

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Instrumentação  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE  
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Embrapa Instrumentação  
São Carlos, SP  
2013

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 2107 2800  
Fax: (16) 2107 2902  
www.cnpdia.embrapa.br  
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Sandra Protter Gouvea  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi  
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus  
Loures Mourão, Viviane Soares

**1a edição**

1a impressão (2013): tiragem 50

Todos os direitos reservados.  
A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte,  
constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).  
CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.  
Embrapa Instrumentação

---

Anais do VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –  
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular  
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

---

© Embrapa 2013

---

## CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E TÉRMICA DAS FIBRAS AMAZÔNICAS DE TUCUM, CAROBA, MARUPÁ, PAU-ROSA, SURUCUCUMIRÁ E PIABINHA

---

Nayara Conti Costa<sup>1,2</sup>; José Manoel Marconcini<sup>2</sup>; Alessandra de Almeida Lucas<sup>3</sup>; Antenor Pereira Barbosa<sup>4</sup>; Luiz Henrique Capparelli Mattoso<sup>2</sup>; Maria Alice Martins<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, nayara\_costa\_88@yahoo.com.br

<sup>2</sup>Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP. jose.marconcini@embrapa.br, luiz.mattoso@embrapa.br,  
\*maria-alice.martins@embrapa.br

<sup>3</sup>Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, alucas@ufscar.br

<sup>4</sup>Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), Manaus, AM, antenor@inpa.gov.br

**Projeto Componente: PC4 Plano de Ação: PA2**

---

### Resumo

O presente trabalho apresenta a caracterização das fibras de Tucum (*Astrocaryum vulgare*), Caroba (*Jacaranda copaia*), Marupá (*Simarouba amara*), Pau-rosa (*Aniba rosaeodora Ducke*), Surucucumirá (*Spathelia excelsa (Krause) Cowan & Brizicky*) e Piabinha (planta ainda em vias de ser catalogada) através dos ensaios de difratometria de raios X, termogravimetria, e ressonância magnética nuclear, visando utilização destas fibras em materiais compósitos. Os resultados condizem com as características de material lignocelulósico e as fibras apresentam boa estabilidade térmica. Dentre as fibras estudadas, se mostraram mais promissoras para o desenvolvimento de materiais compósitos o Tucum, a Caroba, e Surucucumirá devido à boa estabilidade térmica e altos índices de cristalinidade.

**Palavras-chave:** fibra natural, DRX, TG, RMN, MEV.

### Publicações relacionadas

MARTINS, M. A.; COSTA, N. C.; MARCONCINI, J. M.; LUCAS, A. A.; MATTOSO, L. H. C. Caracterização estrutural e térmica das fibras de surucucumirá e marupá. In: Fourth Amazon Green Materials, 10, 2012, Manaus. Anais.... Manaus: 2012. CD ROM.

COSTA, N. C.; MARCONCINI, J. M.; LUCAS, A. A.; BARBOSA, A. P.; MATTOSO, L. H. C.; MARTINS, M. A. Caracterização estrutural e morfológica de fibras amazônicas de Marupá, Surucucumirá e Piabinha. In: IV JORNADA CIENTÍFICA - EMBRAPA SÃO CARLOS, 12, 2012, São Carlos. Anais....

COSTA, N. C.; MARCONCINI, J. M.; MARINELLI, A. L.; MATTOSO, L. H. C.; MARTINS, M. A. Structural and morphological characterization of the Amazon fibers from Tucum, Rosewood tree and Caroba. In: XI ENCONTRO DA SBPMAT, 9, 2012. Florianópolis. Anais.... CD ROM.

---

### Introdução

---

O crescimento da demanda de matéria-prima por parte da indústria florestal brasileira aliado ao aumento do preço desse material tem colocado em destaque os resíduos de natureza lignocelulósica.

A indústria de produção de madeira na Amazônia tem uma perda no processo de cerca de 60%, gerando um grande volume de resíduos e um sério problema ambiental (SALES-CAMPOS et al., 2010).

Dentro deste contexto, pesquisadores vêm estudando formas sustentáveis de explorar o

potencial de fibras vegetais provenientes da Amazônia. Esta é uma das propostas do projeto Fênix Amazônico, coordenado pelo pesquisador Antônio Donato Nobre, do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia, que tem como objetivo a construção de um ecossistema de empreendimentos sustentáveis na Amazônia.

Parte do projeto, que é desenvolvido numa parceria entre a Embrapa Instrumentação e o DEMa/UFSCar, estuda a viabilidade da utilização resíduos de fibras vegetais provenientes da região amazônica em novos materiais (MARINELLI et al., 2008).

## Materiais e métodos

As fibras utilizadas: Tucum, Caroba, Marupá, Pau-rosa, Surucucumirá e Piabinha, foram fornecidas pelo INPA.

Os difratogramas de raios X foram obtidos em difratômetro Shimadzu, XRD-6000, operando com 30kV, 30mA. Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente (25°C), com ângulos de varredura,  $2\theta$ , entre 5 e 40° (0,5°.min<sup>-1</sup>). O índice de cristalinidade ( $I_c$ ) das fibras foi obtido através da equação:  $I_c = (1 - I_2/I_1) \times 100$ , onde,  $I_1$  é a intensidade do máximo de difração, relacionada à parte cristalina, e  $I_2$  é a intensidade do mínimo de difração, relacionada à parte amorfa.

A estabilidade térmica das fibras foi analisada utilizando equipamento da TA Instruments, modelo TGA Q500. O aquecimento das amostras foi da temperatura ambiente até 700°C, à taxa de aquecimento de 10°C/min, em atmosfera inerte (nitrogênio).

Os ensaios de RMN no estado sólido foram realizados em espectrofotômetro Varian Inova 400 com campo de 9.4T. A obtenção dos espectros foi feita utilizando a técnica CP-MAS/VACP, com pulso de 4- $\mu$ s  $\pi/2$ , tempo de contato de 1 ms, tempo de aquisição de 12,8 ms e tempo de repetição de 3s. A frequência de ressonância foi de 100,59MHz (<sup>13</sup>C), e banda espectral utilizada para polarização cruzada, de 60kHz. Os espectros foram filtrados utilizando função de decaimento exponencial ( $lb=5$ ).

A determinação do teor de umidade foi feita em uma balança determinadora de umidade da marca Marte, série ID – V1.8, modelo ID50. O ensaio foi feito em quintuplicata.

## Resultados e discussão

A Fig. 1 apresenta os difratogramas de raios X das fibras estudadas. Nota-se que as fibras de Tucum, Pau-rosa e Caroba apresentam os principais picos referentes aos planos cristalográficos nos seguintes ângulos de Bragg ( $2\theta$ ): 16,0° e 22,6°. Marupá e Surucucumirá apresentam seus principais picos em  $2\theta = 15,0^\circ$ ; 22,7° e 34,4°. Piabinha em  $2\theta = 15,7^\circ$ ; 22,4° e 34,7°. Em todas as amostras a reflexão de maior intensidade ocorre no plano cristalográfico (002), o qual se refere, como estudado por Hu e Hsieh (1996), aos planos de rede dos anéis glicosídicos, mais densos no polimorfo tipo I de celulose. Segundo Sao et al. (1994) as propriedades

mecânicas dos materiais lignocelulósicos dependem fortemente de seu índice de cristalinidade ( $I_c$ ). Pode-se dizer também que tais propriedades são diretamente relacionadas com o teor de celulose do material. O índice de cristalinidade das fibras e o teor de umidade são apresentados na Tab. 1. Observa-se que as fibras de Tucum, Surucucumirá, e Caroba apresentaram os mais altos índices de cristalinidade.

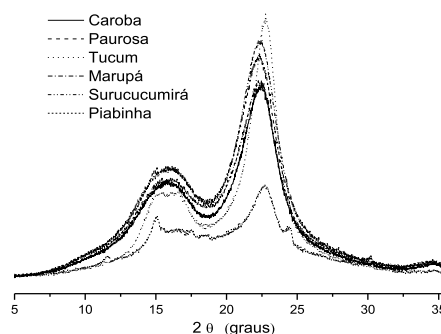


Fig. 1: Difratogramas de raios X das fibras Amazônicas.

Tab. 1: Índice de cristalinidade ( $I_c$ ) e teor de umidade das fibras Amazônicas.

FIBRA	$I_c$ (%)	UMIDADE (%)
Tucum	80	7,5
Surucucumirá	69	5,7
Caroba	68	6,4
Pau-rosa	66	5,4
Marupá	64	5,2
Piabinha	59	7,3

A análise termogravimétrica indicou, Fig. 2, que todas as fibras apresentam um evento de perda de massa entre 50 e 100 °C, relacionado à eliminação de voláteis. A maioria apresenta uma acentuada perda de massa em temperatura em torno de 230 °C. A exceção ocorreu para piabinha, que apresentou início de degradação em torno de 160 °C. A 700 °C, a Piabinha apresentou o maior teor de cinzas, cerca de 30%, enquanto as demais fibras apresentam aproximadamente 15%.

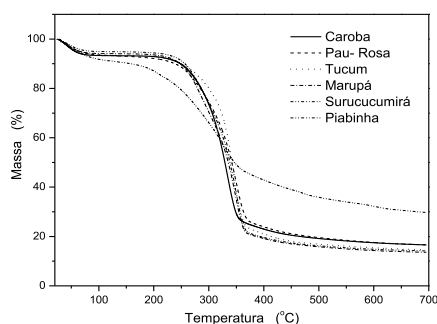


Fig. 2: Curvas de TG das fibras Amazônicas.

Os espectros de RMN mostraram que todas as fibras apresentaram os sinais atribuídos à celulose e hemicelulose, Fig. 3. A partir do lado direito do espectro temos: sinais entre 60-70 ppm atribuídos ao carbono C6 da celulose cristalina e amorfa, na região entre 70-80 ppm correspondentes aos carbonos C2, C3 e C5, superpostos sobre um sinal de menor intensidade devido aos carbonos da hemicelulose. Os sinais entre 80-90 ppm podem ser atribuídos ao carbono C4 da celulose cristalina e amorfa. O sinal entre 98-110 ppm corresponde ao carbono C1 da celulose sobreposto ao sinal da hemicelulose devido ao fato de que o teor de celulose é muito maior que o de hemicelulose nas fibras (VANDERHART; ATALLA, 1984). A piabinha também apresentou picos, em 18 ppm e 37 ppm (região alifática), 156,7 ppm (carbono carbonila/acila) e 145,6 ppm (região olefínica e aromática).

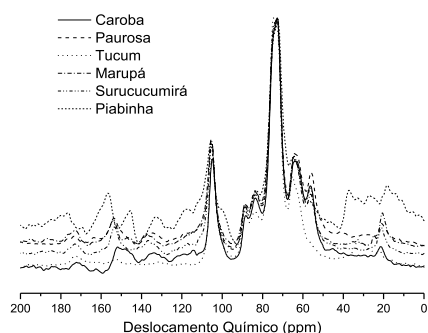


Fig. 3: Espectros de RMN  $^{13}\text{C}$  no estado sólido das fibras Amazônicas.

## Conclusões

O estudo realizado mostrou que as fibras apresentam características de material lignocelulósico. Dentre as fibras estudadas, se mostraram mais promissoras para o desenvolvimento de materiais compósitos o Tucum, a Caroba, e Surucucumirá devido à boa estabilidade térmica e altos índices de cristalinidade.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao Projeto MPI Rede Agronano – Embrapa, CNPq, Finep e Capes.

## Referências

- HU, X., HSIEH, Y. Crystalline structure of developing cotton fibers. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, v. 34, n. 8, p. 1451-1459, 1996.
- MARINELLI, A. L.; MONTEIRO, M. R.; AMBRÓSIO, J. D.; BRANCIFORT, M. C.; KOBAYASHI, M.; NOBRE, A.D. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade Amazônica. *Polímeros*, v. 18, n. 2, p. 92-99, 2008.
- SALES-CAMPOS, C.; MINHONI, M. T. A., ANDRADE, M. C. N. Produtividade de *Pleurotus ostreatus* em resíduos da Amazônia. *Interciência*, v. 35, n. 3, p. 198-201, 2010.
- SAO, K. P., SAMANTARAY, B. K., BHATTACHERJEE, S. X-ray study of crystallinity and disorder in ramie fiber. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 52, n. 12, p. 1687-1694, 1994.
- VANDERHART, D. L., ATALLA, R. H. Studies of microstructure in native celluloses using solid-state C-13 NMR. *Macromolecules*, v. 17, n. 8, p. 1465-1472, 1984.