

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE FIBRAS DE GUARUMÃ PARA APLICAÇÃO EM COMPOSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA*

Rodolfo Moura de Souza Lima¹

Miriane Alexandrino²

Simone Patrícia Aranha da Paz³

Sérgio Neves Monteiro⁴

Alisson Clay Rios da Silva⁵

Verônica Scarpini Candido⁶

Resumo

A incorporação de fibras lignocelulósicas como reforço em materiais compósitos vem sendo amplamente investigada nos últimos anos, isso se deve ao seu baixo custo, biodegradabilidade e desempenho igual ou superior quando comparadas há fibras sintéticas. Pertence à família das marantáceas, gênero *Ischinosiphon koern*, o Guarumã é uma planta em grande quantidade da região de várzea no Estado do Pará, muito utilizada para a fabricação de artesanato local. Nesse sentido, as análises foram realizadas através de Difractômetro de Raios-X (DRX), Espectrofotômetro de Radiação Infravermelha por Transformada de Fourier (FTIR), e a superfície das fibras foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os resultados do DRX mostraram que, as fibras de Guarumã apresentam características amorfa, com apenas um pico cristalino referente a celulose e a partir das análises por FTIR, foi possível observar grupos funcionais característicos de fibras lignocelulosicas, como já observado em outros trabalhos, na micrografia obtida por MEV, foi possível perceber que a superfície das fibras é irregular e com poucos defeitos. Diante disso, pode-se concluir que as fibras de Guarumã possuem potencial para utilização em materiais compósitos.

Palavras-chave: Fibra de guarumã; Fibras lignocelulósicas; Materiais compósitos.

MICROESTRUTURAL CHARACTERIZATION OF GUARUMÃ TALA FIBERS FOR APPLICATION IN POLYMERIC MATRIX COMPOSITES

Abstract

The incorporation of lignocellulosic fibers as reinforcement in composite materials has been widely investigated in recent years, this is due to its low cost, biodegradability and performance equal or higher when compared there are synthetic fibers. It belongs to the family of Marantaceae, genus *Ischinosiphon Koern*, the Guarumã is a plant in large quantity of the floodplain region in the state of Pará, widely used for the manufacture of local handicrafts. In this sense, as analyses were performed through the X-ray Diffractometer (XXX), Fourier Transform infrared spectrophotometer (FTIR), and the surface of the fibers was evaluated by scanning electron microscopy (SEM). The results of the DRX showed that, the Guarumã fibers have amorphous characteristics, with only a crystalline peak referring to cellulose and from the analysis by FTIR, it was possible to observe functional groups characteristic of lignocellulosic fibers, As already observed in other studies, in the micrograph obtained by SEM, it was possible to realize that the surface of the fibers is irregular and with few defects. In front of Hallan, it can be concluded that Guarumã fibers have potential for use in composite materials.

Keywords: Guarumã fiber; Lignocellulosic fibers; Composite materials.

- ¹ *Discente, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará - UFPA, Ananindeua, Pará, Brasil.*
- ² *Bacharel em Ciência e Tecnologia, Mestranda em Engenharia Química, Universidade Federal do Pará (UFPA), Belém - PA, Brasil.*
- ³ *Engenheira Química, Doutora em Engenharia Mineral, Professora Adjunta II, Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal do Pará - UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ⁴ *Engenheiro de Materiais, PhD em Engenharia e Ciência dos Materiais, Professor, Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais/Departamento de Engenharia mecânica e Materiais, Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.*
- ⁵ *Químico industrial, Doutor em Ciência dos Materiais, Professor Adjunto I, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará (UFPA), Ananindeua-PA, Brasil.*
- ⁶ *Bióloga, Doutora em Ciência dos Materiais, Professora Adjunta I, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará (UFPA), Ananindeua-PA, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Com o avanço tecnológico a investigação por novos materiais visando minimizar problemas ambientais tem se tornado cada vez mais frequentes, levando cientistas a desenvolverem os materiais compósitos utilizando fibras naturais como carga de reforço. Nesse sentido, fibras naturais se destacam por serem de fontes renováveis, possuírem baixo custo e ainda apresentarem resultados satisfatórios iguais ou superiores quando comparados às fibras sintéticas [1-3].

Materiais compósitos podem ser classificados em três diferentes tipos, são eles: compósitos reforçados por fibras, reforçados por partículas e compósitos estruturais. Compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras, são constituídos por uma fase matriz podendo esta ser uma resina e uma fase reforço podendo ser um tipo de fibra (sintética ou natural). Suas propriedades estão diretamente ligadas a seus constituintes, quantidade relativa e geometria da fase dispersa [3-6]. Contudo, compósitos lignocelulósicos apresentam uma microestrutura desordenada e partículas que podem variar de forma significativa suas propriedades físicas e mecânicas [2].

Em função disso, a necessidade de verificar formas de explorar a significância dos efeitos de variações da microestrutura sobre as propriedades do compósito é de fundamental importância. Tendo em vista que, a caracterização da microestrutura das fibras lignocelulósicas mostra particularidades da fibra, evidenciando resíduos ou lignina provenientes do processo de extração, microcavidades, vazios, entrâncias entre outros [7].

Pertence à família das marantáceas, gênero *Ischinosiphon koern*, o Guarumã é uma planta abundante da região de várzea no Estado do Pará. Muito utilizada há séculos por povos indígenas, atualmente, seu uso devesse essencialmente pela extração de sua tala, onde as mesmas são vastamente utilizadas para a fabricação de artesanato local sem nenhum fim científico, sua extração é feita exclusivamente pela necessidade de moradores locais obterem o sustento de suas famílias [9]. Ainda pouco conhecido, o Guarumã apresenta poucas aplicações além de seu uso convencional, entretanto diante de estudos a fibra mostra ter grande potencial quando utilizada como reforço em materiais compósitos [10].

Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo estudar as características das fibra de guarumã por meio de Difração de Raios-X (DRX), Expectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletronica de Varredura (MEV), para analisar as características microestruturais das fibras de Guarumã e sua influencia em materiais compósitos. Dessa forma, utilizalas para o melhoramento do comportamento mecânico de compósitos de matriz polimerica.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1. Materiais e Métodos

As fibras de Guarumã utilizadas nesse trabalho foram coletadas na região metropolitana de Belém – PA e em seguida, encaminhadas para o laboratório de práticas tecnológicas da Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua para limpeza e abertura do caule. Feito isso, as fibras foram cortadas em tamanhos de 30 centímetros e secas em estufa por 4 horas a uma temperatura

de 80°C. Dando continuidade, elas foram desfiadas manualmente com auxílio de estilete e posteriormente cortadas em tamanhos de 15 centímetros medidas em régua graduada.

Para a análise das fases presentes por difração de raio - X as fibras de Guarumã foram secas em estufa a 100°C por duas horas e, posteriormente, foram cortadas e pulverizadas em moinho planetário da Pulverisette a 700 rpm por 4 minutos no sentido horário e 4 minutos no sentido anti-horário. Após essa etapa, as fibras foram encaminhadas ao Laboratório de Geociências da Universidade Federal do Pará (UFPA) para realização da análise difração de raio X (DRX). Para obter os difratogramas, usou-se um difratômetro de raios X, modelo Epyream PANalytical, com tubos de raios-X cerâmico de anodo de Cu ($K\alpha_1 = 1,789010 \text{ \AA}$), foco fino longo, filtro $K\beta$ de Fe, detector PIXCEL3D – Medpix 3 1x1, no modo scanning, com voltagem de 40 kV, corrente de 35 mA, tamanho do passo $0,0263^\circ$ em 2θ , varredura de $3,00^\circ$ a $95,00^\circ$ em 2θ , tempo/passos de 59,92 s, fenda divergente: $1/8^\circ$ e anti-espalhamento: $1/4^\circ$, máscara: 10 mm.

A determinação do índice de cristalinidade (IC) foi feita utilizando a Equação 1:

$$IC = \frac{1 - I_2}{I_1} * 100 \quad (1)$$

em que I_1 é a intensidade do máximo de difração entre a parte cristalina ($2\theta = 25,75^\circ$) e I_2 é a intensidade do mínimo de difração relacionada a parte amorfa ($2\theta = 18^\circ$).

Para a análise de espectroscopia de Infravermelhos com transformadas de Fourier (FTIR) as fibras também passaram pelo processo pulverização assim com na análise de DRX, e encaminhadas ao Laboratório de Geociências da Universidade Federal do Pará (UFPA) para realização da análise de FTIR. Os espectros no infravermelho das amostras requeridas foram obtidos por reflectância total atenuada (ATR), utilizando-se um espectrômetro da marca, modelo Nicolet iS50 FT - IR, na região espectral de $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$, a 100 scans e resolução de 4 cm^{-1} . A aquisição dos dados foram realizadas através do software OMNIC. Como pré-tratamento, a amostra de fibra foi seca a 105°C por 24 horas.

A determinação do índice de cristalinidade (IC) foi feita utilizando a Equação 2:

$$IC = \frac{A_{1372}}{A_{2900}} \quad (2)$$

em que A_{1372} é a absorvância registrada a 1372 cm^{-1} e A_{2900} é a absorvância registrada 2900 cm^{-1} .

A determinação da Intensidade das Ligações de Hidrogênio ($IL_{intra H}$) foi feita utilizando a Equação 3:

$$IL_{intra H} = \frac{A_{3400}}{A_{2900}} \quad (3)$$

em que A_{3400} é a absorvância registrada a 3400 cm^{-1} e A_{2900} é a absorvância registrada a 2900 cm^{-1} .

3 RESULTADOS

Difração de Raio X (DRX)

A Figura 1 apresenta a análise através de difração de raio X (DRX) das fibras da tala de Guarumã.

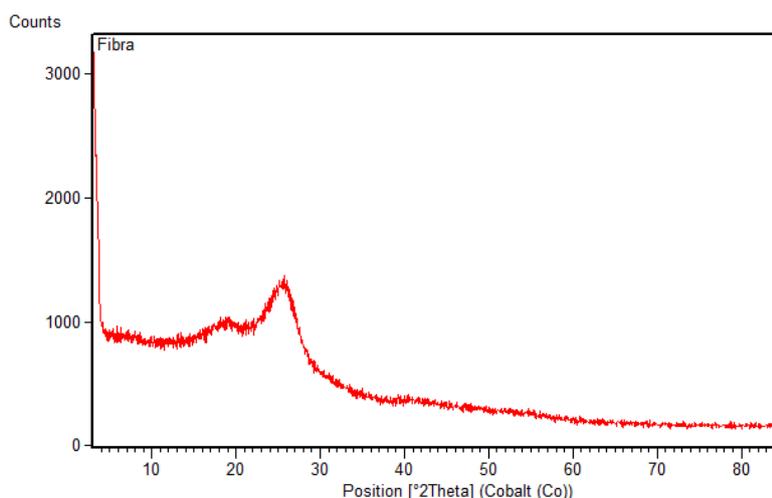


Figura 1: Difratometria de raios X das fibras de guarumã.

O pico encontrado refere-se a celulose encontrada na parte cristalina $2\theta = 25,75^\circ$. Sendo assim, a refletância dos planos da rede cristalina dos anéis glicosídicos, é referente apenas a celulose do tipo I, contudo, as propriedades mecânicas das fibras naturais são intensamente dependentes de seus índices de cristalinidade [11]. Características de resistência a tração e modulo de elasticidade estão diretamente relacionados com variações no índice de cristalinidade (IC), assim, a porcentagem de celulose presente nas fibras de guarumã é igual a (66,01 %), valor este que se mostra superior ao encontrado por Martins [12] para fibras de babaçu (37,45 %) e balsa (64,51 %). Portanto, em compósitos poliméricos espera-se uma maior resistência mecânica para as fibras de guarumã.

Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)

A Figura 2 apresenta a análise através de espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR) das fibras da tala de Guarumã.

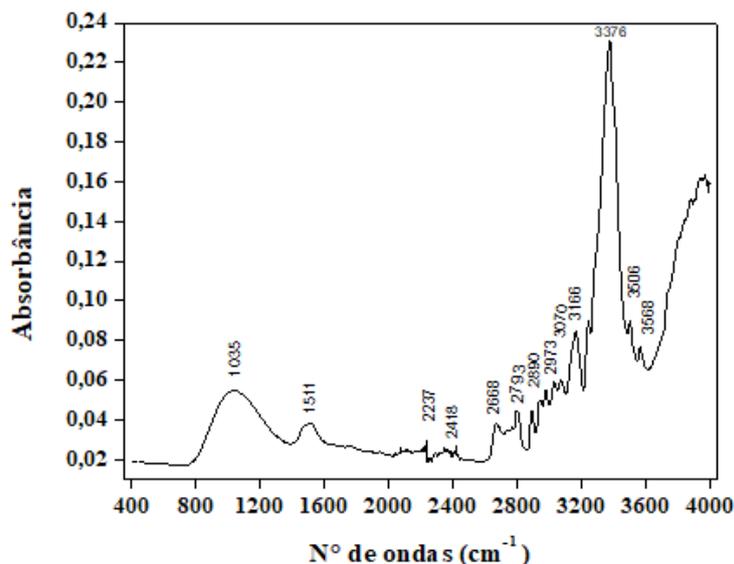


Figura 2: Espectroscopia de infravermelho por transformada de fourier da fibra de guarumã.

Por meio da análise do espectro de FTIR da fibra da tala de Guarumã pode-se identificar a absorção em uma frequência aproximada de 1035 cm^{-1} associada à deformação axial do grupamento $\text{C}=\text{O}$ [13]. A banda referente ao pico 1511 cm^{-1} refere-se ao estiramento da ligação ($\text{C}-\text{C}$) no anel aromático [14]. O intervalo correspondente a 2237 cm^{-1} refere-se ao estiramento do grupo nitrila. Para os intervalos aproximados entre $2418 - 2793\text{ cm}^{-1}$ pode ser atribuído a oscilações referentes às absorções causadas pelas deformações axiais nas ligações $\text{C}-\text{H}$ alifáticas [15]. Na banda com frequência aproximada de 2890 cm^{-1} , referente à deformação axial de alifáticos, ou seja, ligação simples entre o carbono e hidrogênio ($\text{C}-\text{H}$) [16]. O grupo metila apresenta a absorção de estiramento assimétrico em torno de 2973 cm^{-1} . As bandas de absorção com intervalos entre $3070 - 3568\text{ cm}^{-1}$ pode ser relacionada ao esticamento do grupo hidroxila (OH) [17].

A Tabela 1 mostra as principais bandas de absorção, grupos funcionais e seus compostos na região de da espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR) das fibras da tala de Guarumã.

Tabela 1: Principais Bandas de Adsorção na região do FTIR para as fibras de Guarumã

Número de onda (cm ⁻¹)	Grupo funcional	Composto
1035	C = O deformação axial	Arabixilanos
1511	– CO –	Cetona, carbonila
2237	– C ≡ N	Nitrilas
2418 - 2793	C-H	Ligação C-H (alifático + aromático)
2890	C-H	Lignina
2973	C - H _n	Alquila, alifática
3070 - 3568	Alongando OH	Ácido, metanol

Fonte : autoria própria.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise morfológica da fibra, foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com a intenção de se interpretar suas propriedades. Dessa forma, foi avaliada, qualitativamente, a superfície da fibra da tala de Guarumã apresentada na Figura 3.

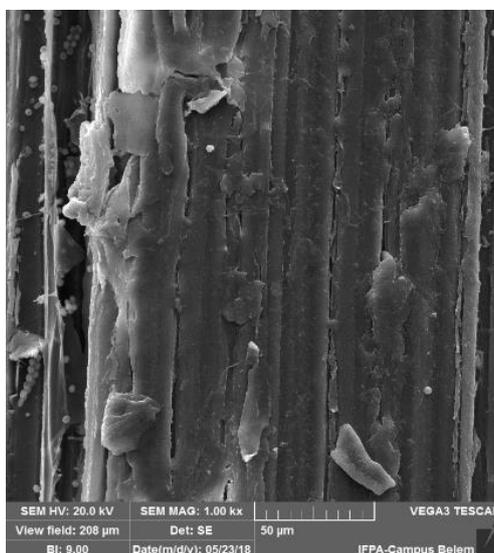


Figura 3: Micrografia obtida por MEV da fibra guarumã com aumento 1.000 x.

Pode-se observar através das micrografias da superfície da fibra de guarumã que as fibras apresentam poucas imperfeições, além de superfície lisa com poucas áreas rugosas e microfibrilas, o mesmo foi observado por Candido [13] para fibras de bagaço de cana-de-açúcar.

4 CONCLUSÃO

A caracterização das fibras de Guarumã revelou que os resultados obtidos demonstraram a possibilidade da utilização das fibras para confecção de materiais compósitos de matriz polimérica. As fibras apresentaram estrutura química semelhante as demais fibras naturais com um índice de cristalinidade (IC) elevado e possivelmente boa resistência mecânica.

REFERÊNCIAS

- 1 Ishizaki MH, Visconte LL, Furtado CR, Leite MC, Leblanc JL. Caracterização mecânica e morfológica de compósitos de polipropileno e fibras de coco verde: influência do teor de fibra e das condições de mistura. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 2006;16(3): 182-186.
- 2 Bittencourt E. Processamento e caracterização de compósitos lignocelulósicos a partir de resíduo de madeira particulado e fibras vegetais. 2002. 157 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, 2002.
- 3 Mardin H, Wardana ING, Suprpto W, Kamil K. Effect of sugar palm fiber surface on interfacial bonding with natural sago matrix. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2016.
- 4 Candido VS, Oliveira MP, de Almeida GR, Martins ALBS, Monteiro SN. Chacterization of Tensile Strength Dependence with Diameter of Sponge Gourd Fibers by Weibull Statistical Analysis, *Materials Science Forum*. 2014; Vol. 775: 86-91.
- 5 CALLISTER, W. D. Jr. *Ciência e Tecnologia de Materiais: uma introdução*. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.
- 6 ASKELAND, Donald R. *Ciência e engenharia dos materiais*. 3. ed. São Paulo: Cengage learning, 2014.
- 7 Costa DS, Banna W, Costa DDS, Souza J. Laminados híbridos de fibras de bambu e sisal contínuas e alinhadas: caracterização mecânica e microestrutural. *Blucher Chemical Engineering Proceedings*, 2015: 1(2): 14258-14266.
- 8 Barbosa A de P. Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de buriti. 2011. 159 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2011.
- 9 Costa MO, Sousa FS de; Sousa FVA de, Andrade SMC. Ensaio de tração e de absorção de água em compósitos de resina poliéster e fibra da tala de guarumã. *CBECIMAT - Congresso brasileiro de engenharia e ciência dos materiais*, 21, Cuiabá, 2014. Anais. São Paulo: Metallum, 2014.
- 10 Pinheiro MA, Monteiro SN, Gomes LG, Silva ACR da, Candido VS. Análise mecânica e microestrutural de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de guarumã. *73º Congresso Anual da ABM*, 2018. 688-697.
- 11 Sao KP, Samantaray BK, Bhattacharjee S. X-ray study of crystallinity and disorder in ramie fiber. *Journal of applied polymer science*. 1994 : 52(12): 1687-1694.
- 12 Martins M, Morelli C, Marinelli A, Marconcini J, Bretas R. Caracterização das fibras amazônicas de pupunha, babaçu e balsa através de DRX, TG e RMN. In Embrapa Instrumentação-Artigo em anais de congresso (ALICE). In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS-CBPol, 11., 2011, Campos do Jordão. Anais. São Carlos: ABPol, 2011.
- 13 Candido VS. Caracterização e propriedades de compósitos poliméricos Reforçados com fibras de bagaço de cana-de-açúcar. . 2002. 157 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2014.
- 14 Pires EN. Efeito do tratamento de superfície em fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi. 2009. 58 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal Santa Catarina, 2009.

- 15 Moura PEV, Batista MVS, Mac Leod TCO. Estudo das propriedades de membranas compósitas de policloreto de vinila reforçadas com diferentes fibras naturais. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 2016: 3043-3054.
- 16 Azevedo BDSMD, Rizzo ACDL, Leite SGF, Sobral LGS, Reichwald D, Walchan GM. Utilização da fibra da casca de coco verde como suporte para a formação de biofilme visando o tratamento de efluentes. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. 140p. (Série Tecnologia Ambiental, 51).
- 17 Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D. H., & Zheng, C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. 2007 : 86.12-13: 1781-1788.