

Universidade Federal de Pelotas
Centro de Desenvolvimento Tecnológico
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais



Dissertação

**Caracterização da biodegradabilidade de compósitos de
fibras vegetais com ligante PVA**

Faili Tomsen

Pelotas, 2015

Faili Tomsen

**Caracterização da biodegradabilidade de compósitos de
fibras vegetais com ligante PVA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Área de Concentração Materiais Nanoestruturados da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Margarete Regina Freitas Gonçalves

Pelotas, 2015

Faili Tomsen

**Caracterização da biodegradabilidade de compósitos de
fibras vegetais com ligante PVA**

Dissertação aprovada, como requisito parcial, para obtenção do grau de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas.

Data: 21/08/2015

Banca examinadora:

.....
Prof. Dra. Margarete Regina Freitas Gonçalves (Orientadora)
Doutora em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

.....
Prof. Dr. Darci Alberto Gatto
Doutor em Engenharia Florestal pela Universidade Federal de Santa Maria

.....
Prof. Dr. Érico Kunde Côrrea
Doutor em Biotecnologia pela Universidade Federal de Pelotas

Dedico esse trabalho
aos meus filhos Faili Cintia, Flávio José e
Gustavo Azevedo e ao meu pai Gustavo Tomsen

Agradecimentos

Primeiramente, ao nosso Deus, por permitir a realização de mais uma etapa da minha vida.

À minha filha Faili Cintia Tomsen Veiga, ao meu filho Flávio José Tomsen Veiga e ao meu genro Gustavo Fabro de Azevedo que sempre me apoiaram e depositaram confiança no meu trabalho e me incentivaram com muito carinho, não medindo esforços para me ajudar a concluir esta dissertação.

À professora e orientadora Dra. Margarete Regina Freitas Gonçalves pelo seu apoio, confiança e incentivo em meu trabalho e pelas discussões científicas sempre compartilhando do seu conhecimento e sua compreensão para que eu pudesse aperfeiçoar o meu modo de pensar, o que me levaram a execução e conclusão dessa dissertação.

Aos professores Drs. Darci Alberto Gatto e Érico Kunde Côrrea pela ajuda e apoio incondicionais, compartilhando seus ensinamentos e disponibilizando seus laboratórios, que foram imprescindíveis para conclusão desse trabalho.

Aos professores Drs. Vânia Caldas de Souza, Antonio Shigueaki Takimi pelo apoio e incentivo sempre demonstrados.

Ao professor Dr. José Jurado pela ajuda, paciência e aconselhamentos que tornaram possíveis a conclusão dessa dissertação.

Ao Oscar Paniz, ao Matheus Lemos de Peres, a Rosemeri Vieira Kosby, a Patricia Rodrigues, a Gabriela Escobar Hochmuller da Silva pela ajuda, auxílio, incentivo e companheirismo no laboratório da Engenharia dos Materiais que colaboraram para a conclusão dessa dissertação.

A todos os professores e colegas do PPGCEM, pelo convívio, apoio, dedicação e comprometimento com o Curso.

Meus sinceros agradecimentos a todos que contribuíram direta ou indiretamente para a realização desse trabalho.

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes”.

(Martin Luther King)

Resumo

TOMSEN, Failli. Caracterização da biodegradabilidade de compósitos de fibras vegetais com ligante PVA. 2015. 79f. Dissertação (Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, 2015.

A utilização de fibras vegetais vem crescendo nos últimos anos devido ao enfoque dado aos materiais biodegradáveis provindos de fontes renováveis. Nesse contexto o presente trabalho estudou a biodegradabilidade de compósitos de fibras vegetais extraídas da rama da batata doce e do talo da banana e ligante PVA em um solo simulado (segundo a norma ASTM 160 – 03), visando o seu emprego na produção de recipientes biodegradáveis. Além de análise visual, a biodegradabilidade dos compósitos foi determinada por perda de massa, espectrometria de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS). Os resultados obtidos indicam que é possível a obtenção de um compósito biodegradável composto de fibras vegetais de rama de batata doce, talo de banana e ligante a base de PVA e que os constituídos com fibras de talo de banana se degradam mais facilmente.

Palavras-chave: fibras vegetais; compósitos; biodegradabilidade.

Abstract

TOMSEN, Fali. Characterization of biodegradability of composite plant fiber PVA binder. 2015. 79f. Dissertation (Master of Science and Materials Engineering) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, 2015.

The use of natural fibers has been growing in recent years due to the focus given to biodegradable materials stemmed from renewable sources. In this context, the present work studied the biodegradability of extracted natural fiber composites of raw sweet potato and banana stem and PVA binder in a simulated soil (according to ASTM 160-03), to its use in the production of biodegradable containers. In addition to visual analysis, the biodegradability of the composite was determined by mass loss, absorption spectrometry in the infrared Fourier transform (FTIR), optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy X-rays (EDS). The results indicate that it is possible to obtain a biodegradable composite fiber composed of natural raw sweet potato, banana stem and the binder PVA-based and that made with banana stalk fibers degrade more easily.

Keywords: natural fibers; composites; biodegradability.

Lista de Figuras

Figura 1 - Principais constituintes das fibras vegetais.....	19
Figura 2 - Modelo estrutural das fibras: (a) três dimensões; (b) duas dimensões.	22
Figura 3 - Desfibrador usado no processo de extração da fibra de sisal.....	23
Figura 4 - Processo de secagem de fibras de sisal.....	23
Figura 5 - Fluxograma representativo da metodologia proposta para o trabalho.	28
Figura 6 - Identificação da rama de batata doce.	29
Figura 7 - Identificação do talo da banana.	30
Figura 8 - Fluxograma das etapas de preparação das matérias primas utilizadas na obtenção das fibras.	31
Figura 9 - Ramas da batata doce (a) in natura; (b) autoclavadas.	31
Figura 10 - Talos de banana (a) in natura; (b) sem película; (c) autoclavados.....	32
Figura 11 - Solo simulado em processo de maturação.	35
Figura 12 - Teste de biodegradabilidade do solo simulado. (a) Tiras e solo simulado; (b) tiras em teste; (c) tiras degradada.	36
Figura 13 - Fluxograma representativo do preparo dos corpos de prova dos compósitos usados para a análise de biodegradabilidade.	37
Figura 14 - Corpos de provas utilizados na análise de biodegradabilidade dos corpos de prova dos compósitos F1, F2 e F3 em solo simulado.	38
Figura 15 - Disposição dos corpos de amostras no frasco com solo simulado.	39
Figura 16 - Corpos de prova nos frascos tampados colocados em estufa.....	40
Figura 17 - Teste de biodegradabilidade do ligante a base de PVA em solo simulado	444
Figura 18 - Micrografias por MO das fibras vegetais extraídas da rama da bata doce (a) e do talo da banana (b) com aumento de 20x.....	455
Figura 19 - Micrografias por MEV das fibras vegetais extraídas da rama da bata doce (a) e do talo da banana (b) com aumento de 20x.....	455
Figura 20 - Micrografias ópticas das fibras da rama da batata-doce com aumento de 100x(a) e com aumento de 200x (b).	477
Figura 21 - Micrografias ópticas das fibras do talo da banana com aumento de 100x(a) e com aumento de 200x (b)	488
Figura 22 - Imagens fotográficas da biodegradação do compósito F1 (fibras da rama da bata doce + PVA).	50
Figura 23 - Imagens fotográficas da biodegradação do compósito F2 (fibras do talo da banana + PVA).....	50
Figura 24 - Imagens fotográficas da biodegradação do compósito F3 (fibras da rama da batata doce e do talo da banana + PVA).....	511
Figura 25 - Infravermelho do compósito F1 (fibras da rama da batata doce + PVA).	533
Figura 26 - Infravermelho do compósito F2 (fibras do talo da banana + PVA).....	555
Figura 27 - Infravermelho do compósito F3 (fibras da rama da batata doce e do talo da banana + PVA).....	577

Figura 28 - Micrografia da microestrutura do compósito F1 (fibra de rama de batata doce + PVA) biodegradado, com aumento de 500 x.	622
Figura 29 - Micrografia da microestrutura do compósito F2 (fibras de talo de banana + PVA) biodegradado, com aumento de 500 x.....	633
Figura 30 - Micrografia da microestrutura do compósito F3 (fibras de rama de bata doce talo de banana + PVA) biodegradado, com aumento de 500 x.	644
Figura 31 - Teste de biodegradabilidade do ligante a base de PVA, enterrado em solo simulado.	66

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Composição química de fibras vegetais	20
Tabela 2 - Valores e atribuições de picos característicos de fibras vegetais.	422
Tabela 3 - Cálculo da perda de massa.....	466
Tabela 4 - Teor de extrativos solúveis.....	466
Tabela 5 - Valores médios dos parâmetros colorimétricos das fibras vegetais.	499
Tabela 6 - Perda de massa média dos compósitos (% em peso).	522
Tabela 7 - Composição química do compósito F1, por MEV/EDS.	599
Tabela 8 - Composição química do compósito F2, por MEV/EDS.	60
Tabela 9 - Composição química do compósito F3, por MEV/EDS.	611

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	13
2. OBJETIVOS.....	16
2.1. Objetivo Geral	16
2.2 Objetivos Específicos	16
3. NOVAS POLÍTICAS VISANDO A CORRETA DESTINAÇÃO DE RESÍDUOS... 17	
4. FIBRAS VEGETAIS.....	19
4.1 Processos de obtenção	23
4.2 Aplicações	24
4.3 Biodegradação	25
5. LIGANTES A BASE DE PVA.....	27
6. MATERIAIS E MÉTODOS	28
6.1 Matérias primas.....	29
6.2 Obtenção das fibras vegetais	30
6.3 Caracterização das fibras vegetais	32
6.3.1 Análise do teor de extrativos solúveis, lignina residual e celulose	32
6.3.2 Morfologia e composição química.....	34
6.3.3 Biodegradabilidade	34
6.4 Preparação do solo simulado	35
6.5 Obtenção dos compósitos de fibras vegetais e ligante a base de PVA.....	37
6.6. Análise da biodegradabilidade dos compósitos de fibras vegetais e ligante a base de PVA	39
6.7 Ensaio de biodegradabilidade do ligante PVA.....	43
7. RESULTADOS E DISCUSSÕES	455
7.1 Caracterização das fibras vegetais	455
7.2. Análise da biodegradabilidade dos compósitos de fibras vegetais + PVA	499
7.3 Análise da biodegradabilidade do ligante a base de PVA	655
8 CONCLUSÕES.....	677
9 SUGESTÕES DE CONTINUIDADE DA PESQUISA	688
REFERÊNCIAS.....	699
ANEXO.....	744
ANEXO A	755
ANEXO B	788
ANEXO C	811

1. INTRODUÇÃO

A conscientização voltada a questões relacionadas ao impacto ambiental e desenvolvimento sustentável tem despertado interesse em materiais provenientes de fontes vegetais, aumentando a introdução de novas matérias-primas e produtos (GEORGE, 2001). Nesse contexto, nos últimos anos, tem sido dada uma atenção especial para a minimização e reaproveitamento de resíduos agrícolas e a busca de novos materiais que atendam as tendências mundiais quanto à viabilidade econômica envolvida no processo, à disponibilidade, usos, custos e preocupação com meio ambiente (PEREIRA, et al, 2012).

Considerando esse interesse por tecnologias ecologicamente corretas, o nosso país tem se preocupado com a redução dos resíduos, bem como a introdução de novos métodos de tratamento e de gestão para recuperar, reciclar e reutilizar os resíduos (FEDERICI et al., 2009). De modo que, busca-se a destinação correta dos resíduos domésticos, do comércio, da indústria, da agricultura, etc., evitando danos à saúde das pessoas e ao meio ambiente.

Uma alternativa bastante convincente e que vem ocupando grande espaço nas pesquisas científicas e tecnológicas, é a busca e desenvolvimento de novos materiais capazes de conciliar as questões ecológicas e focadas na preservação ambiental que nos cerca nos dias de hoje (FEDERICI et al., 2009). Assim, as fibras vegetais têm sido investigadas, pois aliam propriedades que levam em consideração aspectos que vão de encontro a esta nova ordem mundial, de forte apelo ecológico, e características como baixo custo, baixa densidade, fonte renovável, biodegradabilidade, o fato de serem atóxicas e não abrasivas, além de se tornarem fortes candidatas em potencial para essas aplicações (BLEDZKI e GASSAN, 1999). Em particular, os resíduos orgânicos, tais como, folhas e cascas de hortaliças, frutas fibrosas, fibras de coco, cascas de amendoim, ramos de batata doce, serragem de madeira, dentre outros, tem chamado à atenção pelo reforço obtido s como componentes de biocompósitos quando usados na forma de fibra (SREEKUMAR et al., 2008) e devido ao impacto ambiental positivo provocado pelo seu reaproveitamento (LOPEZ et al., 2012).

Dentre as alternativas citadas, se destacam a batata-doce, que é uma das plantas alimentares mais antigas do Brasil (ROESLER et al., 2008) com uma produção de 3 milhões de toneladas anuais, cultivada nos estados do Rio Grande do

Sul, Santa Catarina, Bahia e Paraná (CAVALCANTE et al., 2009), e a banana que é de fácil cultivo em países tropicais como por exemplo o Brasil, o qual é o segundo maior produtor mundial de banana 7 milhões de toneladas por ano (FAMASUL,2014).

O potencial identificado nesses resíduos motivou o desenvolvimento da presente pesquisa que estudou formas de reaproveitar e agregar valor aos resíduos gerados a partir da sua utilização em compósitos destinados a produção de vasos biodegradáveis, tendo em vista o crescimento destes nos processos de produção, transporte e transplante de plantas. Geralmente, os recipientes utilizados para estes fins são feitos de materiais não renováveis, plásticos do tipo poliestireno, polietileno e polipropileno, que são duráveis e resistentes à degradação microbiana (SCHETTINI et al., 2013). Os recipientes plásticos não são adequados porque fazem com que as raízes das plantas não se desenvolvam corretamente, visto que essas crescem em círculo acompanhando o perímetro do vaso, o que pode resultar na redução do seu tamanho, além da dificuldade no transplante. E após o uso, o depósito nos lixões e a combustão descontrolada desses recipientes resultam na contaminação do solo e na emissão para a atmosfera de substâncias tóxicas (HORINOUCI, et al., 2008).

A solução para a poluição gerada pelos recipientes plásticos pode estar na produção de vasos biodegradáveis que podem ser fabricados com fibra vegetal de arroz, amido, gorduras e óleos vegetais, e terem uma vida útil que pode variar de alguns meses a até dois anos. Pesquisas recentes mostram que os vasos biodegradáveis submetidos a processos de decomposição se transformam em biomassa e em adubo natural. Esses resultados têm sido vistos como favoráveis ao desenvolvimento desses tipos de recipientes, em detrimento do desempenho e da durabilidade das fibras vegetais que são menores se comparadas às fibras sintéticas ou artificiais atualmente utilizadas nos materiais plásticos (SCHETTINI et. al., 2013).

Para o desenvolvimento do presente estudo utilizou-se fibras vegetais extraídas da rama da batata doce e do talo da banana. Essas foram caracterizadas e analisadas quanto a sua biodegradabilidade em um solo simulado a partir de compósitos constituídos de fibras vegetais e ligante a base de PVA (poliacetato de vinila). A escolha desses resíduos e do tipo de ligante esta na fácil obtenção e na característica biodegradável dos mesmos.

Espera-se com os resultados deste trabalho contribuir para a obtenção e incentivo de novas alternativas para a produção de vasos biodegradáveis agregando maior valor aos resíduos agrícolas utilizados.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Estudo da biodegradabilidade de compósitos de fibras vegetais extraídas da rama da batata doce e do talo da banana e ligante PVA em solo simulado, visando o seu emprego na produção de recipientes biodegradáveis.

2.2 Objetivos Específicos

Para atingir o objetivo geral proposto foram realizadas as seguintes etapas:

- Obtenção e caracterização as fibras vegetais extraídas da rama da batata doce e do talo da banana;
- Elaboração de compósitos com as fibras vegetais e um ligante a base de PVA;
- Definir uma metodologia de conformação de corpos de prova para os compósitos e o ligante a base de PVA;
- Preparar o solo simulado conforme a norma ASTM G160 – 03;
- Caracterizar a biodegradabilidade dos compósitos e do ligante a base de PVA no solo simulado

3. REVISÃO

3.1 NOVAS POLÍTICAS VISANDO A CORRETA DESTINAÇÃO DE RESÍDUOS

A elevada produção de resíduos é uma consequência do modo de vida atual e, também, uma grande preocupação da sociedade que, apesar de dispor de elevada capacidade científica e tecnológica, ainda possui grandes limitações para elucidar a maioria dos problemas que assolam o nosso planeta (CORRÊA et al., 2009). Os resíduos sólidos orgânicos gerados nas feiras livres ou na própria lavoura, com produção estimada de 273 mil toneladas por dia, causam grandes problemas para a população e para o meio ambiente brasileiro, devido ao desperdício, à falta ou ao mau planejamento e gerenciamento dos mesmos pelos feirantes ou agricultores, consumidores e gestores públicos (MACEDO, 2013).

Para minimizar os problemas gerados pela crescente produção de resíduos sólidos podem ser adotadas as ferramentas como a Educação Ambiental, a Política Nacional de Resíduos Sólidos e a Sustentabilidade do meio ambiente.

A Educação Ambiental (EA) busca o estímulo à tomada de consciência e o incentivo a atitudes e comportamentos que façam com que as pessoas participem ativamente na melhoria da qualidade do ambiente, assim tornando-se importante uma reeducação e incorporações de novas atitudes, partindo do individual para o coletivo, do local para o global. (CORRÊA et al., 2009). Nesse sentido, a cultura ambientalista conhecida como os 7 R's: reduzir, reutilizar, reciclar, repensar, recusar, reaproveitar e recuperar, através de pequenos atos propõe reduzir o impacto ambiental (RONDON, 2007).

A Política Nacional de Resíduos Sólidos (PRNS) estabeleceu a partir da Lei nº. 12.305, promulgada em 02 de agosto de 2010, os princípios, objetivos, instrumentos e diretrizes para a gestão integrada e gerenciamento de resíduos sólidos indicando as responsabilidades dos geradores, do poder público e dos consumidores, além de princípios importantes como o da prevenção e precaução, do poluidor-pagador, da ecoeficiência, da responsabilidade compartilhada pelo ciclo de vida dos produtos, do reconhecimento do resíduo como um bem econômico e de valor social, do direito a informação e ao controle social (CORRÊA et al., 2009).

A PNRS previa que até 2014 todos os lixões deveriam ter sido desativados e revitalizados, com a implantação de gestão de resíduos e construção de aterros sanitários individuais ou consórcios (unidades para atender mais de um município)

em todos os municípios, para tal, espera-se um esforço e integração de todas as esferas do poder público (federal, estadual e municipal) e também da iniciativa privada (CORRÊA et al., 2009). Nesse contexto, no Brasil os aterros são ainda o principal destino dos resíduos orgânicos, os quais na maioria das vezes não atendem os padrões ambientais de qualidade, mesmo sendo ambientalmente corretos, não representam a melhor solução para este problema, devido a grande quantidade de resíduos gerados (PIRES, MATTIAZZO, 2008).

A ideia de sustentabilidade ganhou força com a publicação do Relatório Burndtland em 1987, também denominado Nosso Futuro Comum, que foi o documento base da Conferencia Mundial realizado em Estocolmo, em 1972 que propôs a preservação dos recursos básicos como água, alimentos, energia, biodiversidade, ecossistemas, controle do crescimento urbano, melhoria da qualidade de vida das populações, especialmente em saúde, educação e moradia (PEARSON, 2011). Desde então, a reutilização dos resíduos orgânicos descartados passou a ser uma opção muito interessante para minimizar o problema ambiental, além de contribuir de forma significativa tanto do ponto de vista econômico quanto social. O manejo ambientalmente saudável desses resíduos é uma das questões mais importantes para a manutenção da qualidade do meio ambiente e, principalmente, para chegar-se a um desenvolvimento sustentável e ambientalmente correto em todos os países (ZUTSHI, SOHAL, 2002).

Diante do exposto, a substituição de material de difícil degradação por material reciclado biodegradável pode contribuir significativamente para a sustentabilidade de viveiros de plantas, ao reduzir os resíduos gerados nesta atividade.

4. FIBRAS VEGETAIS

Nos últimos anos, a crise energética e os problemas relacionados ao meio ambiente pelo uso de fibras sintéticas têm despertado a atenção e o interesse de pesquisadores de todo o mundo para o uso de fibras vegetais tendo em vista que estas apresentam grande variedade de espécies e disponibilidade, baixo grau de processamento, baixo custo, boa resistência e rigidez, baixa densidade e biodegradabilidade (SAIN, PANTHAPULAKKAL, 2004).

A composição química das fibras vegetais é sensível a fatores como condições climáticas e de plantio, idade e parte da planta de onde são extraídas e é responsável por suas propriedades mecânicas (BLEDZKI, GASSAN, 1999).

As fibras vegetais são formadas basicamente de celulose, hemicelulose, lignina, pectina e minerais (Figura 1). A celulose, um polissacarídeo linear de alta massa molecular, é o principal constituinte estrutural, sendo responsável pela estabilidade e resistência das fibras (SANTOS, 2006).

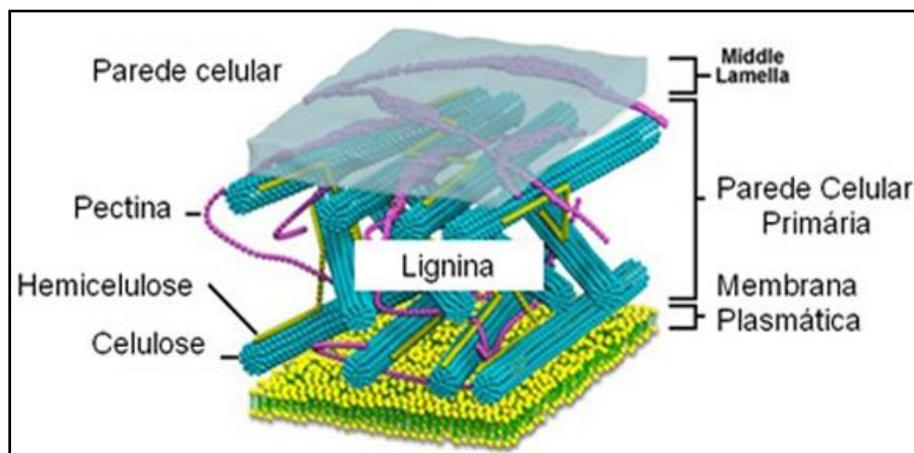


Figura 1 - Principais constituintes das fibras vegetais

Fonte: <http://biologototal.blogspot.com.br/2012/02/lignina.html>. Acesso em 01.08. 2015

A Tabela 1 apresenta a composição química de fibras vegetais providas do Brasil (B) e de outros países (O) determinadas em diferentes estudos e citadas por Satyanarayana et al. (2007).

Tabela 1 – Composição química de fibras vegetais

Fibras	Origem	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Cinzas (%)	Extrativos (%)
Bagaço de cana	B	54,3-55,2	16,8-29,7	25,3-24,6	1,1	0,7-3,5
	O	32-44	27-32	19-24	4,3	-
Banana	O	60-65	6-8	5-10	1,2	-
Juta	B	60	22,1	15,9	1,0	-
	O	59-71	12-13	11,8-12,9	0,7	0,5-2
Rami	O	80-85	3-4	0,5	-	6,4
Piaçava	B	31,6	-	48,4	-	-
Curauá	B	70,7-73,6	21,1	7,5-11,1	0,8-0,9	2,5-2,8
Sisal	B	74-75,2	10-13,9	7,6-8	-	-
	O	60-67	10-15	8-12	0,14-0,9	1,7-6
Coco	B	43,4-53	14,7	38,3-40,7	-	3,5
	O	43,7	<1	45	-	4,5

Fonte: Satyanarayana et al. (2007).

A celulose, presente em todas as plantas, desde árvores desenvolvidas até organismos primitivos, possui uma estrutura linear e organizada que permite a formação de regiões cristalinas, sendo responsável pela estabilidade e resistência das fibras vegetais (FENGEL e WEGENER, 1989; DENCE e REEVE, 1996). Fibras com grande quantidade de celulose são econômica e tecnicamente viáveis para emprego na produção de têxteis, papel e como reforços em compósitos, entretanto, deve-se observar não só o teor de celulose contido nas fibras, mas também a qualidade e a sua função (FENGEL e WEGENER, 1989).

A hemicelulose, outro componente presente em significativa quantidade nas fibras vegetais, é um polissacarídeo formado pela polimerização de vários açúcares, incluindo glucose, xilose, galactose, arabinose e manose, apresentando estrutura ramificada e menores propriedades que a celulose (FENGEL e WEGENER, 1989; LEWIN e GOLDENSTEIN, 1991). A hemicelulose normalmente atua como um elemento de ligação entre a celulose e a lignina, não estando diretamente correlacionada à resistência e dureza das fibras. Algumas frações de hemiceluloses se tornam parcial ou totalmente solúveis em água depois de terem sido extraídas

com álcali. Nesse caso, soluções alcalinas de hidróxido de sódio e potássio são as mais utilizadas para a extração de hemiceluloses (AZUMA, NOMURA e KOSHIJIMA, 1985).

A lignina é um polímero com uma estrutura complexa e amorfa, constituída de grupos alifáticos e aromáticos, que une as fibras celulósicas, formando a parede celular (FENGEL e WEGENER, 1989; DENCE e REEVE, 1996). A lignina deposita-se na parede celular dos vegetais e é o segundo composto orgânico mais abundante na Terra, sendo formada por três tipos de monômeros, os quais diferem na sua composição entre espécies, órgãos, tecidos e até mesmo entre frações da parede celular. A principal importância da lignina é a resistência à compressão e rigidez que ela confere à parede celular (RAVEN et al., 2001). Entretanto, a lignina não é uma substância química definida, por isso, ela não é a mesma em todas as plantas. Ela possui uma classe de compostos correlatos e não pode ser descrita como uma combinação simples de algumas unidades monoméricas ligadas por alguns tipos de ligações, como no caso das celuloses e hemiceluloses (SJÖSTRÖM, 1993).

A pectina é um polissacarídeo, rico em ácido galacturônico, presente nas paredes celulares e com função aglutinante. Já os seus componentes minerais são os responsáveis pela formação das cinzas após a incineração das fibras (FENGEL e WEGENER, 1989).

Os extrativos recebem esse nome devido à sua facilidade de serem extraíveis com água, solventes orgânicos neutros, ou volatilizados a vapor. São responsáveis por determinadas características das plantas, tais como cor, odor, sabor e propriedades abrasivas, e podem ser removidos por tratamentos químicos alcalinos (BROWNING, 1963 apud SANTOS, 2006).

Diante do exposto, as fibras vegetais podem ser comparadas a microcompósitos contendo microfibrilas celulósicas envoltas por uma matriz amorfa de lignina e hemicelulose, como ilustrado na Figura 2 (BLEDZKI, GASSAN, 1999).

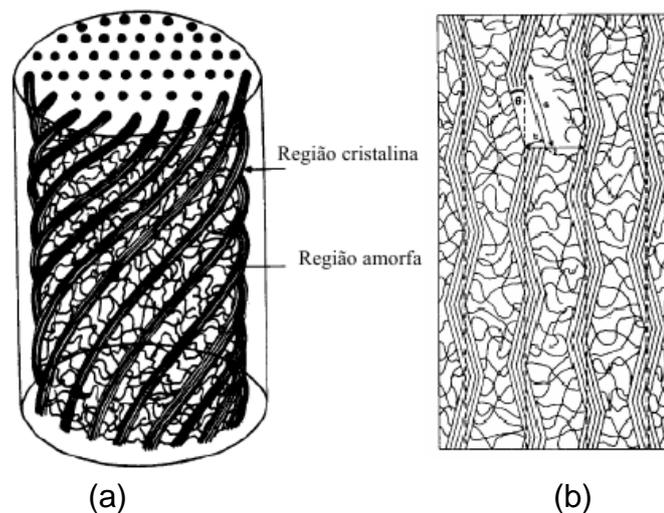


Figura 2 - Modelo estrutural das fibras: (a) três dimensões; (b) duas dimensões.
 Fonte: BLEDZKI, GASSAN, 1999, p. 232

Na maioria das fibras vegetais as microfibrilas estão orientadas com relação ao eixo da fibra apresentando um ângulo característico, como ilustrado na Figura 2b. Quanto maior a quantidade de celulose e quanto menor o ângulo formado entre as microfibrilas de celulose na fibra, maiores são os valores de módulo elástico e resistência das fibras vegetais (BLEDZKI, GASSAN, 1999; SAIN, PANTHAPULAKKAL, 2004).

De acordo Young (1997), dependendo da parte e do tipo de vegetal do qual foi retirada, as fibras vegetais podem ser agrupadas em cinco tipos:

- Fibras de Gramíneas: retiradas das hastes das plantas monocotiledôneas, tendo como exemplo os cereais (trigo, aveia, cevada, arroz e outros), o junco, o bambu e o bagaço-de-cana;
- Fibras de Folhas: retiradas ao longo do comprimento das folhas, tendo como exemplos típicos a abacá, o sisal e o henequém;
- Fibras de Caule: são retiradas do interior da casca (caule), de hastes de plantas, tendo como exemplos o linho, a juta, o cânhamo e o kenaf;
- Fibras de Sementes e Frutos: os exemplos mais comuns são o algodão, a paina, o coco e a esponja de *Luffa cylindrica*;
- Fibras de Madeiras: são fibras provenientes do xilema secundárias de vegetais (angiospermas e gimnospermas). Os exemplos incluem o eucaliptus, o abetuos, o pinus, entre outros.

4.1 Processos de obtenção

As fibras vegetais podem ser extraídas fisicamente ou por processos químicos.

A extração física é mecânica e ocorre em espécies de plantas cujas fibras são longas e resistentes. O equipamento utilizado é um desfibrador (Figura 3). Em geral, nesse processo são colhidas manualmente as folhas das plantas que são colocadas no desfibrador para a eliminação da polpa. As fibras, depois de lavadas em água corrente, são estendidas em varais (Figura 4) para secagem e, posterior uso.



Figura 3 - Desfibrador usado no processo de extração da fibra de sisal.

Fonte: http://www.noticiasdabahia.com.br/ultimas_noticias.php?cod=18241. Acesso em: 30.04.2014.



Figura 4 - Processo de secagem de fibras de sisal.

Fonte: <http://www.portalamazonia.com.br/editoria/economia/caminhos-para-fortalecer-a-industria-de-juta-e-malva-no-amazonas/>. Acesso em: 30.04. 2014.

Os processos químicos de extração de fibras mais utilizados são o Kraft e o Sulfito. O objetivo destes é o de degradar e dissolver a lignina, deixando a maior parte da celulose e da hemicelulose intacta.

O processo Kraft é o mais utilizado e é designado, genericamente, de polpação (SMOOK, 1990). Neste usa-se hidróxido de sódio (NaOH) e sulfeto de sódio (Na₂S) como produtos químicos para o cozimento. No processo sulfito o ácido usado é o dióxido de enxofre (SO₂) que é preparado a partir da queima de enxofre (S).

4.2 Aplicações

É crescente o incremento de recursos vegetais renováveis do tipo fibras vegetais de celulose, coco, linho, sisal, rami, juta, banana e cânhamo, dentre outras no desenvolvimento de novos compósitos. Vários estudos já foram realizados mostrando a potencialidade dessas fibras na aplicação industrial e na produção de novos materiais (SANTOS, 2006).

As fibras de juta, linho, rami e sisal são fibras com percentuais altos de celulose, sendo indicadas para uso como material de reforço em compósitos, pois possuem características de resistência à compressão e dureza (AZUMA et al., 1985; SJÖSTRÖM, 1993). Os percentuais elevados de lignina nas fibras de juta e sisal habilitam-nas a terem comportamento adicional de fortalecimento dos compósitos, principalmente daqueles submetidos a processos de aquecimento (SANTOS, 2006).

Na indústria têxtil o uso das fibras vegetais ganha cada vez mais espaço. Como exemplo cita-se o tecido de cânhamo que se parece com o linho, mas que apresenta a vantagem de ser mais durável e ter um custo de produção menor. A fibra do cânhamo é mais grossa e menos flexível que a do algodão (fibra natural mais usada no mundo), resultando em um tecido perfeito para roupas duráveis (o tecido da calça Levi's original era de cânhamo), frescas, absorventes, biodegradáveis, confortáveis e ecológicas (BURGIERMAN, 2002).

Na construção civil pesquisas demonstram que a mistura de resíduos da fabricação de blocos cerâmicos com polpa de bambu refinada e com fibras de coco podem substituir com segurança até 20% do cimento utilizado (HENDGES, 2008).

Na área da saúde as fibras vegetais são usadas nos cosméticos e na limpeza de pele, onde são muito conhecidas como esponjas vegetais, como estimulante do sistema de circulação em tratamentos dermatológicos e banhos (HENDGES, 2008).

As fibras de coco também são bastante úteis no paisagismo, sendo utilizadas na implantação de telhados verdes, construções alternativas e jardins verticais, contribuindo para a preservação do xaxim (samambaiçu) que se encontra em extinção, e a preservação pela resolução nº 278 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), promulgada em 24 de maio de 2001 (HENDGES, 2008).

Dentro desse quadro de oportunidades, a indústria automobilística aparece como exemplo de um bom consumidor de fibras vegetais, em especial das fibras de sisal e de coco, na produção de vários componentes como a tampa do porta-malas do modelo Clio utilizado pela indústria Renault (HENDGES, 2008 e SANTOS, 2006). Além dos revestimentos de portas e outras partes internas do veículo (SUDELL e EVANS, 2002).

As aplicações econômicas e a biodegradabilidade das fibras vegetais somadas ao desenvolvimento da consciência de práticas preservacionistas as tornaram cada vez mais importantes e valorizadas para os setores industriais.

4.3 Biodegradação

A biodegradação das fibras vegetais é um processo que resulta na sua degradação pela ação de microorganismos, tais como bactérias, algas ou fungos, em ambientes aeróbios (liberando CO_2 - dióxido de carbono) ou anaeróbios (liberando CH_4 - gás metano), ou seja, com liberação de gases (BERTOLINI, 2007).

A degradação biológica nas fibras vegetais é causada por fungos e bactérias que liberam enzimas que reagem com os constituintes da parede celular a nível molecular causando a quebra desta estrutura. Para que ocorra a biodegradação, a temperatura deve estar entre 25° e 30°C , a umidade deve estar acima de 20% ou atingir o ponto de saturação das fibras e oxigênio do ar deve estar abaixo de 20% (MENDES et al., 1988).

De acordo com Levy (1979), o processo biológico, resultante da ação enzimática dos fungos xilófagos sobre as paredes celulares degradam a celulose e a hemicelulose das fibras vegetais, transformando-as em substâncias solúveis facilmente assimiladas e digeridas. A destruição dos elementos estruturais que se

encontram nas paredes celulares provoca uma rápida perda de resistência mecânica das fibras. A lignina de coloração escura fica praticamente intacta, conferindo a fibra natural um aspecto pardo.

Os sintomas da degradação por ataque de fungos nas fibras vegetais podem ser identificados pela mudança de coloração, amolecimento da fibra vegetal, perda de densidade e alteração do cheiro (MENDES et al., 1988).

5. LIGANTES A BASE DE PVA

Segundo Gauto e Rosa (2011), o PVA é um produto obtido a partir da reação de polimerização de monômeros de acetato de vinila ou etanoato de vinila, na presença de um catalisador e em determinada pressão e temperatura ambiente. Nessa reação uma solução aquosa de tetraborato de sódio ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) é utilizado como catalisador (MARQUES; BORGES, 2007) que dissociado em água, forma o ânion borato ($\text{B}(\text{OH})^4$). O ânion borato atua como ligante cruzado, agrupando as moléculas dos monômeros da solução aquosa, formando a macromolécula do PVA, que após a reação de polimerização apresentará características flexíveis e elásticas ao mesmo tempo, pois as ligações cruzadas que se formam, estão constantemente se rompendo e se formando (FONSECA, 2010).

Devido as suas propriedades, o PVA tem sido muito utilizado na fabricação de tintas de parede (do tipo látex), colas, adesivos, gomas de mascar, colírios (lubrificante para os olhos), revestimentos têxteis, entre outros fins (FONSECA, 2010).

O ligante a base de PVA, também conhecido como cola branca, é um adesivo indicado para os processos convencionais de colagem e para colagem de alto desempenho em artesanatos de madeira, laminados plásticos, papel, papelão e fibras vegetais, bem como para o emprego em prensagem a frio e a quente. Este possui tecnologia de base água, tem odor suave, excelente flexibilidade e ótima viscosidade. Essas propriedades foram definidores para a escolha deste produto como o ligante a ser utilizado na pesquisa desenvolvida nesta dissertação.

6. MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 5 apresenta esquematicamente as etapas propostas para o desenvolvimento do trabalho.

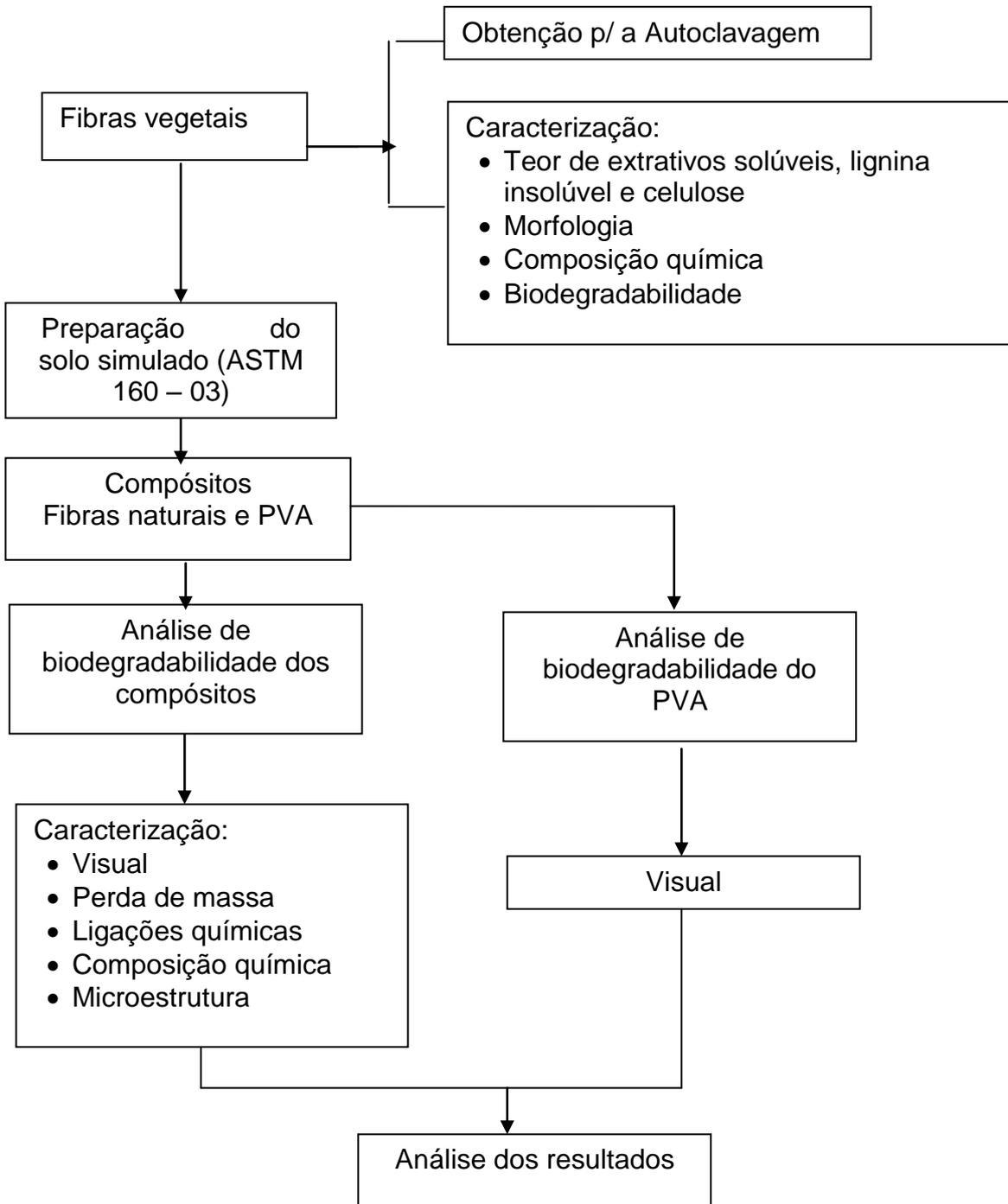


Figura 5 - Fluxograma representativo da metodologia proposta para o trabalho.

A seguir são descritas as etapas apresentadas no fluxograma, incluindo equipamentos e as técnicas utilizadas.

6.1 Matérias primas

As matérias primas utilizadas na realização da pesquisa foram fibras vegetais extraídas da rama da batata doce e do talo da banana, ligante a base de PVA, areia, esterco de cavalo e solo fértil com baixo teor de argila.

A justificativa pelo uso da rama da batata doce, resíduo agrícola rural (Figura 6), e do talo da banana, resíduo urbano (Figura 7), está na destinação dada a esses produtos que, comumente, são descartados como resíduo agrícola ou lixo doméstico e na comprovação de sua eficiência como fonte alternativa de matéria prima. A batata-doce é uma planta de fácil cultivo já utilizada como matéria-prima nas indústrias de alimento, tecido, papel, cosméticos, preparação de adesivos e como alternativa para a produção de biocombustíveis (etanol) (MOMENTÉ et al., 2004a, 2004b). A banana é uma planta altamente cultivada cujos talos e cascas são destinados para compostagem ou tratamentos de solo, produção de papel e celulose, substrato para fermentação, ração animal, fibras têxteis, energia renovável, dispersantes floculantes, plásticos recicláveis, material de construção civil, etc. (BELTRAN, 2014).

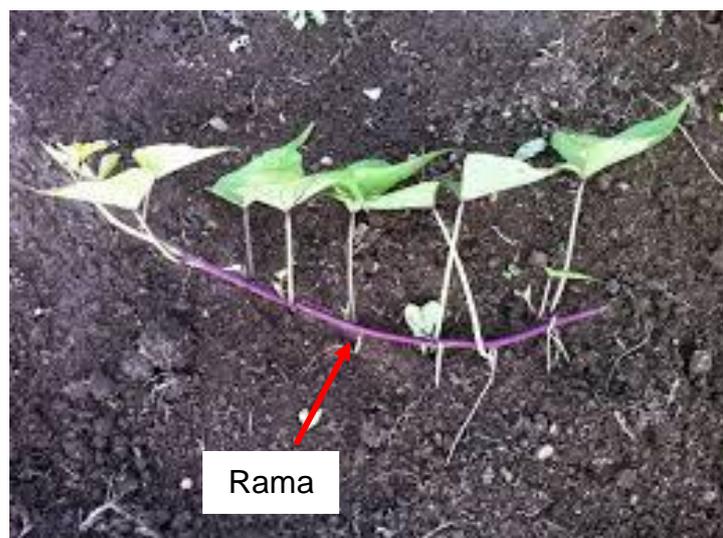


Figura 6 - Identificação da rama de batata doce.

Fonte: <http://clem-floresefrutas.blogspot.com.br/2010/10/batata-doce.html>. Acesso em: 02 mai. 2014.

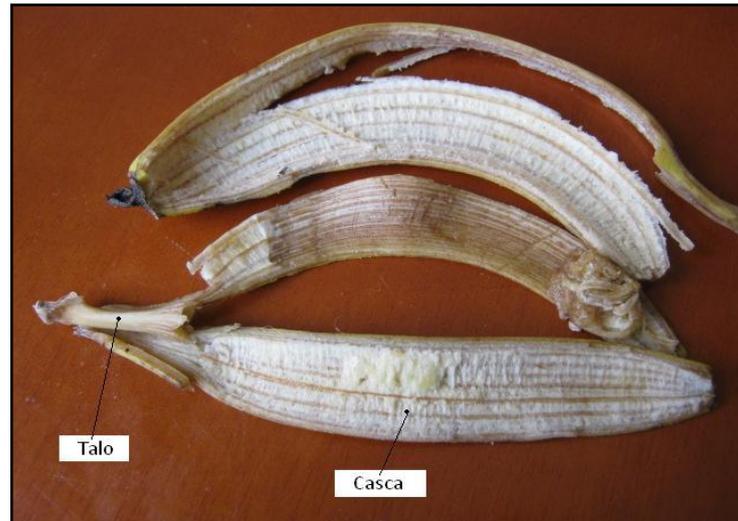


Figura 7 - Identificação do talo da banana.

Fonte: http://www.uq.edu.au/_School_Science_Lessons/51.7.4.GIF. Acesso em: 02 mai. 2014.

Para o desenvolvimento do trabalho foram utilizados para os compósitos:

- Ramas da batata doce, colhidos diretamente na lavoura, na Colônia Santa Coleta, zona rural da cidade de Pelotas, RS;
- Talos de banana, fornecidos pelo Restaurante Universitário da UFPel, localizado na rua Andrade Neves, nº 1290, em Pelotas, RS;
- Tubo de cola PVA da marca Cascorex;

Para o solo simulado foi usado areia, solo fértil com baixo teor de argila e esterco de cavalo, nas quantidades especificadas conforme norma ASTM G160 - 03.

6.2 Obtenção das fibras vegetais

O fluxograma da Figura 8 descreve as etapas iniciais de preparação das matérias primas usadas na obtenção das fibras vegetais. Nessa etapa, para reduzir o tempo de moagem, definiu-se que a rama da batata doce e o talo de banana seriam cortados com comprimento de 10 mm. As matérias primas foram refrigeradas para evitar o apodrecimento.

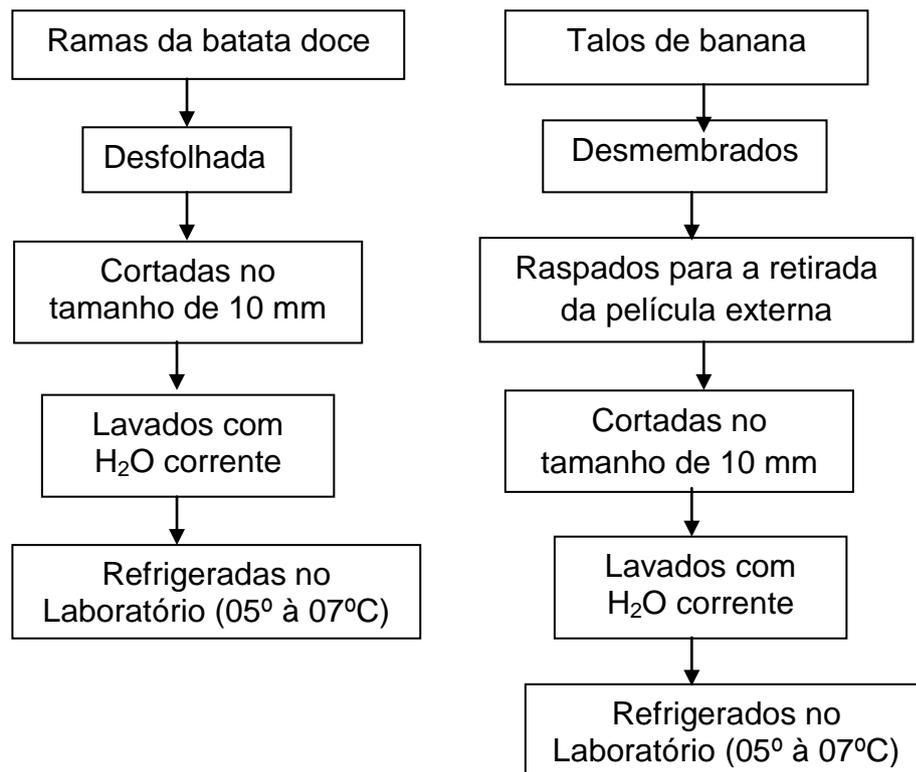


Figura 8 - Fluxograma das etapas de preparação das matérias primas utilizadas na obtenção das fibras.

Para a obtenção das fibras, as ramas de batata doce e os talos de banana passaram pelo processo de autoclavagem proposto por BELTRAN (2014), utilizando-se de temperatura de 127°C de calor úmido e pressão atmosférica de 1,5 kgf/cm², por 20 minutos. Essa etapa garante a retirada de parte da biomassa, diminuem ou eliminam a carga microbiana. As Figuras 9 e 10 ilustram as características das fibras vegetais antes e após a autoclavagem.

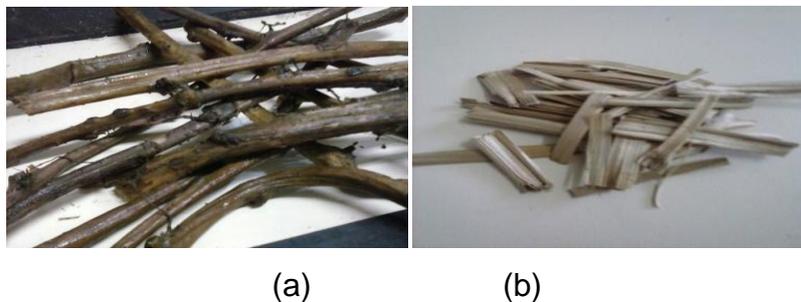


Figura 9 - Ramas da batata doce (a) in natura; (b) autoclavadas.



Figura 10 - Talos de banana (a) in natura; (b) sem película; (c) autoclavados.

Após resfriadas, as fibras diluídas em 30% de água (percentual em peso) foram desmembradas em um biodigestor usando um tempo de 5 minutos e uma velocidade de 500m/s e, posteriormente, lavadas em água corrente para a retirada de parte da biomassa. Na sequência, para assegurar a ausência de qualquer vestígio de umidade, estas foram colocadas em uma estufa a 30°C por 24 horas.

As fibras secas foram moídas em um moinho de facas da marca MARCONI, por 45 minutos, e peneiradas utilizando a peneira *mesh* 35. Dessa forma padronizou-se o tamanho de partícula das fibras que foi definido como sendo o material passante na peneira *mesh* 35. A definição pelo menor tamanho se justifica pela obtenção de maior superfície de contacto com o solo característica esta que influencia na biodegradação.

6.3 Caracterização das fibras vegetais

6.3.1 Análise do teor de extrativos solúveis, lignina residual e celulose

A análise do teor de extrativos solúveis das fibras vegetais foi feita conforme a norma TAPPI T207 om-93 em um extrator Soxhlet instalado no Laboratório de Anatomia e Macroscopia da Madeira do curso de Engenharia Industrial Madeireira da UFPel. Para tanto, utilizou-se aproximadamente $3,8 \pm 0,1$ g de fibras livre de umidade que foram colocadas em um balão com solvente (etanol) diluído em uma solução de etanol-tolueno (solvente), na proporção de 2:1 (etanol/etanol-tolueno). A mistura foi pesada e as fibras ficaram em refluxo no extrator por 6 horas, até a evaporação do solvente. Em seguida, o resíduo retirado do extrator foi seco em estufa (105 ± 2)°C por um período de 3h com subsequente resfriamento em

dissecador com sílica gel até obter massa constante. O percentual de extrativos solúveis em etanol/tolueno foi calculado de acordo com a equação 1.

$$\%Ext. \frac{C}{E} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad (\text{Eq. 1})$$

Em que: m_1 = massa (g) de fibras secas antes da extração e m_2 = massa (g) da amostra seca após extração.

A determinação do teor de lignina residual das fibras vegetais foi feita conforme a norma T222 om-98, utilizando-se 1g de fibras livres de extrativos solúveis com granulometria inferior a mesh 40, uma solução de 15 ml de ácido sulfúrico e 560 ml de água destilada. No ensaio, inicialmente, a amostra foi colocada em um almofariz com 15 ml de ácido sulfúrico 72%, macerada cuidadosamente, para se promover o máximo de desfibrilamento, e deixada em repouso por um período de 2h. Em seguida, a mistura foi transferida para um balão de 1L, sendo volume ajustado para 560 ml com água destilada, e aquecida sob refluxo por 4 horas. A lignina insolúvel foi filtrada em um funil de vidro sintetizado nº4, feito isso, a lignina, retida do funil de vidro sintetizado, foi seca em estufa (105 ± 2)°C por um período de 24 horas, sendo em seguida resfriada em dessecador com sílica gel e pesada em balança analítica até massa constante. O percentual de lignina insolúvel foi determinado de acordo com a equação 2.

$$\%L. K. ins. = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

Em que: % L.K.ins.= teor de lignina Klason insolúvel; m_1 = massa de lignina insolúvel seca em gramas e m_2 = massa da amostra seca em gramas.

A análise da celulose das fibras foi visual e feita por microscopia óptica (MO) em um equipamento da marca Olptiun, modelo TNB – 04T – PL, instalado no Laboratório de Caracterização de Materiais do curso de Engenharia de Materiais da UFPel. Nesta análise também se visualizou a presença da lignina residual. Para a realização dos ensaios as amostras de fibras foram coradas com azul de toluidina

0,5% diluído em água destilada, lavadas e fixadas em lâminas de vidro. O corante utilizado apresenta coloração rosada na presença de celulose e azul esverdeada na presença de lignina.

6.3.2 Morfologia e composição química

A determinação da presença de poros, da integridade das paredes e disposição das fibras no feixe foi feita por microscopia óptica (MO) em um equipamento da marca Olptiun, modelo TNB – 04T – PL, instalado no Laboratório de caracterização de materiais do curso de Engenharia de Materiais da UFPel, e por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um equipamento da marca JEOL, modelo JMS T-6060 e 5800, com aceleração de 20 kV e 10kV, instalado no Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS.

Para a análise por MO as amostras de fibras foram tratadas com hipoclorito de sódio e para análise por MEV as amostras foram secas, metalizadas com platina e ouro por sputtering e fixadas em um porta amostra com fita adesiva de carbono.

Durante a análise por MEV, a partir de uma sonda acoplada ao microscópio, fez-se também, a determinação da composição química quantitativa das fibras vegetais por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy).

6.3.3 Biodegradabilidade

A análise da biodegradabilidade das fibras vegetais foi por meio de ensaios de colorimetria (TAPPI T 524om-07(2007), que verificou a mudança de tonalidade dessas em razão do estado de degradação. Os ensaios foram realizados em um colorímetro da marca Konica Minolta, modelo CR-400, com abertura de sensor de 8 mm, fonte de luz D65 e ângulo de observação de 10°, instalado no Laboratório de Anatomia e Macroscopia da Madeira do curso de Engenharia Industrial Madeireira da UFPel.

6.4 Preparação do solo simulado

A avaliação da suscetibilidade microbiana dos corpos de prova foi realizada de acordo com a norma ASTM G160-03, que determina que o solo simulado deva ser composto a partir da mistura de 5,0kg de solo fértil com baixo teor de argila, 5,0kg de areia grossa e 5,0kg de esterco de cavalo seco por dois dias no sol, totalizando 15 kg de substrato. No processo, a mistura das matérias primas foi manual e ocorreu em duas etapas: primeiramente, a areia grossa e o solo fértil foram misturados durante 20 minutos e depois de peneirado em uma peneira de *mesh* 45; posteriormente, o material peneirado (passante na peneira de *mesh* 45) foi colocado em uma bacia e acrescentado o esterco de cavalo seco, sendo misturado manualmente, até obter homogeneidade.

O solo obtido (Figura 11) foi armazenado em uma bacia plástica (com 36 cm de diâmetro e 12 cm de profundidade), coberto com tela de algodão e envelhecido por três meses em temperatura e umidade ambiente, sendo examinado e misturado no intervalo de dois a três dias. Essa etapa do processo é essencial para que ocorra a maturação do solo simulado.



Figura 11 - Solo simulado em processo de maturação.

De acordo com a norma ASTM G160-03, o solo simulado encontra-se em condições ideais para a avaliação da suscetibilidade microbiana quando um tecido de 100% de algodão com gramatura entre 400 e 475 g.m⁻² enterrado neste por cinco dias chegar à ruptura em ao menos 50% da resistência à tração. Para a verificação dessa condição foram preparados em triplicata corpos de prova de tecido de

algodão no formato de tiras, nas dimensões de 50 x 500 mm, e gramatura de 400 g.m⁻², que foram enterrados no solo simulado conforme ilustrado na Figura 12.

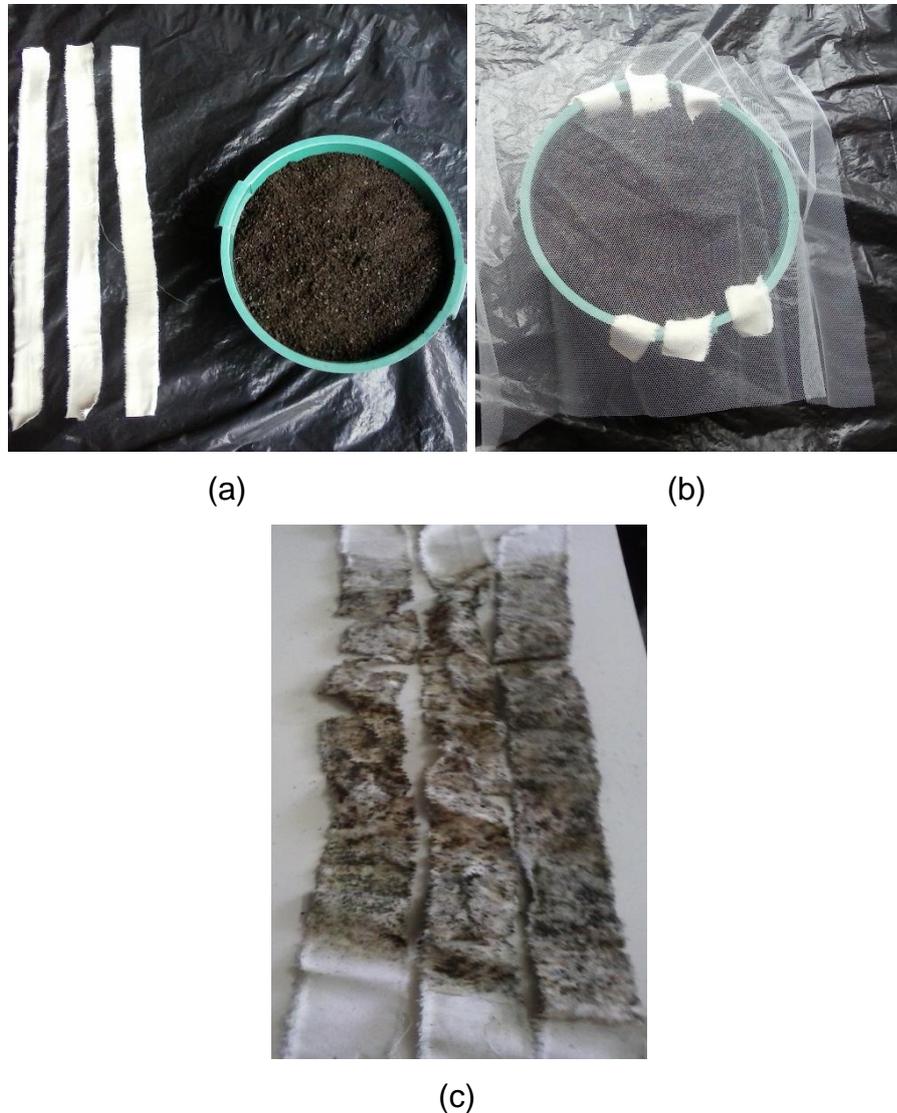


Figura 12 - Teste de biodegradabilidade do solo simulado. (a) Tiras e solo simulado; (b) tiras em teste; (c) tiras degradada.

Decorridos os cinco dias, as tiras foram desenterradas e secas a temperatura ambiente. Por observação visual verificou-se que estas foram parcialmente decompostas, comprovando que o solo estava próprio para uso nos testes de biodegradação. Os testes de tração não foram feitos porque as tiras apresentavam-se muito frágeis rompendo facilmente já na fase de extração do solo simulado.

6.5 Obtenção dos compósitos de fibras vegetais e ligante a base de PVA.

Os tratamentos analisados foram os compósitos elaboradas a partir das misturas em peso contendo:

- 92% de fibras da rama de batata doce + 8% de ligante a base de PVA, identificada como formulação **F1**.

- 92% de fibras dos talos de banana + 8% de ligante a base de PVA, identificada como formulação **F2**.

- 46% de fibras da rama de batata doce + 46% de fibras dos talos de banana + 8% de ligante à base de PVA, identificada como formulação **F3**.

O ligante utilizado na obtenção dos compósitos foi a cola PVA da marca Cascorez, também conhecida como cola branca. A quantidade utilizada (8%) foi definida a partir de experimentação laboratorial, na qual foram testadas quantidades de 1%, 3%, 5% e 8% do ligante. Os testes mostraram que para as quantidades de 1%, 3% e 5% as misturas não se mostravam uniforme e se rompiam ou perdiam partes ao serem manuseadas. Já com 8% a mistura mostrou-se homogênea e resistente ao manuseio, sem rupturas.

Para a análise dos três compósitos propostos foram conformados 21 corpos de prova por mistura, num total de 63, conforme procedimento descrito no fluxograma da Figura 13.

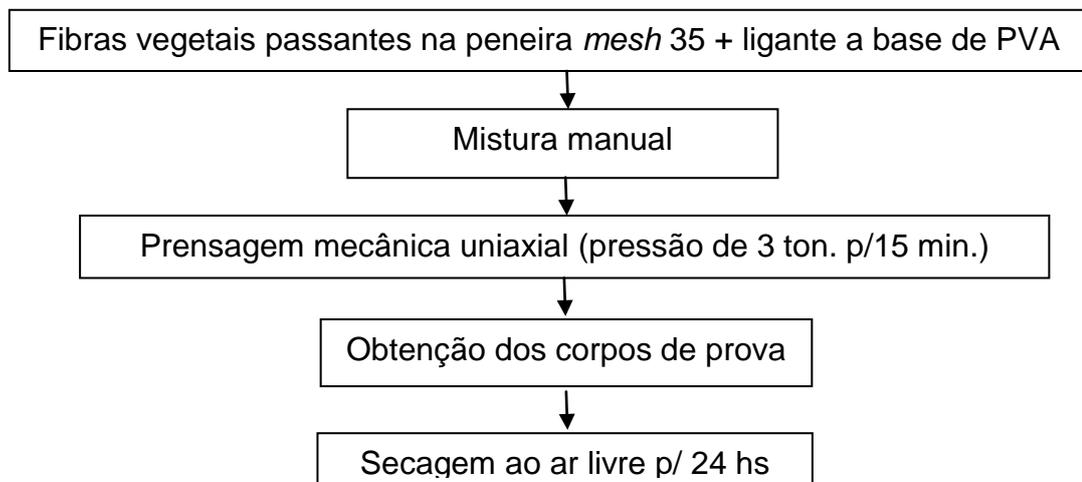


Figura 13 - Fluxograma representativo do preparo dos corpos de prova dos compósitos usados para a análise de biodegradabilidade.

Os corpos de prova obtidos na prensa foram no formato cilíndrico com diâmetro igual a 30 mm e espessura de 3 mm. Para a obtenção dos corpos de prova descritos pela ASTM G160 – 03, de secção quadrada com dimensões iguais a 25 mm x 25 mm x 3 mm (largura, comprimento e espessura, respectivamente), os corpos cilíndricos foram cortados com o auxílio de uma tesoura (Figura 14). Nestes, utilizando-se de uma agulha de aço de 3 mm de diâmetro e 125 mm de comprimento, fez-se um furo no centro de cada quadrado que foi utilizado para colocar um cordão de algodão com 30 cm de comprimento e uma etiqueta identificadora. Cada corpo de prova foi pesado em balança analítica com precisão de 0,001g.



Figura 14 - Corpos de provas utilizados na análise de biodegradabilidade dos corpos de prova dos compósitos F1, F2 e F3 em solo simulado.

6.6. Análise da biodegradabilidade dos compósitos de fibras vegetais e ligante a base de PVA

O ensaio de biodegradabilidade dos compósitos foi realizado com controle do pH e da umidade do solo simulado. Foram preparados 12 frascos nos quais os corpos de prova foram enterrados e identificados da seguinte forma: compósito com fibras da rama de batata doce + PVA (número 1), compósito com fibras do talo de banana + PVA (número 2) e compósitos com fibras da rama da batata doce e do talo de banana + PVA (número 3), conforme demonstrado na Figura 15:

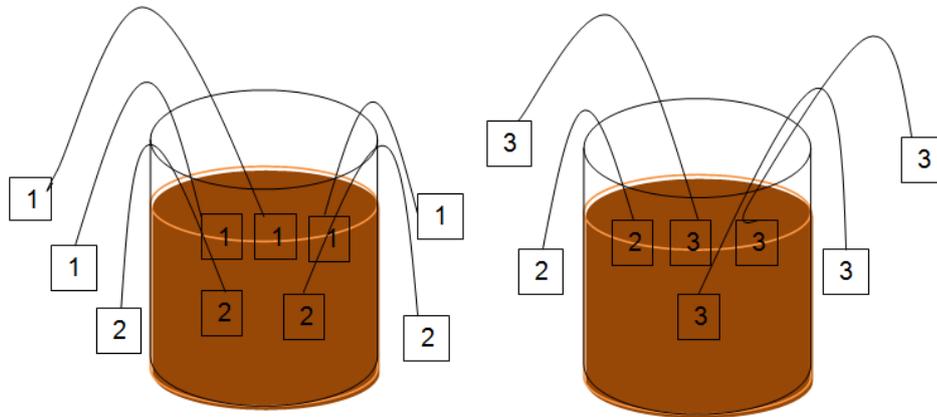


Figura 15 - Disposição dos corpos de amostras no frasco com solo simulado.

Na análise os corpos de prova enterrados foram retirados na 1^a, 2^a, 3^a, 4^a, 8^a e 12^a semanas, segundo a norma ASTM G 160 - 03 . O processo de biodegradação foi anaeróbico com os corpos de prova colocados em um frasco de vidro (figura 16) tampado para evitar alterações do pH e da umidade do solo. Os frascos tampados foram colocados em uma estufa de cultura bacteriológica da marca Nova, a temperatura de 30°C, Figura 16:



Figura 16 - Corpos de prova nos frascos tampados colocados em estufa.

A análise da biodegradabilidade dos compósitos foi feita a partir de caracterização macro e microscópica. A análise macroscópica foi por observação visual, registrada fotograficamente e cálculo da perda de massa. A análise microscópica foi feita a partir da determinação das alterações das ligações químicas da estrutura molecular, da composição química do compósito e da observação da microestrutura.

- **Análise macroscópica**

Para a análise visual da degradação dos compósitos utilizou-se uma câmera de 5 Megapixel, resolução de 2592x1944p e flash LED.

A determinação da perda de massa dos compósitos ocorreu ao final de cada semana programada, sendo os corpos de prova retirados dos frascos e limpos com auxílio de um pincel macio. Após a limpeza, estes foram colocados em um dessecador para obtenção de massa constante e, no seguimento, foram pesados em balança digital com sensibilidade de 0,001 g. A perda de massa, representativa da degradação, foi determinada a partir da diferença entre o peso dos corpos de prova antes de serem enterrados (P_i) e o peso final (P_f) semanal do corpo de prova enterrado. Para o cálculo utilizou-se a equação 3.

$$PM = \frac{[(P_i - P_f)]}{P_i} \times 100 \quad (\text{Eq. 3})$$

Em que: PM é peso da perda de massa; Pi é o peso inicial do corpos de prova não enterrado e Pf é o peso final semanal do corpo de prova enterrado.

- **Análise Microscópica por FTIR**

A análise da degradação dos compósitos a partir das alterações nas ligações químicas das estruturas moleculares foi por espectrometria na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), em um equipamento da marca Cromate, modelo Jasco FT/IR – 4100, instalado no Laboratório de Anatomia e Macroscopia da Engenharia Industrial Madeireira da UFPel. A espectroscopia na região do infravermelho (4000 a 550 cm^{-1}) é uma técnica que pode ser diretamente aplicada em análises de fibras vegetais. A literatura afirma que esta técnica é usada como ferramenta para compreender a estrutura de ligninas isoladas e para dar informação sobre grupos químicos, removidos e/ou adicionados durante os processos de isolamento (MARABEZI, 2009).

Na análise por FTIR buscou-se identificar as alterações nas ligações químicas da estrutura molecular dos compósitos em corpos de prova não enterrados e enterrados, visando a observação de sua biodegradação, ou seja, da seguinte reação formada: $\text{corpo de prova} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{biomassa} + \text{resíduo}$

Na análise dos corpos de prova dos compósitos F1, F2 e F3 os espectros foram analisados na região do infravermelho médio nas frequências de 4500 a 500 cm^{-1} , com uma resolução espectral de 4 cm^{-1} com 36 a 40 scans automáticos para registro do espectro. Para a análise das ligações utilizou-se picos característicos de fibras vegetais apresentados na Tabela 2, identificados por vários autores.

Tabela 2 - Valores e atribuições de picos característicos de fibras vegetais.

Faixa de absorção (cm⁻¹)	Atribuição	Estrutura molecular	Fonte
3025	Estiramento C-H do anel aromático do estireno		TURCHET; FELISBERTI, 2006
2970	Vibrações de valência simétrica do grupo CH ₂ e CH ₂ OH	Polissacarídeos	MELO, 2007
2915	Estiramento CH de grupos metila e/ou metileno, simétrico e assimétrico.	Polissacarídeos	MARABEZI, 2009
2850	Estiramento de C-H de estrutura de grupos saturados de CH ₂ e CH ₃	Gorduras	TROEDEC et al. 2008
2370	CO ₂		SCREMIN, 2004
2320	Deformação axial de OH		GUIMARÃES, 2010
1732	Estiramento C=O, em cetona não conjugadas, carbonilas e em ésteres (frequentemente de carboidratos).	Xilanas (hemicelulose)	TROEDEC et al. 2008 MARABEZI, 2009
1645	OH	Água	TROEDEC et al. 2008
1505	C=C estiramento simétrico aromático		TROEDEC et al. 2008
1450	Deformação assimétrica C-H, em -CH ₃ e -CH ₂ -		SCREMIN, 2004 MARABAZI, 2009
1374	Estiramento C-H alifático em CH ₃ ; estiramento O-H fenólico	Celulose	RAZERA, 2006 MARABEZI, 2009
1240	C-O grupo aril	Lignina	TROEDEC et al. 2008
1162	C-O-C estiramento assimétrico e Estiramento C - O em grupos ésteres conjugados.	Celulose, Hemicelulose	TROEDEC et al. 2008; MARABEZI, 2009
1100	Diferentes grupos de deformação angular fora do plano de C-H (estruturas primárias e PO ²⁻ , ou estiramentos P-OH de grupos éster fosfato.		SCREMIN, 2004
1035	Deformação C-H aromático; deformação C-O de álcool primário.	Lignina	MARABEZI, 2009.
895	Ligações glicosídicos simétricas	Polissacarídeos	TROEDEC et al. 2008
844	Estiramento C-H fora do plano nas posições 2 e 6 de siringila, guaiacila, e em todas as posições da unidade hidroxifenila.	Ligninas	MARABEZI, 2009

Fonte: TROEDEC, et al., 2008

A análise da alteração da composição química quantitativa dos compósitos F1, F2 e F3 foi por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy), a partir de uma sonda acoplada em um microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL, modelo JMS T-5800, com aceleração de 20 kV, instalado no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da Universidade Federal de Porto Alegre (UFRGS). A análise ocorreu somente na 1^a, 4^a e 12^a semanas devido dificuldades encontradas na disponibilidade de horas de uso do equipamento.

Na análise procurou-se observar a presença do silício, que são encontrados na parede celular das fibras vegetais na forma de sílica e carbonato de cálcio, e também o nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio, magnésio, cloro e sódio que podem ser encontrados nas fibras vegetais porque estão, comumente, presentes no solo.

Outro elemento químico que pode ser encontrado é o alumínio que para a maioria das culturas é um elemento químico tóxico (MONTE SERRAT, 2002).

6.7 Ensaio de biodegradabilidade do ligante PVA

A análise de biodegradabilidade do ligante PVA foi feita em corpos de prova nas dimensões de 25 mm x 25 mm x 3 mm (largura, comprimento e espessura, respectivamente) que foram enterrados (Figura 17) no solo simulado preparado para os compósitos. Nestes, utilizando-se de uma agulha de aço de 3 mm de diâmetro e 125 mm de comprimento, fez-se um furo no centro de cada quadrado que foi utilizado para colocar um cordão de algodão com 30 cm de comprimento e uma etiqueta identificadora da semana a ser testada. A análise da degradação foi por meio de observação direta, registrada fotograficamente, durante cinco semanas.



Figura 17 - Teste de biodegradabilidade do ligante a base de PVA em solo simulado

7. RESULTADOS E DISCUSSÕES

7.1 Caracterização das fibras vegetais

- **Análise morfológica**

As Figuras 18 e 19 apresentam micrografias das fibras vegetais obtidas por microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV).



Figura 18 - Micrografias por MO das fibras vegetais extraídas da rama da bata doce (a) e do talo da banana (b) com aumento de 20x.

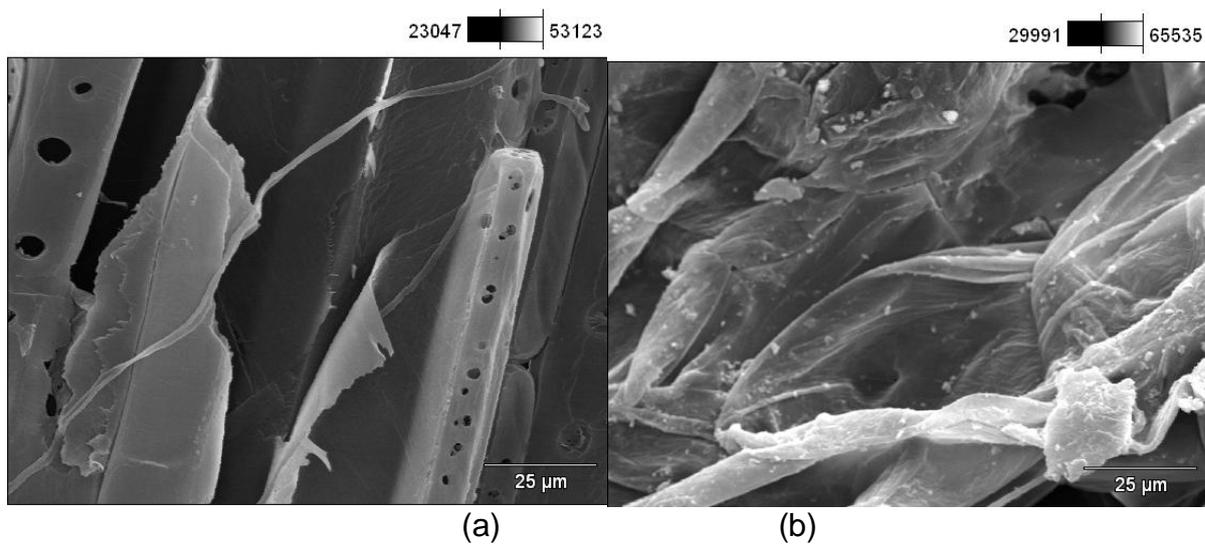


Figura 19 - Micrografias por MEV das fibras vegetais extraídas da rama da bata doce (a) e do talo da banana (b) com aumento de 20x.

Observaram-se nas micrografias ópticas das Figuras 18, ambas as fibras apresentam-se alongadas, rugosas, irregulares e com reentrâncias. Quanto a micrografias obtidas por MEV (Figura 19) é possível observar que as fibras da rama da batata doce apresentam espaços vazios e poros na parede celular. Para as fibras do talo da banana não foi possível uma boa visualização, devido à baixa amplitude utilizada.

- **Perda de massa**

A Tabela 3 apresenta a perda de massa das fibras vegetais. Como se pode ver, o processo de autoclavagem resultou em elevada e similar perda de massa para as matérias primas utilizadas.

Tabela 3 – Medidas de massa inicial e final das matérias primas:

Matéria prima	Peso inicial (Pi)	Peso Final (Pf)	Perda de massa média (%)
Ramas de batata doce	100g	11,11g	88,89
Talos de banana	100g	9,72g	90,28

- **Análise do teor de extrativos solúveis e de lignina insolúvel**

As Tabelas 4 e 5 apresentam os resultados do teor de extrativos solúveis e de lignina insolúvel das fibras vegetais utilizadas.

Tabela 4 - Teor de extrativos solúveis de fibras vegetais

Fibras	(g)	(%)
Ramas da batata doce	3,9818	1,389
Talos de banana	3,8046	1,204

Tabela 5 - Teor de lignina insolúvel de fibras vegetais.

Fibras	(g)	(%)
Ramas da batata doce	1,0013	20,77
Talos de banana	1,0011	17,58

Como pode ser visto na Tabela 4, a análise dos teores de extrativos solúveis em etanol-tolueno nas fibras vegetais, extraídas das ramas de batata doce e dos talos de banana, comparativamente, não apresenta variação significativa (0,185%). Esse resultado indica que o processo utilizado na obtenção das fibras vegetais proposto por Beltran (2014), foi eficiente e pode ser utilizado para ambas.

Quando a presença de lignina insolúvel percebe-se na Tabela 5 que a fibra da rama da batata doce apresenta um maior teor de lignina insolúvel (20,77%). Segundo Raven et al. (2001), maiores teores de lignina levam a uma degradação mais lenta, pois este é um composto que confere rigidez. Portanto, o resultado obtido pode indicar que a fibra da rama de batata doce terá uma degradação mais lenta em relação à fibra do talo de banana.

- **Análise da presença de celulose e de lignina insolúvel**

As Figuras 20 e 21 apresentam micrografias ópticas das fibras vegetais utilizadas na análise da presença de celulose e de lignina insolúvel

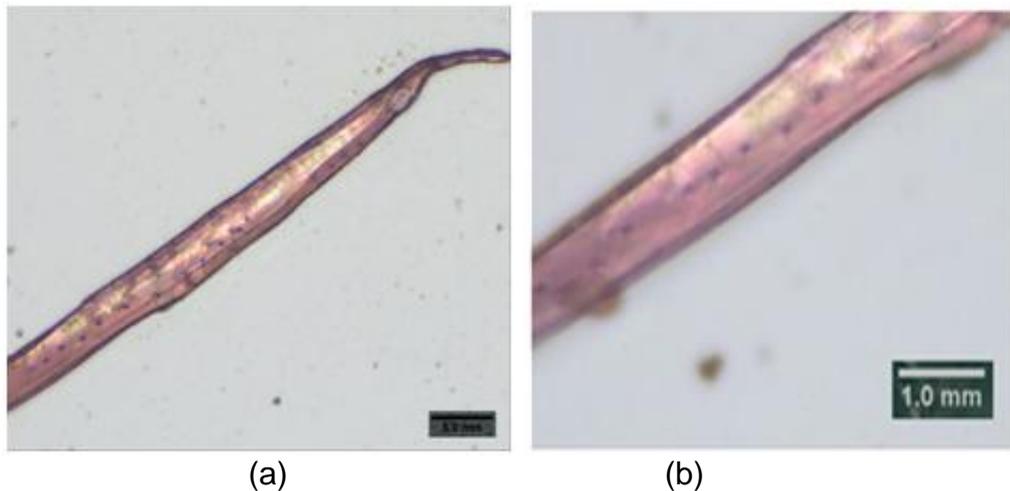


Figura 20 - Micrografias ópticas das fibras da rama da batata-doce com aumento de 100x(a) e com aumento de 200x (b).

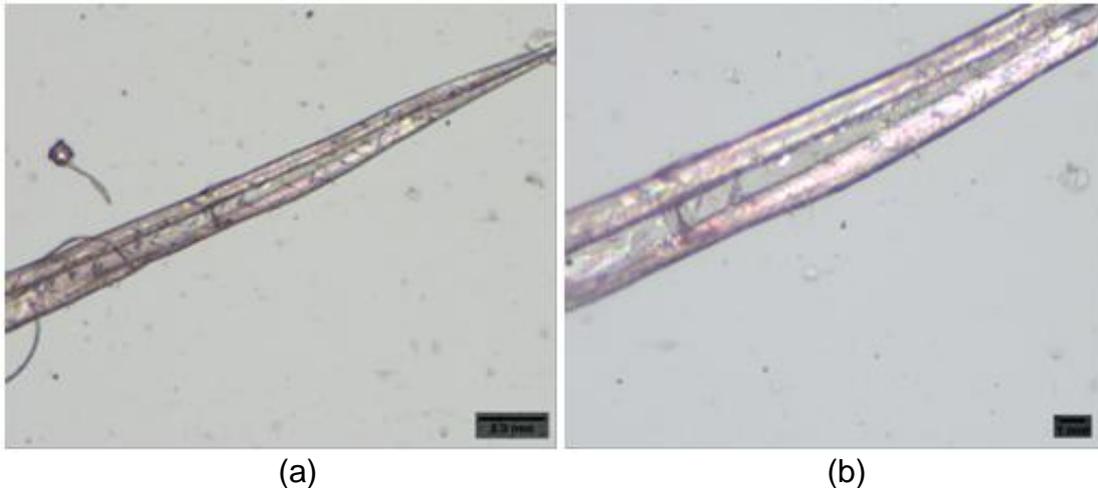


Figura 21 - Micrografias ópticas das fibras do talo da banana com aumento de 100x(a) e com aumento de 200x (b)

Como pode ser observada na Figura 20, a fibra da rama da batata doce se apresenta bastante lisa, com forma arredondada e com grânulos em toda a sua extensão. Possui coloração predominantemente rosada, comprovando a presença de celulose e pontos, na sua parede externa, da cor azul esverdeado confirmando a existência de lignina. Já na Figura 21, as micrografias das fibras vegetais extraídas do talo da banana apresentam forma alongada, presença de poros e cor rosa uniforme das paredes o que indica a presença de celulose. Além disso, a separação entre as fibras no feixe representa a presença de lignina o que pode ser confirmado também pela cor azul esverdeado e pela forma arredondada.

- **Biodegradabilidade**

A Tabela 6 apresenta os valores médios dos parâmetros colorimétricos identificados nas fibras vegetais. Nessa, os parâmetros colorimétricos L^* , a^* e b^* são obtidos pelo aparelho, de acordo com o Sistema CIELAB, Gonzalez, et al., (2001), e os parâmetros C^* e h^* são obtidos pelas equações 4 e 5:

$$C^* = \frac{(a^{*2} + b^{*2})}{2} \quad (\text{Eq. 4})$$

$$h^* = \tan^{-1} \left(\frac{b^*}{a^*} \right) \quad (\text{Eq. 5})$$

Tabela 5 - Valores médios dos parâmetros colorimétricos das fibras vegetais.

Fibras	L*	a*	b*	C*	h*	Cor
Rama da batata doce	53,92	6,52	16,14	17,41	68,01	
Talos de banana	62,36	3,26	20,32	20,58	80,9	

Observando-se os valores dos parâmetros na Tabela 5, verifica-se que: o parâmetro L* (luminosidade ou claridade) das fibras da rama da batata doce foi menor (53,92) que o das fibras do talo de banana (62,36): que a coordenada a*, que posiciona a cor do objeto no eixo verde-vermelho, em ambas as fibras apresentou valores positivos, indicando que está refletindo no laranja e no vermelho; e que a coordenada b*, que descreve a cor do objeto no eixo amarelo-azul, também apresentou valores positivos significando que a cor está mais próxima do amarelo. O parâmetro C*, que mostra o valor da saturação da cor, mostrou que as fibras apresentam valores muito próximos, indicando estarem ambas na mesma condição de saturação da cor e que o parâmetro h* (que definem o ângulo de tinta) apresentou valores mais próximos do eixo amarelo. Os resultados obtidos indicam que ambas as fibras se degradam, independente da quantidade de lignina (RAVEN et al. 2001).

7.2. Análise da biodegradabilidade dos compósitos de fibras vegetais + PVA

- **Observação visual e registro fotográfico**

A observação visual da biodegradação dos compósitos F1, F2 e F3 foram feita em corpos de prova extraídos em todas as semanas programadas. As Figuras 22, 23 e 24 apresentam as imagens fotográficas obtidas.

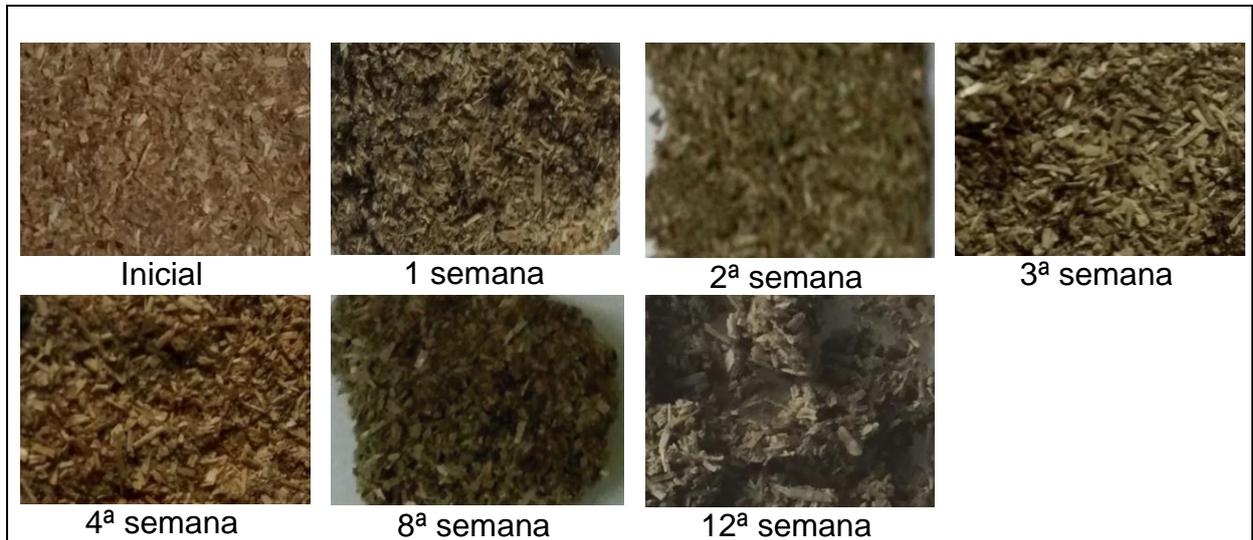


Figura 22 - Imagens fotográficas da biodegradação do compósito F1 (fibras da rama da bata doce + PVA).



Figura 23 - Imagens fotográficas da biodegradação do compósito F2 (fibras do talo da banana + PVA).

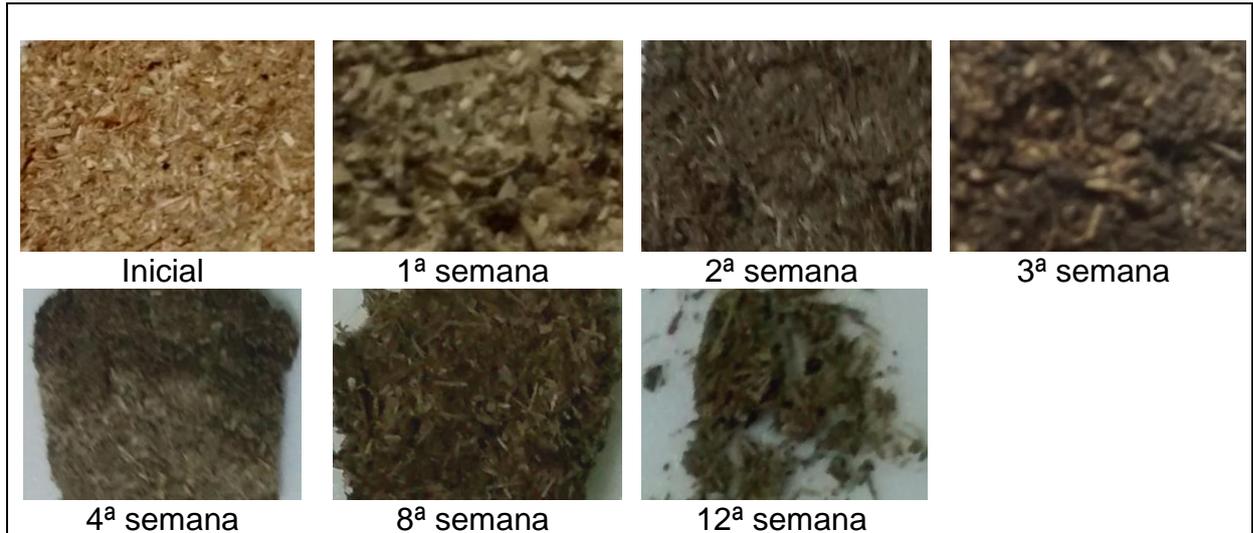


Figura 24 - Imagens fotográficas da biodegradação do compósito F3 (fibras da rama da batata doce e do talo da banana + PVA).

Analisando-se as imagens fotográficas das Figuras 22, 23 e 24 verifica-se que para os três compósitos houve uma nítida mudança de coloração já nos estágios iniciais do contato com o solo simulado, devido a mudança de coloração das fibras que, nesse contexto, apresenta como primeiro sintoma a desintegração das fibras e o aparecimento de bandas marrom escuras ou marrons arroxeadas, dependendo da espécie de fungo envolvido (MENDES e ALVES, 1988).

Outro aspecto notado nas imagens fotográficas para os três compósitos foi o amolecimento das fibras, ocorrido com maior intensidade a partir da 8ª semana, causado pelo apodrecimento acompanhado de uma textura quebradiça, que dificultou a retirada do corpo de prova por inteiro do solo. Também, foi possível sentir a presença de um cheiro desagradável nos corpos de prova, provavelmente provocado pelo ataque dos fungos nas fibras. Vários fungos conferem um cheiro peculiar nas fibras quando estão se desenvolvendo e essa mudança de odor é utilizada no reconhecimento do nível de apodrecimento (MENDES e ALVES, 1988).

- **Perda de massa dos compósitos**

A Tabela 7 apresenta os resultados de perda de massa dos compósitos nas semanas estipuladas.

Tabela 6 - Perda de massa média dos compósitos (% em peso).

Semana	F1	F2	F3
1^a	17,44	8,85	16,96
2^a	41,75	36,58	28,65
3^a	32,90	31,63	27,34
4^a	36,24	26,44	28,76
8^a	53,41	59,22	67,03
12^a	72,35	66,04	69,88

Analisando-se os resultados da Tabela 6 observa-se que já na 8^a semana os corpos de prova dos compósitos apresentaram mais de 50% de degradação e que o compósito F3 (fibras da rama da batata doce + fibras de talo de banana + PVA) foi o que mais se degradou. Além disto, neste período, comparando-se os compósitos F1 e F2 observa-se que o último foi o que apresentou maior degradação. Estes resultados confirmam a teoria de Raven et al. (2001) sobre o fato de que a fibra da rama da batata doce poderia apresentar degradação mais lenta devido a maior presença de lignina. Entretanto, analisando-se os resultados da 12^a semana observa-se uma inversão de comportamento que, provavelmente, pode ser resultante da dificuldade de retirada do solo simulado devido a elevada fragilidade apresentada pelos corpos de prova do compósito F1.

- **Análise das ligações químicas das estruturas moleculares**

A Figura 25 apresenta a análise FTIR do compósito F1 (fibras da rama da batata doce + PVA), obtida a cada semana programada.

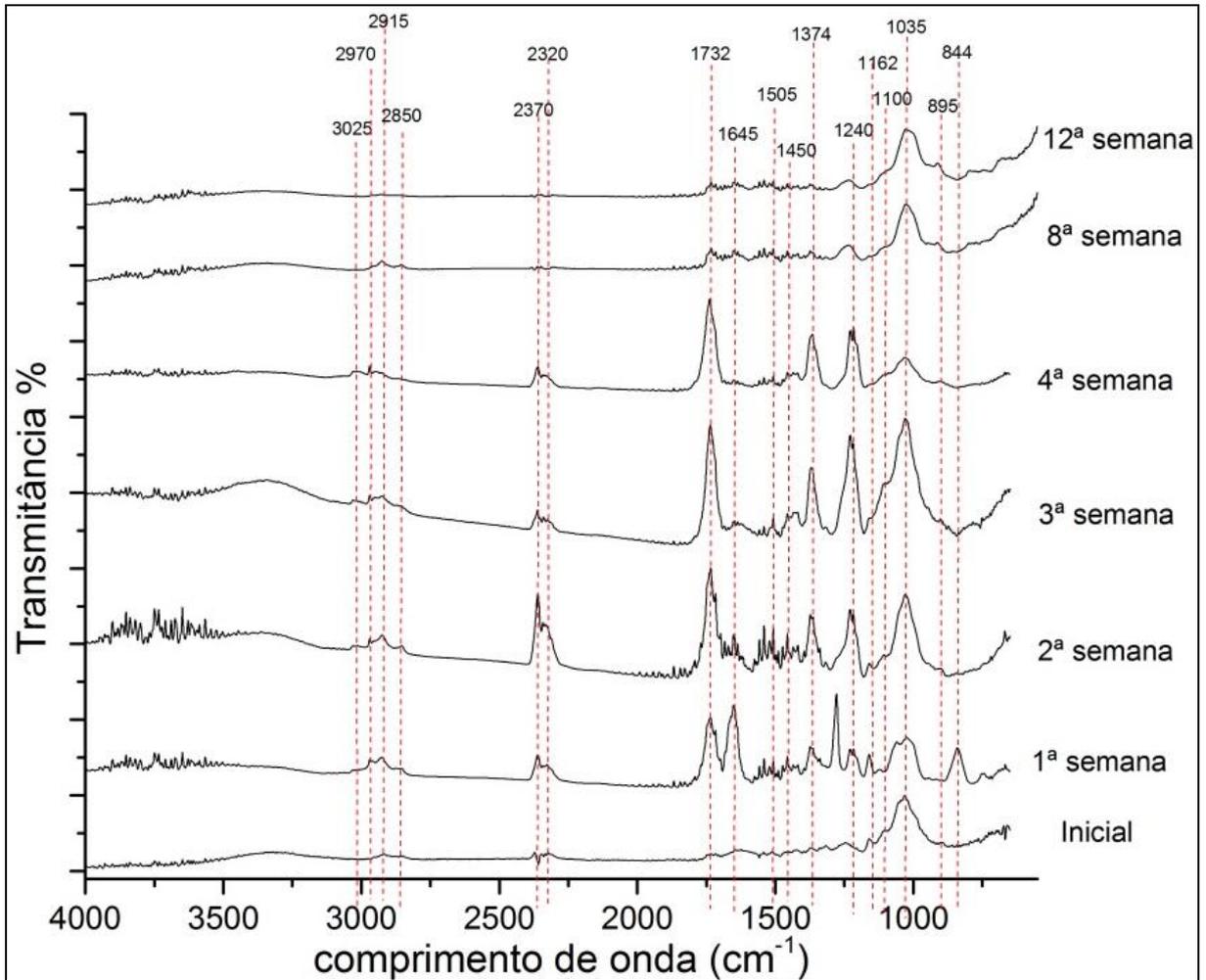


Figura 25 - Infravermelho do compósito F1 (fibras da rama da batata doce + PVA).

Observando-se os espectros da semana inicial (corpo de prova não enterrado) foi possível verificar uma só banda de ligações em torno do pico 1035 cm^{-1} , características das ligações aromáticas, identificada na literatura por Marabezi (2009).

Passada a 1ª semana constatou-se o surgimento de novas bandas nos picos 2970 cm^{-1} (MELLO, 2007), 2915 cm^{-1} (MARABEZI, 2009), 2850 cm^{-1} (TROEDEC, 2008), 2370 cm^{-1} e 2320 cm^{-1} (GUIMARÃES, 2010). Ainda no mesmo espectro surgiram picos de maior intensidade em 1732 cm^{-1} (TROEDEC, 2008 e MARABEZI, 2009) e 1645 cm^{-1} (TROEDEC, 2008) e em 1374 cm^{-1} (RAZERA, 2006; MARABEZI, 2009), 1240 cm^{-1} (TROEDEC, 2008), 1162 cm^{-1} (TROEDEC, 2008 e MARABEZI, 2009) e picos de menor intensidade em 1035 cm^{-1} (MARABEZI, 2009) caracterizado por uma banda larga e em 844 cm^{-1} (MARABEZI, 2009) caracterizado por uma banda pequena.

Na 2ª semana surgiu o pico em 3025 cm^{-1} (TURCHET; FELISBERTI, 2006) e os picos em 2970 cm^{-1} , 2915 cm^{-1} , e 2850 cm^{-1} se mantiveram com a mesma intensidade. No entanto, os picos em 2370 cm^{-1} e 2320 cm^{-1} tiveram um grande aumento na intensidade. O pico em 1732 cm^{-1} também aumentou sua intensidade. Já no pico em 1645 cm^{-1} foi observada uma grande diminuição de intensidade. Nessa semana também surgiu o pico em 1505 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008) e os picos em 1374 cm^{-1} , 1240 cm^{-1} e 1035 cm^{-1} continuaram a aumentar a intensidade, sendo que o último ficou mais agudo.

Na 3ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} e 2915 cm^{-1} mantiveram a intensidade da 2ª semana, porém o pico em 2850 cm^{-1} desapareceu. Os picos em 2370 cm^{-1} e em 2320 cm^{-1} reduziram a intensidade. Em 1732 cm^{-1} houve aumento da intensidade, entretanto em 1645 cm^{-1} nota-se que a intensidade diminuiu. O pico em 1374 cm^{-1} manteve-se com a mesma intensidade da 2ª semana e em 1240 cm^{-1} houve um aumento acentuado.

Na 4ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} , 2915 cm^{-1} , 2370 cm^{-1} e em 2320 cm^{-1} se mantiveram com a mesma intensidade da 3ª semana, contudo em 1732 cm^{-1} houve uma pequena redução de intensidade e o pico em 1645 cm^{-1} desapareceu. Os picos em 1374 cm^{-1} , 1240 cm^{-1} e 1035 cm^{-1} tiveram uma diminuição na intensidade.

Na 8ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} , 2370 cm^{-1} e 2320 cm^{-1} desapareceram, permanecendo somente os picos em 2915 cm^{-1} , 1732 cm^{-1} , 1374 cm^{-1} e 1240 cm^{-1} , com baixa intensidade. Já com o pico de 1035 cm^{-1} com pequeno aumento de intensidade em relação à 4ª semana e surge um pequeno pico em 895 cm^{-1} .

Por fim, na 12ª semana os picos em 2915 cm^{-1} , 1732 cm^{-1} , 1374 cm^{-1} e 1240 cm^{-1} desapareceram e os picos em 1035 cm^{-1} (MARABEZI, 2009) e 895 cm^{-1} , (TROEDEC et al, 2008) representativos das ligações aromáticas e glicosídicas, mantiveram a mesma intensidade observada na 8ª semana.

A análise de FTIR do compósito F1 mostra que com o decorrer do tempo ocorreram alterações nas ligações químicas, provavelmente devido à degradação do PVA, lignina e hemicelulose. Os picos identificados na 12ª semana indicam a presença de resíduos de lignina, resultado já esperado por causa da fibra da rama de batata doce ainda existente no compósito.

A Figura 26 apresenta a análise FTIR do compósito F2 (fibras do talo da banana + PVA), obtida a cada semana programada.

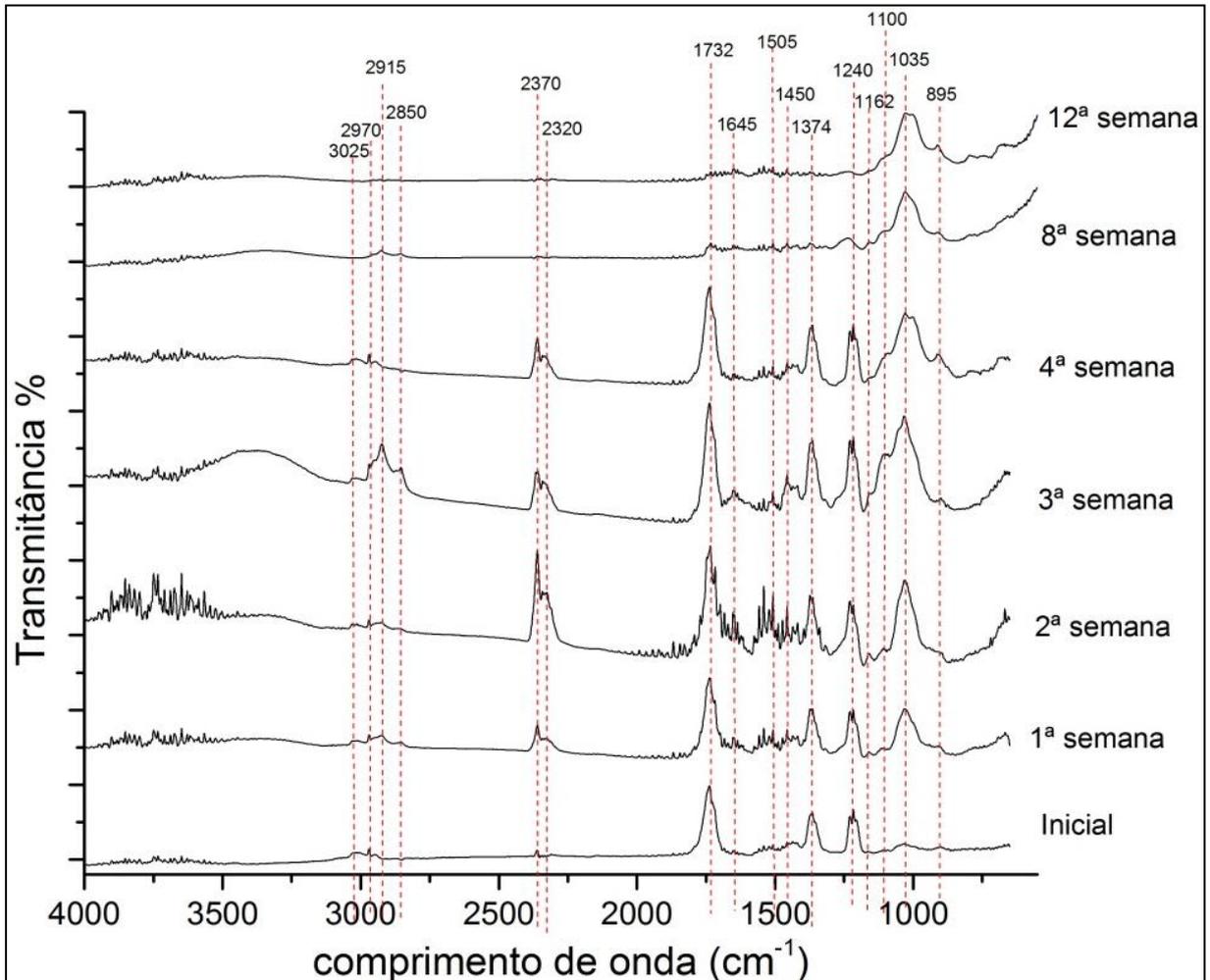


Figura 26 - Infravermelho do compósito F2 (fibras do talo da banana + PVA).

Observando os espectros da semana inicial (corpo de prova não enterrado) foi possível identificar uma banda larga de alta intensidade no pico em 1732 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008 e MARABEZI, 2009) e bandas menores com picos de intensidade atenuados em 1374 cm^{-1} (RAZERA, 2007 e MARABEZI, 2009) e 1240 cm^{-1} (TROEDEC, 2008). Além disto, também, identificaram-se bandas largas de baixa intensidade nos picos em 3025 cm^{-1} (TURCHET; FELISBERTI, 2006), 2970 cm^{-1} (MELO, 2007), 2370 cm^{-1} (SCREMIN, 2007) e 1035 cm^{-1} (MARABEZI, 2009). Diferentemente, da formulação F1, o compósito com fibras de talo de banana apresenta-se com maior número de ligações químicas.

Passada a 1ª semana surgiu os picos em 2915 cm^{-1} (MARABEZI, 2009), 2850 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008) e 2320 cm^{-1} (GUIMARÃES, 2010) e os picos em 3025 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} e 2370 cm^{-1} tiveram um pequeno aumento de intensidade. Já os picos em 1732 cm^{-1} , 1374 cm^{-1} e 1240 cm^{-1} mantiveram a intensidade da semana inicial. Contudo o pico em 1035 cm^{-1} aumentou a intensidade e a largura.

Na 2ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} , 2915 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} e 2970 cm^{-1} mantiveram-se iguais à 1ª semana. Já os picos em 2370 cm^{-1} , 2320 cm^{-1} , 1732 cm^{-1} , 1374 cm^{-1} , 1240 cm^{-1} e 1035 cm^{-1} aumentaram a intensidade. Além disso, houve o surgimento dos picos em 1645 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008), 1505 cm^{-1} , (TROEDEC et al, 2008), 1450 cm^{-1} (SCREMIN, 2004; MARABEZI, 2009), 1162 cm^{-1} , (TROEDEC et al, 2008; MARABEZI, 2009), 1100 cm^{-1} (SCREMIN, 2004) e 895 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008).

Na 3ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 1645 cm^{-1} , 1505 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} e 895 cm^{-1} permaneceram iguais à 2ª semana. Contudo os picos em 2970 cm^{-1} , 2915 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} , 1732 cm^{-1} , 1100 cm^{-1} , aumentaram a intensidade e os picos em 2370 cm^{-1} e 2320 cm^{-1} reduziram a intensidade.

Na 4ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 2370 cm^{-1} , 2320 cm^{-1} , 1732 cm^{-1} , 1374 cm^{-1} e 1240 cm^{-1} se mantiveram com a mesma intensidade da 3ª semana. Já os picos em 1035 cm^{-1} e 895 cm^{-1} aumentaram a intensidade e os picos em 1645 cm^{-1} , 1505 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} e 1100 cm^{-1} sofreram uma pequena redução na intensidade e por fim os picos em 2915 cm^{-1} e 2850 cm^{-1} desapareceram.

Na 8ª semana os picos em 3025 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} , 2370 cm^{-1} , 2320 cm^{-1} , 1645 cm^{-1} , 1505 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} e 1374 cm^{-1} desapareceram. Entretanto, surgiu um pico em 2850 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008) os picos em 2915 cm^{-1} e 895 cm^{-1} se mantiveram com a mesma intensidade da 4ª semana, já o pico em 1035 cm^{-1} aumentou a intensidade e a largura.

Na 12ª semana os picos em 2915 cm^{-1} , 2950 cm^{-1} e 1732 cm^{-1} desapareceram, os picos em 1035 cm^{-1} e 895 cm^{-1} permaneceram com a mesma intensidade em relação à 8ª semana.

Assim, como para o compósito F1, a análise de FTIR do compósito F2 mostrou que com o decorrer do tempo ocorreram alterações nas ligações químicas. Porém, para o compósito F2, na 12ª semana percebe-se que redução da quantidade e intensidade das bandas foi muito maior, indicando que para este compósito a degradabilidade foi mais intensa e que o maior número de ligações químicas da fase

inicial não interferiu na degradação final. A degradação deste compósito apresentou os mesmos picos identificados no compósito F1, ou seja, a presença de lignina residual das fibras ainda presentes no compósito.

A Figura 27 apresenta a análise FTIR do compósito F3 (fibras de rama da batata doce e do talo da banana + PVA), obtida a cada semana programada.

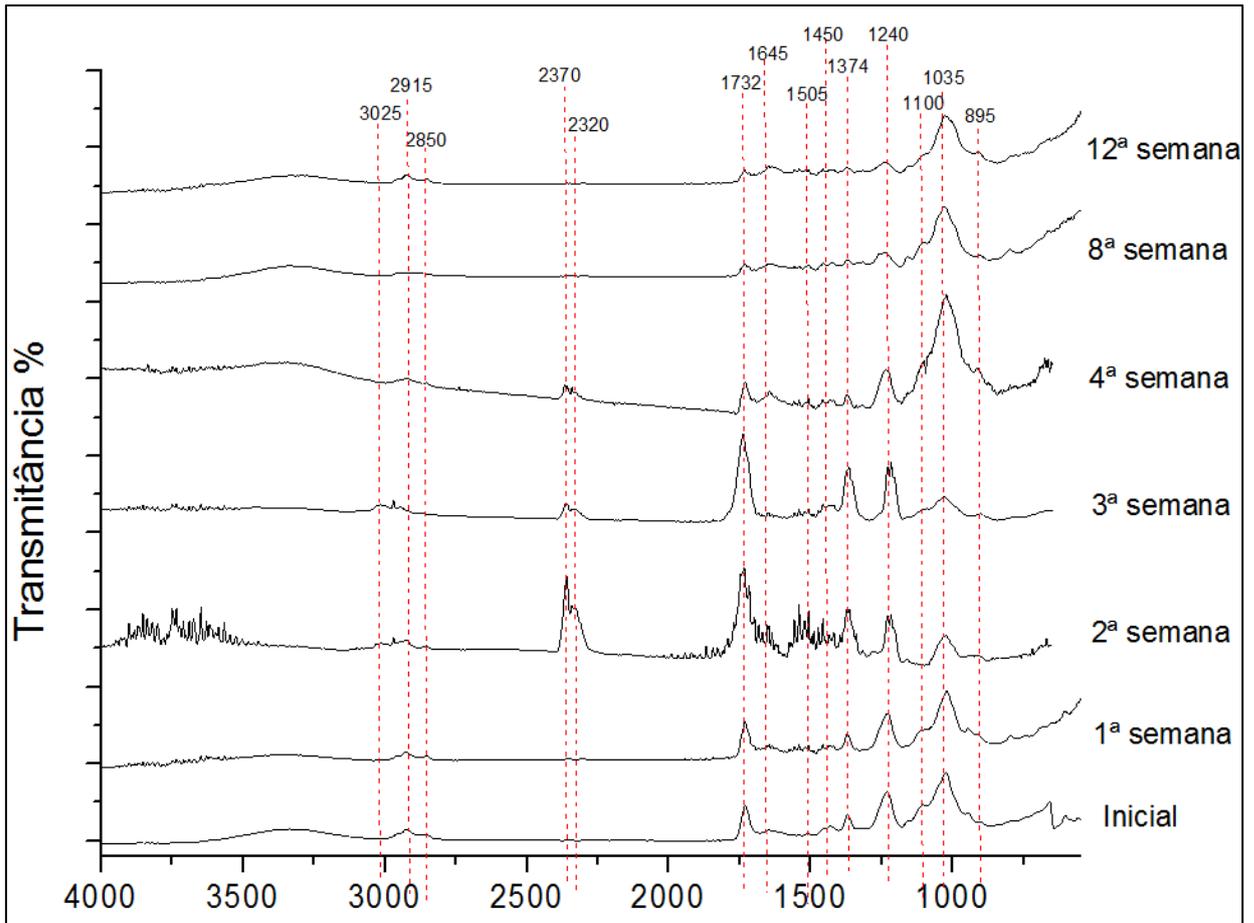


Figura 27 - Infravermelho do compósito F3 (fibras da rama da batata doce e do talo da banana + PVA).

Observando os espectros da semana inicial (corpo de prova não enterrado) foi possível identificar picos pequenos em 2915 cm^{-1} (MARABEZI, 2009) e 2850 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008), um pico de alta intensidade em 1732 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008, MARABEZI, 2009) um pico não muito intenso em 1374 cm^{-1} (RAZERA, 2006 e MARABEZI, 2009) e picos de elevada intensidade em 1240 cm^{-1} e (TROEDEC et al, 2008) em 1035 cm^{-1} (MARABEZI, 2009).

Na 1ª semana a análise mostrou picos semelhantes aos da semana inicial, exceto o pico em 1240 cm^{-1} que perdeu um pouco a intensidade.

Na 2ª semana os picos em 2915 cm^{-1} e em 2850 cm^{-1} mantiveram-se iguais à 1ª semana. Já em 2370 cm^{-1} (MELO, 2007) e 2320 cm^{-1} (GUIMARÃES 2010) houve o surgimento de picos com grande intensidade. O pico em 1732 cm^{-1} aumentou consideravelmente sua intensidade e o pico em 1645 cm^{-1} também teve um incremento na intensidade. Também houve o surgimento de dois picos 1505 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008) e em 1450 cm^{-1} (SCREMIN, 2004; MARABEZI, 2009). Os picos em 1374 cm^{-1} e em 1240 cm^{-1} tiveram um grande aumento na intensidade. Entretanto o pico em 1035 cm^{-1} sofreu uma pequena redução na intensidade.

Na 3ª semana há o surgimento de um pequeno pico em 3025 cm^{-1} (TURCHET, FELISBERTI, 2006) e os picos em 2915 cm^{-1} e em 2850 cm^{-1} mantiveram-se iguais à 1ª e 3ª semanas. Os picos em 2370 cm^{-1} e 2320 cm^{-1} tiveram um leve aumento na intensidade e largura, já o pico em 1732 cm^{-1} aumentou consideravelmente sua intensidade e o pico em 1645 cm^{-1} desapareceu. Além disso, os dois picos 1505 cm^{-1} e em 1450 cm^{-1} permaneceram praticamente iguais à semana anterior. Contudo os picos em 1374 cm^{-1} e em 1240 cm^{-1} tiveram um grande aumento na intensidade. Entretanto o pico em 1035 cm^{-1} sofreu uma grande redução na intensidade.

Na 4ª semana os picos em 2915 cm^{-1} e em 2850 cm^{-1} praticamente desapareceram e os picos em 2370 cm^{-1} , 2320 cm^{-1} e 1732 cm^{-1} , reduziram drasticamente a intensidade. No caso do pico em 1645 cm^{-1} houve um alargamento. Já os picos em 1505 cm^{-1} e em 1450 cm^{-1} também tiveram a intensidade reduzida e o pico em 1374 cm^{-1} diminuiu a intensidade. O pico em 1240 cm^{-1} sofreu um pequeno alargamento, porém a intensidade do pico em 1035 cm^{-1} aumentou consideravelmente.

Na 8ª semana observou-se que os picos apresentaram-se semelhantes aos da 1ª semana, exceto os picos em 1240 cm^{-1} e 1035 cm^{-1} que ficaram um pouco mais intenso e agudo, os picos em 2915 cm^{-1} e 2850 cm^{-1} mantiveram a intensidade e os picos em 1732 cm^{-1} , 1374 cm^{-1} e 1240 cm^{-1} tiveram suas intensidades drasticamente reduzidas. Também houve o surgimento de um pequeno pico em 1645 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008).

Por fim na 12ª semana o pico em 1035 cm^{-1} (MARABAZI, 2009) manteve a intensidade, mas ficou menos agudo em relação à 8ª semana, e ao lado surgiu um pico pequeno e pouca intensidade em 895 cm^{-1} (TROEDEC et al, 2008).

No compósito F3 a análise de FTIR mostrou que com o decorrer do tempo ocorreram alterações nas ligações químicas, na 8ª e 12ª semana percebe-se que redução da quantidade e intensidade das bandas foi muito maior, indicando que para este compósito a degradabilidade foi mais intensa e que o maior número de ligações químicas da fase inicial não interferiu na degradação final. A degradação deste compósito apresentou os mesmos picos identificados nos compósitos F1 e F2, ou seja, a presença de lignina residual das fibras ainda presentes no compósito.

- **Análise da composição química**

As Tabelas 7, 8 e 9 apresentam a composição química elementar dos compósitos F1, F2 e F3 biodegradados. Os valores da tabela foram extraídos dos espectros de EDS apresentados no Anexo desse trabalho.

Tabela 7 - Composição química do compósito F1, por MEV/EDS.

Elemento	Símbolo	Quantidade (%)		
		1ª semana	4ª semana	12ª semana
Alumínio	Al			6,08
Cálcio	Ca			1,51
Carbono	C	62,51	37,29	22,00
Ferro	Fe			3,68
Magnésio	Mg	0,23		
Nitrogênio	N	13,92		3,20
Ouro*	Au	22,14	62,11	51,35
Potássio	P			1,20
Silício	Si	1,20	0,6	10,84
Total		100,00	100,00	100,00

* elemento utilizado para a metalização das amostras analisadas no MEV.

Analisando-se a composição química do compósito F1 (fibras de rama de batata doce + PVA) verifica-se que na 1ª semana o carbono é o elemento predominante. Este resultado já era esperado porque o carbono é o elemento de constituição das fibras vegetais que representam 92% da massa do compósito que neste estágio do processo está iniciando a sua degradação. Já na 4ª semana o

carbono apresentou uma redução de 40% e de 65% na 12ª semana, em relação a 1ª semana. As reduções de carbono observadas indicam uma degradação continuada da fibra da rama da batata doce que no processo ocorre com liberação de CO₂.

Cabe salientar que, embora a fibra ainda não esteja totalmente degradada, na 12ª semana elementos constituintes do solo simulado, tais como, silício, alumínio, nitrogênio, ferro, cálcio e potássio passam ser detectados.

Tabela 8 - Composição química do compósito F2, por MEV/EDS.

Elemento	Símbolo	Quantidade (%)		
		1ª semana	4ª semana	12ª semana
Alumínio	Al		4,21	12,52
Cálcio	Ca	0,10	1,56	0,64
Carbono	C	86,49	48,29	31,63
Ferro	Fe		3,04	5,58
Magnésio	Mg	0,05		
Nitrogênio	N			
Ouro*	Au	13,12	35,22	22,30
Potássio	P		0,40	1,45
Silício	Si	0,22	7,28	25,87
Total		100,00	100,00	100,00

* elemento utilizado para a metalização das amostras analisadas no MEV.

Analisando-se a composição química do compósito F2 (fibras de talo de banana + PVA), também, verifica-se que na 1ª semana o carbono é o elemento predominante. O resultado não poderia ser diferente porque a condição observada para o compósito F2 é a mesma do compósito F1, ou seja, o carbono é o elemento de constituição das fibras vegetais que representam 92% da massa do compósito e que neste estágio do processo as fibras estão iniciando a sua degradação. Além disto, também é possível observar que a redução do carbono no compósito T2 foi semelhante ao ocorrida no compósito F1. Para o compósito F2 o carbono apresentou uma redução de 44% na 4ª semana e de 63% na 12ª semana, em relação a 1ª semana. As reduções de carbono observadas indicam uma degradação continuada da fibra do talo da banana que no processo ocorre com liberação de CO₂.

Cabe salientar que no compósito F2 já a partir da 4ª semana são identificados elementos constituintes do solo simulado, tais como, silício, alumínio,

ferro e cálcio. Este resultado é decorrente da menor quantidade de lignina na fibra do talo da banana o que possibilitou uma maior degradação.

Tabela 9 - Composição química do compósito F3, por MEV/EDS.

Elemento	Símbolo	Quantidade (%)		
		1ª semana	4ª semana	12ª semana
Alumínio	Al			5,17
Cálcio	Ca	2,52	0,58	8,47
Carbono	C	72,38	59,77	21,15
Cloro	Cl			1,38
Ferro	Fe		0,30	8,52
Fósforo	F	0,11		
Magnésio	Mg			
Nitrogênio	N			9,39
Ouro*	Au	24,99	39,29	32,75
Potássio	P			1,67
Silício	Si		0,06	11,50
Total		100,00	100,00	100,00

* elemento utilizado para a metalização das amostras analisadas no MEV.

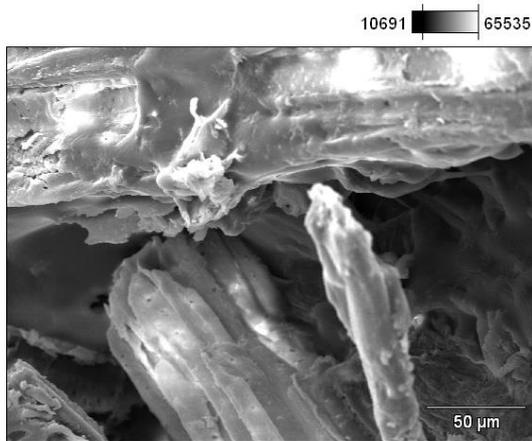
Analisando-se a composição química do compósito F3 (fibras da rama da batata doce e do talo de banana + PVA), como já esperado, verifica-se que na 1ª semana o carbono é o elemento predominante. O resultado não poderia ser diferente porque a condição observada para o compósito F3 é a mesma dos compósitos F1 e F2, ou seja, o carbono é o elemento de constituição das fibras vegetais que representam 92% da massa do compósito, que neste estágio do processo estão iniciando a sua degradação. Além disto, também é possível observar que a redução do carbono no compósito F3 foi menor (17,4%) que as dos compósitos F1 e F2 na 4ª semana e maior que estes (70,78%) na 12ª semana. As reduções de carbono observadas indicam uma degradação continuada das fibras da rama da batata doce e do talo da banana que no processo ocorre com liberação de CO₂.

Cabe salientar que no compósito F3 somente na 12ª semana são identificados em quantidades significativas elementos constituintes do solo simulado, tais como, silício, nitrogênio, cálcio, ferro, alumínio, cloro e potássio. Estes resultados indicam que a presença da fibra da rama da batata doce retarda um

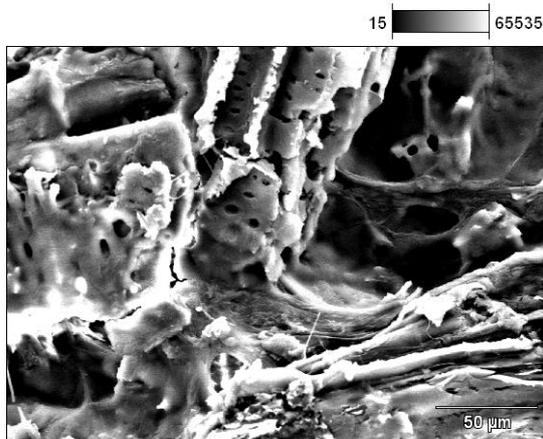
pouco a proliferação de fungos e microorganismos, devido a sua proteção superficial provocada pela maior quantidade de lignina.

- **Análise da microestrutura**

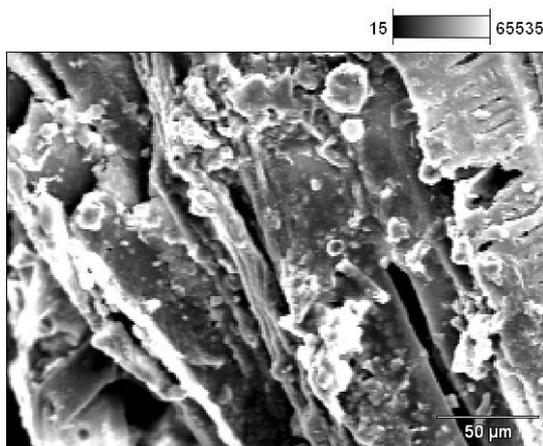
As Figuras 28, 29 e 30 apresentam micrografias da degradação da microestrutura dos compósitos biodegradados, ocorrida na 1^a, 4^a e 12^a semanas.



1^a semana

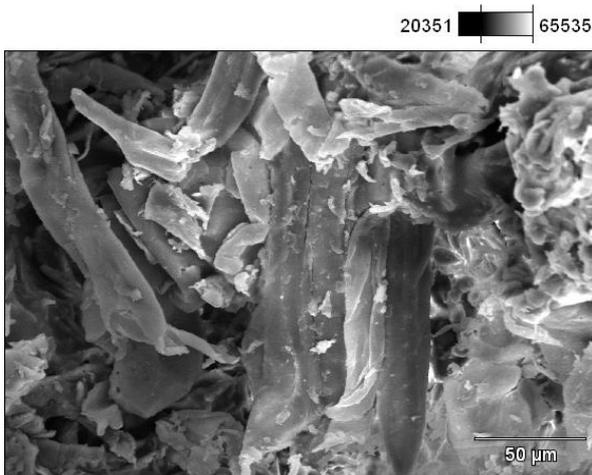


4^a semana

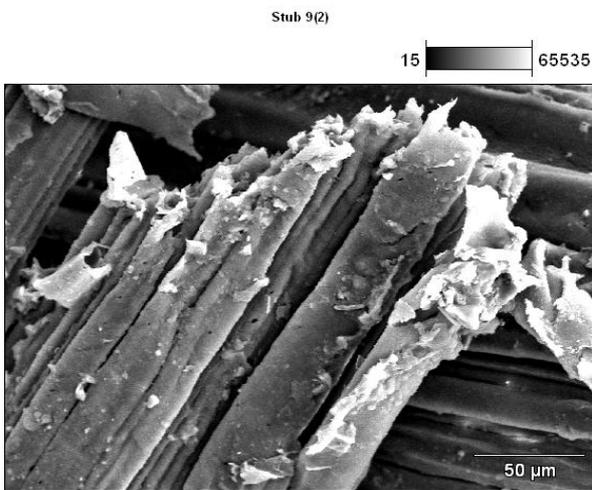


12^a semana

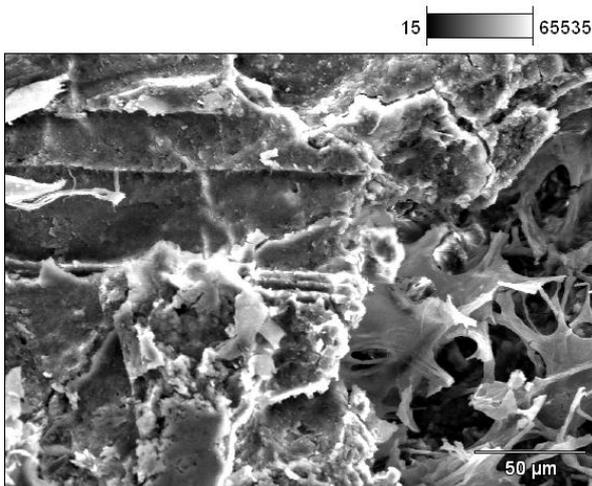
Figura 28 - Micrografia da microestrutura do compósito F1 (fibra de rama de batata doce + PVA) biodegradado, com aumento de 500 x.



1^a semana

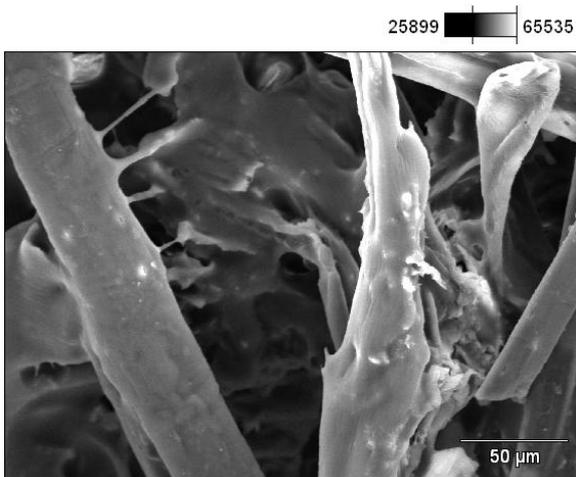


4^a semana

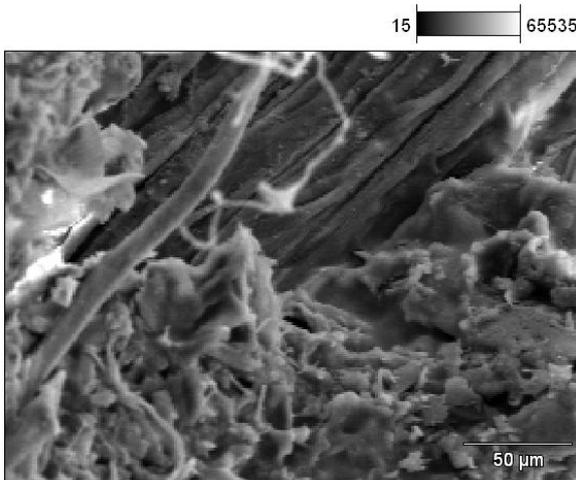


12^a semana

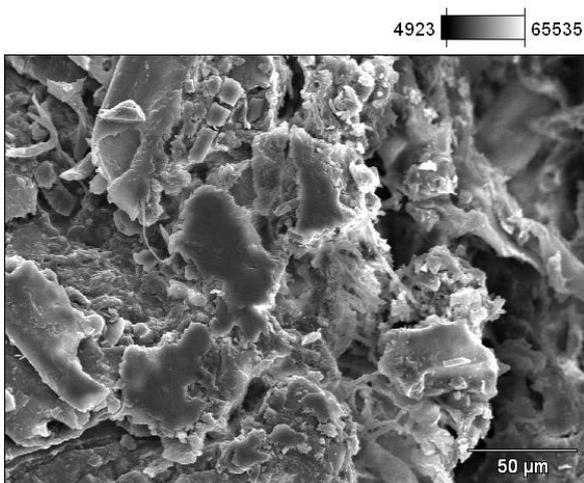
Figura 29 - Micrografia da microestrutura do compósito F2 (fibras de talo de banana + PVA) biodegradado, com aumento de 500 x.



1^a semana



4^a semana



12^a semana

Figura 30 - Micrografia da microestrutura do compósito F3 (fibras de rama de bata doce talo de banana + PVA) biodegradado, com aumento de 500 x.

As micrografias das Figuras 28, 29 e 30 mostram que a degradação dos compósitos é maior nas formulações F2 e F3, após 12 semanas. A menor degradação do compósito F1 se justifica pela maior quantidade de lignina (20,77%) da fibra da rama da batata doce. Neste as fibras apresentam-se mais integras. Este resultado corrobora com as observações feitas por Moreira e Siqueira (2002) sobre a maior dificuldade de materiais orgânicos que têm grande proporção de lignina na sua composição ser atacados, permanecendo estes por mais tempo no solo até serem completamente mineralizados.

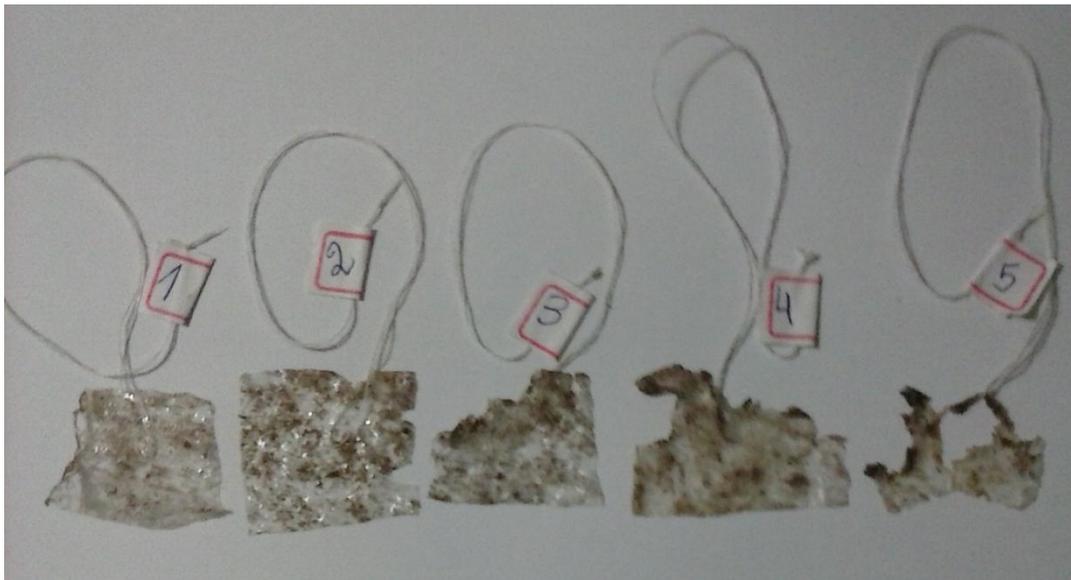
A degradação da lignina é um pré-requisito para acessar com facilidade a degradação da celulose e hemicelulose (RAJARATHNAM et al., 1979, RAJARATHNAM et al., 1987). Além disso, a lignina juntamente com a hemicelulose, envolve as fibras de celulósicas, formando uma barreira física que dificulta a atividade das enzimas celulolíticas, restringindo o ataque à superfície externa das fibras (RAJARATHNAM et al., 1998).

Tudo indica que o maior teor de lignina das fibras da rama da batata doce nos compósitos F1 e F3 dificultou o desenvolvimento de fungos e o acesso à celulose e hemicelulose das fibras e interferiu na degradação.

7.3 Análise da biodegradabilidade do ligante a base de PVA

A Figura 31 mostra a biodegradabilidade do ligante à base de PVA. Como se pode ver, já na 2ª semana percebe-se a degradação do ligante que se intensifica até a 5ª semana quando mais de 70% do corpo de prova encontra-se degradado.

Este teste foi feito para demonstrar que o ligante a base de PVA é biodegradável, conforme divulgado pelo fabricante e a sua degradação é mais intensa que a das fibras vegetais.



1ª semana

2ª semana

3ª semana

4ª semana

5ª semana

Figura 31 - Teste de biodegradabilidade do ligante a base de PVA, enterrado em solo simulado.

8 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos neste trabalho pode-se concluir que:

- Foi efetuado a obtenção e caracterização das fibras vegetais da rama da batata doce e do talo da banana.
- Foi elaborados compósitos com as fibras vegetais, após processo de autoclavagem, lavagem, secas em estufa, moídas, peneiradas. Nas fibras vegetais foi adicionado ligante a base de PVA, moldadas conforme Norma, prensadas, secas ao tempo, recortadas e preparadas para colocar no solo simulado.
- A moldagem de conformação dos corpos de provas seguiu Normas.
- A preparação do solo simulado obedeceu as regras conforme consta na Norma ASTM G160-03, misturando manualmente solo fértil com areia e esterco de cavalo, armazenado e envelhecido por três meses, fazer avaliação da suscetibilidade microbial com tecido de algodão e comprovação do solo pronto para uso.
- Para caracterizar a biodegradabilidade dos compósitos e do ligante a base de PVA no solo simulado foi realizado controle de pH e da umidade, preparados frascos, enterrados os corpos de provas devidamente identificados por 1^a, 2^a, 3^a, 4^a, 8^a e 12^a semana e analisados no devido tempo. Foi feito análise macro e microscópica. A análise visual da degradação dos compósitos testados mostrou que a partir da 8^a semana ocorreu uma nítida mudança de coloração, amolecimento das fibras vegetais e mudança do cheiro. Os compósitos que mais se degradaram, ou seja, que apresentaram maior perda de massa foram os constituídos com fibras de talo de banana. A análise das ligações químicas da estrutura molecular por FITR identificou alterações variadas, que tendem a se assemelhar na fase final do processo de degradação da fibra. A biodegradação analisada a partir da determinação da composição química dos compósitos foi comprovada a partir da redução continuada do carbono, elemento predominante nas fibras vegetais.

9 SUGESTÕES DE CONTINUIDADE DA PESQUISA

- Aumentar o tempo de análise da biodegradação dos compósitos testados, tendo em vista que o tempo de 12 semanas não resultou na total degradação dos mesmos.
- Testar métodos de conformação de vasos biodegradáveis com os compósitos testados, considerando a temperatura do ligante.
- Produzir vasos biodegradáveis com os compósitos testados para avaliar a sua condição de moldagem e porosidade. Na produção de vasos biodegradáveis. A porosidade é fator determinante para o desenvolvimento das raízes das plantas.
- Propor novos compósitos com fibras vegetais testando a lignina das fibras como elemento ligante.

REFERÊNCIAS

- American Society for Testing and Materials. “**ASTM G 160 – 03. Standard practice for evaluating Microbial Susceptibility of Nonmetallic Materials By Laboratory Soil Burial. V.14.04**”. 2004.
- ASTM - American Society for Testing Materials, ASTM G 160 – 03. **Standard Practice for Evaluating Microbial Susceptibility of Nonmetallic Materials By Laboratory Soil Burial**. United States, 2009.
- AZUMA, J.; NOMURA, T.; KOSHIJIMA, T. **Lignin-carbohydrate complexes containing phenolic acids isolated from the culm of bamboo**. Agric. Biol. Chem. v. 49, p. 2661-2669, 1985.
- BENTRAN, J. E. R.; **Análise do uso de fibras lignocelulosicas obtidas de talos de casca de banana na produção de placas termo isolantes**, Dissertação de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas, RS, 2014, 26p.
- BERTOLINI, Andréa C. (ed.) **Biopolymers Technology**. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2007.
- BLEDZKI, A. K.; GASSAN, J. **Composite Reinforced with Celulose Based Fibers**. Prog. Polym. Sci., Elsevier, v.24, p.200-272, 1999.
- BLEDZKI, A. K., GASSAN, J. **Prog. Polym. Sci.** 1999; 24(2): 221-274.
- BROWNING, B. L. **The Chemistry of Wood**. New York, Interscience, 1963.
- BURGIERMAN, D. R., **Maconha. Coleção para saber mais**. 1. Ed. São Paulo: Editora Abril, 2002. Cap. 5, p.75-83.
- CAVALCANTE, M.; FERREIRA, P.V.; PAIXÃO, S.L.; COSTA, J.G.; PEREIRA, R.G.; MADALENA, J.A.S. **Potenciais produtivo e genético de clones de batata-doce. Acta Scientiarum Agronomy, Maringá**, v.31, n.3, p.421-426, 2009.
- CORREA, R. B. et.al. **Proposta de um Projeto de Coleta Seletiva para a Cidade Universitária Prof. José Da Silveira Neto da Universidade Federal Do Pará – UFPA**. In: 25º Congresso de Engenharia Ambiental e Sanitária. Anais. Recife – PE, 2009.
- DENCE, C. W.; REEVE, D.W. **Pulping bleaching: Principles and Praticce**. Atlanta: Tappi, 1996.
- FAMASUL, 2014 http://famasul.com.br/assessoria_interna/valorizacao-incentiva-producao-de-banana-em-ms/25862/ (Acesso em: 31.07.2015).

FEDERICI F., FAVA F., KALOGERAKIS N., MANTZAVINOSC D. **Valorization of agro-industrial by-products, effluents and waste: concept, opportunities and the case of olive Mill wastewaters**. Journal of Chemical Technology and Biotechnology 2009.

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood: chemistry, ultrastructure, reactions** . Walter de Gruyter, USA, p. 66-100, 1989.

FONSECA, M..R.M. **Química: o meio ambiente, cidadania e tecnologia**. v.3.São Paulo: FTD, 2010, p. 238 – 272.

GAUTO, M.; ROSA, R.G., **Processos e operações unitárias da indústria química**.Rio de Janeiro: Ciência Moderna, 2011.

GEORGE, J.; SREEKALA, M.S.; THOMAS S. **A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites**. Polymer Engineering and Science, v. 41, n. 9, p. 1471-1485, 2001.

GONÇALEZ, J. C. ; JANIN, G. ; SANTORO, A C. S. ; COSTA, A F. ; VALLE, A T. **Colorimetria Quantitativa: uma técnica objetiva de determinar a cor da madeira**. Brasil Florestal, Ano XX, n. 72, p. 47-58, 2001.

GUIMARÃES, J. L.; WYPYCH, F.; SAUL, C. K.; RAMOS, L. P.; SATYANARAYANA, K.G. **Studies of the processing and characterization of corn starch and its composites with banana and sugarcane fibers from Brazil**. Carbohydrate Polymers, v.80, p.130–138, 2010.

HENDGES, A. S., **Saiba mais: fibras vegetais**. 2008.
<http://www.ecodebate.com.br/2010/07/28/saiba-mais-fibras>. Acesso em: 14 abr. 2014.

HORINOUCHE, H., Katsuyama, N., Taguchi, Y., Hyakumachi, M. **Control of Fusarium crown rot of tomato in a soil system by combination of a plant growth-promoting fungus, Fusarium equiseti, and biodegradable pts**. Crop Protection 2008;27:859-64.

LEWIN, M.; GOLDENSTEIN, I. **Wood structure and composition. International fiber science and technology series**. USA: Marcel Dekker, v.11, 1991.

LEVY, J.S. **Fundamental records in Wood preservation** (Lectures delivered to the thirty-sixth session of the timber committee) 1979.

LOPEZ J. P., et al. **Processing and properties of biodegradable composites based on Mater-Bi and hemp core fibres**. Resources, Conservation and Recycling 2012; 59-42.

MACEDO A. R. **Produção de lixo no Brasil aumentou em 60 mil toneladas desde 2007**. Disponível em: <HTTP://www2.camara.leg.br/camararonoticia/noticia/Meio-ambiente/44229-produção-de-lixo-no-Brasil-aumentou-em-60-mil-toneladas-desde-2007>. HTML. Acesso em: 10 out. 2013.

MARABEZI, K. **Estudo sistemático das reações envolvidas na determinação dos teores de lignina e holocelulose em amostras de bagaço e palha de cana-de-açúcar**. P.142. Dissertação de Mestrado – Instituto de Química de São Carlos, Universidade Federal de São Paulo, São Paulo, 2009.

MARQUES, J.A.; BORGES, C.P.F. **Práticas de química orgânica**. Campinas: Átomo, 2007.

MELO, J. C. P. **Síntese e caracterização de derivados da celulose modificada com anidridos orgânicos – adsorção e termodinâmica de interação com cátions metálicos**. (Mestrado). Universidade Estadual de Campinas. Campinas. 2007.

MENDES, A. S.; ALVES, M. V. S. **A degradação da madeira e sua preservação**. IBDF/LPF, Brasília. p.9-15 1988.

MOMENTÉ, V. V.; RODRIGUES, S. C. S.; TAVARES, I. B.; SILVEIRA, M. A. da; SANTANA, W. R. **Desenvolvimento de cultivares de batata-doce no estado do Tocantins, visando à produção de álcool, como fonte alternativa para as condições tropicais**. Horticultura Brasileira, v. 22, n.2, p. 340-342, 2004a.

MOMENTÉ, V. V.; TAVARES, I. B.; RODRIGUES, S. C. S.; SILVEIRA, M. A. da; SANTANA, W. R. **Seleção de cultivares de batata-doce adaptados à produção de biomassa, via programa de melhoramento, visando à produção de álcool no estado do Tocantins**. Horticultura Brasileira, v. 22, n. 2, p. 343-344, 2004b.

MONTE SERRAT, B.; LIMA, M.R.; OLIVEIRA, A.C.; TONUS, F.A.; DALLA COSTA, M.A. **Amostragem do solo: perguntas e respostas**. 1.reimpr. Curitiba: Universidade Federal do Paraná, Departamento de Solos e Engenharia Agrícola, 2002. 17 p.

MOREIRA, F.M.S.; SIQUEIRA, J.O. **Microbiologia e bioquímica do solo**. Lavras, Editora da UFLA, 2002. 626p.

PEARSON, **Education do Brasil. Gestão Ambiental**. São Paulo; Pearson Prentice Hall, 2011.

PEREIRA, P. H. F. et al. - **Preparação e caracterização de materiais híbridos celulose/ NbOPO₄.nH₂O a partir de celulose branqueada de Bagaço de Cana-de-Açúcar**. *Polímeros*, vol. 22, n. 1, p. 88-95, 2012.

PIRES A. M. M., MATTIAZZO M.E. **Circular técnica: Avaliação da viabilidade de uso de resíduos na agricultura**. EMBRAPA, Jaguariúna. São Paulo, 2008.

RAVEN, P.H.; EVERT, R.F.; EICHORN, S.E. **Biologia Vegetal**. Ed. Guanabara Koogan S.A., Rio de Janeiro - RJ, 2001.

RAJARATHNAM, S.; WANKHEDE, D.B.; PATWARDHAN, M.V. **Some chemical and biochemical changes in straw constituents during growth of *Pleurotus flabellatus* (Berk and Br.)**. *Applied Microbiology and Biotechnology*, Berlin, v.8,

p.125-134, 1979.

RAJARATHNAM, S.; WANKHEDE, D.B.; BANO, Z. **Degradation of rice straw by *Pleurotus flabellatus***. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, Oxford, v.37, p.203-214, 1987.

RAJARATHNAM, S.; SHANSHIREKHA, M. N.; BANO, Z. **Biodegradative and biosynthetic capacities of mushrooms: present and future strategies**. *Critical Reviews in Biotechnology*, Boca Raton, v.18, p.233-361, 1998.

RAZERA, I.A.T. **Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica**. (Doutorado). Universidade de São Paulo. São Paulo. 2006.

ROESLER, P.V.S.O.; GOMES, S.D; MORO, E.; KUMMER, A.C.B.; CEREDA, M.P. **Produção e qualidade de raiz tuberosa de cultivares de batata-doce no oeste do Paraná**. *Acta Scientiarum Agronomic*, Maringá, v.30, n.1, p.117-122, 2008.

RONDON, F. **Os Conceitos Básicos sobre Lixo - Os 5 R's**. 2007 Disponível em: <<http://www.educacaopublica.rj.gov.br/biblioteca/meioambiente/0013.html>>. Acesso em: 19 fev. 2014.

SAIN, M., PANTHAPULAKKAL, S., **In Green fibre thermoplastic composites**, Baillie C (Edt.) Cambridge, 2004.

SANTOS, A. M. **Estudos de compósitos híbridos polipropileno/fibras de vidro e coco para aplicação na engenharia**. *Dissertação* (Mestrado Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Paraná. Curitiba. Paraná. 2006.

SANTOS, C. M. **Caracterização por IV das interações do íon Al(III) com um ácido húmico**. 34a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, Florianópolis, 2011.

SANTOS, F. C. **Escarificação, tratamento químico, revestimento e armazenamento de sementes de *Brachiaria brizantha* cultivar Marandu**. 2009. 124 f. Tese (Doutorado em Fitotecnia) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2009.

SATYANARAYANA K.G., Guimarães J. L., Wypych W., **Comp. Part A: Appl. Sci. Manufac**. 2007; 38(7): 1694-1709.

SCHETTINI E., et al. **Recycled wastes of tomato and hemp fibres for biodegradable pots: Physico-chemical characterization and Field performance**. *Resources, Conservation and Recycling* 70 (2013)9-19.

SCREMIN, F. F. **Estabilidade térmica de filmes biodegradáveis produzidos a base de proteína de soja e amido de milho**. (Estágio Supervisionado). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 2004.

SJÖSTRÖM, E. *Wood Chemistry. Fundamentals and Applications*, Academic Press, 2 nd. Edition. San Diego, p. 204-222, 1993.

SMOOK, G. A. **Manual para técnicos de pulpa y papel**. Vancouver: A. Wilde, 1990. 397 p.

SUDDLELL, B.C.; e EVANS. W. J., “**A survey into the application of natural fiber composites in the automotive industry**”, in Anais do Internacional Symposium on Natural Polymers and Composites, São Pedro, Brasil, 2002.

SUDESH, K; ABE, H.; DOI, J. Synthesis, structure and properties of polyhydroxyalkanoates: Biological Polyesters. **Progress in Polymer Science**. V. 25, p. 1503 -1555, 2000.

TAPPI T207 om-93. **Water solubility of pulp**. Atlanta, GA, USA: Technical Association of the Pulp and Paper Industry; 1993.

TAPPI T222 0m-88. **Acid-insoluble lignin in wood and pulp**. Atlanta, GA, USA: Technical Association of the Pulp and Paper Industry; 1988.

TAPPI. T 524 om-07. **Color of paper and paperboard**. 2007

TROEDER, M.L.; SEDAN, D.; PEYRATOUT, C.; BONNET, J. P.; SIMITH, A.; GUINEBRETIERRE, R.; GLOAGUEN, V.; KRAUSZ, P. **Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. Composites: Part A**, v.39, p. 514-522, 2008.

TURCHET, R. ; FELISBERTI, M.I. **Caraterização Composicional do AES - Um Copolímero de Enxertia de Poli(Estireno-co-Acrilonitrila) em Poli(Etileno-co-Propileno-co-Dieno)**. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, vol. 16, nº 2, p. 158-164, 2006.

ZUTSHI, A.; SOHAL, A. **Environmental management systems auditing: auditors experiences in Australia**. *International Journal Environment and Sustainable Development*, 1, No 1, pp. 73 – 87, 2002.

ANEXO

ANEXO A

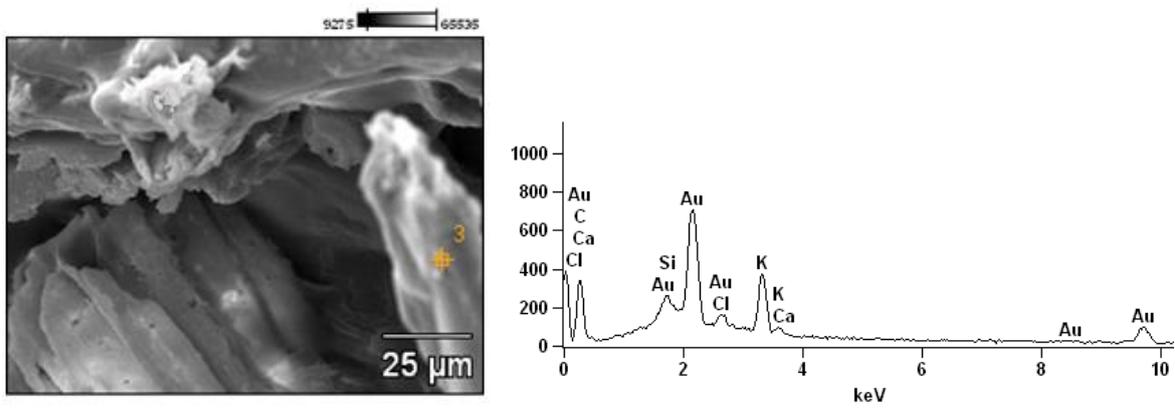


Figura A1 - Micrografia com aumento de 1000x e espectro de EDS do compósito F1 após a 1ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela A1 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	62.51
Nitrogênio	N	13.92
Magnésio	Mg	0.23
Sílica	Si	1.20
Ouro	Au	22.14
Total	-	100

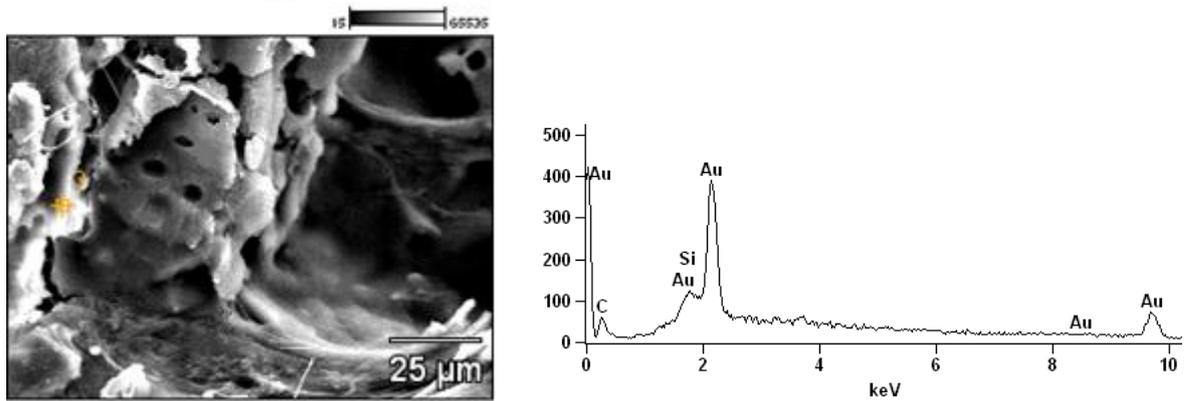


Figura A2 - Micrografia com aumento de 1000x e espectro de EDS do compósito F1 após a 4ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela A2 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	37.29
Sílica	Si	0.60
Ouro	Au	62.11
Total		100

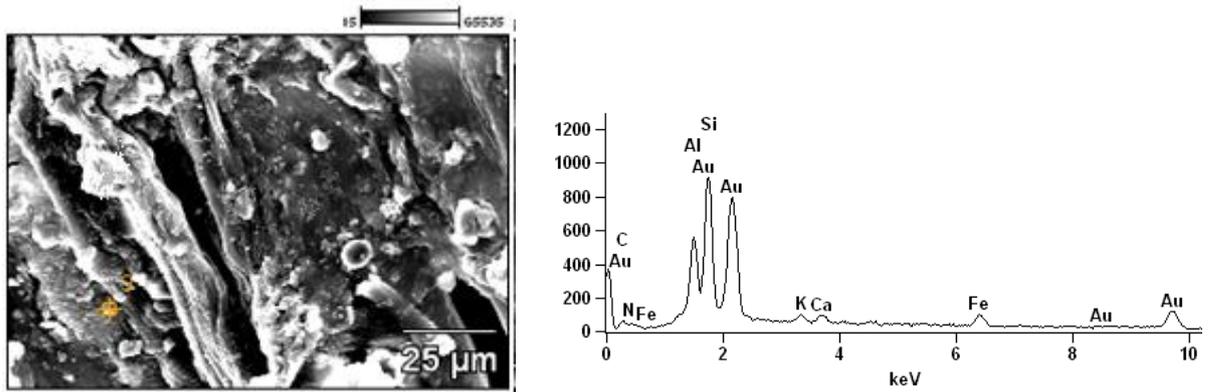


Figura A3 - Micrografia com aumento de 1000x e espectro de EDS do compósito F1 após a 12ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela A3 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	22.00
Nitrogênio	N	3.20
Alumínio	Al	6.08
Sílica	Si	10.84
Potássio	K	1.30
Cálcio	Ca	1.51
Ferro	Fe	3,68
Ouro	Au	51.39
Total	Total	100

ANEXO B

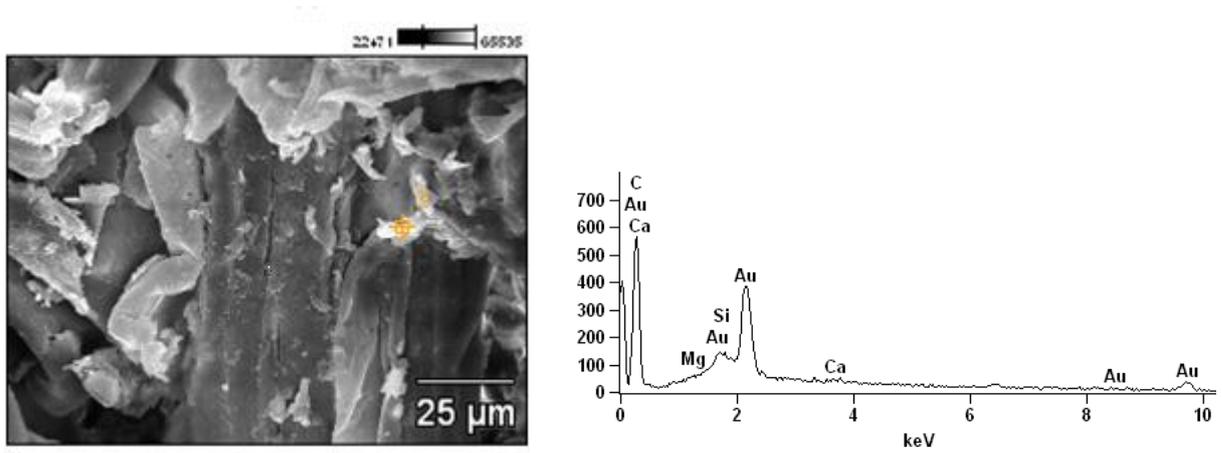


Figura B1 - Micrografia com aumento de 1000x, e espectro de EDS do compósito F2 após a 1ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela B1 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	86.49
Magnésio	Mg	0.05
Sílica	Si	0.22
Cálcio	Ca	0.10
Ouro	Au	13.14
Total		100

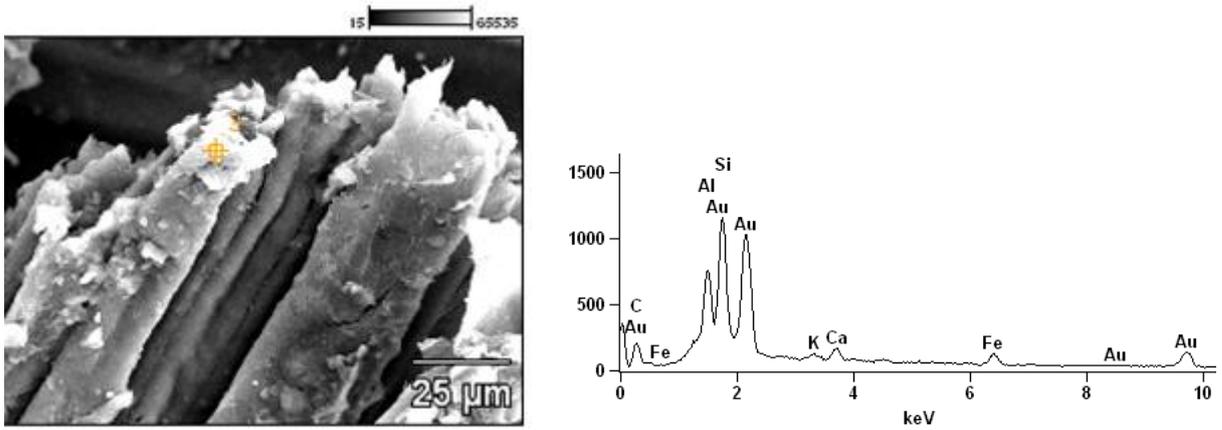


Figura B2 - Micrografia com aumento de 1000x, e espectro de EDS do compósito F2 após a 4ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela B2 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	48.29
Alumínio	Al	4.21
Sílica	Si	7.28
Potássio	K	0.40
Cálcio	Ca	1.56
Ferro	Fe	3.04
Ouro	Au	35.22
Total		100

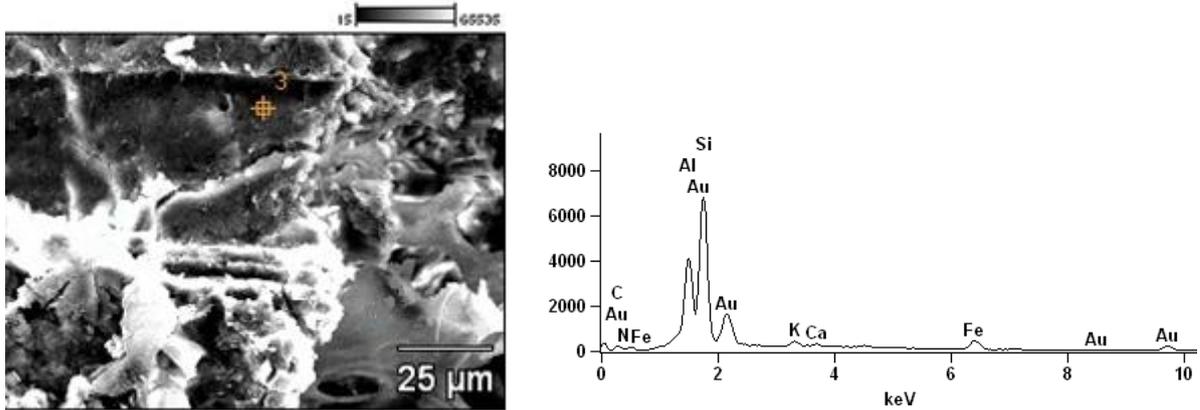


Figura B3 - Micrografia com aumento de 1000x, e espectro de EDS do composto F2 após a 12ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela B3 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	31.63
Alumínio	Al	12.52
Sílica	Si	25.87
Potássio	K	1.45
Cálcio	Ca	0.64
Ferro	Fe	5,58
Ouro	Au	22.30
Total		100

ANEXO C

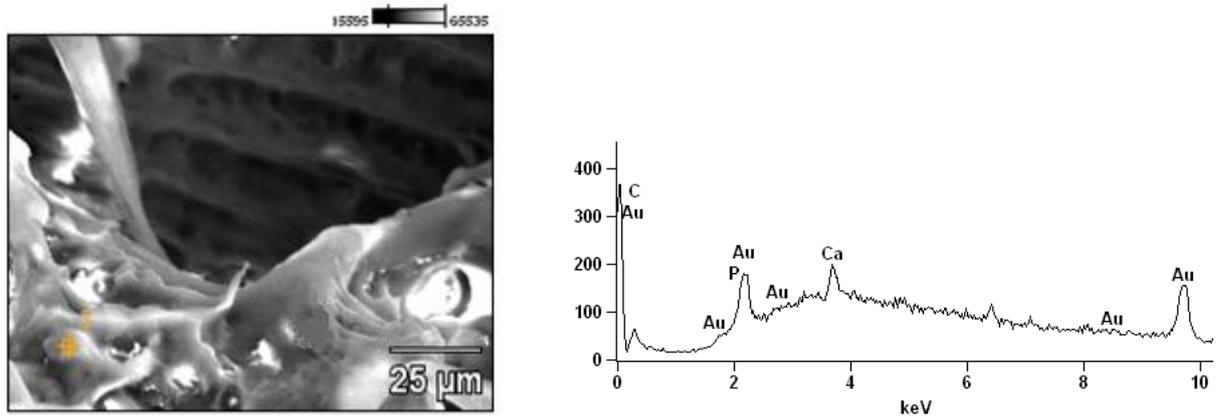


Figura C1 - Micrografia com aumento de 1000x, e espectro de EDS do compósito F3 após a 1ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela C1 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	72,38
Fósforo	P	0.11
Cálcio	Ca	2.52
Ouro	Au	24,99
Total		100

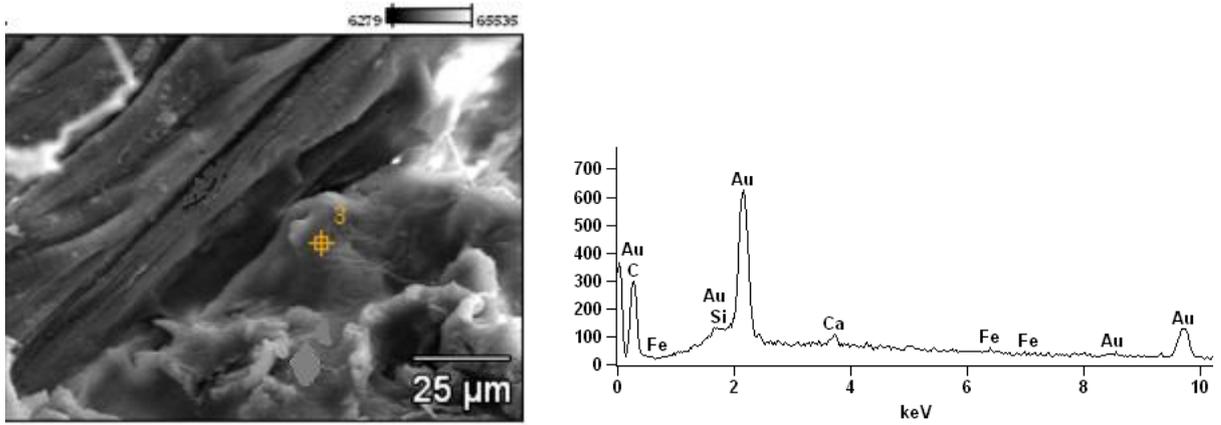


Figura C2 - Micrografia com aumento de 1000x, e espectro de EDS do compósito F3 após a 4ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela C2 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	59.77
Sílica	Si	0.06
Cálcio	Ca	0.58
Ferro	Fe	0.30
Ouro	Au	39.29
Total		100

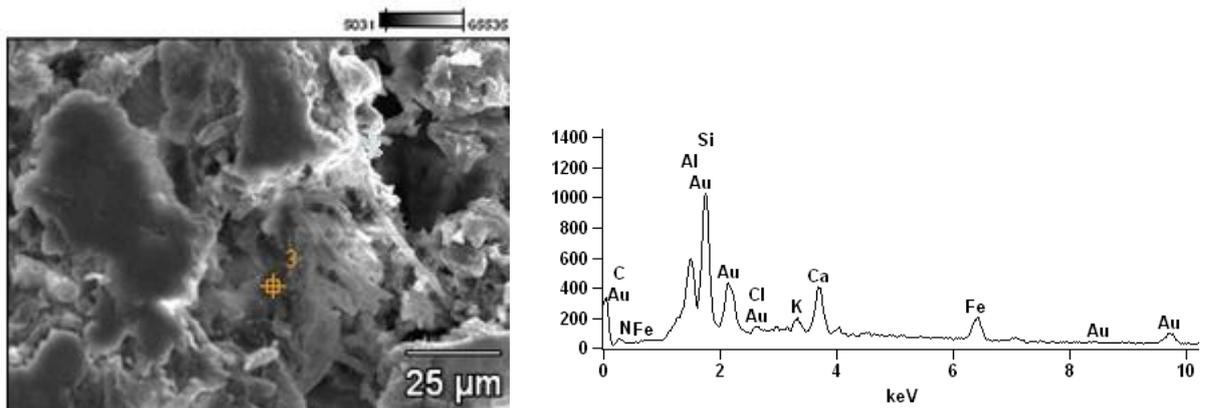


Figura C3 - Micrografia com aumento de 1000x, e espectro de EDS do compósito F3 após a 12ª semana de contato com o solo simulado.

Tabela C3 – Composição química.

Elemento	Símbolo	(%)
Carbono	C	21.15
Nitrogênio	N	9.39
Alumínio	Al	5.17
Sílica	Si	11.50
Cloro	Cl	1.38
Potássio	K	1.67
Cálcio	Ca	8.47
Ferro	Fe	8,52
Ouro	Au	32.75
Total		100