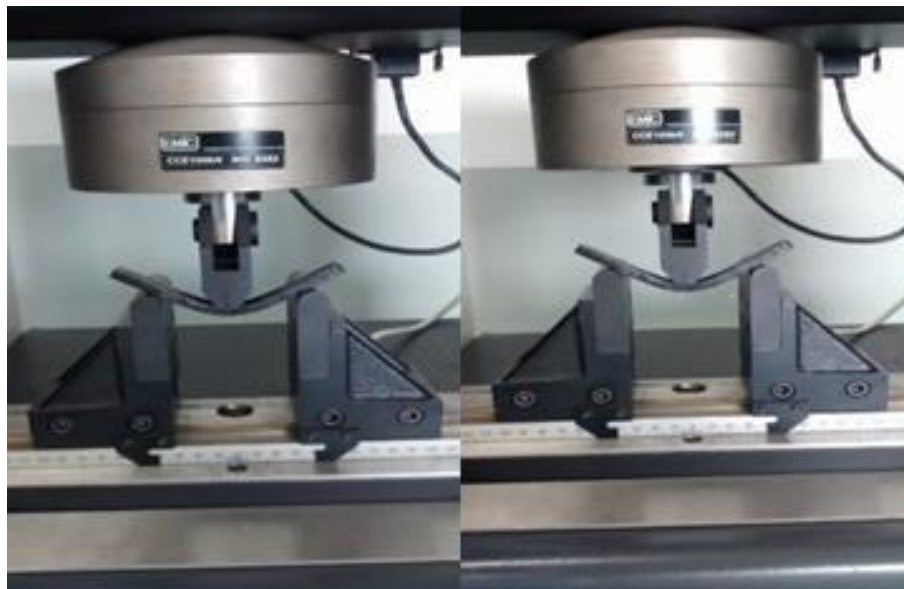
Figura 11 – Equipamento EMIC DL 10000 – Ensaio de Tração



Fonte: o Autor (2017)

Nos ensaios de flexão (Figura 12), foram analisados corpos de prova com dimensões de acordo com a norma ASTM D 790-03, com célula de carga de 5kN a uma velocidade de $2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$.

Figura 12 - Equipamento EMIC DL 10000 - Ensaio de Flexão



Fonte: o Autor (2017)

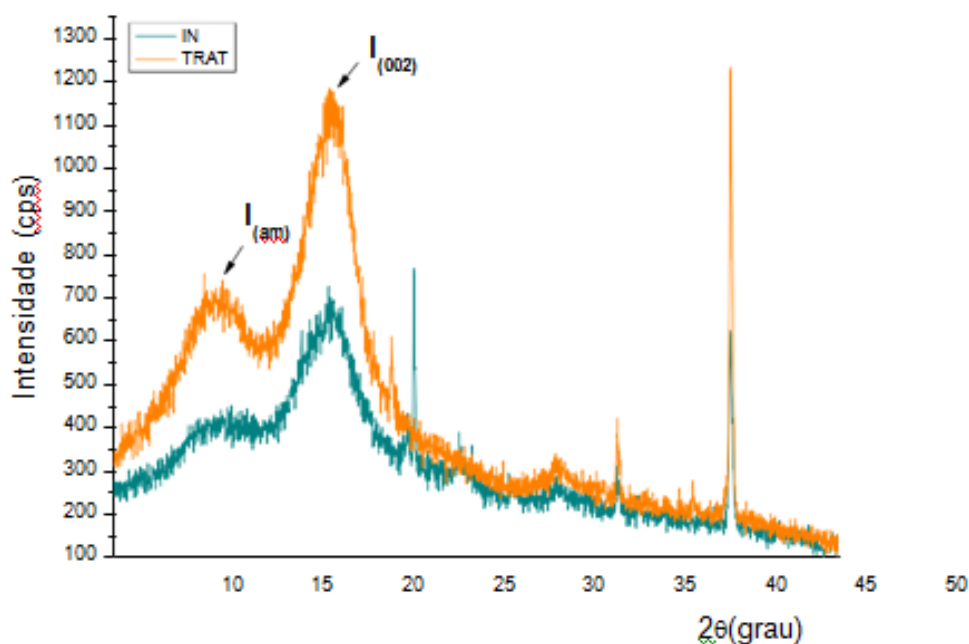
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da Fibra

5.1.1 Difratometria de Raios X

Os difratogramas de Raios X da fibra in natura e da fibra tratada são mostrados na Figura 13. Verifica-se que os materiais, tanto antes quanto após o tratamento, exibiram um comportamento semicristalino. Isso significa que, em sua composição, existem estruturas cristalinas (celulose) e amorfas (hemicelulose e lignina).

Figura 13 - Difrátograma de Raios X - Fibra in natura e fibra tratada



Fonte: o Autor (2017)

A determinação do percentual de cristalinidade de cada material foi realizada por meio da Equação 1, que relaciona o pico de intensidade de difração do material cristalino (perto de $2\Theta=22^\circ$) com o pico de intensidade da difração do material amorfo (perto de $2\Theta=16^\circ$) (SEGAL et al, 1959). Dessa forma, a cristalinidade dos materiais encontra-se na Tabela 3.

Tabela 3 – Índice de cristalinidade das biomassas

Amostra	I_{am}	I₀₀₂	Cristalinidade (%)
Fibra in natura	422	604	30,1 %
Fibra tratada	686	1158	40,8 %

Fonte: o Autor (2017)

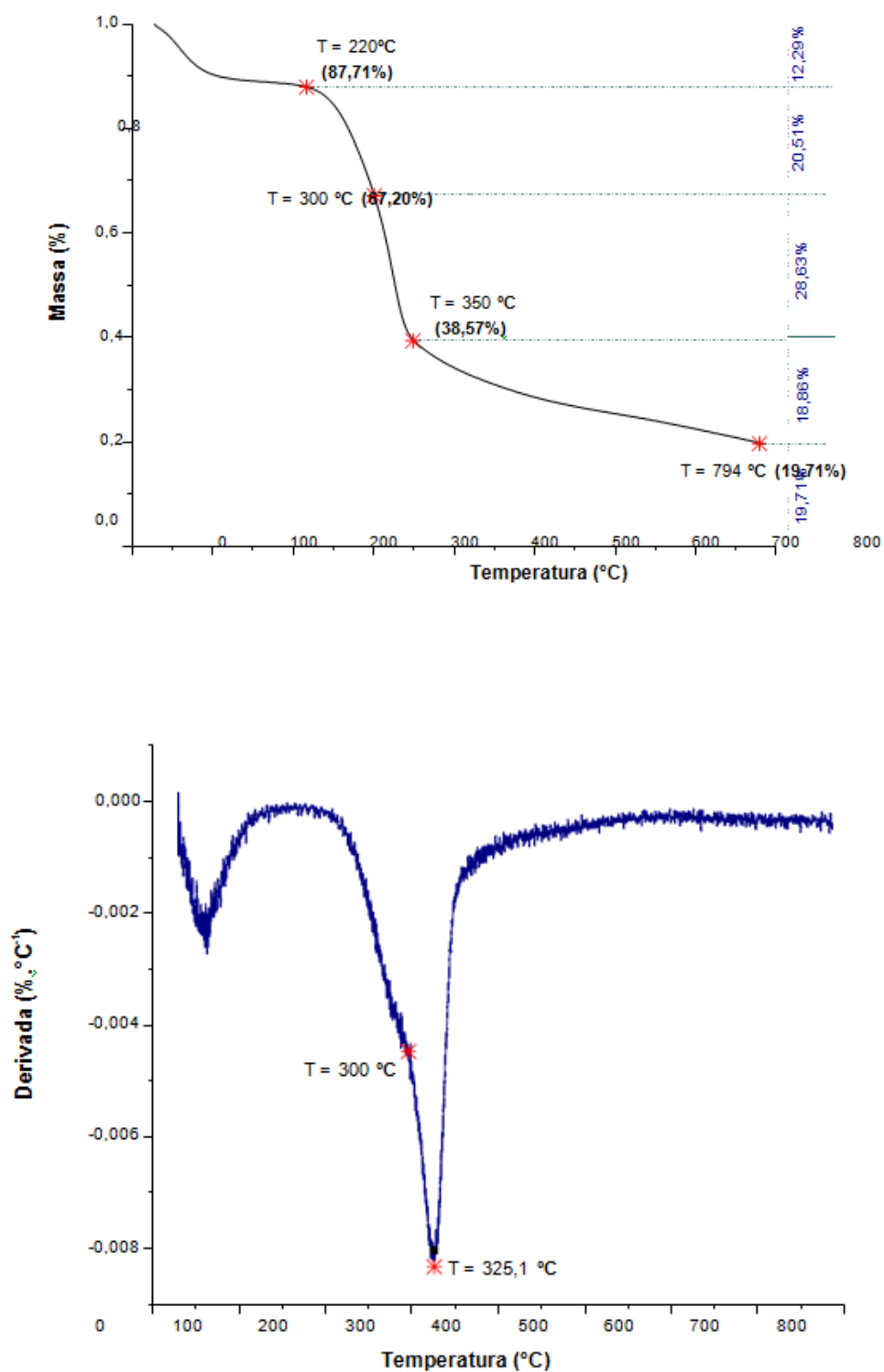
É possível verificar na Tabela 3 que o material in natura possui cerca de 30% de cristalinidade, enquanto que, após o tratamento, o material apresenta uma fração cristalina de 40,8%. O aumento aparente na cristalinidade é explicado pelas modificações estruturais que ocorrem no material durante o tratamento. Sabe-se que o tratamento organosolv remove parte das hemiceluloses e da lignina (ZHAO et al, 2009) e, uma vez que essas moléculas são, essencialmente, amorfas, verifica-se um aumento na fração cristalina do material, proveniente, principalmente, da celulose.

Dessa forma, é possível inferir que a fibra tratada se apresenta com uma fração celulósica maior que o material *in natura* e contém menos lignina e hemiceluloses.

5.1.2 Análise Térmica

As Figuras 14 e 15 mostram as curvas de termo degradação e as respectivas derivadas das fibras in natura e tratada. Para a avaliação das curvas acerca da composição dos materiais, foram utilizados como base os trabalhos de Gambarato (2014), Gambarato et al (2014) e Monteil-Rivera et al (2013). Pela análise da Figura 14 é possível verificar uma perda de massa de 12,29% que ocorre até cerca de 100°C, relacionada à umidade do material. Tal umidade é inerente aos materiais ligno celulósicos. Após esta etapa, verifica-se, a 220°C, que ocorre uma perda de massa de 20,51% até a temperatura de 300°C. Tal etapa representa a termo degradação das hemiceluloses, dos extrativos e da fração de menor massa molar da celulose.

Figura 14 – Termo degradação da fibra de palmeira in natura e sua derivada

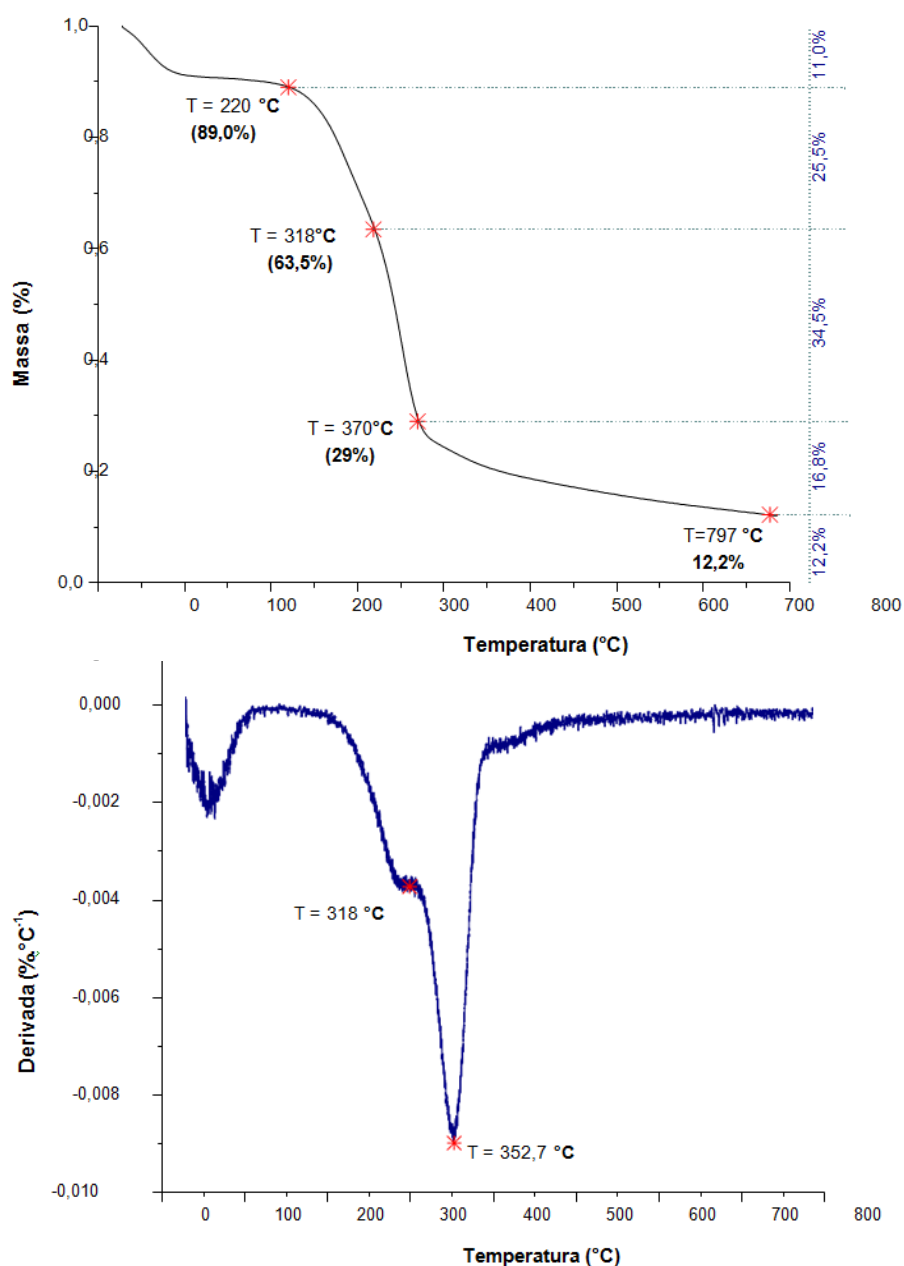


Fonte: o Autor (2017)

A etapa posterior de termo degradação se inicia a 300°C, representa

28,63% do material, e se estende até a temperatura de 350°C. Esta etapa está relacionada à degradação da fração mais resistente da celulose e também da lignina. A fração mais resistente de lignina se degrada após a temperatura de 350°C até a temperatura final de análise, representando uma perda de 18,86% de material, apresentando um material com alto teor de carbono com 19,71% de massa. As curvas para a fibra tratada são mostradas na Figura 15.

Figura 15 – Termo degradação da fibra da palmeira tratada e sua derivada



Fonte: o Autor (2017)

No caso da fibra tratada, verifica-se um perfil de termo degradação ligeiramente diferente da fibra in natura. A degradação inicial ocorre na mesma temperatura que para a fibra in natura (220°C), porém as demais etapas de degradação ocorrem em temperaturas cerca de 20°C maior, indicando que, durante o tratamento, houve remoção das frações menos resistentes (e amorfas) de hemiceluloses e lignina, principalmente.

Verifica-se, também, um menor teor de lignina na fibra tratada pela comparação dos valores de carvão residual presentes em cada amostra. Quanto ao teor de celulose, verifica-se que este valor é maior para a fibra tratada ao se comparar as etapas de degradação da celulose. A comparação entre as etapas de termo degradação é mostrada na tabela 4.

Tabela 4 – Parâmetros da análise térmica

Amostra	Umidade Celulose+	Hemiceluloses	Celulose + Lignina	Lignina	CarvãoResidual
Fibra IN	12,29%	20,51%	28,63%	18,86%	19,71%
	(até 100°C)	(220 a 300°C)	(300 a 350°C)	(350 a 800°C)	
Fibra TRAT	11,00%	25,50%	34,50%	16,80%	12,20%
	(até 100°C)	(220 a 318°C)	(318 a 370°C)	(370 a 800°C)	

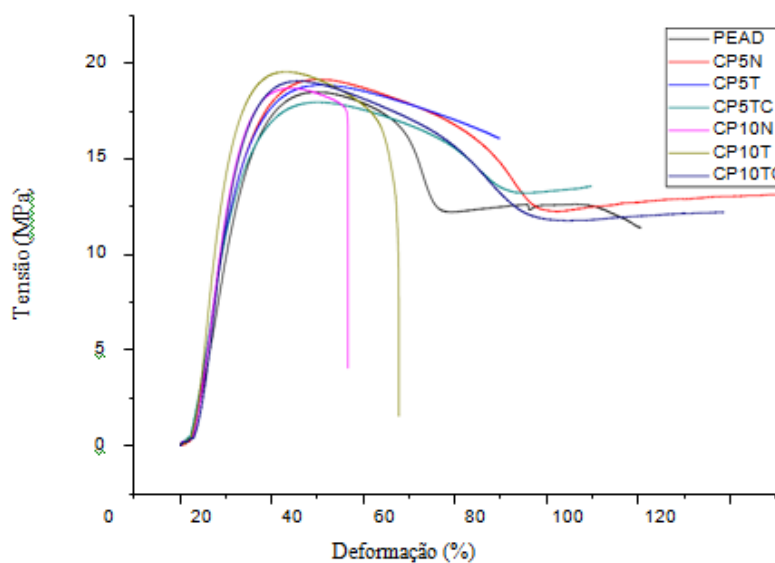
Fonte: o Autor (2017)

Dessa forma, confirmando o comportamento verificado na difratometria de raios X, é possível afirmar que o tratamento promove uma remoção de parte das hemiceluloses e lignina e, dessa forma, a fibra tratada se apresenta com um maior teor de celulose.

5.2 Ensaios Mecânicos

5.2.1 Ensaio de Tração

Os resultados dos ensaios de tração são apresentados na Figura 16 e na Tabela 5. É possível perceber nas curvas de tensão x deformação que todas amostras apresentam, inicialmente, uma região de deformação elástica, seguida de uma região de deformação plástica.

Figura 16 - Gráfico de Tensão x Deformação - Ensaio de Tração

Percebe-se na Tabela 5 que a adição da fibra ao material promove, em todos os casos, um aumento na rigidez do material, caracterizado pelo aumento no módulo de Young.

Tabela 5 – Parâmetros obtidos a partir do ensaio de tração

Amostra	Alongamento na tensão	Tensão máxima	Módulo de Young
	Máxima (%)	(MPa)	(MPa)
PEAD	$29,31 \pm 1,11$	$18,49 \pm 0,29$	$153,3 \pm 9,2$
CP5N	$29,83 \pm 1,04$	$19,20 \pm 0,31$	$163,9 \pm 5,6$
CP5T	$31,54 \pm 1,50$	$18,79 \pm 0,34$	$171,6 \pm 8,6$
CP5TC	$29,91 \pm 1,45$	$17,96 \pm 0,26$	$155,6 \pm 13,4$
CP10N	$23,78 \pm 1,78$	$18,70 \pm 0,72$	$196,4 \pm 4,9$
CP10T	$22,97 \pm 0,71$	$19,45 \pm 0,41$	$221,9 \pm 5,9$
CP10TC	$25,64 \pm 1,24$	$19,01 \pm 0,21$	$197,4 \pm 17,5$

Fonte: o Autor (2017)

A tensão máxima suportada pelo material, também chamada de Resistência à Tração, apresenta um pequeno aumento em todos os casos, em relação ao PEAD puro, exceto na amostra CP5TC.

Quanto ao tratamento aplicado à fibra, percebe-se que este promove uma melhora nas propriedades mecânicas. Verifica-se nos resultados da

tabela 2 que a adição de 10% de fibra in natura promove um aumento de 28,1% no Módulo de Young, enquanto que as amostras contendo 10% de fibra tratada apresentaram um aumento de 44,7% na mesma propriedade. Essa melhora na propriedade em tração sugere que as alterações estruturais promovidas pelo tratamento melhoraram a interação entre a fibra e a matriz polimérica.

O trabalho de Cury (2017) apresentou resultados semelhantes. A autora, utilizando bagaço de cana tratado via polpação organosolv, obteve um aumento de 21% no Módulo de Young dos compósitos com PEAD contendo 10% de fibra. Já Paula (2015), utilizando o PP como matriz e fibras de bagaço de cana tratadas por mercerização, constatou que a adição das fibras tratadas proporcionou aumento nos módulos elásticos em tração de aproximadamente 25%.

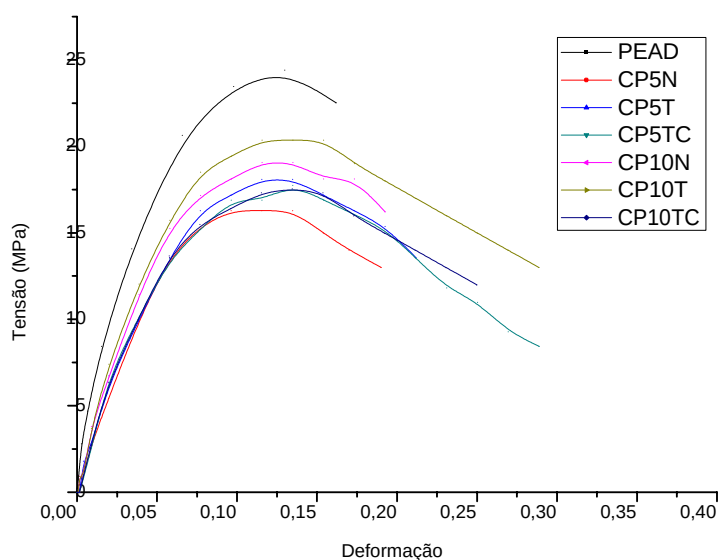
As amostras contendo o agente compatibilizante apresentaram, na composição de 10% de fibra tratada e 2% do agente (CP10TC), um aumento de 28,8% no módulo de elasticidade, comparado ao PEAD puro. Comparando-se com a amostra sem adição do EPOLENE C16 (CP10T), verifica-se que este produto não parece contribuir para uma melhora na interação entre a fibra da palmeira real tratada e a matriz de PEAD. Estes resultados também foram verificados por Jesus (2017), que utilizou o mesmo PEAD em compósitos com carbonato de cálcio e obteve melhores resultados nas amostras sem compatibilizante (aumento de 55% no módulo de Young) do que naquelas contendo o aditivo (aumento de 20,9%). No trabalho de Silva (2017), estudando compósitos de polipropileno com carbonato de cálcio, o autor não obteve melhora no Módulo de Young com a utilização do compatibilizante (211,4 MPa com compatibilizante e 211,2 MPa sem compatibilizante).

Analisando as curvas, observa-se, ainda, que os compósitos contendo 10% de fibra se apresentaram com menor ductilidade e com menor tenacidade, caracterizadas, respectivamente, pela redução na deformação e na área abaixo das curvas.

5.2.2 Ensaio de Flexão

As curvas suavizadas referentes aos ensaios de flexão estão exibidas na Figura 17. Os parâmetros obtidos nesta análise encontram-se na tabela 6.

Figura 17 - Gráfico Tensão x Deformação - Ensaio de Flexão



Fonte: o Autor (2017)

Tabela 6 – Parâmetros obtidos a partir do ensaio de flexão

Amostra	Resistência à Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade em Flexão (MPa)
PEAD	24,33 ± 1,44	847,6 ± 33,1
CP5N	17,19 ± 0,97	519,3 ± 38,6
CP5T	18,97 ± 2,71	534,7 ± 37,8
CP5TC	17,75 ± 2,12	503,5 ± 53,5
CP10N	20,04 ± 1,93	586,2 ± 35,2
CP10T	20,37 ± 1,79	693,1 ± 29,3
CP10TC	17,32 ± 3,58	540,0 ± 57,2

Fonte: o Autor

No ensaio de flexão, foi possível verificar que a adição das fibras promove uma redução no módulo de elasticidade em flexão em todos os casos, tornando o material mais flexível. As amostras contendo fibra tratada apresentaram maiores valores nesta propriedade do que aquelas contendo fibra in natura, fato que é mais um indicativo da melhora na interação fibra-matriz promovida pelo tratamento. Com relação às amostras contendo agente compatibilizante, não foi possível obter um aumento nas propriedades em flexão com a utilização do aditivo.

O mesmo comportamento com relação à utilização do compatibilizante foi observado nos trabalhos de SILVA (2017) e JESUS (2017). Os autores, estudando compósitos de CaCO_3 com PP e PEAD, respectivamente, obtiveram uma redução nas propriedades em flexão.

OLIVEIRA e MULINARI (2014) obtiveram resultados diferentes utilizando o PP como matriz e a fibra da palmeira real mercerizada com NaOH. A adição de fibra neste estudo promoveu um aumento no módulo de elasticidade em flexão (8,5%). Entretanto, os autores não verificaram melhora significativa nas propriedades em flexão dos compósitos contendo o agente compatibilizante.

6 CONCLUSÕES

- Os resultados da Difractometria de Raios X e da Análise Termogravimétrica mostraram que o tratamento organosolv aplicado à fibra foi capaz de remover os compostos amorfos da biomassa, que apresentou valores de cristalinidade de 30,1% antes e 40,8% após o tratamento;
- Os resultados obtidos nos ensaios de tração evidenciaram um aumento nas propriedades mecânicas em tração dos compósitos contendo a fibra em todas as situações testadas com relação ao polímero puro. Os compósitos contendo 10% de fibra mostraram-se com o módulo de Young cerca de 28% maior que PEAD puro.
- Os compósitos contendo fibra tratada apresentaram os melhores resultados em tração. O tratamento permitiu que o material contendo 10% de fibra tratada apresentasse um aumento de cerca de 45% no Módulo de Young em relação ao PEAD puro;
- Os ensaios de flexão mostraram que a adição da fibra da palmeira torna o material mais flexível, comportamento caracterizado por uma redução média de cerca de 30% no módulo de flexão.
- Quanto ao uso do agente compatibilizante, não foi verificada uma melhora na interação entre as fases com o uso do aditivo. O mesmo comportamento foi evidenciado por outros autores;

7 TRABALHOS FUTUROS

- Avaliação das propriedades reológicas de compósitos poliméricos utilizando a fibra dapalmeira;
- Obtenção de etanol de segunda geração a partir da fibra dapalmeira;
- Obtenção de gás de síntese a partir da fibra dapalmeira;
- Aplicação da fibra da palmeira no desenvolvimento de compósitos com resinastermorrígidas;

8 REFERÊNCIAS

ALBUQUERQUE, J. A. C. - "O plástico na prática" – Ed. Sagra Luzzatto, p.35, Porto Alegre, 1999.

ALVIRA,P.; TOMÁS-PEJÓ,E; BALLESTEROS, M.; NEGRO,M.J. Pretreatment Technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: A review. **Bioresource Technology**, v. 101, n.13, p. 4851 – 4861, 2010.

ARAÚJO, J. R. **Compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com fibra de curauá obtidos por extrusão e injeção**. Dissertação mestrado – Universidade Estadual de Campinas – Instituto de Química. 2009.

ASTM.AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 638: Standard test method for tensile properties of plastics.United States, 2008.

ASTM.AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 790: Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials.United States, 2010.

ASTM.AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D4976: Standard Specification for Polyethylene Plastics Molding and Extrusion Materials, 2006.

CALLISTER JR., W. D. RETHWISCH G. D. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

CANAVEROLO JR., S. V. **Técnica de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2007, 448 p.

CURY, T.R.P. **Obtenção e caracterização de compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com bagaço de cana tratado via polpação organosolv**. Dissertação (Mestrado em Materiais). Centro Universitário de Volta Redonda,2017.

FACCA, A. G.; MARK, T. K.; YAN, N. Predicting the Tensile Strength of Natural Fibre Reinforced Thermoplastics. **Composites Science and Technology**, v.67, p.2454–2466, 2007.

FÁVARO, S. L. – **Preparação e Caracterização Química, Morfológica E De Propriedades Mecânicas De Compósitos Polietileno Pós-Consumo Com Fibras De Sisal E Com Cascas De Arroz** - Dissertação Mestrado Universidade Estadual De Maringá. 2007.

FERMINO, M.H.; GONÇALVES, R.S.; BATTISTIN, A.; SILVEIRA, R.P.; BUSNELLO, A.C.; TREVISAN, M. Aproveitamento dos resíduos da produção de conserva de palmito como substrato para plantas. **Horticultura Brasileira**, v. 28 (3).2010.

GAMBARATO, B. C. **Isolamento e caracterização de ligninas de palha de cana-de-açúcar**. Tese (Doutorado em Ciências). Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2014.106p.

GAMBARATO, B.C.; VITORETTI, F.P.; GONÇALVES, A.R. Caracterização espectroscópica e análise térmica da lignina da palha de cana de açúcar. Simpósio Nacional de Bioprocessos, **2015**.

HARMSSEN, P.F.H.; HUIJGEN, W.; BERMUDEZ, L.; BAKKER, R. Literature review of physical and chemical pretreatment processes for lignocellulosic biomass. **Wageningen UR Food and Biobased Research**, v. 1184, 2010.

HENRIKSSON, G.; LENNHOLM, H. Cellulose and Carbohydrate Chemistry. In EK, M.; GELLERSTEDT, G.; HENRIKSSON, G. **Wood chemistry and wood biotechnology**. Berlin: Walter de Gruyter, v. 1, p. 71-100, 2009.

HIDALGO-SALAZAR, M. A.; MINA, J. H.; HERRERA-FRANCO, P. J. The effect of interfacial adhesion on the creep behaviour of LDPE–Al–Fique composite materials. **Composites Part B: Engineering**, v. 55, p. 345-351, 2013.

HIEMENS, P.C.; LODGE, T. **Polymer Chemistry**. Ed 1, CRC Press, 700p, 2007.

HU, F.; RAGAUSKAS, A. Pretreatment and lignocellulosic chemistry. **BioEnergyResearch**, v. 5, p. 1043-1066, 2012.

JESUS, B.J.S. **Desenvolvimento de compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com carbonato de cálcio**. Dissertação (Mestrado em Materiais). Centro Universitário de Volta Redonda. 2017

JOHN, M. J.; THOMAS, S. Biofibres and biocomposites. **Carbohydrate Polymers**, v.71, p.343-364, 2008.

KOLTZENBURG, S.; MÜLHAUPT, R.; MATYJASZEWSKI, K. **Polymer Chemistry** (1st ed). Springer, 575p., 2017.

LAWOKO, M.; HENRIKSSON, G.; GELLERSTEDT, G. New method for quantitative preparation of lignin-carbohydrate complex from unbleached softwood Kraft pulp. **Holzforchung**, v. 57, p. 69–74, 2003.

LIMA, M. A., GOMEZ, L. D., STEELE-KING, C. G., SIMISTER, R., BERNARDINELLI, O. D., CARVALHO, M. A., POLIKARPOV, I. Evaluating the composition and processing potential of novel sources of Brazilian biomass for sustainable biorenewables production. **Biotechnology for biofuels**, 7(1), 10, 2014

LUZ, S. M. **Estudo das propriedades mecânicas, interface e morfologia de compósitos de polipropileno reforçados com fibras de bagaço e palha de cana**. 153f. Tese (Doutorado em Biotecnologia Industrial) – Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, São Paulo, 2008.

MANO, B.; ARAÚJO, JR.; SPINACÉ, M.A. S.; DE PAOLI, M. A. Polyolefin composites with curauá fibers: Effect of the processing conditions on mechanical properties, morphology and fibers dimensions. **Composites Science and Technology**, v.70, p. 29–35,2010.

MARINELLI, A.L.; MONTEIRO, M.R.; AMBRÓSIO, J.D. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 18, n. 2, p. 92-99, 2008.

MARINUCCI, G. **Materiais compósitos poliméricos: fundamentos e tecnologia**. Artliber, 333p, 2011.

MILÉO, P.C. **Estudo do uso de ligninas como agente compatibilizante em compósitos de polipropileno reforçados com celulose de bagaço e palha de cana-de-açúcar**. Tese (Doutorado em Ciências - Biotecnologia Industrial). Escola de Engenharia de Lorena - EEL - USP. 199p, 2015.

MONTEIL-RIVERA, F.; PHUONG, M.; YE, M.; HALASZ, A.; HAWARI, J. Isolation and characterization of herbaceous lignins for applications in biomaterials. **Industrial Crops and Products**, v. 41, p. 356-364, 2013.

MULINARI, D. R.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H.; ROCHA, G. J. M., DA SILVA, M. L. P. Surface modification of sugarcane bagasse cellulose and its effect on mechanical and water absorption properties of sugarcane bagasse cellulose/ HDPE composites. **Bio Resources**, v.5(2), p.661-671, 2010

OLIVEIRA, H.N.; MULINARI, D.R. Avaliação do uso de agente compatibilizante em compósitos poliméricos. **Cadernos UniFOA– Edição Especial MEMAT**, 2014.

OLIVEIRA, J.L. **Processamento e caracterização de compósitos de polipropileno reforçados com fibras de palmeira real australiana**. Dissertação (Mestrado em Materiais). Centro Universitário de Volta Redonda, 2015.

OLIVEIRA, T.A.; TEIXEIRA, A.; MULINARI, D.R.; GOULART, S.A.S. **Avaliação do uso de agente compatibilizante no comportamento mecânico dos compósitos PEBD reforçados com fibras de coco verde**. Cadernos UniFOA, n. 14,2010.

PAULA, P.G. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2011.

PIVA, A. M., WIEBECK, H. **Reciclagem do Plástico**. São Paulo: Artliber editora, 2004.

RIBEIRO, J. H. SOS palmito. **Revista Globo Rural**, v. 3, p. 24-26, 1996.

RUZENE,D.S.; GONÇALVES, A.R.; TEIXEIRA, J.A. DE AMORIM, M.T.P. Carboxymethylcellulose obtained by ethanol/water organosolv process under acid conditions. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 136, p. 572- 582, 2007

SEGAL, L.; CREELY, J.; MARTIN Jr. A. E.; CONRAD, C. M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X- ray diffractometer. **Textile Research Journal**, v. 29, p. 786-794, 1959.

SHANMUGAM, D.; THIRUCHITRAMBALAM, M. Static and dynamic mechanical properties of alkali treated unidirectional continuous Palmyra Palm Leaf Stalk Fiber/jute fiber reinforced hybridpolyester composites. **Materials & Design**, v.50, p. 533-542, 2013.

SIERRA, R.; SMITH, A.; GRANDA, C.; HOLTZAPPLE, M.T. Producing fuels and chemicals from lignocellulosic biomass. **Chemical Engineering Progress**, v. 104, p. S10–S18, 2008.

SILVA, E.A. **Processamento e caracterização de compósitos de polipropileno/carbonato de cálcio para possível utilização na indústria automobilística**. Dissertação (Mestrado em Materiais). Centro Universitário de Volta Redonda. 2017.

SILVA, E.F. **Processamento e caracterização de compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com biomassa de casca torta de pinhão manso**. Dissertação (Mestrado em Materiais). Centro Universitário de Volta Redonda, 2016.

SJOSTROM, E. **Wood Chemistry: fundamental sand applications**. Elsevier, 2013.

SOLOMONS, T.W.G; FRYHLE, C.B; SNYDER, S.A. **Organic Chemistry**. 12th ed. Wiley, 1200 p, 2016.

TELEMAN, A. Hemicelluloses and Pectins. In EK, M.; GELLERSTEDT, G.; HENRIKSSON, G. **Wood chemistry and wood biotechnology**. Berlin: Walter de Gruyter, v.1, 2009.

THAKUR, V.K.; THAKUR, M.K.; GUPTA, R.K. Hybrid Polymer Composite Materials: Structure and Chemistry. **Woodhead Publishing**, Ed. 1, 356p, 2017.

VIEIRA, M.A.; PODESTÁ, R.; TRAMONTE, K.C.; AMBONI, R.D.D.M.C.; SIMAS, K.N.D.; AVANCINI, S.R.P.; AMANTE, E.R. Chemical composition of flours made of residues from the king palm industry. **Brazilian Archives of Biology and Technology**. 52(4), 973-980, 2009.

ZATTERA, A.J.; GRISON, K.; TURELLA, T.C.; SCIENZA, L.C. Avaliação das propriedades mecânicas e morfológicas de compósitos de PEAD com pó de *Pinus taeda* alumina calcinada. **Polímeros**, 25(4), 408-413, 2015

ZHANG, K.; PEI, Z.; WANG, D. Organic solvent pretreatment of lignocellulosic biomass for biofuels and biochemicals: a review. **Bioresource Technology**, 199, 21-23, 2016.

ZHAO, X.; CHENG, K.; LIU, D. Organosolv pretreatment of lignocellulosic biomass for enzymatic hydrolysis. **Applied Microbiology Biotechnology**, v. 82, p. 815-827, 2009.

ZHAO, X.; LI, S.; WU, R.; LIU, D. Organosolv fractionating pre-treatment of lignocellulosic biomass for eficiente enzymatic saccharification. **Biofuels, BioproductsandBiorefining**, 2017.