

ISSN - 2175.8395



Anais do VIII Workshop de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio

2014

Editores:
Luiz Henrique Capparelli Mattoso
Caue Ribeiro de Oliveira
Humberto de Mello Brandão
Marlene de Barros Coelho
Daniel Souza Corrêa
Maria Alice Martins

Embrapa

CARACTERIZAÇÃO LIGNOCELULÓSICA DE FIBRAS DE FOLHAS DE ABACAXIS SILVESTRES E HÍBRIDOS.

*Raiza Maria Prado Barboza¹, Alfredo Rodrigues de Sena Neto², Fernanda Vidigal Duarte Souza³, Luis Henrique Capparelli Mattoso⁴, José Manoel Marconcini⁴.

¹UFSCar, São Carlos, SP. ²PPGCEM-UFSCar, São Carlos, SP. ³Embrapa Mandioca e Fruticultura, Cruz das Almas, BA. ⁴Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP.

*raiza_mprado@hotmail.com

Classificação: Bionanocompósitos.

Resumo

Fibras de folhas de abacaxis de doze variedades diferentes foram caracterizadas com relação à sua composição química: teores de extrativos, lignina, holocelulose, celulose e hemicelulose; foram ensaiadas sob tração. As fibras estudadas obtiveram valores de módulo elástico variando entre 37 a 86GPa e a resistência à tração entre 629 a 1309MPa; caracterizando todas as variedades de fibras estudadas aptas para utilização como reforço mecânico em compósitos poliméricos. Observou-se correlação diretamente proporcional entre o módulo elástico e o teor de celulose.

Palavras-chave: Caracterização lignocelulósica; Fibras vegetais; Abacaxis; Reforço em compósitos.

LIGNOCELLULOSIC CHARACTERIZATION OF PINEAPPLES LEAF FIBER WILD AND HYBRIDS.

Abstract

Leaf fiber of twelve different varieties of pineapples were characterized with respect to their chemical composition: levels of extractives, lignin, holocellulose, cellulose and hemicellulose; were tested under tensile test. The fibers studied had elastic modulus values from 37 to 86GPa and the tensile strength between 629 to 1309MPa; characterized all varieties of fibers studied mechanical suitable for use as reinforcement in polymer composites. There was directly proportional correlation between the elastic modulus and the cellulose content.

Keywords: Lignocellulosic characterization; Vegetable fibers; Pineapples; Composites Reinforcements.

1 INTRODUÇÃO

Conforme trabalho de Sena et al. (2013), entre as variedades de abacaxis existem diferenças nas propriedades térmicas e mecânicas, dando opções na escolha de determinada fibra para ser utilizada como reforço em compósitos, conforme a utilização e o processamento. As fibras vegetais são constituídas, principalmente, por lignina, celulose e hemicelulose, além de ácidos graxos, açúcares livres, amido, pectina, inorgânicos, entre outros (Rowell et al. 2000). As propriedades das fibras vegetais podem ser correlacionadas com alguns parâmetros estruturais e, conforme alguns autores, o teor de celulose influencia nas propriedades mecânicas da fibra (McLaughlin e Tait, 1980; Mukherjee e Satyanarayana, 1986; Rowell et al. 1997).

Este estudo mediu propriedades mecânicas de tração, de fibras de folhas de 12 cultivares silvestres e híbridos de abacaxis, com objetivo de identificar fibras para serem utilizadas como reforço mecânico em compósitos poliméricos biodegradáveis. Caracterizou-se também os teores de extrativos, lignina, holocelulose, celulose (celulose na forma nativa) e hemicelulose. Esses resultados serviram de base para seleção direta e ou para programa de melhoramento genético com intuito da utilização da fibra da folha de abacaxi como reforço mecânico em compósitos poliméricos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Doze acessos de fibras de folhas de abacaxis, identificados na Tabela 1 tiveram as folhas cortadas, e as fibras foram separadas mecanicamente das folhas por máquina desfibradora, com posterior secagem em estufa com circulação de ar, por 48 horas a 40°C. Além dos doze acessos, fibras das folhas do curauá foram utilizadas como referência.

Os dozes acessos tiveram suas fibras caracterizadas quanto aos seus constituintes lignocelulósicos.

cos. Os extrativos foram retirados e medidas as massas após três etapas: refluxo em Soxhlet por 06 horas, em acetona; autoclavagem em água 121°C e 1,1 kgf/cm² por meia hora; e por fim, 06 horas de refluxo em Soxhlet com mistura 1:1 hexano-etanol (vol/vol). A lignina insolúvel foi isolada das fibras sob hidrólise ácida com solução 72% de H₂SO₄ (vol/vol), conforme norma TAPPI T13m-54. E a concentração da lignina solubilizada foi calculada com os valores da absorvância conforme equação $C(g/l) = (4,53 \cdot A_{215} - A_{280}) / 300$. O teor de holocelulose (carboidratos totais presentes: celulose e hemicelulose) foi obtido conforme norma TAPPI T19m-54, utilizando ácido acético glacial e clorito de sódio (P.A. 80%vol/vol). Para o teor da celulose foram seguidos procedimentos da norma TAPPI T19m-54. O teor de hemicelulose é obtido pela diferença entre o teor de holocelulose e celulose. Todos os procedimentos de caracterização lignocelulósica foram realizados com fibra de um curauá comercial para comparar os seus resultados com o de outros trabalhos publicados, no intuito de confirmar que todos os procedimentos empregados da metodologia estão adequados na caracterização de fibra de folhas de abacaxis diversos, já que não existem trabalhos anteriores como comparativo para os doze acessos estudados.

As fibras foram ensaiadas sob tração conforme norma ASTM D3379-75. Foi utilizada máquina de ensaios universais, EMIC DL3000, com velocidade de ensaio de 5mm*min⁻¹.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As variações dos valores médios para cada cultivar, de extrativos, lignina, celulose, hemicelulose e holocelulose obtidos, com os respectivos pequenos desvios padrões, caracterizam os doze acessos como distintos entre eles, pela composição química (Tabela 1). Os extrativos do curauá obtiveram o valor de 6%. A lignina, celulose e hemicelulose ficaram respectivamente em 9,73 e 12%, ficando dentro do encontrado na literatura (Satyanarayana et al. 2007), indicando que a metodologia para caracterização lignocelulósica foi eficiente. Os percentuais de extrativos variaram para os doze acessos entre 4 e 9%, superiores aos valores informados de 2,5 a 4% (Satyanarayana et al. 2007), para curauá e abacaxi comercial, respectivamente, confirmando que o método adotado para extração foi eficiente. A lignina solúvel variou de 0,5 a 1,6% e a lignina total variou de 23 a 52%. Os doze acessos estudados apesar de serem todos do gênero Ananas, apresentaram valores superiores aos citados na literatura (Satyanarayana et al. 2007, Correa 2010) (7,5 a 12%). Conforme mostrado na Tabela 1, os valores de celulose (66 a 76%), hemicelulose (7 a 16%) e holocelulose (77 a 88%) apresentaram valores iguais ou sutilmente inferiores aos apresentados por outros autores para outras variedades de Ananas (Satyanarayana et al. 2007, Correa 2010).

Os ensaios de tração das fibras apresentaram características frágeis. Os módulos elásticos variaram entre 37 e 86GPa e a resistência à tração variou de 629 a 1309MPa. Os valores de módulo elástico e resistência a tração foram superiores em relação a outros acessos de fibras de folhas de abacaxis: com valores respectivamente de 15 a 52GPa e de 212 a 691MPa (Sena Neto et al. 2013). Os valores de módulo elástico e resistência à tração apresentados pelas fibras dos doze acessos estão dentro das faixas de valores apresentados pelo curauá (Satyanarayana et al. 2007; Tomczak et al. 2007.16,18), uma fibra com utilização como reforço mecânico já consolidado (Leão et al. 2009). Por outro lado, os valores de módulo e resistência à tração foram superiores em relação a outras fibras como as de abacaxis comerciais (Satyanarayana et al. 2007). Os altos valores de módulo elástico e resistência à tração, apresentados pelas fibras ensaiadas indicam que qualquer um dos 12 acessos avaliados pode ser utilizado como reforço mecânico, quando o objetivo é aumentar o módulo elástico ou a resistência à tração de um compósito.

Tabela 1. Identificação das fibras de folhas de abacaxis, teores constituintes lignocelulósicos, resultados de módulo elástico (E) e resistência à tração (σ_s).

Fib. ^a	Descrição	Ext. ^b	Lignina			Holocelulose			E (GPa)	σ_s (MPa)
			Sol. ^c	Insol. ^d	Tot. ^e (%)	Cel. ^f	Hemi. ^g	Tot. ^e (%)		
1	Neoglasiovia	8	1,0%	37%	38±1	70%	7%	77±3	37±18	629±312
2	Erect x Bract PL 02	9	1,6%	31%	33±1	70%	15%	85±6	51±14	1049±382
3	Erect x Bract PL 01	7	0,9%	23%	24±6	72%	11%	83±3	59±19	1092±414

Fibra^a, Extrativos^b, Solúvel^c, Insolúvel^d, Total^e, Celulose^f, Hemicelulose^g.

Fib. ^a	Descrição	Ext. ^b	Lignina			Holocelulose			E (GPa)	σ_s (MPa)
			Sol. ^c	Insol. ^d	Tot. ^e (%)	Cel. ^f	Hemi. ^g	Tot. ^e (%)		
4	739 x 17-PL03	8	0,9%	36%	37±1	71%	12%	83±1	59±17	1071±444
5	750 x 128 - PL01	8	1,0%	22%	23±2	73%	12%	85±5	73±23	1231±508
6	126 x 804 - PL08	6	0,5%	33%	33±5	76%	12%	88±0	86±17	1221±348
7	526 x 804 - PL01	6	0,8%	23%	24±3	72%	15%	87±10	75±16	1100±366
8	526 x 804 PL05	6	1,0%	30%	31±1	72%	15%	87±0	76±21	1309±473
9	750 x 128 - PL02	7	1,0%	39%	40±4	66%	16%	82±2	66±19	891±387
10	Prima X Macro (716)	7	0,7%	40%	41±1	68%	14%	82±4	50±15	832±354
11	PL65	4	0,7%	51%	52±2	70%	16%	86±2	69±15	988±344
12	BGA 110 (bract)	8	0,9%	33%	33±1	67%	12%	79±10	75±25	828±317

Fibra^a, Extrativos^b, Solúvel^c, Insolúvel^d, Total^e, Celulose^f, Hemicelulose^g.

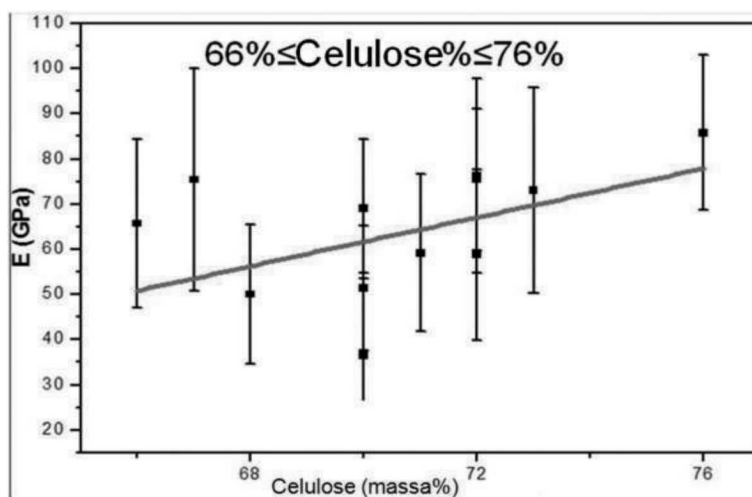


Figura 1. Módulo elástico em função do teor de celulose.

O módulo elástico apresenta tendência de incremento com o aumento do teor de celulose (Figura 1). Este comportamento já foi observado e é justificado por Mukherjee e Satyanarayana (1986); e McLaughlin e Tait (1980), ou seja, o módulo elástico e a resistência à tração possuem uma relação direta com a quantidade de celulose na fibra vegetal. Utilizando-se da equação experimental obtida na correlação do módulo elástico em função do teor de celulose ($E = 2,7 * (\text{Celulose}\%) - 127,2$) para o valor de 100% de celulose, obtém-se um módulo elástico de 142,8 GPa. Este valor é próximo do valor do módulo elástico da celulose isolada, medido via microscopia de força atômica, por Iwamoto et al. (2009): entre 145,2 ($\pm 31,3$) e 150,7 GPa ($\pm 28,8$ GPa). Validando-se a correlação da dependência do módulo elástico das fibras estudadas com o teor de celulose contido nelas. Como pode ser utilizado o teor de celulose para se realizar seleção de fibras para utilização como reforço mecânico em compósito poliméricos.

4 CONCLUSÃO

Os teores de extrativos variaram de 4 a 9%, a lignina total variou de 23 a 52%, a celulose de 66 a 76%, hemicelulose de 7 a 16% e holocelulose de 77 a 88%. Os módulos elásticos variaram entre 37 e 86GPa e a resistência à tração variou de 629 a 1309MPa, valores superiores aos de outras fibras vegetais. Foi observada relação direta entre os módulos elásticos e os teores de celulose das fibras, podendo a celulose ser utilizada como parâmetro para seleção de fibras vegetais.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CNPq, CAPES, FINEP, FAPESP, PPGCEM/UFSCar e Embrapa pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

Correa, A.C. 2010. Preparação de nanofibras de celulose a partir de fibras de curauá para o desenvolvimento de nanocompósitos poliméricos com EVA. Tese, Universidade Federal de São Carlos.

Iwamoto, S., Kai, W., Isogai, A., & Iwata, T. (2009). Elastic modulus of single cellulose microfibrils from tunicate measured by atomic force microscopy. *Biomacromolecules*, 10(9), 2571-2576.

Leão, A.L.; Machado, I.S.; de Souza, S.F.; Soriano, L. 2009. Production of curauá (*Ananas erectifolius* L.B. Smith) fibers for industrial applications: characterization and micropropagation. *Acta Horticulturae (ISHS)* 822, 227-238

McLaughlin, E.C.; Tait, R.A. 1980. Fracture mechanism of plant fibres. *Journal of Materials Science* V 15 N 1.

Mukherjee, P.S.; Satyanarayana, K.G. 1986. Structure and properties of some vegetable fibers, Part 2: Pineapple fibre. *J. Mater. Sci.* 21, 51-56.

Rowell, R.M.; Han, J.S.; Rowell, J.S. 2000. Characterization and factors affecting fiber properties. In Frollini, E.; Leão, A.L.; Mattoso, L.H.C. (Eds.) *Natural polymers and agrofibers based composites*. São Carlos, Embrapa Instrumentação Agropecuária.

Rowell, R.M.; Young, R.A.; Rowell, J.K. 1997. *Paper and composites from agro-based resources*. Lewis Publishers, New York.

Satyanarayana, K.G., Guimarães, J.L. Wypych, F. 2007. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Volume 38, Issue 7, Pages 1694-1709.

Sena Neto A.R.; Araujo M.A.M.; Souza, F.V.D.; Mattoso, L.H.C.; Marconcini, J.M. 2013. Characterization and comparative evaluation of thermal, structural, chemical, mechanical and morphological properties of six pineapple leaf fiber varieties for use in composites. *Industrial Crops and Products*, 43, pp529-537.

Tomczak, F.; Satyanarayana, K.G.; Sydenstricker, T.H.D. 2007. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III – Morphology and properties of Brazilian curauá fibers. *Composites Part A*, 38, pp.2227–2236.