



**UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
ESCOLA POLITÉCNICA
MESTRADO DE ENGENHARIA AMBIENTAL URBANA**

ANA MARIA RICL DA SILVA OLIVEIRA

**CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DO LICURI
(*Syagrus coronata* (Martius) Beccari)
PARA APLICAÇÕES NA CONSTRUÇÃO CIVIL**

Salvador
2010

ANA MARIA RICL DA SILVA OLIVEIRA

CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DO LICURI
(*Syagrus coronata* (Martius) Beccari)
PARA APLICAÇÕES NA CONSTRUÇÃO CIVIL

Dissertação apresentada no Curso de Mestrado em Engenharia Ambiental Urbana (MEAU), Linha de Pesquisa Produção e Gestão do Ambiente Construído, na Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia, como requisito parcial para obter o grau de Mestre em Engenharia Ambiental Urbana.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Fernandes Carvalho

Salvador

2010

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

O48 Oliveira, Ana Maria Ricl da Silva

Caracterização da fibra do licuri (*Syagrus coronata* (Martius) Beccare) para aplicações na construção civil / Maria Ricl da Silva Oliveira. – Salvador, 2010.

94 f. : il. color.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Fernandes Carvalho

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal da Bahia. Escola Politécnica, 2010.

1. Palmeira. 2. Compostos fibrosos. 3. Plantas - composição. 4. Material de construção. I. Carvalho, Ricardo Fernandes. II. Universidade Federal da Bahia. III. Título.

CDD: 691

ANA MARIA RICL DA SILVA OLIVEIRA

CARACTERIZACAO DA FIBRA DO LICURI (Syagrus Coronata (Martius)
Beccari) PARA APLICAÇÕES NA CONSTRUÇÃO CIVIL

Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Ambiental Urbana.

Salvador, 09 de dezembro de 2010

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Ricardo Fernandes Carvalho
Universidade Federal da Bahia – UFBA

Prof. Dr. João Augusto Lima Rocha
Universidade Federal da Bahia – UFBA

Profa. MsC. Suely da Silva Guimarães
Universidade Estadual da Bahia – UNEB

Prof. Dr. Romildo Dias Toledo Filho
Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ

*Dedico os méritos deste trabalho à minha família
meu filho Cláudio Marcos,
aos meus irmãos Pethon e Dany,
aos meus pais Petrônio & Margarida (em memória) e
a todos os seres que se movem.*

AGRADECIMENTOS

Presto homenagem a todos os mestres da sabedoria última que me conduziram até aqui e que me conduzirão em vidas futuras. Confesso meu arrependimento àqueles a quem não tive lucidez para ouvir e gerei mais problemas que benefícios.

Ao professor Ricardo Fernandes Carvalho pelo acolhimento e confiança, quando eu pensava que tudo estava perdido.

Ao meu filho, Cláudio Marcos, pela lucidez na vida, por me ensinar a ser mãe, pelo carinho e afeto.

Aos professores Reynaldo Rosas e Mirtânea Leão, pelos meus passos iniciais.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia e aos professores do Departamento V, pela liberação de parte das atividades e incentivo; em especial, às professoras Núbia Ribeiro e Lívia Simões, que sem medos, endossaram minha capacidade de pesquisa.

Ao Programa Nacional de Cooperação Acadêmica (PROCAD) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo investimento e incentivo, criando condições para realização desta pesquisa.

À Prefeitura de Caldeirão Grande, Solange e D. Enedina por abrirem todas as portas do acesso ao motivo da pesquisa: o povo da cidade e a palmeira do licuri.

À Elekeiroz, nas pessoas de Eng^o de Pesquisa Waldomiro Moreira e a Dr. Carlos Alberto Samartine, pela resina poliéster e atenção dispensada a este projeto.

Ao Labtest – PEC - Coppe, aos professores Romildo Dias Toledo Filho e Marcos Martinez Silvosos pela disponibilidade e por todo aprendizado.

À Xerox do Brasil, Instituto de Biologia, Escola de Veterinária, Instituto de Química, sem os quais, esta pesquisa não se concluiria.

À Universidade do Estado da Bahia, em especial à Incubadora Tecnológica de Cooperativas Populares vinculada à Pró-Reitoria de Extensão, à querida mestre Suely da Silva Guimarães, pelas valiosas discussões e amizade sempre presente.

A professora Iara Crepaldi, Diretora da Universidade Estadual de Feira de Santana, pelo respeito, pela facilidade de acesso e pela amizade desenvolvida.

Aos professores Roberto Guimarães e João Augusto que, com seus exemplos de vida em vida, geraram em mim, a coragem para escrever.

Aos professores Roberto Cardoso e Iara Brandão de Oliveira pela sábia condução aos desafios dos materiais e da estatística, levando-me a avançar com destemor.

Aos professores Lázaro Benedito da Silva e Kelly Leite pela demonstração de confiança, estímulo e conhecimentos transmitidos, em meio às coincidências.

Aos meus amigos e colegas nos bastidores da pesquisa pela ajuda sempre presente: ao doutorando João de Almeida Melo Filho (Coppe, RJ), aos engenheiros Danilo Hansen, Carlos Matos, Paulo Faria, Raigenes, Michael, Sara Agrela e Natasha (Escola Politécnica, UFBA); João Tan (Xérox do Brasil); aos químicos Cleverton (IFBA), Vilberto e Cleidiane (Instituto de Química); ao biólogo Marcelo (Instituto de Biologia); a técnica de nutrição animal Arinalva (Escola de Medicina Veterinária); ao físico Hugo Detoni (RJ); a designer Suzana de Almeida; a médica Clarice Guerra; as professorinhas JoAnn Schaly e Solange Balalai; ao pesquisador Lars Erik Paulson (Suécia); ao operador de processos Erlan Uzeda.

À todos... vida longa

Sorria, quando tudo terminar...
...como terminar, se nunca começou?

PUBLICAÇÕES

OLIVEIRA, A.M.R.S.; JOSÉ, N.M.; CARVALHO, R.F. Caracterização física e química da fibra da folha do licuri – *Syagrus coronata* (Martius) Beccari. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE FIBRAS NATURAIS. 2009. Salvador.

THOMAS, N.I.R.; OLIVEIRA, A. M. R. S.; JOSE, N. M.; CARVALHO, R. F.; Oliveira, J.C. Efeitos de tratamentos superficiais em fibras de licuri. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 2010, Campos do Jordão. 19º CBECiMat, 2010.

OLIVEIRA, Ana Maria Riel da Silva – “Caracterização da fibra do licuri (*Syagrus coronata* (Martius) Beccari) para aplicações na construção civil”. 2010. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal da Bahia, Salvador. 2010.

RESUMO

A pesquisa, do tipo experimental, tem como objetivo analisar as propriedades da fibra dos segmentos foliares do *Syagrus coronata* (Martius) Beccari e, em comparação à outras fibras, avaliar o potencial de aplicação como fibra técnica em reforços nos compósitos, para construção. O *Syagrus coronata* (Martius) Beccari é uma palmeira nativa e abundante no semi-árido brasileiro, pouco conhecida, oferece oportunidade de subsistência e economia para populações que dependem de sua exploração. Para tanto, as fibras foram preparadas a partir de folhas da palmeira coletadas no município de Caldeirão Grande, na Bahia. Considerou-se para a escolha destas fibras, os impactos positivos ambientais, sociais e econômicos para a região do semi-árido. Depositou-se uma parte do material coletado em herbário e na outra parte, investigaram-se as propriedades morfológicas, térmicas, bioquímicas, físicas, químicas e mecânicas da fibra. Por trata-se de uma fibra vegetal pouco conhecida, estudou-se a anatomia da fibra para obter informações, quanto ao aproveitamento da mesma. Os resultados mostram que a fibra da folha do licuri possui potencial para uso como fibra técnica em reforço de compósitos para aplicação em construção civil.

Palavras-chave: *syagrus coronata* – licuri – fibras vegetais.

OLIVEIRA, Ana Maria Riel da Silva – “Characterization of fiber licuri (*Syagrus coronata* (Martius) Beccari) for building applications civil”. 2010. Máster Dissertation – Universidade Federal da Bahia, Salvador. 2010.

ABSTRACT

The experimental research exists in order to analyze the fiber properties of leaf segments of *Syagrus coronata* (Martius) Beccari, and compared to other fibers, to evaluate the potential application as a fiber technique in its reinforcements in all composites for construction. The *Syagrus coronata* (Martius) Beccari, it's a native tree and abundant in semi-arid, little know, and it offers an opportunity for economic survival to those who depend on their exploration. However, the fibers were made from palm tree leaves that were selected inside the municipality of Caldeirão Grande, in Bahia. It was considered for the choice of these fibers, the positive environmental, social and economic conditions for the semi-arid. A great amount of all the collected material was deposited in the herbarium, and on the other hand, we investigated the morphological, thermal, biochemical, physical, chemical and mechanical properties of this fiber. It is a little known vegetable, so we studied the anatomy of it to obtain informations, as well as its use. The results show that the fiber from licuri has some potential for use as fiber technique in strengthening of composites for application in civil construction.

Keywords: *Syagrus coronata* - licuri – vegetable fibers.

LISTA DE FIGURAS

| | | |
|------------|---|----|
| Figura 1: | Crescimento relativo de compósitos, EEUU..... | 27 |
| Figura 2: | O tronco do licuri..... | 33 |
| Figura 3: | Partes da folha..... | 34 |
| Figura 4: | Inflorescência..... | 34 |
| Figura 5: | Estrutura de uma fibro-célula..... | 47 |
| Figura 6: | Esboço de uma fibro-célula..... | 48 |
| Figura 7: | Difratograma de raios-X para celulose microcristalina..... | 53 |
| Figura 8: | Difratograma de raios-X para fibras de sisal..... | 53 |
| Figura 9: | Fórmula estereoquímica da celulose..... | 55 |
| Figura 10: | Representação das condições para interconversão..... | 56 |
| Figura 11: | Estrutura estereoquímica de lignina..... | 58 |
| Figura 12: | Curvas tensão x deformação para algumas fibras vegetais..... | 62 |
| Figura 13: | Fluxograma dos processos das etapas da pesquisa..... | 64 |
| Figura 14: | Fluxograma da caracterização da fibra do licuri..... | 65 |
| Figura 15: | Etapa 1 – Processo de coleta e obtenção das peças e fibras..... | 67 |
| Figura 16: | Fluxograma do tratamento na fibra do licuri..... | 69 |
| Figura 17: | Fluxograma da análise, método Van Soest..... | 73 |
| Figura 18: | Extrator de gorduras e câmara de resfriamento..... | 76 |
| Figura 19: | Molde em papel..... | 80 |
| Figura 20: | Segmentos foliares, após secagem ao sol..... | 81 |
| Figura 21: | Peças (folhas) verdes..... | 82 |
| Figura 22: | Peças (<i>Cocos coronata</i> e cacho)..... | 82 |
| Figura 23: | Nervura mediana..... | 82 |

| | | |
|------------|---|----|
| Figura 24: | Separação das epidermes..... | 82 |
| Figura 25: | Epidermes separadas..... | 83 |
| Figura 26: | Cera sobre epiderme..... | 83 |
| Figura 27: | Material em estufa no herbário..... | 84 |
| Figura 28: | Peças costuradas em cartolina para serem depositadas no herbário..... | 84 |
| Figura 29: | Fibra antes e após lavagem..... | 85 |
| Figura 30: | Água de lavagem..... | 85 |
| Figura 31: | Cor do Branco com fibras do licuri..... | 85 |
| Figura 32: | Cor da solução de NaOH com fibras do licuri..... | 86 |
| Figura 33: | Cor da fibra tratada..... | 86 |
| Figura 34: | Fotomicrografia da fibra técnica licuri <i>in natura</i> (x400)..... | 89 |
| Figura 35: | Fotomicrografia de fibras técnicas (x400)..... | 89 |
| Figura 36: | Calotas de fibro-célula..... | 90 |
| Figura 37: | Aspecto de uma fração da fibra técnica..... | 90 |
| Figura 38: | Calota se desprendendo..... | 90 |
| Figura 39: | Desprendimento e sulco..... | 90 |
| Figura 40: | Calota, descolamento da parede da calota..... | 91 |
| Figura 41: | Largura do lúmen e espessura da parede celular..... | 91 |
| Figura 42: | Ação da concentração de feixe de elétrons sobre o lúmen..... | 92 |
| Figura 43: | Fibra <i>in natura</i> lavada e seca..... | 93 |
| Figura 44: | Estômato na fibra <i>in natura</i> | 93 |
| Figura 45: | Amostra Branco..... | 93 |
| Figura 46: | Fibra tratada com 0,75% NaOH, longitudinal..... | 94 |
| Figura 47: | Fibro-células da fibra tratada a 0,75% NaOH..... | 94 |
| Figura 48: | Superfície da fibra tratada com 1,50% NaOH..... | 95 |
| Figura 49: | Torção na fibra tratada com 1,50% NaOH..... | 95 |

| | | |
|------------|---|-----|
| Figura 50: | Deformação da calota, fibra tratada (1,50% NaOH)..... | 96 |
| Figura 51: | Fibra tratada com 1,50% NaOH (x100)..... | 96 |
| Figura 52: | Fibra tratada com 1,50% NaOH (x500)..... | 97 |
| Figura 53: | Fibras esbranquiçadas, intensa fibrilização..... | 97 |
| Figura 54: | Fibras esbranquiçadas (x1000)..... | 98 |
| Figura 55: | Preparação para análise em microscopia ótica..... | 98 |
| Figura 56: | Histograma do comprimento da fibra celular do licuri..... | 100 |
| Figura 57: | Difratograma do Raio-X | 103 |
| Figura 58: | Cinzas da fibra técnica..... | 108 |
| Figura 59: | Termograma nas fibras técnicas, sobrepostas..... | 111 |
| Figura 60: | Derivada da curva termogravimétrica..... | 112 |
| Figura 61: | Gráfico de DSC nos feixes das fibras..... | 113 |
| Figura 62: | Curva típica do ensaio de tração nas fibras técnicas do licuri..... | 121 |

LISTA DE QUADROS

| | | |
|-----------|--|----|
| Quadro 1: | Características da palmeira licuri <i>Syagrus coronata</i> | 32 |
| Quadro 2: | Classificação e exemplos de fibras naturais..... | 39 |
| Quadro 3: | Significados da palavra <i>fibra</i> | 41 |
| Quadro 4: | Principais relações entre as dimensões da fibro-célula..... | 50 |
| Quadro 5: | Características dos constituintes das fibras vegetais..... | 54 |

LISTA DE TABELAS

| | | |
|------------|---|-----|
| Tabela 1: | Situação do semi-árido no Brasil e Bahia..... | 24 |
| Tabela 2: | Classificação do Índice de Aridez..... | 25 |
| Tabela 3: | Evolução do consumo de compósito, após 1955..... | 27 |
| Tabela 4: | Composição nutritiva do fruto do licuri (<i>Syagrus coronata</i>) | 36 |
| Tabela 5: | Comparação das propriedades mecânicas de fibras..... | 38 |
| Tabela 6: | Comparação da morfologia e propriedades do sisal e coco..... | 48 |
| Tabela 7: | Classificação da fibra - comprimento e largura da fibro-célula..... | 49 |
| Tabela 8: | Classificação da fibra para papel, em função do índice de Runkel..... | 51 |
| Tabela 9: | Coefficiente de flexibilidade e propriedades da fibra técnica..... | 51 |
| Tabela 10: | Elementos químicos na piassava, por fluorescência de raios-X..... | 52 |
| Tabela 11: | Propriedades bioquímicas de algumas fibras vegetais..... | 57 |
| Tabela 12: | Degradação térmica inicial de algumas fibras..... | 60 |
| Tabela 13: | Monitoramento pelo pH, para remoção álcali..... | 87 |
| Tabela 14: | Secagem e perda de massa em função do tempo..... | 87 |
| Tabela 15: | Perda de massa da fibra em função da lavagem..... | 88 |
| Tabela 16: | Comprimento, espessura e lúmen da célula do licuri..... | 99 |
| Tabela 17: | Distribuição percentual do comprimento da fibro-célula..... | 99 |
| Tabela 18: | Distribuição de classes do comprimento da fibro-célula..... | 100 |
| Tabela 19: | Distribuição em classes do diâmetro equivalente da fibro-célula..... | 101 |
| Tabela 20: | Relações Geométricas da fibro-célula..... | 101 |
| Tabela 21: | Análise semi-quantitativa de metais na fibra técnica do licuri..... | 105 |
| Tabela 22: | Resultados das análises bioquímicas na fibra técnica..... | 106 |
| Tabela 23: | Teores de Matéria Seca e voláteis / água nas fibras do licuri..... | 108 |

| | | |
|------------|---|-----|
| Tabela 24: | Teor de cinzas e sílica nas fibras do licuri..... | 109 |
| Tabela 25: | Teor de cinzas da fibra do licuri e de outras fibras naturais..... | 109 |
| Tabela 26: | Teor de gorduras brutas (%) nas fibras do licuri..... | 110 |
| Tabela 27: | Massa específica (g/cm ³) da fibra técnica por picnometria..... | 114 |
| Tabela 28: | “Diâmetro equivalente” da fibra técnica (mm), microscópio ótico..... | 116 |
| Tabela 29: | Variação do “diâmetro equivalente” (mm) ao longo da fibra técnica. | 116 |
| Tabela 30: | “Diâmetro equivalente” da fibra, paquímetro e microscópio ótico..... | 117 |
| Tabela 31: | “Diâmetro equivalente” (mm) da fibra técnica, diferentes métodos... | 118 |
| Tabela 32: | Titulações na fibra técnica <i>in natura</i> e tratada..... | 119 |
| Tabela 33: | Áreas da seção transversal da fibra técnica, diferentes métodos..... | 122 |
| Tabela 34: | Propriedades mecânicas da fibra técnica de licuri..... | 123 |
| Tabela 35: | Propriedades mecânicas de algumas fibras vegetais..... | 124 |

LISTA DE ABREVIATURAS

| | |
|-----------|--|
| ABMACO | Associação Brasileira de Materiais Compósitos |
| AOAC | <i>Association of Official Agricultural Chemists, Official Methods</i> |
| ASTM | <i>American Society for Testing and Materials of Analysis</i> |
| Capes | Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior |
| Coppe | Coordenação dos Programas de Pós-Graduação em Engenharia |
| DSC | Análise Calorimétrica Exploratória Diferencial |
| EEUU | Estados Unidos da América do Norte |
| Embrapa | Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária |
| EPUFBA | Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia |
| FAO | <i>Food and Agriculture Organization of the United Nations</i> |
| Febrabran | Federação Brasileira de Bancos |
| IBGE | Instituto Brasileiro de Geografia e Estatístico |
| IFBA | Instituto Federal da Bahia |
| MDS | Ministério de Desenvolvimento Social e Combate a Fome |
| MEAU | Mestrado em Engenharia Ambiental Urbana |
| MEC | Ministério da Educação |
| MEV | Microscopia Eletrônica de Varredura |
| MIN | Ministério da Integração Nacional |
| MOE | Módulo de Elasticidade |
| NaOH | Hidróxido de sódio |
| OH | Grupo hidroxila |
| ONU | Organização das Nações Unidas |
| Pnuma | Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente |

| | |
|--------|---|
| Setec | Secretaria da Educação Profissional e Tecnológica |
| TGA | Análise Termogravimétrica |
| UFBA | Universidade Federal da Bahia |
| UFRJ | Universidade Federal do Rio de Janeiro |
| Unesco | Organização das Nações Unidas para a Educação, a Ciência e a Cultura |
| UV-VIS | Ultravioleta-Visível |

SUMÁRIO

| | |
|---|----|
| 1. INTRODUÇÃO..... | 23 |
| 1.1. OBJETIVO GERAL..... | 29 |
| 1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... | 29 |
| 1.3. ESCOPO DA PESQUISA E CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA..... | 29 |
| 2. REFERENCIAL TEÓRICO..... | 31 |
| 2.1. O LICURI | 31 |
| 2.1.1. Características do licurizeiro..... | 32 |
| 2.1.2. Propagação e produtividade..... | 34 |
| 2.1.3. Importância econômica e formas de aproveitamento..... | 35 |
| 2.2. FIBRAS NATURAIS VEGETAIS..... | 37 |
| 2.2.1. Utilização das fibras naturais..... | 37 |
| 2.2.2. Definição e classificação das fibras naturais..... | 38 |
| 2.2.3. Fibras técnicas vegetais..... | 42 |
| 2.2.4. Coleta e preparação do material vegetal | 43 |
| 2.2.5. Secagem e mercerização..... | 44 |
| 2.3. MORFOLOGIA DA FIBRA | 46 |
| 2.3.1. Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura..... | 46 |
| 2.3.2. A fibro-célula..... | 46 |
| 2.3.3. Comprimento, largura da fibro-célula e diâmetro do lúmen..... | 48 |
| 2.3.4. Relações entre comprimento, diâmetro da célula e do lúmen | 50 |
| 2.3.5. Espectrometria atômica de raios-X..... | 52 |
| 2.4. CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA TÉCNICA..... | 54 |
| 2.4.1. Caracterização bioquímica..... | 54 |
| 2.4.2. Química: umidade e voláteis, matéria seca, cinzas, sílica, gorduras ou extrato etéreo e antraquinona..... | 58 |
| 2.4.3. Comportamento térmico..... | 60 |
| 2.4.4. Massa específica da fibra técnica..... | 61 |
| 2.4.5. Diâmetro equivalente..... | 61 |
| 2.4.6. Comportamento mecânico..... | 62 |

| | |
|--|-----|
| 3. METODOLOGIA..... | 64 |
| 3.1. COLETA E PRE-TRATAMENTO DAS PEÇAS E DAS FIBRAS..... | 66 |
| 3.2. PREPARAÇÃO PARA O HERBÁRIO, LIMPEZA E MERCERIZAÇÃO..... | 68 |
| 3.2.1. Tratamento para acesso ao herbário..... | 68 |
| 3.2.2. Tratamento químico: limpeza e mercerização..... | 68 |
| 3.2.3. Estabilidade e secagem da fibra..... | 70 |
| 3.3. ESTRUTURA DA FIBRO-CÉLULA..... | 70 |
| 3.3.1. Microscopia eletrônica de varredura..... | 70 |
| 3.3.2. Microscopia ótica..... | 71 |
| 3.3.3. Espectrometria atômica de raios-X..... | 71 |
| 3.4. CARACTERIZAÇÃO BIOQUÍMICA, FÍSICO-QUÍMICA E QUÍMICA..... | 72 |
| 3.4.1. Caracterização bioquímica: celulose, hemicelulose e lignina | 72 |
| 3.4.2. Caracterização química: umidade, matéria seca, cinzas, sílica, gorduras, antraquinonas..... | 73 |
| 3.4.3. Comportamento térmico..... | 77 |
| 3.4.4. Massa específica da fibra técnica..... | 77 |
| 3.4.5. Estudo sobre avaliação do diâmetro equivalente da fibra técnica..... | 78 |
| 3.4.6. Comportamento mecânico..... | 79 |
| | |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO..... | 81 |
| 4.1. COLETA E PRÉ-TRATAMENTO..... | 81 |
| 4.2. ENTRADA AO HERBÁRIO E TRATAMENTO DAS FIBRAS..... | 83 |
| 4.2.1. Depósito no herbário..... | 83 |
| 4.2.2. Comportamento à lavagem com água..... | 84 |
| 4.2.3. Processo de mercerização..... | 85 |
| 4.2.4. Comportamento da fibra a secagem..... | 87 |
| 4.3. ESTRUTURA DA FIBRO-CÉLULA..... | 88 |
| 4.3.1. Estrutura da fibra <i>in natura</i> | 88 |
| 4.3.2. Estrutura da fibra no sentido longitudinal..... | 92 |
| 4.3.3. Comprimento, espessura e lúmen da fibro-célula (folhas verdes)..... | 98 |
| 4.3.4. Caracterização cristalográfica por raios-X..... | 102 |
| 4.3.5. Identificação de metais por raios-X..... | 104 |
| 4.4. CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA TÉCNICA..... | 106 |
| 4.4.1. Bioquímica: Celulose, hemicelulose e lignina..... | 106 |

| | |
|--|-----|
| 4.4.2. Química: umidade e voláteis, matéria seca, cinzas, sílica, gorduras, antraquinonas..... | 107 |
| 4.4.3. Propriedades térmicas..... | 110 |
| 4.4.4. Massa específica da fibra técnica em água, hexano e gás hélio..... | 113 |
| 4.4.5. Diâmetro equivalente da fibra técnica..... | 115 |
| 4.4.6. Titulação da fibra técnica..... | 119 |
| 4.5. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA..... | 120 |
| 4.5.1. Tipo de curva tração e deformação..... | 120 |
| 4.5.2. Área da seção transversal da fibra técnica..... | 121 |
| 4.5.3. Resistência a tração, deformação específica e módulo de elasticidade... | 122 |
| 4.5.4. Comparação com outras fibras..... | 124 |
| | |
| 5. CONCLUSÕES..... | 126 |
| 5.1. CONSIDERAÇÕES FINAIS..... | 126 |
| 5.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS..... | 129 |
| | |
| REFERÊNCIAS..... | 130 |
| | |
| APÊNDICE..... | 142 |

1 INTRODUÇÃO

O trabalho faz parte da área de interesse: fibras naturais, do grupo de pesquisadores da Linha de Pesquisa Gestão e Produção Sustentável do Ambiente Construído do Mestrado de Engenharia Ambiental Urbana, na Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia (MEAU/EPUFBA). O tema central do trabalho é avaliar o potencial da fibra técnica do licuri, que passaremos a denominar de fibra do licuri, para aplicação na construção civil, em substituição às fibras não-naturais em reforços nos materiais compósitos. A literatura científica nacional ou internacional é escassa sobre as propriedades morfológicas, térmicas, bioquímicas, físicas, químicas e o comportamento mecânico da fibra do licuri. Dar-se-á ênfase à avaliação dessas características, relacionando seu efeito sobre o comportamento mecânico de compósitos poliméricos em comparação com as características de outras fibras vegetais empregadas para tal. Os resultados obtidos da caracterização técnica da fibra *in natura* serão comparados à fibra tratada em solução alcalina, e, com outras fibras naturais da região norte e nordeste do Brasil, inseridas no estudo desse grupo de pesquisa. A motivação para esta pesquisa tem como base os benefícios a serem gerados do ponto de vista técnico-social, econômico, ambiental e científico.

Syagrus coronata (Martius) Beccari, família das palmeiras Arecaceae, é planta nativa predominante nas regiões do semi-árido e do clima seco, desde o norte de Minas Gerais e Espírito Santo, Piauí, Ceará, Rio Grande do Norte, Paraíba, Pernambuco, Alagoas, Sergipe e Bahia (FEBRABRAN, 2003) ocupando uma extensão de 969 589,4km² (MIN, 2005). Trata-se de uma grande área quando comparada à área produtora de coco (*Cocos nucifera*) no Brasil, cultivado numa extensão de 2 660km² em todo território nacional, exceção do Rio Grande do Sul e Santa Catarina, devido a limitação climática (EMBRAPA, 2007).

A fonte de consulta, tanto eletrônica nacional ou internacional, quanto à literatura ou artigos, indicam escassez de informações sobre o comportamento da fibra do licuri, embora ocupe uma vasta extensão de terra e seja considerada uma das principais palmeiras do semi-árido brasileiro.

Segundo Crepaldi (2001), a primeira citação do licuri é datada de 1587, sobre seu valor alimentício; nas décadas de 1930 e 1940, o mercado americano e inglês comercializava a fibra do *Syagrus coronata* (Martius) Beccari para uso na indústria têxtil e de papel, em substituição à piassava. Estavam estimulados pelas características da fibra quanto à nervura central, flexível e resistente à tração, e, das nervuras secundárias, caracterizadas por serem estruturas finas, sedosas e resistentes.

Os primeiros dados sobre taxonomia e caracterização, usos e conservação das espécies do licuri foram levantados por Bondar (1938). As informações científicas da biologia estrutural, floral, desenvolvimento, área geográfica e fator socioeconômico da palmeira *Arecaceae* são citadas após 1950. O Ministério da Educação (MEC, 2006), através da Secretaria da Educação Profissional e Tecnológica (Setec), lançou a cartilha temática nutricional do licuri, citando a composição dos elementos alcalinos: cálcio, magnésio, cobre, zinco, selênio, ferro e manganês.

Semi-árido é o cenário onde as secas acontecem. Três critérios técnicos foram instituídos pelo Ministério da Integração Nacional (MIN, 2005) para definir uma região semi-árida: 1) a precipitação pluviométrica média anual deve ser inferior a 800 milímetros; 2) o índice de aridez de até 0,5 (calculado pelo balanço hídrico, que relaciona as precipitações e a taxa de evapotranspiração potencial, no período de 1961 a 1990); e, 3) o risco de seca deve ser maior que 60%, tomando-se base o período de 1970 a 1990. Essa nova definição ampliou o número de municípios, a extensão de terra e o número populacional para compor o semi-árido. A Bahia é a principal colaboradora nessa composição, possui 40,5% de semi-árido do território nacional e 30,9% de seus habitantes (Tabela 1). (MIN, 2005).

Tabela 1: Situação do semi-árido no Brasil e Bahia

| Composição | Brasil | | | Bahia | |
|-------------------|--------------------------|--------------------------|-----------|--------------------------|------|
| | Antes 2005 | Após 2005 | Acréscimo | Valores | % |
| Nº de municípios | 1 031 | 1 133 | 102 | 265 | 23,4 |
| Extensão de terra | 892 309,4km ² | 969 589,4km ² | 8,66% | 393 056,1km ² | 40,5 |
| Habitantes | - | 20 858 264 | - | 13 070 250 | 30,9 |

Fonte: MIN, 2005.

O Ministério de Desenvolvimento Social e Combate a Fome (MDS, 2007) definiu o Índice de Vulnerabilidade à seca dos municípios. Os índices são agrupados na distribuição por quartis, denominados de: “Alta”, “Média-Alta”, “Média-Baixa” e “Baixa”. Quarenta por cento dos municípios da Bahia estão enquadrados em vulnerabilidade “Alta” e “Média-Alta”. Conforme o mapa da Unesco, a classificação do clima é função do Índice de Aridez (Tabela 2) e com base nestes índices, a Unesco considera que 35% da superfície do planeta é vista como terra seca. (UNESCO, 2003).

Tabela 2: Classificação do Índice de Aridez

| Índice de Aridez | Classificação |
|-------------------------|----------------------|
| <0,05 | Hiper-árido |
| >0,05 < 0,20 | Árido |
| >0,20 < 0,50 | Semi-Árido |
| >0,51 < 0,65 | Sub-úmido seco |
| >0,65 | Sub-úmido e úmido |

Fonte: PNUMA, 2006.

Os impactos ambientais, sociais e econômicos do processo de produção são questões importantes na engenharia. Callister (2002) cita que o planeta Terra, como um sistema fechado, consiste em recursos materiais finitos; a diminuição das reservas de petróleo e a consciência ambiental da poluição proveniente da produção industrial, tem levado à busca por matérias primas alternativas renováveis e minimização de rejeitos. Os resultados de pesquisas têm demonstrado que as fibras naturais podem ser utilizadas para produção de material para construção de baixo custo, com alta resistência, ductibilidade e tenacidade (PEREIRA, 1999). Elenga e outros (2009) citam que a maioria dos estudos está concentrada em plantas cujas fibras são produzidas industrialmente como o sisal, linho, cânhamo, juta e rami. O uso das palmeiras como a piassava e o coco, no semi-árido (MATTOSO, 1996; FAGURY, 2005; SANTOS, 2006) e do buriti (SANTOS; SILVEIRA; SOUZA, 2007) para regiões úmidas, são exemplos dessas novas possibilidades de oferta de materiais para construção. As fibras vegetais ou lignocelulósicas são renováveis, biodegradáveis, não tóxicas, baixo custo, abundantes, resistentes, provocam baixo impacto ambiental e tem se mostrado

como excelente agente de reforço nos compósitos. Tradicionalmente empregadas para confecção de tapetes, cobertores, roupas, bolsas, sapatos e objetos de arte, entretanto, estudos mostram que as fibras vegetais podem ser utilizadas para reforçar compósitos, produzir tijolos, concreto, painéis e geotêxteis. Tanto na construção civil quanto na indústria de transportes, as fibras naturais estão sendo, cada vez mais, procuradas para substituir as fibras sintéticas. (ABMACO, 2008; AQUINO; D'ALMEIDA; MONTEIRO, 2002; ELENGA et al, 2009).

Callister (2002) define compósito do seguinte modo:

[...de uma maneira geral, pode-se considerar um compósito como sendo qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que o constituem, de tal modo que é obtida uma melhor combinação de propriedades...]

Carvalho (2005) definiu compósito como:

[...o resultado do processamento de dois ou mais produtos de diferentes propriedades físicas e químicas para gerar um produto final com características específicas e pré-definidas em função da aplicação desejada...]

A principal finalidade de produção de materiais compósitos é obter materiais superiores quanto às propriedades e estrutura, às de cada componente individual. A primeira aplicação de compósito ocorreu para substituir peças de alumínio, no avião britânico Spitfire. Nos Estados Unidos (EEUU) os compósitos se expandiram para área industrial e transportes, após a fabricação do primeiro tubo de poliéster reforçado com fibra de vidro ser instalado em uma plataforma de petróleo. O compósito chegou ao Brasil, em 1954, quando na partida industrial da primeira fábrica de resina poliéster, quando, então, o Centro de Tecnologia Aeroespacial, em São Paulo, passou a fabricar maquetes, hélices e capacetes, pequenos barcos e acessórios para carro de tração. (ABMACO, 2008).

Em 1956, houve aumento de 30% no consumo de compósitos pelos EEUU (70 000ton); em 2007, o Brasil aumentou o consumo em 20% correspondendo a 124 000ton, destes, 30% foram destinados à construção civil. Em âmbito internacional, o maior consumo de compósitos está localizado na construção civil, com 45% da produção (Tabela 3). Cerca de 40 000 aplicações de compósitos

estão catalogadas, com itens bem díspares de aplicação: de botões para camisa a ônibus espacial, de tubo para esgoto a asas do Airbus A380. (ABMACO, 2008; CANAVEROLO, 2004).

Tabela 3: Evolução do consumo de compósito, após 1955

| Cenário | EEUU | Brasil | | Europa | Internacional |
|---------------------------|---------------|--------|---------|--------|---------------|
| | 1956 | 1985 | 2007 | 2007 | 2007 |
| Produção (ton.) | 70 000 | 33 000 | 145 000 | | 1 620 000 |
| Consumo per capita | 4,5 (2007) | - | 0,8 | 6,0 | - |
| Aeronáutica (%) | 20 | - | - | - | - |
| Náutico (%) | 16 | - | - | - | 20 |
| Automobilístico (%) | 8 | - | - | - | - |
| Construção civil (%) | - | 9 | 30 | - | 45 |
| Transporte (%) | - | - | 24 | - | - |
| Químico (%) | - | - | - | - | 14 |
| Montadoras (%) | - | - | - | - | 12 |

Fonte: ABMACO, 2008.

Plotaram-se os dados fornecidos pela ABMACO (2008) e Aquino (2003) e, obteve-se o gráfico conforme a Figura 1. Mostra o crescimento relativo em bilhões de dólares, dos compósitos produzidos nos EEUU, em função do tempo.

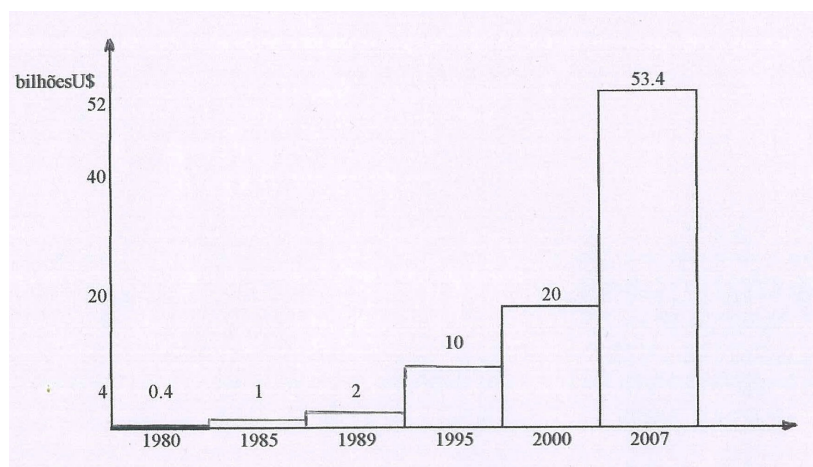


Figura 1. Crescimento relativo de compósitos, EEUU

Callister (2002) classificou os compósitos em função da morfologia dos materiais usados nos reforços: estrutural, reforçados com partículas e aqueles reforçados com fibras, dentre estas, as fibras naturais. O ano 2009 foi declarado como o ano internacional das fibras naturais, pela Organização das Nações Unidas para Agricultura e a Alimentação (FAO-ONU – *Food and Agriculture Organization of*

the United Nations). O objetivo foi conscientizar e estimular a aplicação de fibras naturais, encorajar e incentivar ações governamentais e empresariais sustentáveis (FAO, 2009). Apesar das fibras naturais provenientes das florestas tropicais serem abundantes, essas fontes de recursos renováveis são pouco exploradas. Dentre os continentes, o Brasil tem um papel fundamental por possuir uma das maiores áreas territorial cultiváveis e pelo número de espécies nativas de palmeiras (BONDAR, 1964; MARINELLI et al., 2008; ROCHA; GHELER-JUNIOR, 2000).

Nesta pesquisa, está sendo empregada a fibra do licuri, não produzida industrialmente, palmeira nativa do semi-árido, região inserida nas proximidades das áreas de índice de vulnerabilidade a seca “Alta” e “Média-Alta”. Há muitas razões para pesquisadores estudarem as propriedades das fibras naturais, incluindo o licuri, e buscar aplicações de modo sustentável. Uma destas razões é favorecer a economia e a subsistência da população, conseqüentemente, aumentar o incentivo à cultura dessas fibras e favorecer à agricultura, nas regiões do semi-árido. Do ponto de vista técnico-social, investir na região do semi-árido baiano, extensivo ao território brasileiro, minimiza o êxodo rural, a fome e a pobreza dessa região. Aumentar o potencial de utilidade do licurizeiro pelo uso de suas folhas como fibra vegetal, em substituição à fibra sintética e parte dos produtos poliméricos gera, conseqüentemente, benefício ambiental.

O custo e a escassez de recursos não renováveis utilizados em reforços de compósitos com fibras sintéticas justificam a pesquisa de novos materiais lignocelulósicos. Dados e informações científicas sobre a fibra do licuri são escassos. Esta pesquisa traz em si esta singularidade e contribui assim, para produzir benefício científico.

A composição bioquímica, as propriedades estruturais e físicas podem influenciar as propriedades mecânicas das fibras naturais. Podem variar tanto entre as espécies quanto na mesma espécie, e de árvore para árvore. Os fatores que conferem esta variabilidade estão relacionados a: localização geográfica, idade, clima, condições do solo e período de coleta. (CARVALHO, 2005). São escassas, também, as informações e estudos sobre a caracterização da microestrutura e propriedades físico-químicas das fibras. (ELENGA et al, 2009). Estudos anteriores mostram que o tratamento alcalino (mercerização) facilita a aderência entre a matriz e a carga nos compósitos. (AGRIZANI et al, 2006; GAÑÁN,

MONDRAGON, 2004; MARINELLI et al., 2008; RODRÍGUEZ; STEFANI; VÁSQUEZ, 2007).

As atividades deste trabalho estão direcionadas a pesquisar e avaliar as características da fibra do licuri *in natura* e mercerizada, contribuir para o conhecimento da relação microestrutura-propriedades, e, avaliar as possibilidades oferecidas pela fibra do licuri em comparação com as fibras regionais tais como a piassava, o coco, o sisal e o curauá. Aspira-se que, no futuro, haja produção de materiais de construção de baixo custo que gere benefícios aos vários segmentos e à população.

1.1. OBJETIVO GERAL

Avaliar o potencial da fibra da folha do licuri para aplicação e uso como fibra técnica em construção civil.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Estudar as características morfológicas e as principais relações entre as dimensões da fibra do licuri.
- Estudar as características térmicas, bioquímicas e físicas da fibra;
- Avaliar o comportamento mecânico da fibra do licuri.

1.3. ESCOPO DA PESQUISA E CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA

O texto é estruturado em cinco etapas distintas: 1) introdução, que oferece visão ampla do trabalho, a motivação para o desenvolvimento da pesquisa e seus objetivos; 2) referenciais teóricos como base para conceituar o tema em discussão; 3) metodologia que aborda os métodos adotados para os experimentos; 4) resultados encontrados e discussão dos mesmos; e 5) as conclusões finais,

fechando o trabalho de dissertação. Fez parte do desenvolvimento da pesquisa: o trabalho de campo que inclui a coleta das peças: folhas, frutos e raqui para guarda em herbário, a preparação da fibra, o tratamento alcalino, também denominado de limpeza alcalina e a aplicação dos métodos laboratoriais. Os resultados dos ensaios foram tratados estatisticamente e apresentados em forma de gráficos.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Do referencial teórico constam os fundamentos teóricos que possibilitam a compreensão dessa pesquisa. Inicialmente é feita uma análise sobre o estudo agrônomo do licuri, as fibras naturais, enfatizando os processos que acompanharam a preparação da fibra do licuri e o desenvolvimento dos experimentos.

2.1. O LICURI

Segundo Bondar (1964) a família das Palmeiras evoluiu na Era Geológica Secundária ou Mesozóica, no Período Cretáceo Superior, correspondente a cem milhões de anos da época atual (ALVES; DEMATTÊ, 1987). Elas fazem parte do cenário bíblico, tanto do Velho quanto do Novo Testamento, foram utilizadas por civilizações orientais e mediterrâneas, eram o símbolo de vida eterna para os assírios e serviam de alimentos para a África e sudoeste da Ásia. (SODRÉ, 2005).

São monocotiledôneas, com morfologia muito característica. Crepaldi (2001) cita que o conhecimento sobre o cultivo e seu manejo ainda é primitivo, apesar de sua importância; o conhecimento sobre o potencial agrônomo de aproveitamento das palmeiras é quase que ausente. Pessoas e grupos sociais regionais mais dependentes desses recursos têm poucas informações sobre a importância das palmeiras nativas e de como podem tirar proveito delas (BONDAR, 1964; SODRÉ, 2005).

Os principais estudos sobre o licuri são registrados por Bondar, com publicações datadas de 1938, 1939, 1941, 1942, 1954 e 1964 (CREPALDI, 2001). Em literatura, a primeira notícia sobre o licuri encontra-se no **Tratado Descritivo do Brasil**, por Gabriel Soares de Souza (1587 apud BONDAR, 1939): “As principais palmeiras bravas da Bahia, são as que chamam uruucurí [...]”. A palmeira chamada licuri, *Syagrus coronata* (Mart.) Beccari, produz frutos comestíveis, óleo, cera e fibras. É plantação nativa predominante no semi-árido e de clima

seco, no bioma da Caatinga, em dez estados brasileiros: do norte de Minas Gerais e Espírito Santo, Piauí, Ceará, Rio Grande do Norte, Paraíba, Pernambuco, Alagoas, Sergipe e Bahia, (FEBRABRAN, 2003) com extensão de 969 589,4km² (MIN, 2005). A Bahia é o estado em maior volume de licurizeiros. (MEC, 2006).

Denomina-se “taxonomia” a ciência que classifica os organismos vivos e sua fisiologia. O licuri pertence à família *Arecaceae* (Palmae), subfamília *Arecoideae*, tribo *Cocoeae*, subtribo *Butineae*. Segundo Noblick (1991 apud CREPALDI, 2001), há quinze gêneros entre as subfamílias *Coryophoideae*, *Calamoideae* e *Arecoideae*, no estado da Bahia. A subfamília *Arecoideae* é a maior de todas, com 115 gêneros e 1500 espécies. Existem 1.147 espécies de palmeiras neotropicais. O *Syagrus coronata* (Martius) Beccari pertence à subfamília *Arecoideae*, tribo *Cocoeae*, subtribo *Butiineae* (CREPALDI, 2001); nome de origem tupi: uriku’ri ou uliku’ri, é conhecido por outros diferentes nomes (Quadro 1). (DRUMOND, 2007; SODRÉ, 2005).

| Itens | Características | Caracterização |
|------------|---|----------------|
| Família | <i>Arecaceae</i> (Palmae) | Família |
| Subfamília | <i>Arecoideae</i> | |
| Gêneros | 115 | |
| Espécies | 1.500 | |
| Tribo | <i>Cocoeae</i> | |
| Subtribo | <i>Butineae</i> | Nomes |
| Em tupi | Uriku’ri ou uliku’ri | |
| Vulgares | Licuri, ouricurí, oricurí, nicurí, dicurí, dicorí, alicurí, aricurí, aricuí, iricurí, Licuri-cabeçudo | |

Quadro 1: Características da palmeira licuri *Syagrus coronata*.
Fonte: CREPALDI, 2001; DRUMOND, 2007; SODRÉ, 2005.

2.1.1 Características do licurizeiro

As palmeiras possuem morfologias similares entre si, o que torna difícil a separação em gênero e espécie. As raízes são do tipo *fasciculadas* - as raízes

secundárias não se distinguem da raiz principal, daí o licuri poder viver bem em pedregulhos, pois as raízes se agarram às pedras.

O tronco das palmeiras recebe o nome de *estipe* ou *estípide*, sem ramificações no caule, possui formas, tamanhos, volumes e texturas variadas. Não engrossa com o tempo, como as demais árvores, mas cria anéis através do qual sua idade pode ser estimada. Possui de 6 a 12m de altura, diâmetro de 20 a 25cm, é recoberto pelas bainhas da folha, dispostas em cinco fileiras espiraladas proporcionando efeito decorativo. (Figura 2). (CREPALDI, 2001; SODRÉ, 2005).



Figura 2: O tronco do licuri

A folha é composta por *bainha*, *pecíolo*, *segmento foliar* e *raque*. A folha do licuri, de cor verde escura, é composta de segmentos foliares, apresentam epiderme com cutícula espessa, com grande concentração de cera sobre a cutícula. As folhas do *syagrus coronata* são irregularmente pinadas e desenvolvidas, chegando a medir três metros de altura. Cada pina possui a nervura principal (LEITE; SCATENA, 2001), aglomerações de dois a quatro segmentos foliares. A folha é distribuída em forma espiralada ao longo do tronco, ocorre no ápice do tronco e forma uma “coroa foliar”, de onde provém o nome *coronata* (Figura 3). Na Figura 4, as flores pistiladas possuem cor verde a amarela clara, medem 7-12 mm de comprimento e 5-9 mm de largura. (CREPALDI, 2001).

Apesar de a inflorescência ocorrer durante todo o ano, a predominância ocorre nos meses de maio a agosto. Os frutos são do tipo drupa, medindo 2,5-3 cm de comprimento e 1,7-2 cm de diâmetro, a cor varia de verde ao amarelo, quando maduros. Frutificam durante o ano, com maior incidência de outubro a dezembro. (DRUMOND, 2007).



Figura 3: Partes da folha



Figura 4: Inflorescência

2.1.2 Propagação e produtividade

Segundo Bondar (1942), o coco do licuri germina entre dois a três meses, de forma natural, podendo transplantada após dois e até quatro anos. É recomendável tratamento pré-germinativo em laboratório para acelerar a germinação e padronizar a produção (DRUMOND, 2007). Frutificam após seis meses de plantio e a produção média de um licurizal nativo é de 2000kg por hectare, podendo alcançar até 4000kg por hectare. A produção do licuri à base de uma folha por mês não tem sido comprometida pela exploração extrativista. (BONDAR, 1942; CREPALDI, 2001)

As palmeiras brasileiras não estão incluídas entre espécies ameaçadas de extinção, entretanto, o estado vulnerável é causado pelo desordenado de algumas destas espécies, como ocorre, por exemplo, com o licurizeiro no município de Águas Belas, no sertão de Pernambuco e comunidades vizinhas, considerado como desaparecido (RUFINO et al, 2008).

2.1.3 Importância econômica e formas de aproveitamento

É conhecido pelo aproveitamento e uso na alimentação, na indústria de óleos e cera, na construção e no artesanato. O licurizeiro vem sendo considerado uma das mais importantes palmeiras nativas do semi-árido (BONDAR, 1938).

Rufino e outros (2008) pesquisaram o uso do licuri em Buíque, Pernambuco, Brasil e registraram que 30% dos entrevistados se referiam ao uso do “leite de coco” e uso da amêndoa *in natura*, 28% citavam o uso do óleo do fruto, 3% se referiam à cocada e 1% à farofa da farinha e uso em embuzada (refresco com leite do coco e umbu, fruta típica do semi-árido). Bondar (1938) chamava atenção para a diversidade do uso do licuri na alimentação, dentre outros, nos licores. O consumo cotidiano de forma *in natura* consiste em montar as amêndoas em cordão da própria fibra da folha do licuri, como um rosário cujas contas são os coquinhos, que as pessoas vão retirando um a um para comê-los aos poucos. Novas opções de uso estão sendo desenvolvidas: barras de cereais, iogurte e conserva. (MEC, 2006). É a alimentação básica da arara azul-de-lear (*Anodorhynchus leari*). A ararinha azul, espécie endêmica no extremo norte da Bahia, é uma ave sob risco de extinção, cuja sobrevivência como espécie está diretamente ligada à existência dos cocos da palmeira de licuri (SANTOS-NETO, 2005; PAIVA, 2004). Bondar (1942) considerou o licurizeiro como a “árvore salvadora da vida”, devido a seu poder nutritivo (Tabela 4). O fruto tem alto poder energético e oleaginoso, e a presença de carotenóides, compostos com atividade pró-vitamina “A”, tem incentivado a aplicação do licuri em regiões pobre com hipovitaminose “A” como fonte de alimentação escolar.

Estudos recentes revelam a presença de selênio, cobre, cálcio, magnésio, zinco, manganês, ferro em sua composição. O uso sistemático destes elementos na alimentação evitaria a desnutrição, auxiliaria na aprendizagem e no combate a doenças (MEC, 2006).

A primeira amostra de cera do licuri foi apresentada à Bolsa de Mercadorias da Bahia em 1935 e a exportação foi iniciada em 1941. (BONDAR, 1942). Drumond (2007) cita que a produção anual dessa cera é de 9ton, e que é semelhante à da carnaúba usada na produção da graxa de sapato, papel carbono, na proteção

superficial de móveis e na pintura de automóveis. Estudos sobre sua composição ainda são raros.

Tabela 4. Composição nutritiva do fruto do licuri (*Syagrus coronata*)

| Parâmetros | Polpa (%) | Amêndoa (%) |
|--------------------------------|------------------|--------------------|
| Umidade | 77,4 ± 0,16 | 28,6 ± 0,38 |
| Cinzas | 1,4 ± 0,06 | 1,2 ± 0,01 |
| Lipídios | 4,5 ± 0,3 | 49,2 ± 0,08 |
| Nitrogênio | 0,5 | 2,2 ± 0,01 |
| Proteínas | 3,2 | 11,5 ± 0,03 |
| Carboidratos totais | 13,2 | 9,7 |
| Composição de vitaminas | | |
| Parâmetros | Polpa | Amêndoa |
| Xantofila | Traços | Nd |
| Alfa caroteno | Traços | Nd |
| Beta caroteno (ug / g) | 26,1 ± 0,7 | Nd |
| Valor Pro vitamina A (ER) | 4,4 ± 0,1 | Nd |
| Alfa tocoferol (ug / g) | 3,8 ± 0,4 | Nd |
| Ácido Ascórbico | Traços | Nd |
| Valor Calórico (kcal / 100g) | 108,6 | 527,3 |

Fonte: CREPALDI, 2001.

O óleo do licuri faz parte da economia baiana desde 1917. Obtido por extração da amêndoa do licuri, é considerado o melhor óleo brasileiro para fabricação de sabões e sabonetes (densidade a 15°C igual a 0,921). Chama-se “torta do licuri” a borra obtida pela extração do óleo; contém 11 a 12% de óleo, é considerada uma ótima ração para vacas leiteiras, vacas reprodutoras e para o desenvolvimento precoce de animais de corte. (DRUMOND, 2007). Cerca de 90% da comunidade estudada em Buíque (Pernambuco) utiliza o fruto do licuri como alimentação de animais, estes ingerem os frutos, consomem o mesocarpo e regurgitam a semente, conhecida como “coco de arrote”, muito apreciada como alimento pelas pessoas. (RUFINO et al, 2008). Segundo Drumond (2007) o licuri (35 a 38% de óleo) vem despertando o interesse dos produtores rurais do semi-árido, para fins de produção do biodiesel. As folhas secas possuem alto teor de gordura e as cascas do coquinho são combustíveis. É empregado como fonte de energia: os fachos são usados para iluminação noturna e para alimentar os fornos domésticos.

As folhas são mais empregadas como cobertura para construções, portas, ranchos, barracas, banheiros; os estipes são mais utilizados para mourões. Cerca de 60% dos índios Huaorani da Amazônia utilizam o licuri na construção de suas casas, na alimentação e muitos diferentes outros usos. As folhas da palmeira, os segmentos foliares, a bráquea (segunda parte mais usada da palmeira) são utilizadas para confecção de objetos utilitários: esteiras (42% de uso), chapéus (22%); vassouras, abanadores, tapetes, sacolas, bolsas, balaios, bijuterias, fruteiras, abajures. (DRUMOND, 2007; RUFINO et al., 2008).

2.2 FIBRAS NATURAIS VEGETAIS

2.2.1 Utilização das fibras naturais

O uso de fibras vegetais como reforço existe desde muito tempo, quando capim ou palha de arroz ou milho era misturado ao barro para fabricar tijolos ou reforçar as paredes, a fim de diminuir sua fragilidade (AQUINO, 2003). Registra-se que, desde 4 000 anos A.C., os egípcios desenvolveram um laminado utilizando a planta “*papyrus*”; cerca de 1300 anos A.C., fabricavam tijolos usando palha como reforço (AQUINO, 2008). A utilização destes reforços persiste de forma crescente, tanto pelo interesse nesta utilização quanto pela diversidade de fibras, à proporção que vão sendo conhecidas. Carvalho (2005) cita que o primeiro uso de fibras vegetais (a fibra do algodão) reforçando plástico se deu para aplicação em radar militar. As propriedades mecânicas das fibras naturais são piores que as das fibras sintéticas (Tabela 5), e nas décadas de 70 e 80 as fibras sintéticas substituíram as fibras naturais, oferecendo melhor desempenho mecânico e economia. (SILVA et al., 2009).

A partir da década de 90, motivado pela escassez do petróleo e os aspectos sócio-ambientais - em geral, as fibras procedem de regiões economicamente pobres - ressurgiu o interesse pelas fibras naturais. São matérias primas indicadas como alternativa para a manufatura considerada ecologicamente correta. Alguns problemas estão associados ao uso das fibras naturais como reforço em compósitos, entre eles: molhabilidade e baixa adesão devido à natureza hidrofílica

das fibras (MEDEIROS, 2006), o limite de temperatura para processamento devido à sua degradação e presença de voláteis. Pesquisadores têm concentrado suas atenções em identificar aditivos compatibilizantes para melhorar a molhabilidade entre as fibras lignocelulósicas e a matriz; dentre outros, os silanos e os titanatos são aditivos referidos em trabalhos científicos (PEREIRA, 1999).

Tabela 5: Comparação das propriedades mecânicas de fibras

| Material | Massa específica (g/cm ³) | Alongamento na ruptura (%) | Resistência à tração (MPa) | Módulo de elasticidade (GPa) |
|---|--|--------------------------------|---|--------------------------------------|
| Carbono M (1) | 1,8 | --- | 5300 | 270 / 325 |
| Carbono 1M8 (2) | 1,8 / 1,9 | 1,4 / 1,8 | 4300 / 5171 | 270 / 310 |
| Vidro S2 (1) | --- | 2,5 | 4600 / 4800 | 88 / 91 |
| Vidro (2) | 2,5 | 1,8 / 3,2 | 2000 / 3500 | 70 |
| <i>Ananás erectifolius (cururuá/br)</i> (2) | --- | --- | 859 / 1404 | 20 / 36 |
| <i>Agave sisalana (sisal)</i> | 1,45 (2) 1,37 (3) 1,24 (4) | --- | 511 / 635 (2) 347 / 378 (3) 500 (4) | 9,4 / 22 (2) 15,2 (3) 14,9 (4) |
| <i>Bambusa vulgaris (bambu)</i> (3) | 1,158 | 3,2 | 73 / 505 | 5,1 / 4,6 |
| <i>Cocos nucifera L (coco)</i> | 1,15 / 1,45 (2) 1,177 (3) 1,52 (4) | 15 / 40 23,9 / 51,4 29,2 | 131 / 175 95 / 118 176 | 4 / 13 2,8 2,74 |
| <i>Attalea funifera (piassava)</i> | 1,054 (3) --- | 6 1,78 | 143 172 | 5,6 10,6 |

Fonte: (1) ABMACO, 2008; (2) AQUINO, 2008; (3) AQUINO, 2003; (4) GUIMARÃES, 1992.

Paula (1999) cita que o Brasil, dentre outros países, passou a explorar a energia acumulada nos vegetais, após a crise do petróleo nas décadas de 1970 e 1980. A extração da madeira, como material lignocelulósico, é obtida mediante o sacrifício das árvores e sem a prática do desenvolvimento sustentável, o que constitui problema ambiental. As fibras ou resíduos de fibras produzidas industrialmente podem eventualmente substituir a madeira (AQUINO, 2003).

2.2.2 Definição e classificação das fibras naturais

Fibras naturais são aquelas encontradas na natureza, classificadas, quanto à origem, em vegetal, animal e mineral (Quadro 2). O maior interesse econômico está na utilização das fibras de origem vegetal, devido à grande diversidade da

flora mundial e por ser uma fonte renovável (AQUINO, 2008). A flora tropical é rica em plantas que fornecem fibras; Aquino (2003) considera praticamente impossível determinar-se o número de espécies de plantas que forneçam fibras empregadas como fibra têxtil ou para outros fins e aplicações. Dentre as fibras estudadas, Aquino (2003) faz referência ao algodão, juta, linho, sisal e cânhamo como as fibras de maior significação econômica.

| Vegetal | | | | | Animal | Mineral |
|---|---------------|---------|---------|---------------------------------------|------------|---------|
| Folha | Fruto | Semente | Raiz | Caule | Lã Seda | Asbesto |
| Licuri Sisal Piassava Curauá Buriti | Coco Paina | Algodão | Zacatão | Cana, linho Bambu, juta Cânhamo | | |

Quadro 2: Classificação e exemplos de fibras naturais

Fonte: AQUINO, 2003; AQUINO, 2008; CARVALHO, 2005.

As fibras vegetais têm diferentes definições, que podem ser divergentes entre si, e variam em função da área de interesse. (CREPALDI, 2001).

Medina (1959) define fibras vegetais como:

[...] todas as células esclerenquimatosas de forma tipicamente prosenquimatosas, isto é, de comprimento igual a muitas vezes a largura. Dessa forma, de um ponto de vista estritamente histológico, o termo fibra tem sido usado para designar uma grande variedade de tipos de células que se caracterizam pela forma alongada, parede secundária espessa e regular, ocorrência de pontuações.

Segundo Esau (1974), *fibra de folha* é um termo usado no comércio para designar fibras celulares provenientes das folhas das monocotiledôneas. São fibras que possuem a textura mais rígida que as dicotiledôneas e assim denominadas de *duras*. As fibras se apresentam em forma de *feixe*; nesse caso, as células individuais que compõem o feixe são denominadas fibras elementares ou fibrilas. O feixe de fibras elementares confere resistência e rigidez ao segmento foliar e serve de sustentação aos vasos condutores de seiva. A fibra de folha é comercializada sob forma de feixes no comprimento do segmento foliar, após a retirada do tecido carnoso e das ceras, por raspagem mecânica nos segmentos foliares recém cortados. Assim, recebem o nome de fibra. A terminologia da

American Society for Testing and Materials, ASTM D 3822 – 07, aplicada à indústria têxtil, indica fibra como: “[...] termo genérico para qualquer um dos vários tipos de material que forma os elementos básicos de um têxtil e que é caracterizado por haver um comprimento pelo menos cem vezes o seu diâmetro”.

Crepaldi (2001) fez levantamento das diferentes definições para o termo fibras:

1) definição botânica - é “toda célula oriunda do lenho e que confere à planta muitas das propriedades mecânicas e físicas. São células mortas quando maduras, duráveis e ocorrem em feixes ligados entre si por substâncias pécticas”;

2) definição química - enfatiza a composição da parede celular “consiste primordialmente de celulose, lignina, hemicelulose, proteínas e compostos polifenólicos, sendo a celulose a responsável pela força e durabilidade”;

3) definições comerciais:

- geral - é denominada “fibra” “todo fragmento fino, delgado, não compreendendo só os oriundos de plantas”;
- para fibra de palmeiras - “agregados de feixes vasculares de fios finos, puros, com ampla aplicação, dependendo de sua origem no vegetal”.
- pela relação entre o comprimento e a largura da fibra técnica, para a indústria têxtil e a de papel - as fibras técnicas são caracterizadas para tecelagem quando a relação é acima de 103, e para a para a indústria de celulose e papel quando a relação é menor que 102;

4) em função da parte da planta da qual a fibra provém:

- caule - são fibras “extra-xilemáticas, constituem as “verdadeiras fibras” no sentido botânico; predomínio das dicotiledôneas”;
- folha (ou estruturais) – são fibras “rígidas, provenientes de pequenas células, constituem feixes lignificados em maior ou menor grau; predominam nas monocotiledôneas”;
- superfície – são fibras unicelulares, quase que exclusivamente celulose; as mais importantes são as das sementes;

5) em função da área de atendimento - são adjetivadas conforme utilização. Para têxteis e papel: – as fibras são de “boa qualidade, fortes, duráveis, flexíveis”; para

cordas e barbantes: – fibras são “macias e flexíveis”; para vassouras: – são as fibras resistentes.

Aquino (2003) cita que as fibras celulares vegetais podem ser classificadas em dois grandes grupos, em função da origem anatômica:

- fibras intraxilares – são as fibras celulares provenientes do xilema ou lenho, isto é, o tecido das plantas vasculares por onde passa a seiva bruta, o xilema secundário nas árvores é o constituinte da madeira;
- fibras extraxilares – àquelas integrantes do floema ou líber, isto é, os tecidos das plantas vasculares por onde passa a seiva mais elaborada, são aquelas que revestem os feixes vasculares do caule, da raiz e da folha.

Rocha e Gheler-Junior (2000), Andrade-Junior (2006) e a ABMACO (2008) apresentam variados significados e exemplos para o termo fibra (Quadro 3).

| Significado do termo fibra | Exemplo de fibra |
|--|--|
| Fibras ou pêlos unicelulares | Algodão |
| Tecidos de feixes multicelulares | Sisal |
| Fibras que se originam do floema | Linho |
| Fibras de origem animal utilizadas na indústria têxtil | Seda natural |
| Fibra sintética ou ao seu compósito | Vidro |
| Fibras químicas | Viscose (artificial) - Poliéster (sintética) Vidro (inorgânica) |
| Folhas secas empregadas em artesanatos | Bananeira |

Quadro 3: Significados da palavra *fibra*

Fonte: ROCHA; GHELER-JUNIOR, 2000; ABMCO, 2008; ANDRADE-JUNIOR, 2006.

Para distinguir as dimensões micro e macro que envolve o presente trabalho, denominaremos de “fibra técnica” quando se tratar do fio decorrente do desfibramento, conforme definição da ASTM e de Esaú (1974), e de “fibro-célula” quando se referir a estrutura interna, conforme a definição apresentada por Medina (1959).

2.2.3 Fibras técnicas vegetais

Serão apresentadas algumas considerações sobre as fibra *Cocos nucifera*, *Attalea funifera* e *Agave sisalana*.

Cocos nucifera pertence à família das palmáceas, da classe monocotiledôneas, seu fruto é o coco. Os maiores estados produtores do Brasil são Bahia, Alagoas, Pernambuco e Sergipe. A fibra do coco é proveniente da casca do coco, do mesocarpo. Segundo Bondar (1954) as fibras são densas, agregadas pelo tecido conjuntivo e resistente à água salgada, são indicadas para cordas navais, tapetes, escovas. A fibra de coco que, antes era tida como lixo, mais recentemente, está sendo utilizada em compósitos para a indústria automobilística (painéis, bancos e pára-choques) e produtos derivados. Tem aplicação na jardinagem como antifungo devido à presença de tanino. As mantas das fibras de coco prensadas com látex têm diversas aplicações: filtros industriais, divisórias, anti-ruído para cabines de som. A elasticidade é maior que outras fibras vegetais. A produção brasileira pela agroindústria é de 5,4 toneladas (1995), com fibras de 1 a 3 cm, comprimento considerado ideal como carga de matrizes cimentícias. É pouco aproveitada, tem capacidade de produção ociosa. (AQUINO, 2003; GUIMARÃES, 1982).

Attalea funifera (piassava) pertence a família das *palmáceas*, de origem brasileira, desenvolvendo-se principalmente na Bahia, com área de concentração em Valença, Una, Ilhéus, Canavieiras, Porto Seguro, Belmonte, Prado, Cairu, Itacaré, Maraú, Camamú, Ituberá, Taperoá e Nilo Peçanha, e no recôncavo, em Santo Amaro, Cachoeira, Maragogipe e Jaguaripe. Suas fibras provenientes das folhas são duras e resistentes. Seu desenvolvimento dá-se em três etapas, o que afeta o comprimento das fibras. Produz em média 8 a 10 folhas por ano, e cada uma destas folhas produz de 500 a 800 gramas de fibras, com média anual de 6kg por pé. A duração de vida é de cerca de vinte anos. Usada no fabrico de cordas para embarcações, cestos, vassouras, escovas, em serviços leves e pesados. (GUIMARÃES, 1982).

Agave sisalana pertence à família *amarilidaceae*, é a única espécie do gênero *agave* cultivada no Brasil, com sucesso econômico, sendo a Bahia responsável por

cerca de 85% da produção nacional. Da folha do sisal obtém-se 20% de fibras, sendo que, apenas 3% dessa fibra são comerciáveis; a fibra técnica é quase branca, resistente à tração e mede, em média, 1,50m. Sua aplicação ocorre na produção de fios e cordas, tapetes, artesanato e como matéria prima para produção de celulose e papeis finos. Tem sido empregada na construção civil em substituição do amianto e mantas asfálticas, na base dos carpetes e pela indústria automobilística para revestimentos de banco e painéis. O uso do sisal no fibro-cimento é viável e recomendável como nova fonte de aplicação do sisal. (CARVALHO, 2005; GUIMARÃES, 1982).

2.2.4 Coleta e preparação do material vegetal

A formação de herbários foi iniciada na Itália, no século XVI. Continha coleções de plantas secas e costuradas em papel. Cada parte da planta, de agora em diante, denominada de *peça*, é seca e prensada, de modo que possa estar preservada por longo período de tempo, podendo ser utilizada em pesquisa científica. Após, são identificadas e catalogadas. São fontes básicas para estudos taxonômicos e úteis como referências. (RUSSOMANNO; KRUPPA, 2008).

Para a coleta, a planta deve estar florida ou frutificada. De acordo com Ferreira (2006), a folha, flores, frutos, casca e raiz das árvores são peças a serem coletadas. Uma ficha de campo é preenchida com os dados mais importantes das peças coletadas tais como localização da planta e pontos de referência que possibilite localização da espécie, características da planta observadas no campo, antes da desidratação. Após secas devem ser prensadas entre folhas de jornais, amarradas em prensas e colocadas em estufa para desidratação. A avaliação da geometria celular da folha do licuri é realizada na folha recém coletada e seu estado assim preservado até o laboratório.

Conforme Machado (1958) o segmento foliar mede cerca de 350µm de espessura e o mesofilo é protegido por duas camadas de células que são a hipoderme e a epiderme. O feixe de fibras é encontrado sob a hipoderme adaxial ou superior. O material ceroso recobre ambas epidermes: adaxial e abaxial, sendo a epiderme

adaxial que produz maior quantidade de cera. As epidermes podem ser separadas, secas ao sol e após, desfibradas e utilizadas como fibra técnica.

2.2.5 Secagem e mercerização

As fibras sofrem influência da temperatura e umidade relativa do ar, do ambiente onde estejam armazenadas. Devido às ligações de hidrogênio, as fibras são naturalmente hidrófilas, o que influencia as propriedades mecânicas e físicas. (SILVA, 2003). A água presente encontra-se em forma de água absorvida, água de constituição e água livre, isto é, aquela que não está ligada a nenhuma estrutura molecular dentro da célula, sendo fácil de ser eliminada. (SILVA, 2002).

Foram publicados trabalhos sobre resultados do efeito de tratamentos químicos sobre as fibras vegetais, com o objetivo de melhorar a adesão da fibra à matriz, as quais indicam melhorias que favorecem sua aplicabilidade (CARVALHO, 2005; PEREIRA, 1999). Rodríguez, Stefani e Vásquez (2007) apontam três métodos para favorecer a adesão da fibra à matriz nos compósitos: tratamento químico das fibras, modificação química das resinas e uma combinação dos dois métodos anteriores. O tratamento com solução de hidróxido de sódio é conhecido como mercerização, e vem sendo utilizado em fibras naturais, a exemplo de sisal, coco, juta, palma, curauá, bagaço de cana. Agrizani e outros (2006) mantiveram as fibras de *Agave sisalana* imersas em solução 2M de NaOH por uma hora. Gañan e Mondragoni (2004) utilizaram para as fibras de *Furcraea andina* (agave), solução a 20% de NaOH, por uma hora, à temperatura da sala.

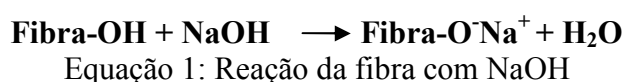
Segundo Gurgel (2007), a mercerização traz algumas transformações na celulose da fibra: 1) altera a estrutura fina, a morfologia da fibra, conformação das cadeias moleculares transformando celulose I em celulose II, mudança na resistência e no brilho da fibra e altera as propriedades de adsorção; 2) o material expande-se e há rearranjo nas cadeias dos polissacarídeos; aumenta a quantidade de material menos ordenado na fibra aumenta e diminui a parte cristalina; 3) aumenta a área de superfície da fibra elevando a adsorção, tornando acessível os grupos hidroxila das macromoléculas de celulose.

Segundo Rodríguez, Stefani e Vásquez (2007), a solução alcalina atua sobre as fibras removendo as impurezas da superfície, ácidos graxos e cera, e também extrai parte da hemicelulose, lignina, pectina e fração de celulose com baixo grau de polimerização; essas extrações produzem rugosidade na superfície topográfica das fibras e perda de massa da fibra. A rugosidade melhora a adesão fibra-matriz nos compósitos, diminui o ângulo espiral das microfibrilas, aumentando a orientação molecular e produz fibrilização (*split*) axial dos fios; fibrilização é a desagregação dos fios em microfibrilas, o que aumenta a área de superfície efetiva na ligação com a matriz, nos compósitos. Como consequência, a densidade da fibra, de número de hidroxilas em sua superfície aumenta e favorece a formação das ligações de hidrogênio. Essas melhorias na adesão da fibra à matriz produzem aumento na resistência à tração, embora a resistência ao impacto possa decrescer.

Segundo Paula e Alves (1997), o ângulo fibrilar é formado pela posição das microfibrilas de celulose que se acomodam para formar a parede secundária da célula, com relação ao eixo longitudinal das fibras. Se a orientação das microfibrilas estão mais para o eixo longitudinal das fibras, os ângulos serão menores e a fibra é mais resistente à tração e mais flexível.

Segundo Marinelli e outros (2008), estudos revelam que o tratamento alcalino melhora a tensão superficial e a molhabilidade da fibra, formando ligação mecânica de entrelaçamento da superfície rugosa da fibra e a matriz polimérica.

Três processos físico-químicos ocorrem no tratamento alcalino: a remoção das impurezas; a reação entre os radicais hidroxilas da fibra com o elemento sódio, do hidróxido de sódio (NaOH), produzindo celulose sódica (Equação 1); a dissolução de parte da cera, hemicelulose e lignina, levando a fibra à perda de massa. (LEITE, 2002). As variáveis físicas e químicas encontradas na fibra vegetal são decorrentes de fatores interferentes, originados pelas diferentes espécies existentes, diversidade da geografia, das condições do solo e do clima da região, na produção e processamento das fibras. (CARVALHO, 2005). É difícil predizer-se o efeito em um sistema particular de tratamento, por depender de muitas variáveis. (LEITE, 2002).



2.3 MORFOLOGIA DA FIBRA

A anatomia da fibra é estudada com o objetivo de obter subsidio à sua taxonomia, conhecer as características anatômicas e obter informações preliminares quanto ao aproveitamento da fibra técnica.

2.3.1 Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura

O microscópio ótico utiliza a luz para formar imagens; o microscópio eletrônico de varredura consiste na emissão em uma fonte de elétrons, que emite um estreito feixe de elétrons com elevado nível de energia para formar as imagens. A microscopia de varredura é utilizada para o estudo das estruturas superficiais no sentido longitudinal ou transversal ou, sub-superficiais de amostras. Na medida em que são tridimensionais, as imagens têm alta profundidade, o que significa obter diferentes relevos da superfície. A superfície das fibras pode ser avaliada, e o efeito de tratamentos químicos sobre as mesmas pode ser comparado. Os microscópios óticos garantem visualização em escala micrométrica, e o de varredura pode apontar detalhes de um nanômetro. Algumas técnicas microscópicas combinadas permitem investigação detalhada dos morfologia de materiais. (GONÇALVES, 2004; CARVALHO, 2005; ALMEIDA, 2008).

2.3.2 A fibro-célula

A fibra técnica é composta por filamentos, e estes, por feixe de fibras celulares ou fibro-células, alinhadas no sentido longitudinal; permanecem juntas, entre si e com as demais partes, por conta de um meio cimentante, amorfo, constituído basicamente por lignina. Cada fibro-célula é composta por paredes cilíndricas concêntricas ao longo do seu eixo, que, internamente, é vazio. A parede cilíndrica é composta por microfibrilas celulósicas (Figura 5) que se desenvolvem em forma helicoidal ou reticulada. (FAGURY, 2005; GUIMARÃES, 1992).

A parede secundária, imediatamente anterior à parede terciária, é responsável pela maior parte da substância celular. As microfibrilas espiraladas predominam sobre o efeito das demais camadas, e o ângulo médio que é formado com o eixo da fibro-célula é considerado o ângulo espiral da célula. A relação entre a cotangente do ângulo espiral e o comprimento da microfibrila é considerado constante em cada tipo de fibra vegetal. Há relação entre a estrutura interna e as propriedades mecânicas das fibras vegetais, em particular com o ângulo espiral médio das microfibrilas. Quanto menor o ângulo espiral, maior sua cotangente, maior o comprimento da microfibrila e maior a resistência mecânica da fibra técnica. O teor de celulose e o ângulo interfibrilar exercem influência sobre as propriedades mecânicas da fibra vegetal. É desejável alto teor de celulose e pequeno ângulo interfibrilar, para uso como reforços em compósito. (FAGURY, 2005).

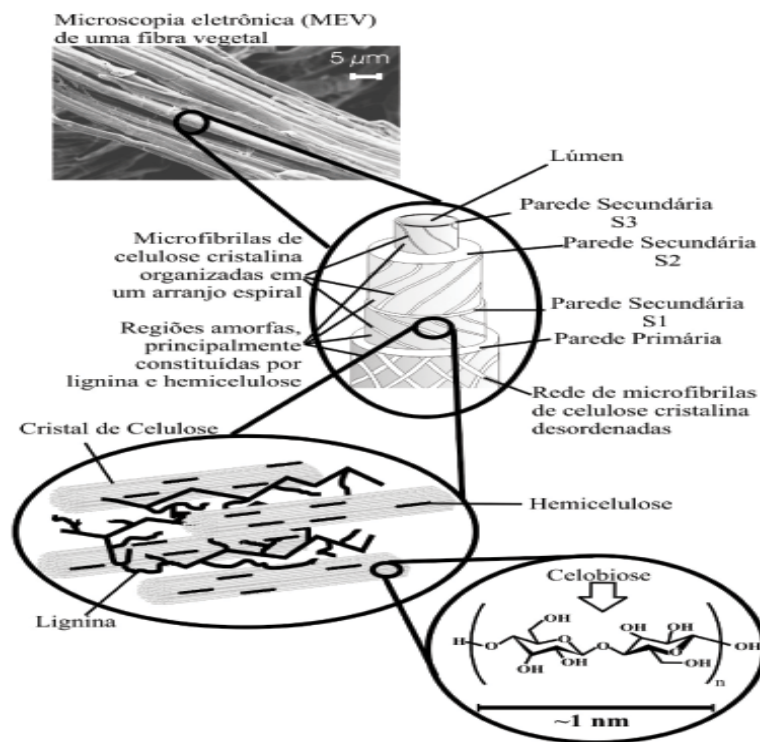


Figura 5: Estrutura de uma fibro-célula.
A imagem do MEV se refere a fibro-célula do eucalipto.
Fonte: SILVA et al., 2009.

A Tabela 6 apresenta uma comparação entre propriedades e comportamento das fibras de sisal e coco. O sisal apresenta-se com menor ângulo espiral, maior comprimento da fibro-célula e maior resistência mecânica que o coco. Os dados

mostram correspondência entre o teor de celulose e lignina e a resistência à tração da fibra técnica. (GUIMARÃES, 1992).

Tabela 6: Comparação da morfologia e propriedades do sisal e coco

| Parâmetros | <i>Agave sisalana</i> | <i>Cocos nucifera</i> |
|--|-----------------------|-----------------------|
| Espessura da parede celular (e) (μ) | 19,0 | 20,0 |
| Comprimento (L) (mm) | 2,9 | 0,70 |
| Diâmetro do lúmen (di) (μ) | 7,0 | - |
| Largura ou diâmetro da fibro-célula (μ m) | 50 – 200 | 100 – 450 |
| Ângulo espiral (graus) | 10 – 20 | 30 – 49 |
| Celulose (%) | 65,8 | 43 |
| Lignina (%) | 9,9 | 45 |
| Resistência à tração (MPa) | 500 | 176 |

Fonte: GUIMARÃES, 1992.

2.3.3 Comprimento, largura da fibro-célula e diâmetro do lúmen

Extração, decocção, infusão e maceração são métodos que podem ser utilizados para preparação das peças vegetais, fazendo uso de solventes diversos, tais como água destilada, solução alcoólica, solução de Jeffrey: mistura de ácido crômico e ácido nítrico (KRAUS; ARDUIN, 1997) e soluções ácidas: ácido nítrico e ácido acético (MAZZARO et al, 2008). Maceração é o processo de separação das células que emprega reagentes capazes de dissolver as substâncias intercelulares. Uma porção do macerado é espalhada sobre uma lâmina de vidro e levada ao microscópio ótico previamente calibrado. (PAULA; ALVES, 1997). Pela microscopia ótica são medidos: o comprimento (L) e largura ou diâmetro da célula (de), o diâmetro do lúmen (di) (Figura 06).

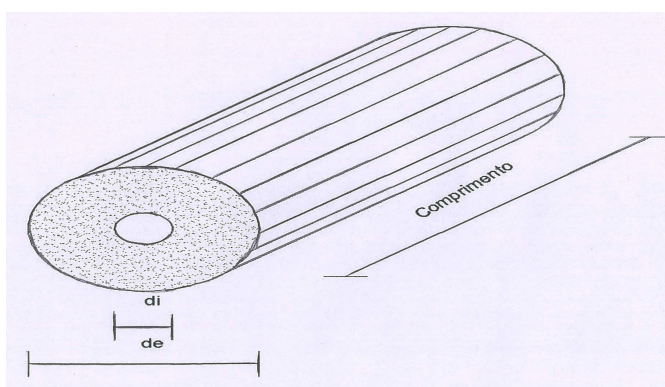


Figura 6: Esboço de uma fibro-célula.

A espessura da parede celular é calculada considerando-se a metade da diferença entre a largura da fibro-célula (d_e) e o diâmetro do lúmen (d_i). Relações entre estas medidas podem ser estabelecidas e são consideradas importantes para a avaliação tecnológica, definição das fibras para produção têxtil, geração de energia, geração de carga de celulose e papel (PAULA; ALVES, 1997). Estes índices podem oferecer subsídios sobre a resistência físico-mecânica da fibra técnica (GUIMARÃES, 1982). A Tabela 7 mostra a classificação da fibra vegetal em função das medidas do comprimento e do diâmetro da fibro-célula.

Tabela 7: Classificação da fibra - comprimento e largura da fibro-célula

| Comprimento da fibro-célula (μm) | Classificação | Diâmetro da fibro-célula (μm) | Classificação |
|---|--------------------|--|---------------|
| < 750 | Extremamente curta | < 25 | Pequeno |
| Entre 760 e 1000 | Muito curta | Entre 25 e 40 | Médio |
| Entre 1100 e 1500 | Curta | > 40 | Grande |
| Entre 1600 e 2000 | Longa | - | - |
| > 2100 | Extremamente Longa | - | - |

Fonte: PAULA e ALVES, 1997.

As principais relações a partir do comprimento, o diâmetro total e o diâmetro do lúmen da célula são (Quadro 04):

- fração parede (FP) que é a relação percentual de duas vezes a espessura da parede (e) sobre o diâmetro total (d_e) das fibras;
- índice de Runkel (IRk) que é a razão de duas vezes a espessura da parede (e) sobre o diâmetro do lúmen (d_i) da fibra;
- coeficiente de feltragem ou enfeltramento é a relação entre o comprimento da celular (L) sobre sua largura (d_e), é também citado como coeficiente de flexibilidade (Paula; Alves, 1997); neste trabalho o denominaremos de *coeficiente de enfeltramento* (CE);
- coeficiente de rigidez é a razão percentual do diâmetro do lúmen (d_i) sobre o diâmetro total (d_e) da fibro-célula, é também citado como coeficiente de

flexibilidade (Paula; Alves, 1997), desde momento em diante será denominado de *coeficiente de flexibilidade* (CF).

| Parâmetros anatômicos | Fórmulas |
|------------------------------------|---------------|
| Espessura da parede celular | $(de - di)/2$ |
| Fração parede (FP) (%) | $100.2e / de$ |
| Índice de Runkel (IRk) | $2e / di$ |
| Coeficiente de flexibilidade (CF) | di / de |
| Coeficiente de enfieltramento (CE) | L / de |

Quadro 4: Principais relações entre as dimensões da fibro-célula
Fonte: PAULA e ALVES, 1997.

A espessura da parede celular e a FP são indicadores da possibilidade de utilização das fibras para geração de energia; o CF, IRk e a espessura da parede celular são indicadores para produção de papel. (PAULA; ALVES, 1997).

2.3.4. Relações entre comprimento, diâmetro da célula e do lúmen

O espessamento da parede da fibro-célula está relacionado com a resistência mecânica da fibra técnica. Quanto maior a espessura da parede, menor o coeficiente de flexibilidade e maior o grau de impacto. A relação entre a espessura e a largura da fibro-célula é um indicativo de seu uso para geração de energia. Quanto maior a espessura da parede, maior a concentração de celulose, hemicelulose e lignina. Considera-se alta a fração de parede a partir de 60%. (PAULA; ALVES, 1997)

A celulose proveniente das fibras “curtas” ou folhosas mostra uma alta resistência à tração e ao estouro, quando na produção de papel, e, quanto à composição química, as fibras “curtas” oferecerem alto rendimento de celulose e hemicelulose. Considera-se a madeira como a fibra mais importante para a produção de papel apesar de que qualquer vegetal fibroso é passível de ser tecnicamente empregado. Em 1952, Runkel *apud* Paula e Alves (1997) propôs

classificação da fibra com a finalidade de verificar sua aplicabilidade para a fabricação de papel (Tabela 8).

Tabela 8: Classificação da fibra para papel, em função do índice de Runkel

| Grupo | Intervalo | Classificação |
|-------|-------------------|----------------------------------|
| I | < 0,25 | Excelente para produção de papel |
| II | Entre 0,25 e 0,50 | Muito boa para papel |
| III | Entre 0,50 e 1,00 | Boa para papel |
| IV | Entre 1,00 e 2,00 | Regular para papel |
| V | > 2,00 | Não serve para papel |

Fonte: PAULA e ALVES, 1997.

Se a parede celular é espessa, conseqüentemente o lúmen é pequeno. Quanto mais espessa a parede da célula, menor é o diâmetro do lúmen, menor é a flacidez e menor o achatamento da fibra. O coeficiente de flexibilidade avalia o grau de achatamento ou colapso (ou compressão) que as fibras passam quando no processo de fabricação do papel. (PAULA; ALVES, 1997). A Tabela 9 apresenta classificação para fibra com base na espessura da parede celular.

Tabela 9: Coeficiente de flexibilidade e propriedades da fibra técnica

| Intervalo | Tipo de parede celular | Propriedades |
|-------------------|------------------------|--|
| < 0,30 | Muito espessa | As fibras não se colapsam. Muito pouca superfície de contato. Pobre união fibra-fibra. |
| Entre 0,30 e 0,50 | Espessa | As fibras se colapsam muito pouco. Pouca superfície de contato. Pouca união fibra-fibra. |
| Entre 0,50 e 0,65 | Média | Fibras parcialmente colapsadas, seção transversal. Boa união fibra-fibra. |
| Entre 0,65 e 0,80 | Delgada | |
| > 0,80 | Muito delgada | As fibras se colapsam. Boa superfície de contato. Boa união fibra-fibra. |

Fonte: KLOCK, 2009.

Segundo Paula e Alves (1997), quanto mais elevado o coeficiente de enfieltramento, maior a resistência ao rasgo (quando no papel), como efeito do comprimento da fibra. E, para compósitos, o índice de enfieltramento traduz a

atuação das fibras na distribuição dos esforços e das fissuras. Quanto mais elevado for este coeficiente, maior a aderência da fibra à matriz, menor o espaçamento e menor o diâmetro da fissura (GUIMARÃES, 1982).

2.3.5 Espectrometria atômica de raios-X

Com base nas medidas de emissão, absorção, espalhamento, fluorescência e difração da radiação eletromagnética, a espectrometria atômica do raio-X permite analisar os metais, qualitativa e quantitativamente, e avaliar sua estrutura. O princípio da fluorescência dos raios-X está na ativação do elétron na camada K ou L, acelerando ou desacelerando os elétrons de alta energia ou pelas transições de elétrons dos orbitais internos dos átomos, gerando uma radiação eletromagnética de comprimento de onda curto. Para a análise quantitativa, requer padrão de calibração para cada elemento a ser investigado. Poderá ser fornecido resultado semi-quantitativo para amostras de composição desconhecida. Neste caso, identificam-se os elementos presentes e o resultado é fornecido mediante modelagem matemática da resposta do equipamento. Neste caso, a precisão é variável e os resultados precisam ser avaliados com cautela. Aquino (2003) apresenta resultados para a piassava, conforme Tabela 10.

Tabela 10: Elementos químicos na piassava, por fluorescência de raios-X

| Elemento químico | % |
|------------------|-------|
| Sílica | 28,82 |
| Cálcio | 26,74 |
| Enxofre | 25,56 |
| Potássio | 12,45 |
| Ferro | 6,42 |

Fonte: Aquino, 2003.

A preparação da amostra para análise da fluorescência de raios-X requer obter partículas com diâmetro em média de 1mm. Tamanho da partícula, a rugosidade

superficial e contaminações durante o preparo da amostra podem induzir erros no resultado. (SKOOG; HOLLER; NIEMAN, 2006).

O método da difração por raio-X pode fornecer informações sobre as fases (amorfa, semi-cristalina ou cristalina) presentes na amostra e sobre a estrutura de materiais cristalinos. Segue a Lei de Bragg, que correlaciona o ângulo de difração da radiação eletromagnética nos planos cristalinos da amostra sob avaliação. (SKOOG; HOLLER; NIEMAN, 2006). As fibras são constituídas, em geral, por celulose, hemicelulose e lignina. A Figura 7 mostra um difratograma de raio-X para celulose microcristalina. A Figura 8 apresenta o difratograma para a fibra do sisal, com aspecto semi cristalino, onde a intensidade máxima ($2\theta = 22^\circ$) é atribuída à região cristalina da celulose e a intensidade da difração a $2\theta = 18^\circ$ é atribuído à região amorfa da celulose.

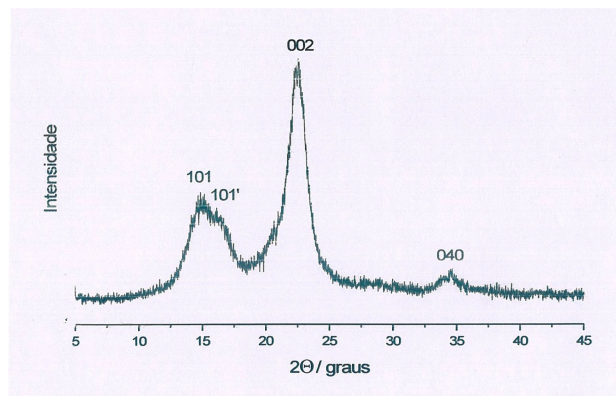


Figura 7. Difratograma de raios-X para celulose microcristalina
Fonte: MELO, 2007.

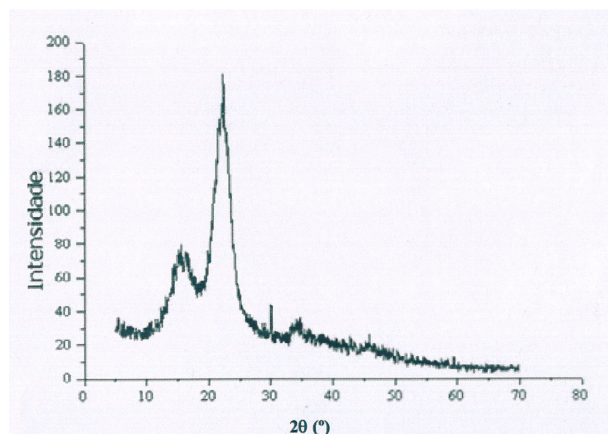


Figura 8. Difratograma de raios-X para fibras de sisal
Fonte: ANDRADE-JUNIOR, 2006.

De acordo com Pereira (1999), as microfibrilas promovem regiões cristalinas, quando estão altamente ordenadas, e promovem regiões amorfas, quando menos

ordenadas. Muitas plantas derivadas de celulose são cristalinas e podem conter regiões com 80% de cristalinidade. A lignina é uma macromolécula de característica amorfa, sendo possível a contribuição da concentração da própria lignina para esta característica.

2.4 CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA TÉCNICA

As características macroscópicas de maior interesse no estudo da fibra técnica estão relacionadas às propriedades bioquímicas: celulose, hemicelulose e lignina, as propriedades químicas, físicas, térmicas e mecânica.

2.4.1 Caracterização bioquímica

As fibras vegetais são constituídas por dois grupos de componentes: 1) os componentes estruturais - celulose, hemicelulose e lignina (Quadro 5) – são macromoléculas polares, polímeros naturais, com algumas propriedades similares aos polímeros sintéticos; e, 2) os componentes não estruturais, também chamados de extrativos ou fração de solúveis – que podem ser orgânicos, como as pectinas, cêras, corantes naturais e os sais inorgânicos. (FAGURY, 2005).

| Componentes | Características principais |
|--------------|---|
| Celulose | Semi-cristalina; cadeias moleculares longas |
| Hemicelulose | Semi-cristalina; cadeias moleculares curtas |
| Lignina | Amorfa; macromoléculas |

Quadro 5: Características dos constituintes das fibras vegetais

Fonte: CARVALHO, 2005.

Foi em 1832 que Anselme Payen, francês, químico, *apud* Gurgel (2007) percebeu e descreveu um tecido com característica fibrosa resistente a tratamento ácidos e

amônia, subsequentemente, a água, álcool, e éter. A análise elementar indicou composição química como $C_6H_6O_5$. Em 1839, a denominou de celulose. A celulose é um polímero de extensa cadeia molecular, expressa em número de constituintes chamado de grau de polimerização (GP) que, varia com a origem e o tratamento dado à matéria prima: na madeira varia de 300 a 1700, e os valores de Gp varia na faixa de 800 a 10 000, no algodão. A característica conferida à estrutura da celulose (Figura 9) é a ampla variabilidade química devido a alta reatividade do grupo hidroxila (OH) e extensas redes de ligação de hidrogênio com a hidroxila. Isso possibilita à celulose uma imensa quantidade de estruturas de fibra parcialmente cristalinas e amorfas, que tem sido motivo de pesquisas por mais de cem anos, com resultados controversos e com aumento de consistentes possibilidades outras. (GURGEL, 2007).

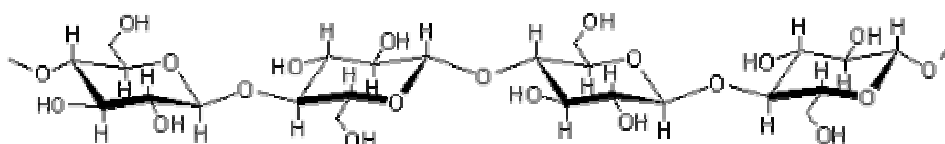


Figura 9: Fórmula estereoquímica da celulose

Fonte: PEREIRA, 1999.

Maark e Meyer, em 1928, *apud* Ogeda e Petry (2010) foram os primeiros pesquisadores a descrever a estrutura cristalina da celulose e que, a desordem e polidispersidade do comprimento das cadeias previnem a formação de cristais simples. Conforme Ogeda e Petry (2010):

[...a combinação de difração de raios-X com cálculos de modelo indica que cadeia de celulose cristalina está em conformação de duplas hélices, achatadas e estendidas; pequenas variações nesta conformação ou no empacotamento das cadeias celulósicas dentro dos cristais levam a um bom número de polimorfos cristalinos, muitos dos quais podem ser interconvertidos por vários processos de tratamento.]

Sete formas cristalinas foram identificadas para celulose, e denominadas como $I\alpha$, $I\beta$, II, III_I, IV_I, IV_{II}. Estas formas cristalinas possuem distintas características físicas e químicas próprias, como solubilidade, densidade, ponto de fusão, forma

de cristal, além de propriedades ópticas e elétricas. A celulose I α e I β são as mais abundantes na natureza, por isto chamadas de celulose nativa. (OGEDA e PETRY, 2010). Por muito tempo acreditou-se que a única estrutura de celulose nativa era a celulose I. em 1984 foi identificada, por espectroscopia de alta resolução, que a celulose I dividia-se em I α e I β , que podem ser encontradas juntas numa mesma amostra, as proporções são variáveis em função da origem da fibra e as mesmas são metaestáveis. A celulose nativa pode formar fibrilas mais orientadas, pelo método da mercerização e são assim conduzidas à celulose II. A concentração de NaOH, agitação e temperatura a transformam em muitas formas de álcali cristalinas com estrutura cristalinas diferentes; durante a lavagem são convertidas a hidrato de celulose e pela secagem são convertidos a celulose II. (GURGEL, 2010). De acordo Silva e outros (2009) as soluções de NaOH a 10% podem dissolver os componentes da celulose com menor massa molar, com grau de polimerização é menor ou igual a 200. A Figura 10 mostra as vias que permitem a interconversão entre as formas. (OGEDA e PETRY, 2010).

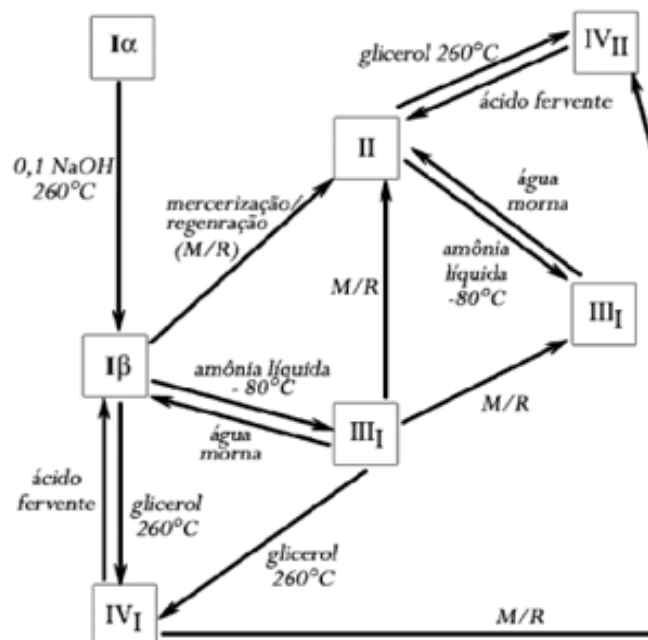


Figura 10: Representação das condições para interconversão (diferentes formas cristalinas da celulose)

Fonte: OGEDA e PETRY, 2010.

Silva e outros (2009) citam que a cristalinidade da celulose varia em função da origem e dos processamentos, tal como no algodão, cujas cadeias de celulose são mais ordenadas e possuem a cristalinidade em cerca de 70%. O índice de cristalinidade da celulose, no caso da madeira, é aproximadamente 40%. A natureza hidrofílica influencia as propriedades físicas e mecânicas, tanto da fibra quanto dos compósitos. Quando utilizadas como reforços em compósitos, apresentam incompatibilidade com a maioria dos polímeros que são hidrofóbicos (SILVA, 2003).

Cada fibra possui uma estrutura de camadas complexas, é constituída por uma parede primária fina que circunda a parede secundária composta por três camadas. A camada intermediária determina as propriedades mecânicas da fibra. Consiste em uma serie de microfibrilas formadas por longas cadeias de celulose e organizadas no sentido da fibra. Quanto maior o ordenamento, maior resistência mecânica. Estas características e as propriedades bioquímicas variam de espécie para espécie, e na própria espécie, pode variar em função da idade da planta, das condições do solo, clima e da localização geográfica. Varia de planta para planta e na mesma planta (Tabela 11). (PEREIRA, 1999; SILVA, 2003).

Tabela 11: Propriedades bioquímicas de algumas fibras vegetais

| Fibras vegetais | Celulose (%) | Hemicelulose (%) | Lignina (%) |
|------------------------|---------------------|-------------------------|--------------------|
| Piassava (1) | 29 | 11 | 45 |
| Bambu (1) | 35 | 15 | 27 |
| Coco (2) | 36-43 | 0,15-0,25 | 41-45 |
| Madeira (1) | 45 | 22 | 25 |
| Cana (1) | 45 | 20 | 23 |
| Juta (2) | 61 a 71,50 | 13,3 a 20,4 | 12 a 13 |
| (3) | 71,50 | 13,30 | 13,10 |
| Linho (2) | 64,1 | 16,7 | 0,6 |
| (3) | 71,20 | 18,50 | 2,20 |
| Cânhamo (1) | 67 | 16 | 8 |
| Sisal (2) | 67 a 78 | 10 a 14,2 | 8 a 11 |
| (3) | 73,10 | 13,3 | 11,0 |
| Rami (2) | 68,6 | 13,1 | 0,6 |
| Curauá (2) | 70,7-73,6 | 9,9 | 7,5-11,1 |
| Algodão (2) | 82,7 | 5,7 | --- |
| (3) | 91,80 | 6,30 | --- |

Fonte: (1) AQUINO (2003); (2) AQUINO, E. (2008); (3) ANDRADE-JUNIOR, 2006.

A fração hemicelulose é uma variedade de moléculas complexas, constituídas por diferentes unidades de açúcares, solúveis em álcalis. O grau de polimerização é de dez a cem vezes menor que a da celulose. São não cristalinas e mais susceptíveis ao ataque químico; são solúveis em meio básico.

A lignina é uma macromolécula aromática e alifática (Figura 11), elevado peso molecular e altamente complexa, atua como material de cementação. Conferem rigidez às paredes da célula, proporcionando uma estrutura resistente. (PEREIRA, 1999; ROSA, 2003).

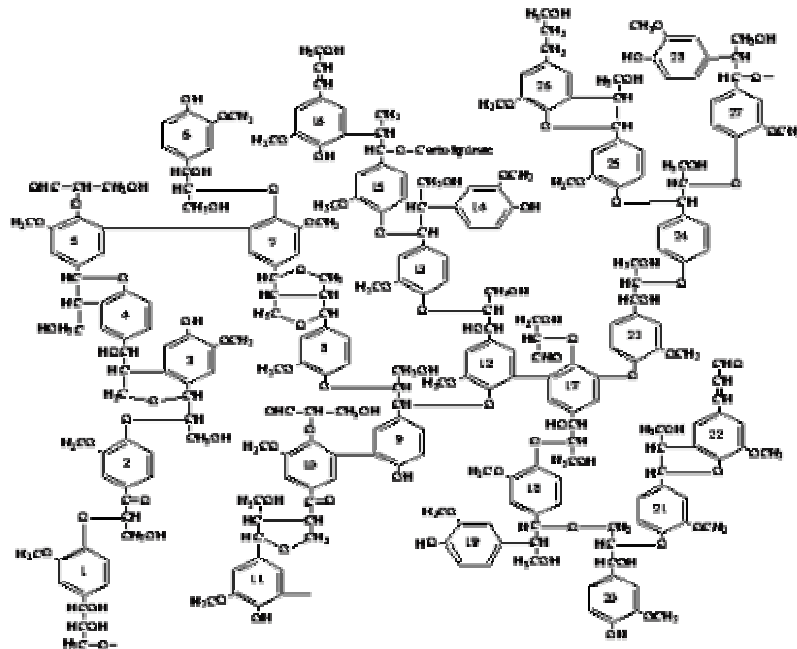


Figura 11: Estrutura estereoquímica de lignina

Fonte: WASTOWSKI, 2009.

2.4.2 Química: umidade e voláteis, matéria seca, cinzas, sílica, gorduras ou extrato etéreo e antraquinona.

O ponto de partida para análise química é a determinação de matéria seca. A importância é decorrente da preservação da fibra, além do que ao se comparar duas ou mais fibras são consideradas os respectivos teores de massa seca. Um outro aspecto é facilitar a comparação quando a análise é realizada em diferentes

épocas, locais ou regiões, tomando a base com o material seco. A água que é determinada está na forma de água livre, não faz parte da estrutura da fibra. Os compostos voláteis como amônia é liberada ao aquecimento. Daí a consideração de que ao determinar o conteúdo de material seco, utilizado para as demais determinações, é obtido o valor de umidade e voláteis presentes naquela temperatura e tempo de aquecimento.

Cinzas ou resíduos minerais é o material residual proveniente da queima de uma amostra, à temperatura de 500 a 600°C e, que não seja superior a 600°C, por quatro horas, para garantir combustão completa da matéria orgânica presente. As substâncias voláteis são volatilizadas e a matéria orgânica é transformada em CO₂ e H₂O. As cinzas de material vegetal contém variáveis elementos minerais como o cálcio, sílica, potássio, sódio, magnésio, ferro, cobre, cobalto e alumínio. Estes elementos variam em função das condições ambientais e de sua localização na planta. A sílica é considerada um elemento mineral que pode se apresentar em abundância em material vegetal. Confere propriedades físicas e mecânicas; torna a espécie vegetal menos susceptível a ataque de microorganismos e cupins. É importante conhecer os teores de sílica na fibra para fins de comerciais e construção de estruturas ou componentes. (RODRIGUES, 2006). A temperatura acima de 600°C poderá promover a volatilização de alguns cátions ou ânions, parcial ou totalmente. (LOPES et al., 2002; SILVA, 2002).

Conforme Esau (1974) a característica distintiva mais importante das partes aéreas e externas das plantas é a presença de um material ceroso, a cutícula e as ceras epicuticulares. As ceras são responsáveis pela sua proteção contra danos mecânicos, químicos, microorganismos e perda excessiva de água por transpiração, principalmente durante a estiagem. Além dessa proteção, podem auxiliar no reconhecimento das plantas, pois trazem consigo a impressão da estrutura e do arranjo das células epidérmicas. A definição de Bauer et al (2005) contempla a cutina como é um poliéster tridimensional, esterificado com ácidos fenólicos e tem íntima associação com a pectina da parede celular da epiderme. A cutícula pode variar em função da estrutura, composição, espessura (em clima árido pode ser espessa) e permeabilidade. Leite e Scatena (2001) estudaram diferentes espécies do *Syagrus* e diferentes indivíduos do licuri, proveniente de diferentes localidades da Chapada Diamantina, e, as espécies de *Syagrus*

estudadas, apresentaram cutícula espessa, cera e paredes das células epidérmicas delgadas. Crepaldi (2001) determinou as quantidades de cera nas folhas do licuri e os valores são próximos a $1300 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-1}$ com ponto de fusão em 75°C e constituídas principalmente por ésteres, n-alcanos e contem 6-8% de triterpenóides derivados do lupeol. As pesquisas de Bondar (1942) citam que as folhas mais maduras do licuri têm maior teor de cera, a produção varia nos diferentes indivíduos e não é constante nos mesmos períodos do ano; a topografia, umidade do solo e o clima provavelmente têm influencia na produção de cera.

Às antraquinonas se atribuem propriedades: antifúngicas, bactericidas e repelentes a alguns insetos. Moreira e outros (2006) pesquisaram antraquinona em *tectona grandis* L.f. (RONDON-NETO; MACEDO; TSUKAMOTO-FILHO, 1998; RONDON, 2006). Trata-se de uma espécie de alto valor comercial, de grande procura no mercado mundial, (MACEDO et al, 2005) podendo alcançar três vezes mais o valor comercial do mogno. Por resistir às intempéries da natureza como calor, raios solares, frio e à água de chuvas e do mar, a *tectona grandis* L.f. é considerada, praticamente insubstituível no uso na indústria da construção naval.

2.4.3 Comportamento térmico

A análise térmica permite melhor entender a relação entre a estrutura e propriedades da fibra, e, assim conhecer a estabilidade térmica da mesma. O principio do método envolve avaliar a perda de massa da amostra em função de uma temperatura. A Tabela 12 compara o início das temperaturas de degradação de algumas fibras lignocelulósicas.

Tabela 12: Degradação térmica inicial de algumas fibras.

| Fibra | Temperatura °C |
|----------------|----------------|
| Sisal (1) | 250 |
| Piassava | 225 |
| <i>Lufa</i> | 250 |
| Juta | 282 |
| Palha de trigo | 283 |
| Linho | 330 |
| Celulose | 322 |
| Lignina | 213 |

Fonte: (1) MARTIN et al, 2009; AQUINO, 2003.

A calorimetria exploratória diferencial ou *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) pode ser usada para investigar as propriedades térmicas dos materiais. Indica situações endotérmicas e exotérmicas; considerando a área destes picos, o DSC permite determinações quantitativas relacionadas com a energia envolvida no processo. Para tanto requer padrões de calibração no aparelho com entalpia conhecida, e o resultado é dado pela comparação entre eles. Os padrões mais utilizados são: alumínio, chumbo, estanho, índio e zinco. A orientação dos picos depende da convenção empregada, normalmente se define como picos endotérmicos quando representados no sentido inverso do calor (voltados para baixo) e os exotérmicos, são voltados para cima. (MACHADO; MATOS, 2004).

2.4.4 Massa específica da fibra técnica

São escassas as técnicas disponíveis para o ensaio e o estudo sobre as medições em fibras vegetais. No caso da fibra técnica vegetal, material higroscópico, a massa específica depende do grau de umidade da amostra. Como a madeira, a fibra vegetal possui lúmen e poros, o que gera dificuldades práticas associadas a determinação do volume correspondente ao conteúdo da massa da fibra, tanto na fibra seca quanto na úmida. A massa específica aparente é denominada quando a medição considera o espaço vazio do lúmen e dos poros. A massa específica real se refere a medição quando os espaços vazios são desconsiderados e apenas o volume do material sólido é avaliado.

2.4.5 Diâmetro equivalente

O cálculo da resistência à tração na fibra técnica requer conhecer a área da seção transversal da fibra tracionada. As fibras vegetais naturais não apresentam seções uniformes, apresentam seções variáveis tanto na dimensão quanto na forma. “Diâmetro equivalente” é a denominação do diâmetro do círculo de área igual à área da seção transversal da fibra. É um parâmetro difícil de ser calculado em

decorrência da variação bastante ampla para as fibras vegetais, que são formadas por processos naturais de pouca homogeneidade. (CARVALHO, 2005).

2.4.6 Comportamento mecânico

Os valores das propriedades mecânicas de resistência à tração, módulo de elasticidade e deformação de tração percentual são obtidos pelo ensaio de tração, realizados em equipamentos chamados de “Máquina Universal de Ensaio”. Os resultados do ensaio de tração são obtidos por curvas do tipo tensão *versus* deformação, que mostram o tipo de deformação e ruptura do material. A ruptura ou fratura pode ser classificada em: a) fratura dúctil quando é caracterizada pela deformação plástica antes e durante a propagação da trinca, e, b) fratura frágil quando é caracterizada pela deformação levando o material à ruptura. A Figura 12 mostra a curva tensão de tração versus deformação do bambu e o sisal, com característica de fratura frágil. (GUIMARÃES, 1987; MEDEIROS, 2006).

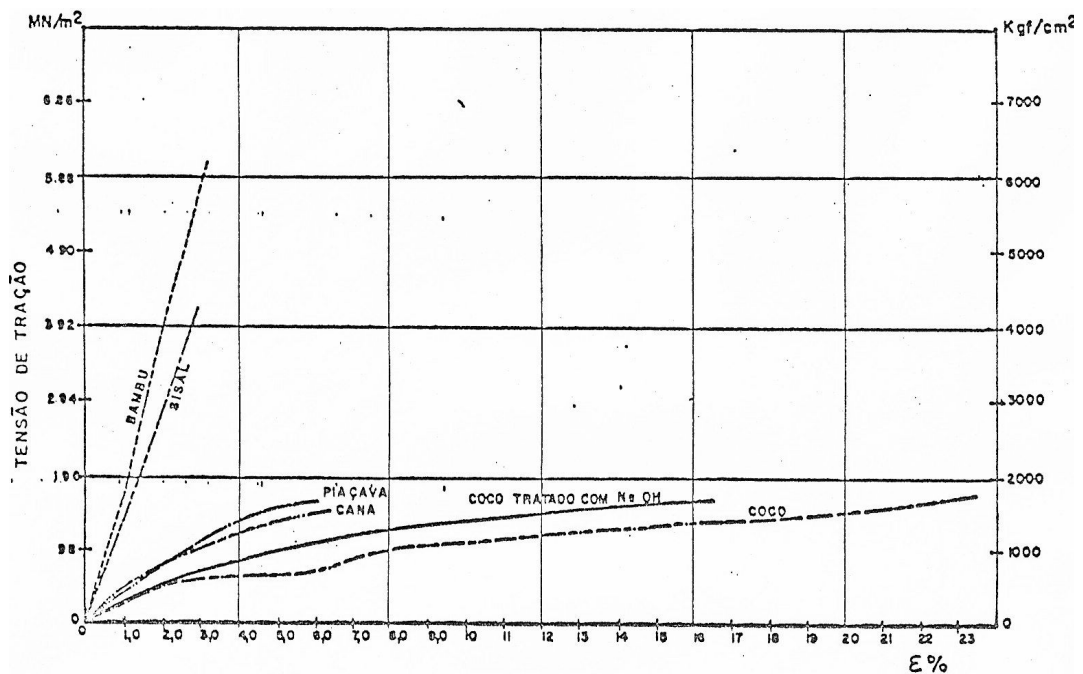


Figura 12: Curvas tensão x deformação para algumas fibras vegetais

Fonte: GUIMARÃES, 1987.

Segundo Callister (2002), a dispersão e variabilidade das propriedades dos materiais são inevitáveis e devem ser tratadas de forma adequada, submetendo os resultados a tratamento estatísticos. Os fatores intervenientes no ensaio de tração estão ligados à: variação na fabricação dos corpos de prova, calibração do equipamento, falhas na homogeneidade da amostra mesmo dentro do mesmo lote e influencia das habilidades do operador. De acordo Guimarães (1982), a alta dispersão nos ensaios de fibras é decorrente de dificuldades encontradas quando na montagem dos corpos de prova, à variação de quantidade de adesivo e a precisão da célula de carga. Cienfuegos (2005) considera que os coeficientes de variação, quando acima de 50%, indicam alto grau de dispersão.

Estas propriedades são de importância para os materiais; são empregadas como bases de comparação do desempenho mecânico dos materiais, pois definem a limitação de processos e possibilidades de aplicação. (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000).

3 METODOLOGIA

O capítulo apresenta a metodologia dos experimentos utilizados para caracterização da fibra do licuri. Os ensaios seguirão métodos padronizados, quando existentes e disponíveis. O planejamento da pesquisa está estruturado em quatro etapas (Figura 13):

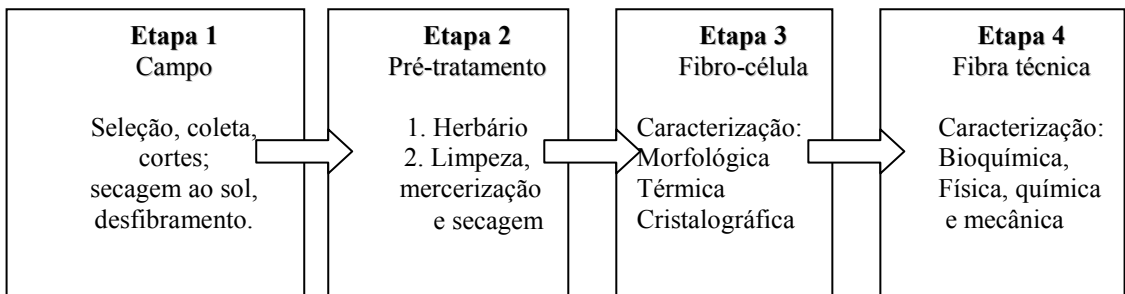


Figura 13: Fluxograma dos processos das etapas da pesquisa

Etapa 1 - obtenção e preparação das fibras do licuri e das peças para o herbário: folha inteira, inflorescência, cacho de cocos e espata (folha dura, forma de uma concha, que protege a inflorescência);

Etapa 2 – preparação das peças para entrada no herbário e das fibras para os experimentos;

Etapas 3 - caracterização da fibro-célula;

Etapa 4 – caracterização da fibra técnica.

As etapas Três e Quatro descrevem os métodos para caracterização da fibra do licuri, conforme fluxograma da Figura 14.

As determinações dos experimentos e ensaios envolvem medições e como todas as medidas estão sujeitas às incertezas, requer verificação em um grau de confiança, antes que os resultados sejam interpretados e utilizados. Para possibilitar a validação das observações, algumas formas da estatística estão

sendo aplicadas aos resultados obtidos nos experimentos. As seguintes medidas foram empregadas para validação dos resultados (ARGOLLO; FERREIRA; SAKAI, 1998; CIENFUEGOS, 2005):

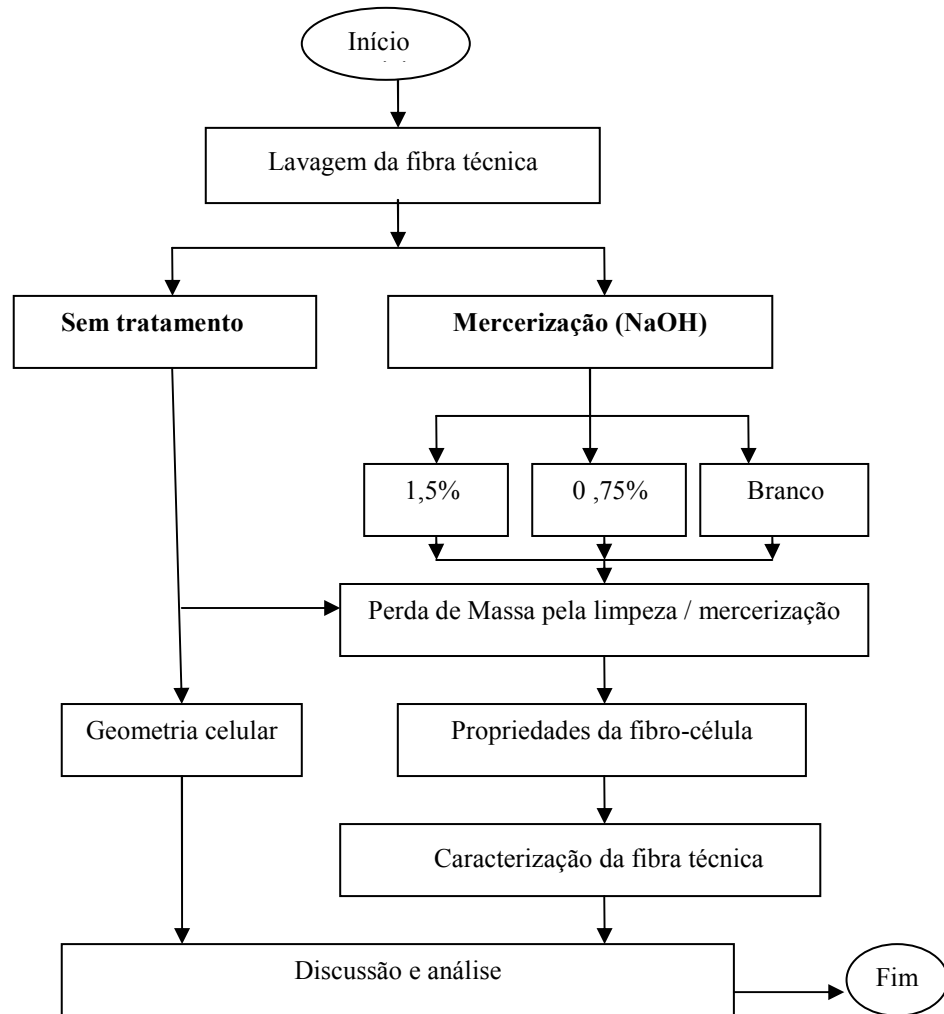


Figura 14: Fluxograma da caracterização da fibra do licuri

Em uma série de medidas ocorrem valores que podem diferir do conjunto de dados, para os quais requer definir se serão ou não aceitos como parte da distribuição. O Teste de Dixon Q verifica se os valores extremos pertencem à mesma distribuição dos outros resultados, a 5% e 1% de confiança. O Teste de Cochran é utilizado para verificar a homogeneidade de variâncias; comparar a maior variância com as demais variâncias de um grupo de dados. Este teste foi

utilizado para comparar a precisão de métodos. O Teste de F (Fischer) é indicado para verificar se as variâncias do grupo, a que pertencem as amostras, podem ser consideradas iguais.

A comparação entre medias foi empregada para verificar se métodos diferentes para uma mesma análise poderiam ser considerados iguais no nível de confiança de 95%. Foi utilizada a comparação de médias de dados em pares (media de dois métodos diferentes para uma mesma amostra e uma mesma determinação).

Após esta avaliação dos dados, procede-se análise critica e a conclusão da pesquisa.

3.1 COLETA E PRE-TRATAMENTO DAS PEÇAS E DAS FIBRAS

Para delimitar os processos que ocorrem na fase de obtenção e pré-tratamento das fibras, a Etapa Um é composta por duas fases. A primeira fase consta da identificação do local para coleta de material, no caso, é procedente do município de Caldeirão Grande, Bahia, região inserida nas áreas “Alta” e “Média-Alta” vulnerabilidade da seca e de onde procede a polpa do licuri pesquisada pelo Instituto Federal da Bahia (IFBA). O município de Caldeirão Grande, com 496km² de área, está a 360 km de Salvador, zona fisiográfica de Jacobina, região do nordeste da Bahia (IBGE, 2007). Segundo a Embrapa (2010) o clima pode ser caracterizado como BSh, semi-árido, quente, com estiagem prolongada, região de caatinga e cerrado, segundo a metodologia de Koeppen. A segunda fase ocorre no campo, após local da coleta das folhas. O material colhido recebe o primeiro tratamento para adequação aos experimentos em laboratórios (Figura 15).

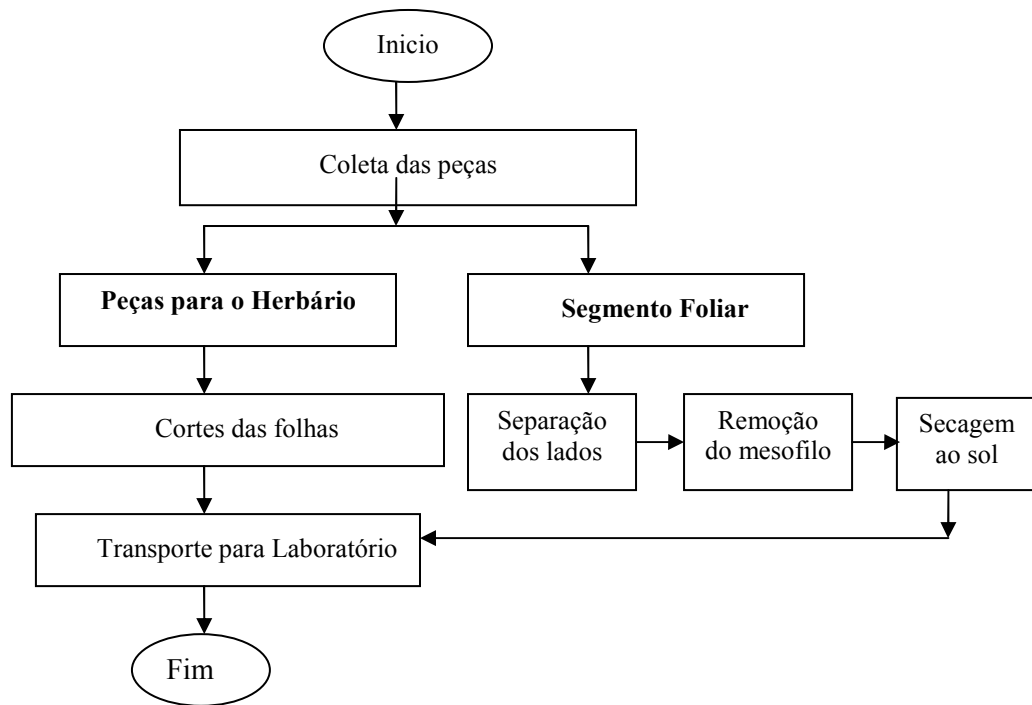


Figura 15: Etapa 1 – Processo de coleta e obtenção das peças e fibras

O material ou peças são coletados em um só momento, de modo a manter o mesmo lote coletado de folhas e fibras até conclusão do trabalho. As folhas utilizadas são folhas maduras e o processamento é realizado de forma manual. Em função dos ensaios em laboratório adotou-se dois métodos de coleta do material.

As peças coletadas para o herbário são as seguintes: folha grande inteira, adulta, retirada do meio entre as da base (mais velhas) e as do ápice (mais jovens), cortadas próximo à base do caule; uma inflorescência; um cacho de frutos e, a espata. (FERREIRA, 2006; LEITE; SCATENA, 2001).

Para a preparação da fibra técnica, o segmento foliar é destacado da raque, e após a retirada da nervura mediana, as epidermes superior e inferior são separadas. A cera epicuticular e o mesofilo, conjunto de tecidos parenquimáticos das folhas, (ESAU, 1974) são retirados, parcialmente ou não, por raspagem, de forma aleatória e com o uso de um facão. São expostas ao sol e após secagem são encaminhadas ao laboratório.

3.2 PREPARAÇÃO PARA HERBÁRIO, LIMPEZA E MERCERIZAÇÃO

As metodologias que são utilizadas na Etapa Dois correspondem à preparação das peças coletadas para entrada no herbário, desfibramento, limpeza e mercerização nas fibras provenientes da secagem ao sol ao ar livre.

3.2.1 Tratamento para acesso ao herbário

A metodologia de preparo das peças seguiu a orientação do herbário do Instituto de Biologia da UFBA, onde as peças estão depositadas. O material é prensado, evitando dobras e enrugamentos e, é levado em estufa do herbário, a 45°C. As peças são prensadas entre folhas dobradas de jornal para melhor absorção de água, mantidas entre grades de madeira e papelão, e, todo esse conjunto é amarrado com barbante. Após secas, são costurados em cartolina, os respectivos dados de identificação são registrados e as peças dão acesso à coleção do herbário. (MATIAS, 2010).

3.2.2 Tratamento químico: limpeza e mercerização

Os processos que envolvem o tratamento químico foram realizados na Escola Politécnica da UFBA. Após secas ao sol, as fibras são desfiadas e separadas aleatoriamente em quatro porções básicas de fibra. As impurezas das fibras são removidas e a superfície é preparada pela mercerização.

A amostra *in natura* é aquela da fibra técnica, previamente seca e pesada, não mercerizada, apenas foi lavada em água corrente. Após lavagem, retorna à estufa com circulação de ar, a $60^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, para secagem a peso constante, ou seja, com a diferença igual ou menor a 1% em massa. (LEITE, 2002).

A amostra *in natura* previamente seca e pesada é mergulhada em um litro de água destilada e mantida à temperatura ambiente, por um período de 24h. Após, é retirada do banho de água, e o excesso de água é retirado com auxílio de uma

bomba de vácuo. A amostra é levada à estufa com circulação de ar a $60^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, para secagem a peso constante. Denomina-se esta amostra de “teste em Branco ou amostra Branco ou simplesmente Branco”, ou seja, as fibras passam por processo idêntico ao tratamento alcalino, sem a presença do NaOH. A Figura 16 ilustra a seqüência do tratamento às fibras.

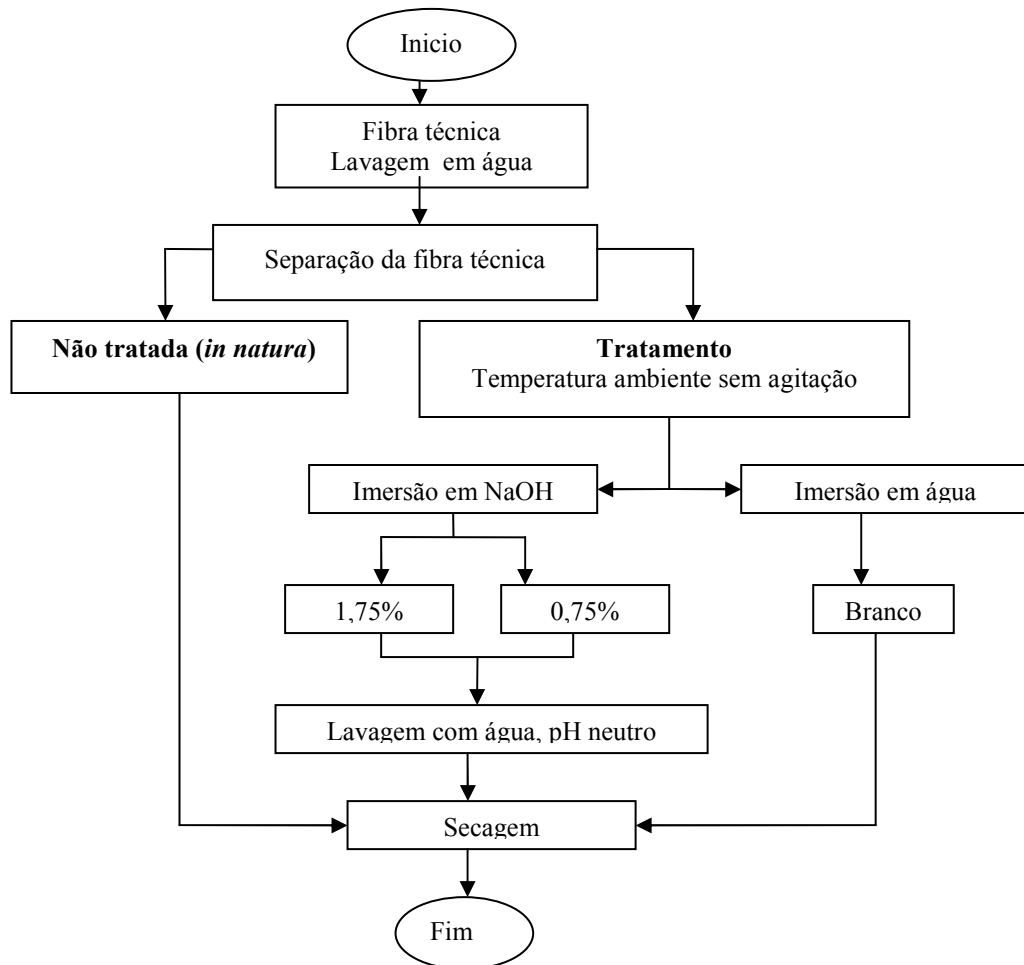


Figura 16: Fluxograma do tratamento na fibra do licuri

O tratamento alcalino ocorre sobre amostra *in natura*, previamente seca e pesada. É mergulhada em um litro de solução de NaOH a 1,5% e, outra porção, em solução a 0,75%, e mantidas assim, à temperatura ambiente, por um período de 24h. Após, foram retiradas e lavadas em água até pH original da água de lavagem. A lavagem se destina à remoção de impurezas e residual alcalino do tratamento. O excesso de água é retirado com auxílio de uma bomba de vácuo, e levada à estufa

a $60^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, para secagem a peso constante. Denomina-se esta amostra de “amostra tratada a 1,5%” e “amostra tratada a 0,75%”, respectivamente.

3.2.3 Estabilidade de secagem da fibra

Conforme Silva (2002) há dois métodos para análise da água presente: método direto por extração da água por tolueno e o método indireto no qual se determina o teor da matéria seca, mediante perda de peso por aquecimento em estufa. Para efeito de comparações com outras pesquisas, em épocas e locais diferentes, a comparação de resultados considerando a matéria seca, confere uma mesma base aos experimentos. Devido à escassez de informação científica sobre a fibra do licuri, a estabilidade da perda da umidade e de voláteis da fibra técnica foi monitorada a 60°C , em estufa com circulação de ar. As fibras foram guardadas nesta estufa desligada e por 48h.

3.3 ESTRUTURA DA FIBRO-CÉLULA

Este capítulo contempla a metodologia a ser aplicada para as atividades da Etapa Três do planejamento deste trabalho.

3.3.1 Microscopia eletrônica de varredura

Para facilitar o corte das fibras, as amostras são previamente mantidas imersas em água, por 13h. O corte é feito com auxílio de uma lâmina. Em seguida, as fibras são secas à temperatura ambiente e são levadas a uma câmara a vácuo acoplada ao metalizador (recobrimento por ouro) para tirar a umidade da mesma. No MEV, as fibras são submetidas a alto-vácuo, quando a umidade residual é retirada. As amostras foram analisadas na Coppe (UFRJ), utilizando o equipamento EMTECH K555, 35mA, deposição em 2min, e pelo microscópio eletrônico de varredura JEOL. Model JSM – 6460 LV, voltagem 20KV.

Uma avaliação da superfície é realizada, no sentido longitudinal, usando o microscópio manual CELESTRON (x400), digital, com iluminação Branca e câmara fotográfica. A superfície da fibra técnica *in natura* do licuri é comparada com a do sisal e da borra de piassava.

3.3.2 Microscopia ótica

A preparação do segmento foliar e experimentos foram realizados no Instituto de Biologia da UFBA. Para avaliação da geometria da célula, as lâminas do segmento foliar são maceradas em solução de Jeffrey. Três segmentos foliares são colhidos aleatoriamente, pertencentes a região mediana da folha do licuri. Os segmentos foliares são previamente preparados retirando a nervura central, as bordas e dez centímetros a partir da base e do ápice são cortado em tiras finas, com dez centímetros de altura, em cortes paralelos. As medidas do comprimento, diâmetro e lúmen da fibro-célula são analisadas pelo microscópio ótico LEITZ SM – LUX de ocular micrométrica, previamente calibrado. (KRAUS; ARDUIN, 1997; PAULA; ALVES, 1997).

3.3.3 Espectrometria atômica de raios-X

Estes experimentos foram realizados no Instituto de Química da UFBA. Para a difração de raios-X utilizou-se o equipamento Shimadzu, modelo XDR – 6000, provido de anodo de cobre e detector de cintilação. As fibras técnicas são finamente cortadas e acondicionadas no porta-amostra, em forma circular, prensada por uma lâmina de vidro, e, após, fixada ao goniômetro, sobre o qual a radiação é incidida com variação de ângulo (2θ) de 5° a 80° ; a radiação atinge a parte interna da fibra, sua rede cristalina e pela difração dos raios determina-se o índice de cristalinidade da amostra.

Para a fluorescência de raio-X, utilizou-se o equipamento da Shimadzu, modelo XRF – 1800, provido com dois detectores: 1) detector de proporcional que atua para elementos abaixo de número atômico 20 e, 2) o detector de cintilação que

atua para elementos com o número atômico acima de vinte. O tubo dos raios-X é do tipo WD-XRF, 40 kV e 95mA, ânodo de ródio. A amostra é finamente cortada e acondicionada sobre ácido bórico, a uma pressão de dez toneladas. O aparelho de fluorescência em raios-X foi programado para não detecção de carbono e do oxigênio, para facilitar que concentrações menores de metais pudessem ser identificadas. A análise quantitativa requer padrão de calibração para cada elemento a ser investigado. A amostra em análise é de composição desconhecida, neste caso, o resultado semi-quantitativo irá identificar os elementos presentes. O resultado percentual é expresso para os metais, considerando, como base, cem por cento dos componentes encontrados. (SKOOG; HOLLER; NIEMAN, 2006).

3.4 CARACTERIZAÇÃO BIOQUÍMICA, FÍSICO-QUÍMICA E QUÍMICA

Este capítulo apresenta as metodologias que foram adotadas e compõem a Etapa Quatro do planejamento inicial. Os ensaios foram realizados nas amostras *in natura*, tratadas e na amostra Branco, em triplicatas; quando não o for, o número de ensaios e os respectivos testes serão citados. Os resultados permitem, também, observar a variação de componentes, em função do tratamento recebido.

3.4.1 Caracterização bioquímica: celulose, hemicelulose e lignina

Os experimentos para determinação de celulose, hemicelulose e lignina seguem o roteiro de Van Soest (SILVA, 2002; d'ALMEIDA; AQUINO; MONTEIRO, 2006). Os experimentos foram realizados na Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Esta metodologia é empregada por permitir realizar os ensaios para celulose, hemicelulose e lignina em uma só amostra, o que minimiza a dispersão dos resultados. (SODRÉ, 2005; RAMALHO, 2008).

A metodologia consiste em separar as frações que constituem as fibras utilizando reagentes específicos, que são denominados de “detergentes”. Os resultados são expressos em teores de celulose, hemicelulose, lignina e FDA/FDN. Fibra em Detergente Neutro (FDN) separa as proteínas, gorduras, carboidratos solúveis,

pectina e outros constituintes da parede celular que são solúveis em água, sendo o resíduo sólido basicamente composto por celulose, hemicelulose, lignina e proteína lignificada. Fibra em detergente ácido (FDA) solubiliza o conteúdo celular, a hemicelulose e a maior parte da proteína insolúvel, o resíduo insolúvel em detergente ácido é composto, quase que totalmente, por lignina e celulose (lignocelulose). Na seqüência, a lignina é solubilizada em ácido sulfúrico a 72%. O teor de celulose é determinado por diferença de peso, antes e depois da calcinação final. A Figura 17 ilustra as etapas principais da metodologia.

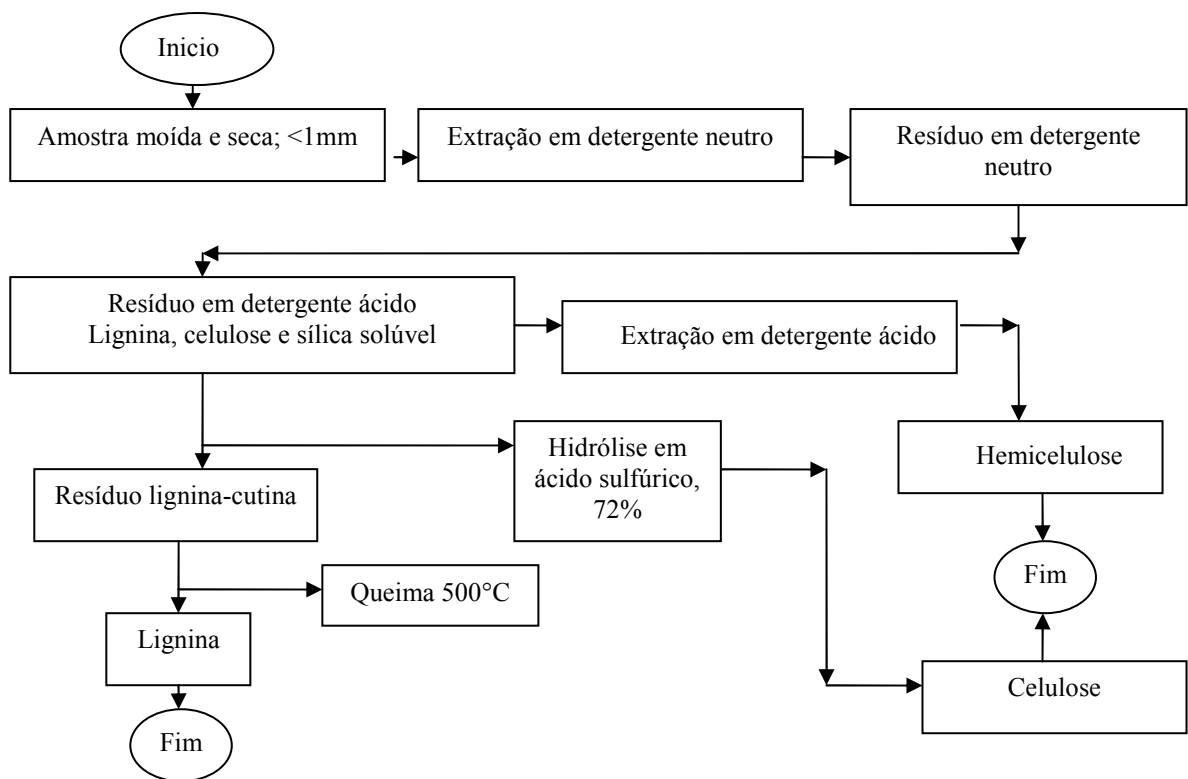


Figura 17: Fluxograma da análise, método Van Soest

3.4.2 Caracterização química: umidade, matéria seca, cinzas, sílica, gorduras, antraquinonas.

As análises foram realizadas na Escola de Medicina Veterinária da UFBA. A determinação dos teores de água e voláteis na fibra técnica foi realizada pelo método indireto, com base na matéria seca. Silva (2002) separa o processo de

aquecimento em estufa em duas etapas: a etapa da pré-secagem a $60\pm 5^{\circ}\text{C}$, que previne perdas por volatilização de nutrientes, principalmente os componentes nitrogenados, e, a secagem definitiva a $105\pm 5^{\circ}\text{C}$. A secagem definitiva pode ser empregada em uma destas duas situações: 1) quando a amostra passou pelo processo de pré-secagem e, 2) quando a amostra possui matéria seca acima de 80% . A pré-secagem foi empregada nas amostras do licuri após lavagem em água corrente para remoção de impurezas e preparação para o tratamento alcalino. A amostra foi pesada (m), levada a estufa com circulação de ar, a peso constante (diferença de até 1% de peso). Ao término da pré-secagem, o material é deixado esfriar em dessecador e após, ao meio ambiente por uma hora (SILVA, 2002), tempo para que a amostra e umidade do ambiente entrem em equilíbrio. A amostra é pesada (Mf). O material assim obtido (Equação 2) é denominado de amostra pré-seca ao ar (MPS).

$$\text{MPS (\%)} = (\text{Mf} / \text{m}) \times 100 \qquad \text{Equação 2}$$

Para a secagem definitiva, picotou-se a amostra pré-seca ao ar, a qual passou a ser denominada de “amostra úmida” (Mh), em 2 a 3mm de comprimento. Pesou-se 2g em cadinho de porcelana, previamente tarado, e levou-se à estufa por um tempo total de 12h (SILVA, 2002). A perda de peso é correspondente a perda de umidade e voláteis até essa temperatura. O material assim obtido (Equação 3) é denominado de amostra seca (MS); a amostra é pesada (Mfs).

$$\text{MS (\%)} = (\text{Mfs} / \text{m}) \times 100 \qquad \text{Equação 3}$$

As cinzas ou resíduos minerais são materiais provenientes da queima de amostra, à temperatura de 500 a 600°C . O método da incineração simples segue a rota da *Association of Official Agricultural Chemists* (AOAC), conforme Silva (2002). A incineração dá-se na matéria seca (MS) por um período de quatro horas. A cor acinzentada é um indicador de combustão completa da matéria orgânica presente. A temperatura da mufla não deve ultrapassar de 600°C para evitar volatilização de

alguns cátions ou ânions, parcial ou totalmente (LOPES et al. 2002). O resíduo incinerado (R) é mantido em dessecador, por uma hora, após são pesados e os resultados são expressos em grama. O teor de cinza residual, em percentual, é obtido pela diferença de massa entre o cadinho contendo o resíduo após a mufla e o cadinho contendo as cinzas. O teor de cinzas (Cs) pode ser expresso com base na massa seca (MS) após a estufa (Equação 4) ou massa da amostra inicial (Equação 5), denominada de úmida (Mh).

$$Cs (\%) = (R / Mfs) \times 100 \quad \text{Equação 4}$$

$$Ch (\%) = (R / Mf) \times 100 \quad \text{Equação 5}$$

Os minerais, de modo geral, compõem a constituição química das árvores e vegetais e, variam em função das condições ambientais e da localização na planta. A sílica está presente nas células em forma de corpos amorfos de SiO_2 e, pela sua dureza, confere propriedades físicas e mecânicas. Os teores de sílica na fibra técnica devem ser conhecidos pela sua importância para fins comerciais e construção de estruturas ou peças (LINS et al., 2002; LOPES et al., 2002; RODRIGUES; SANTANA, 2006). Absorção atômica, espectrofotometria UV-VIS e gravimetria podem ser empregadas, este último é intensamente utilizado na botânica, em madeiras e alimentos. Gotas de ácido clorídrico a 48% são adicionadas sobre as cinzas, levadas a aquecimento em banho-maria. A mistura é filtrada em papel quantitativo, com baixo teor de cinzas (0,00005g), e, os resíduos não solúveis são removidos com água destilada. O cadinho retorna à mufla e é calcinado a $900^\circ C$ durante 6h. É esfriado em dessecador e pesado (R_s) em balança analítica (Equações 6 e 7). (LOPES et al., 2002).

$$\text{Sílica na Cs (\%)} = (R_s / Mfs) \times 100 \quad \text{Equação 6}$$

$$\text{Sílica na Ch (\%)} = (R_s / Mf) \times 100 \quad \text{Equação 7}$$

O método para gorduras brutas ou extrato etéreo (EE) é empregado por considerar que o método de coleta e a preparação das fibras no campo é não indicado para quantificação de cera nas folhas. O objetivo é conhecer o teor de gorduras residuais após o tratamento prévio da fibra, que poderá ter influência na adesão da

fibra à matriz em compósitos. O extrato etéreo é constituído das gorduras e de outras substâncias contidas na amostra ensaiada e solúvel em éter de petróleo. A extração de gorduras seguiu o método à quente (extração a 65°C, por 4h) no aparelho de extração tipo Goldfish. Esse extrator utiliza volume de água bem menor que o extrator soxhlet, tempo em que, re-utiliza a água, por processo de resfriamento acoplado ao extrator, evitando desperdício de água. (Figura 18).



Figura 18: Extrator de gorduras e câmara de resfriamento

Cerca de 1g de amostra (m), previamente seca a 105°C, é envolvida por papel de filtro, em forma de cartucho de extração, e é acomodada no vaso extrator previamente tarado (T_1). É adicionado éter de petróleo em quantidade que envolva totalmente o cartucho. Após 4h, o cartucho é retirado e o resíduo no frasco extrator é levado à estufa a 105°C, por uma hora. Esfriado em dessecador, o vaso extrator contendo o extrato, é pesado (T_2) (Equação 8). (SILVA, 2002).

$$\text{Gordura (\%)} = [(T_2 - T_1)/m] \times 100 \quad \text{Equação 8}$$

Para identificação de antraquinona, tomou-se 0,5g da amostra em um tubo de ensaio, adicionou-se gotas de solução 0,5% de NaOH. O desenvolvimento de

coloração vermelho castanha indica, provavelmente, a presença de antraquinona da forma oxidada. (MOUCO; BERNARDINO; CORNÉLIO, 2003).

3.4.3 Comportamento térmico

Estes experimentos foram realizados no Instituto de Química da UFBA. A verificação do comportamento termogravimétrico das fibras tratadas e não tratadas é feita por análise termogravimétrica (TGA) usando-se o equipamento Shimadzu TG50, taxa de aquecimento de 10°C/min., em meio ao nitrogênio com vazão de 50ml/min, na faixa de temperatura de 25°C a 800°C.

Uma outra propriedade a ser avaliada é a degradação da fibra técnica, em função da temperatura, indicando eventos endotérmicos ou exotérmicos. Para os ensaios por *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) foi utilizado equipamento Shimadzu 50 com taxa de aquecimento de 10°C/min., vazão de 50ml/min. do nitrogênio, cápsula de alumínio com tampa e peso da amostra em até 10mg.

3.4.4 Massa específica da fibra técnica

A metodologia para determinação da massa específica é a picnometria em meio aquoso, em meio a hexano, e picnometria a gás, usando o hélio. Com estes meios, a massa específica dos sólidos (picnometria a gás) e a massa específica aparente da fibra técnica, previamente seca à 105°C, são determinadas. Esta metodologia, de agora em diante, é denominada de massa específica aparente em meio aquoso e em hexano, respectivamente. Os experimentos foram realizados no Instituto Federal da Bahia.

O equipamento utilizado para determinação da massa específica real da fibra técnica é o picnômetro a gás hélio (gás inerte, baixo peso molecular, penetra facilmente nos poros) MICROMERITICS®, modelo Accupyc 1340. O experimento foi realizado na Coppe (UFRJ). Este método possui três características particulares: a) tem a capacidade de medir apenas o volume da substância lenhosa; descontar o volume dos poros ou lúmen, desde que, o volume

destes permita o acesso da molécula do gás; b) utiliza purgas prévias às medições, como processo de desgaseificação, para remoção de impurezas e umidade; c) por ser inerte, não há interação do gás com os constituintes da fibra. O experimento está dividido em duas etapas: calibração do aparelho e o ensaio. A amostra é pesada, acomodada na câmara do equipamento e o ensaio se inicia com 10 purgas prévias à leitura do instrumento. Os parâmetros do teste são os que se seguem: 19,500psig, volume de dez centímetros cúbicos, para a primeira amostra foram aplicados dez ciclos de leitura, e para as demais, cinco ciclos de leitura. A massa volumétrica da fibra é calculada automaticamente pelo aparelho, que admite o comportamento de gás ideal. (MOURA; FIGUEIREDO, 2002; SANTANA; GASPARETTO, 2009).

3.4.5 Estudo sobre avaliação do diâmetro equivalente da fibra técnica

As metodologias para estimar a área da seção transversal da fibra técnica e o diâmetro equivalente da fibra, são baseadas em seis técnicas diferentes de ensaio, fazendo parte de dois grupos de medições: o primeiro grupo compõe medidas ao longo do comprimento da fibra técnica e no segundo grupo, as medidas são estimadas pela massa específica da fibra técnica.

São três técnicas adotadas no primeiro grupo: 1) por meio de paquímetro digital (LEÃO, 2008), com duas casas decimais; 2) por meio da microscopia manual digital com fotografia CELESTRON (400X), iluminação com LED Branco; e 3) uso microscópio ótico (BÉAKOU et al., 2008), com escala micrométrica, previamente calibrada. As medidas do diâmetro equivalente são tomadas em três pontos distintos ao longo do comprimento útil da fibra (30mm): um quarto de uma das extremidades, no meio e a um quarto do final. O “diâmetro equivalente” considerado é a média aritmética destas medidas. Os resultados do “diâmetro equivalente” por esta metodologia foram utilizados para o cálculo do coeficiente de forma (T_f). Por estes meios, dois conjuntos de informações são avaliados: a) diâmetro equivalente médio da fibra técnica e, b) as variações dos diâmetros equivalentes ao longo do comprimento útil da fibra técnica. A técnica empregada no segundo grupo, determinou o diâmetro equivalente médio (d_e) de cada fibra de

modo indireto, utilizando os valores da massa específica, empregando a Equação 9, donde “S” é a seção transversal da fibra.

$$d_e^2 = 4.S / \pi \quad \text{Equação 9}$$

3.4.6 Comportamento mecânico

O ensaio de tração para a fibra técnica do licuri demandou novas variáveis operacionais para atender as características inerentes da fibra técnica do licuri. As variáveis que foram adaptadas tiveram o objetivo de preservar a fibra pressionada pelas garras, durante a execução do ensaio. Os primeiros ensaios de tração foram realizados no equipamento da Coppe (UFRJ) e os estudos e experimentos seguintes foram realizados na Escola Politécnica da UFBA.

Os métodos ASTM D 3379–75 e ASTM D 3822–07 foram estudados, e o ensaio de resistência à tração na fibra técnica seguiu a norma ASTM D 3822–07, por estar direcionado para fibras têxteis, pela facilidade na montagem do ensaio conforme a terminologia, a significância e uso, precisão do ensaio, cuidados na amostragem, na preparação da amostra e relatório. A precisão do ensaio, segundo a norma, é estimada sobre fibras artificiais e sintéticas. A diferença crítica nos resultados para tensão na ruptura é de 0,53, quando uma única amostra é ensaiada, e é de 0,17, quando dez amostras são ensaiadas; 0,12 para vinte amostras e 0,08, quando quarenta amostras são ensaiadas. Para este estudo da diferença crítica, os ensaios são realizados em fibras de poliéster (*denier* de 1,5; alta tenacidade e módulo), com 25,4mm de comprimento, ensaiadas por um mesmo operador e em um mesmo laboratório. Para o experimento na fibra técnica do licuri, cerca de trinta amostras, aleatoriamente escolhidas, são ensaiadas para cada situação estudada. São amostras procedentes de um único lote de coleta de fibras. Os ensaios são realizados por um operador, em um único laboratório, e a tração é aplicada em direção do comprimento da fibra técnica.

Os experimentos foram realizados na máquina de ensaio universal EMIC DL 2000, célula de carga modelo SV, com capacidade de 500N (50Kgf), resolução de

leitura de 0,1M (10gf); velocidade de ensaio de 3mm/min, à temperatura ambiente. Os resultados da força (máxima e de ruptura) foram considerados para as fibras com T_f maior ou igual a cem (ASTM D 3822–07). A fibra é afixada com adesivo de cura rápida, no suporte de papel vazado, conforme mostra a Figura 19. Os ensaios de tração são iniciados, após 24h.

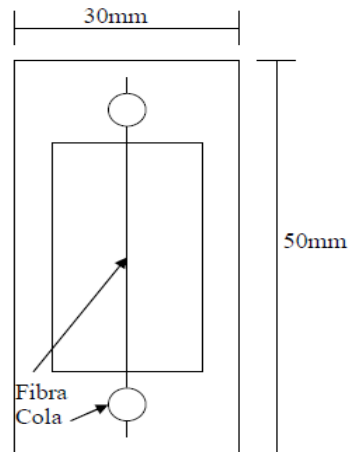


Figura 19: Molde em papel

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos na caracterização da fibra da folha do licuri estão apresentados neste capítulo e os resultados individuais encontram-se no Apêndice. A fibra coletada para este trabalho tem aspecto físico semelhante à palha seca, na cor bege, como pode ser observada na Figura 20.



Figura 20: Segmentos foliares, após secagem ao sol

4.1 COLETA E PRÉ-TRATAMENTO

As observações aqui apresentadas buscam contemplar os processos da Etapa Um do planejamento deste trabalho. Com objetivo de preservar o estado das espécies, o material foi coletado de palmeiras maduras e que continham maior volume de folhas. As folhas, com três metros de comprimento, foram cortadas em sete partes iguais, demarcadas, acondicionadas em um saco plástico borrifado com água e assim transportadas, junto as demais peças (Figura 21 e 22). O tempo decorrido entre a coleta e a chegada ao herbário foi de um dia. Destas peças, partes das folhas são reservadas para maceração e avaliação da geometria da fibra e a outra parte dá acesso ao herbário.



Figura 21: Peças (folhas) verdes



Figura 22: Peças (*Cocos coronata* e cacho)

Para obter a fibra técnica, o segmento foliar é destacado da raque, pela bainha; a nervura mediana é removida de cada segmento foliar (Figura 23), obtendo-se as duas lâminas. A epiderme superior e inferior de cada lâmina é separada uma da outra (Figuras 24 e 25). O mesofilo é denominado pela população local como “cêra”. O material ceroso nos segmentos foliares do licuri, (BONDAR, 1942; LEITE; SCATENA, 2001; MACHADO, 1958) está depositado sobre as epidermes destes segmentos (Figura 26). Na linguagem popular, o tecido fibroso é identificado pelo nome de *ticum*. Por ser resistente e firme é utilizado para as peças de artesanato e é a parte de interesse desta pesquisa, a que denominamos de fibra técnica, após estar livre de mesofilo e seca diretamente ao sol; com o aquecimento, gradativamente, perde a coloração verde e adquire cor cinza.



Figura 23: Nervura mediana



Figura 24: Separação das epidermes



Figura 25: Epidermes separadas



Figura 26: Cera sobre epiderme

4.2 ENTRADA AO HERBÁRIO E TRATAMENTO DAS FIBRAS

As observações a seguir contemplam os processos da Etapa Dois do planejamento deste trabalho. Ao serem lavadas em água corrente, observou-se o intumescimento, retornam a cor verde, houve liberação de cheiro de ervas frescas e a água de lavagem das fibras adquiria coloração verde musgo. Após serem secas e sob ação da solução álcali, tanto a fibra quanto a solução alcalina, adquiriram coloração avermelhada. Sugere a presença de antraquinona. Os resultados observados indicam que a fibra pode ser considerada seca após 24h em estufa de circulação de ar a 60°C, a peso constante, mesmo em excesso de água superficial. Não foi observada absorção de umidade quando as amostras são acondicionadas em estufa de circulação desligada, em até por 48h. É observado que a lavagem em água corrente retira 2% da massa da fibra e, a amostra Branco perde 2% de massa pela imersão em água. A perda de massa é mais elevada quando na imersão em solução alcalina, e aumenta com a concentração do álcali.

4.2.1 Depósito no Herbário

Os espécimes foram prensados e após, foram secos na estufa do herbário (Figura 27). Cinco dias foram necessários para o material estar desidratado. Após, foram costurados em cartolina (Figura 28) e depositados no Herbário Alexandre Leal Costa, no Instituto de Biologia da Universidade Federal da Bahia (UFBA) com o seguinte registro:

Syagrus coronata (Mart.) Becc., Brasil, Bahia, Piemonte da Diamantina, Caldeirão Grande, Fazenda de D.Enedina, assentamento PAGEU, nos Baixos. 11°01'S,40°18'W. Semi-árido, em plena seca. Árvore: adulta, com seis a sete metros de altura. Folha com três metros de comprimento. Flores amarelo-ouro. Frutos imaturos verdes. 02.out.2009, AR01, *Ricl, A. 90010* (ALCB).



Figura 27: Material em estufa, no herbário



(a) Frutos do licuri



(b) Segmentos foliares

Figura 28: Peças costuradas em cartolina para serem depositadas no herbário.

4.2.2 Comportamento à lavagem com água

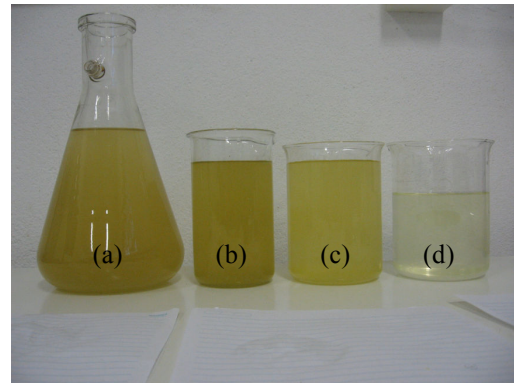
Dois fenômenos foram observados durante a lavagem com água corrente para remover as impurezas. Um deles é o aumento de diâmetro e de comprimento da

fibra técnica, denominado de intumescimento, e, a fibra adquire cor verde musgo (Figura 29) e exala cheiro de ervas frescas durante a lavagem. No segundo fenômeno, a água de lavagem adquire coloração verde musgo, que aumenta de intensidade em função do tempo de contato com a água.

Para observar o fenômeno, as fibras foram imersas em 400ml de água destilada, em agitação constante; fibra (Figura 29, b) e a água (Figura 30, a) adquirem cor verde musgo, aumentando de intensidade com o tempo de contato. A cada troca da água, é observado que a intensidade diminui (Figura 30, d).



(a) Seca ao sol (b) após lavagem
Figura 29: Fibra antes e após lavagem



(a) Inicial; (b, c) Intermediárias; (d) Final
Figura 30: Água de lavagem

4.2.3 Processo de mercerização

Em presença da solução de NaOH sobre as fibras do licuri, houve aquecimento e a solução adquiriu coloração marrom avermelhado, mais intenso quando em solução 1,5% (Figura 31 e Figura 32).



Figura 31: Cor do Branco com fibras do licuri.



(a) 0,75% NaOH

(b) 1,50% NaOH

Figura 32: Cor da solução de NaOH com fibras do licuri.

Após mercerização, lavagem e secagem, as fibras apresentam coloração marrom avermelhada, e, conforme observado na Figura 33 a cor é mais intensa quando tratadas a 1,50% de NaOH.



(a) 1,50% de NaOH

(b) 0,75% de NaOH

Figura 33: Cor da fibra tratada

A lavagem com água destilada para remoção residual de NaOH foi monitorada pela medida de pH. Em cada lavagem, as fibras eram imersas em um litro de água e mantidas em agitação com bastão de vidro por 10min. O consumo de água não foi diretamente proporcional à concentração do álcali usado (Tabela 13). Para atingir o pH inicial da água (pH=7) utilizou-se 9 e 5 litros de água quando 22 gramas de fibras foram tratadas à 1,50% e 0,75% de NaOH, respectivamente.

Tabela 13: Monitoramento pelo pH, para remoção álcali

| Fibra em álcali | Após 24h de imersão | N° de lavagem | | |
|-----------------|---------------------|---------------|----|----|
| | | 2ª | 5ª | 9ª |
| 1,5% NaOH | 13 | 10 | 8 | 7 |
| 0,75% NaOH | 13 | 9 | 7 | 7 |

4.2.4 Comportamento da fibra à secagem

A secagem das fibras lavadas foi completada após 24h em estufa com circulação de ar, a 60°C, mesmo quando com excesso de água (240% para o branco e 363% fibra tratada com sol. 1,50% de NaOH). A perda de massa manteve-se constante após 24h até 96h, em estufa. (Tabela 14).

Tabela 14: Secagem e perda de massa em função do tempo

| Fibras imersas | Un. | Massa inicial após lavagem | | Após secagem à 60°C | | |
|-----------------|-----|----------------------------|-------|---------------------|-------|-------|
| | | seca | Úmida | 24h | 48h | 96h |
| Branco | (g) | 21,74 | 52,11 | 21,37 | 21,36 | 21,35 |
| | (%) | perda de massa | - | 1,7 | 1,7 | 1,8 |
| 1,50% sol. NaOH | (g) | 21,88 | 79,51 | 18,60 | 18,59 | 18,54 |
| | (%) | perda de massa | - | 15,0 | 15,0 | 15,3 |

O percentual da perda de massa pela limpeza em água corrente (*in natura*) é de 2% (Tabela 15). O aumento do tempo em meio aquoso na fibra *in natura* pode favorecer a dissolução de componentes bioquímicos ou impurezas presentes na fibra (Branco). A perda de massa da fibra, em meio alcalino, pode ser explicado pela ação e reação da solução alcalina removendo as impurezas da superfície, ácidos graxos e cera, parte da hemicelulose, lignina, pectina e fração de celulose baixo grau de polimerização.(RODRÍGUEZ; STEFANI; VÁSQUEZ, 2007).

Tabela 15: Perda de massa da fibra em função da lavagem

| Tratamento | Fibra | Perda de massa (%) | |
|---------------------------------------|------------------|--------------------|-----------|
| | | No experimento | Total (%) |
| Lavagem água | <i>In natura</i> | 2,0 | 2,0 |
| Imersão por 24h, temperatura ambiente | Água (Branco) | 1,9 | 3,9 |
| | 0,75% NaOH | 10,0 | 12,0 |
| | 1,50% NaOH | 15,3 | 17,3 |

A fibra, após ser considerada seca pelo processo descrito acima, é mantida por 48h em estufa com circulação de ar, desligada (Tabela 16). A fibra estabilizou a perda de voláteis e umidade em 2h a 60°C.

4.3 ESTRUTURA DA FIBRO-CÉLULA

As observações contidas neste capítulo atendem aos processos da Etapa Três do planejamento, avaliando a estrutura, a cristalinidade e a geometria da fibro-célula. Não foi identificada uma fibra técnica inteira - sem estar fragmentada para observação do arranjo interno das fibras.

4.3.1 Estrutura da fibra *in natura*

A fotomicrografia longitudinal da fibra técnica do licuri *in natura*, conforme a Figura 34, mostra uma fibra com aspecto translúcido, revelando as calotas e apresenta intenso brilho em seu comprimento, quando comparada à do sisal (Figura 35a) e a bôrra da piassava (Figura 35b). As fotomicrografias revelam aspectos distintos na morfologia destas fibras técnicas.

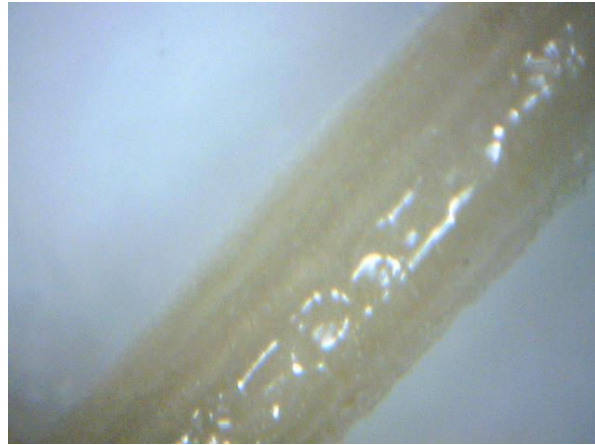
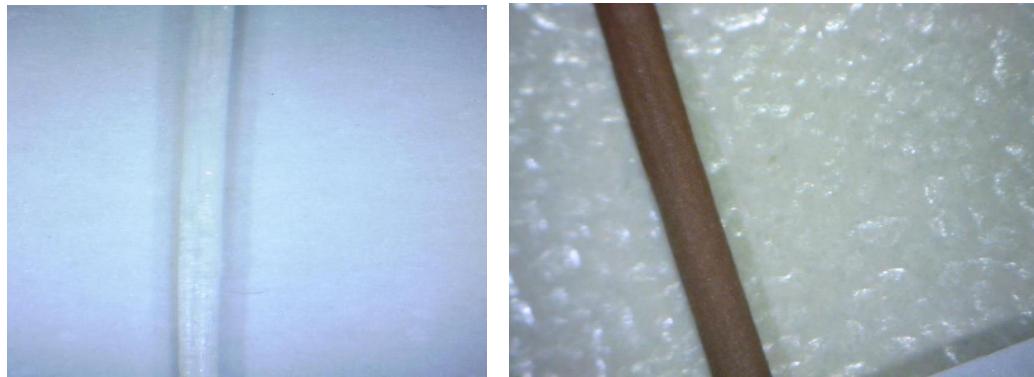


Figura 34: Fotomicrografia da fibra técnica licuri *in natura* (x400)



(a) Sisal *in natura*

(b) Bôrra piassava

Figura 35: Fotomicrografia de fibras técnicas (x400)

A mostra de figuras, a seguir, apresenta a estrutura interna da seção transversal das fibras técnica, a calota e a fibro-célula *in natura*. As Figuras 36 e 37 mostram feixes de calotas de fibro-células compondo uma fibra técnica fragmentada. A Figura 38 apresenta uma calota de fibro-células se desprendendo do feixe de calotas e na Figura 39 observa-se o desfibramento de três fibro-células e sulcos de desfibramentos anteriores. Na Figura 40 nota-se o que poderá ser o início do processo de desfibrilação.

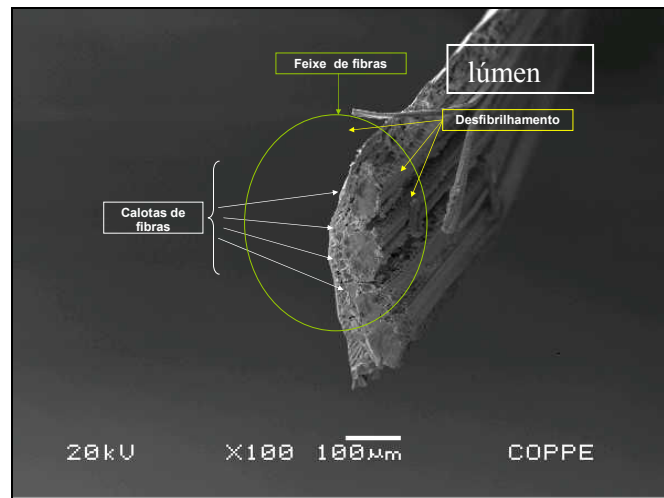


Figura 36: Calotas de fibro-célula

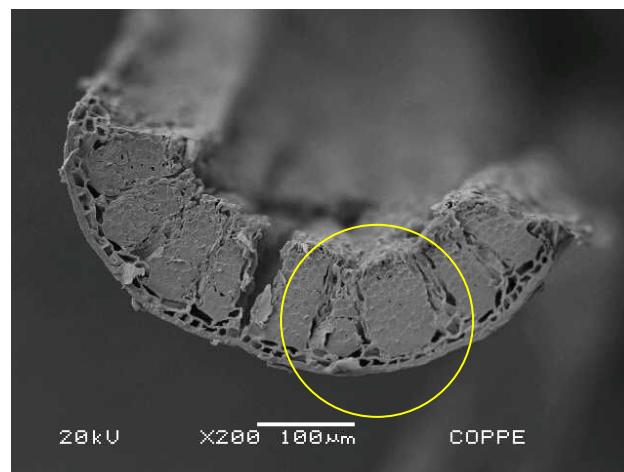


Figura 37: Aspecto de uma fração da fibra técnica

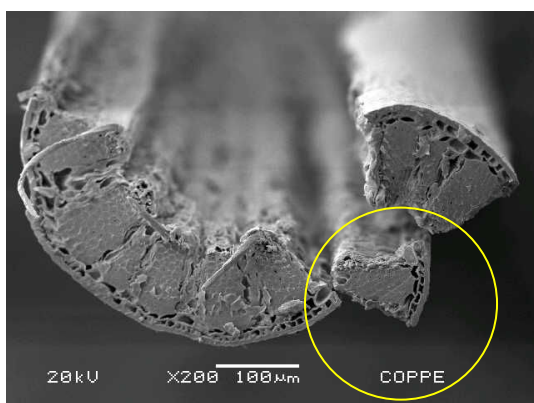


Figura 38: Calota se desprendendo

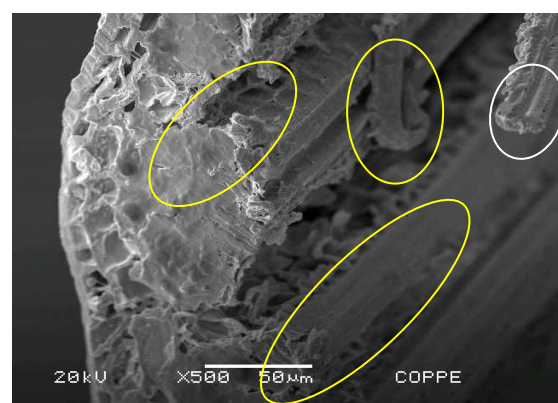


Figura 39: Desprendimento e sulco

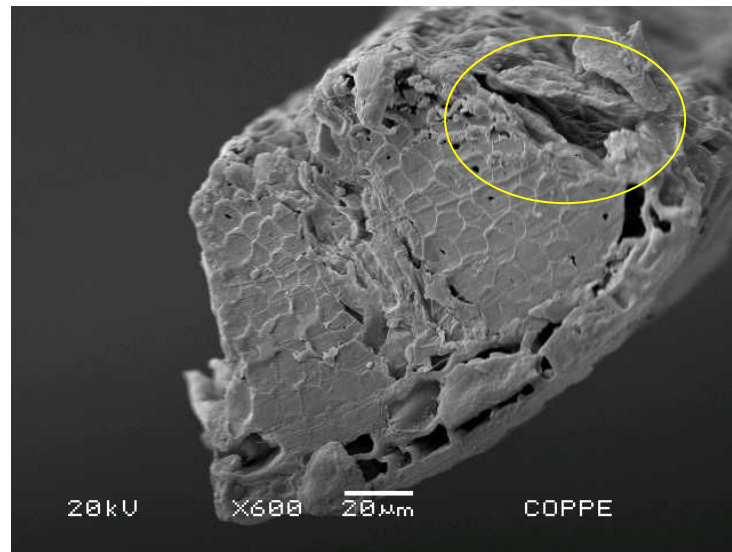


Figura 40. Calota, descolamento da parede da calota

A Figura 41 mostra um feixe de fibro-células, com destaque para a largura do lúmen e na espessura das paredes celulares. De acordo Carvalho (2005), a medida da espessura da fibra técnica sofre influência do sentido no qual possa ser medida, em consequência das fibras não terem conformação uniformemente circular e por estarem fragmentadas de forma não uniforme. A fibra é considerada como circular, e a largura da mesma é denominada “diâmetro equivalente”. (CARVALHO, 2005).

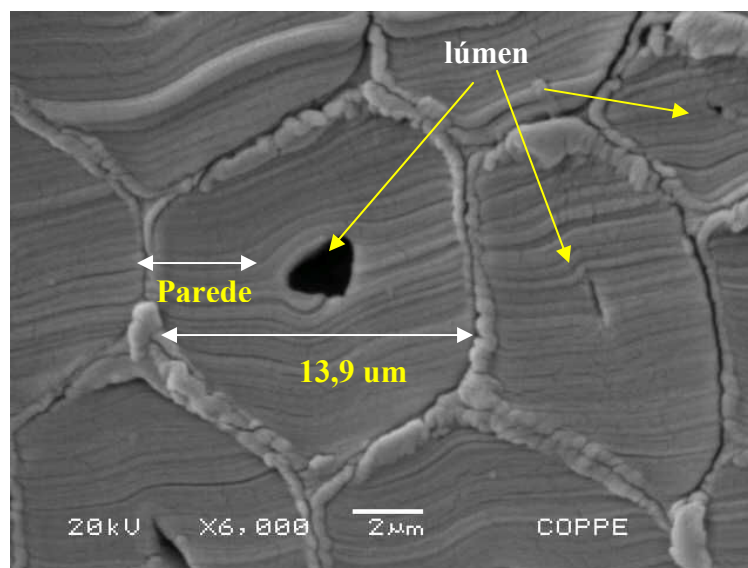


Figura 41: Largura do lúmen e espessura da parede celular

A Figura 42 mostra a morfologia fibro-células da fibra técnica tratada com solução 1,50% de NaOH. O feixe de elétrons do filamento de tungstênio foi concentrado sobre o lúmen, gerando sobrecarga no mesmo. Observa-se descolamento da fibro-célula pelo ligamento das paredes às fibro-células próximas, e o lúmen não mostra alteração.

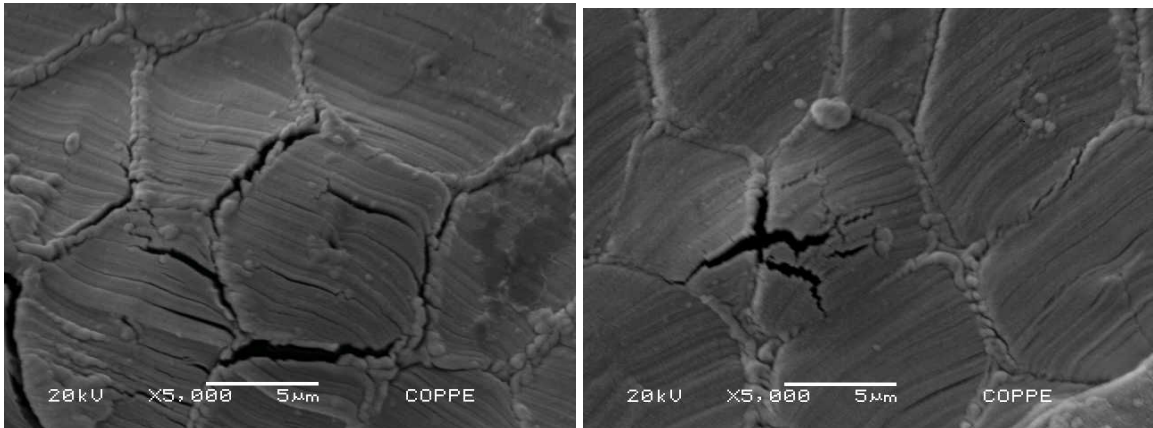


Figura 42: Ação da concentração de feixe de elétrons sobre o lúmen

4.3.2 Estrutura da fibra no sentido longitudinal

As Figuras 43 e 44 mostram a morfologia de uma fibra técnica *in natura* no sentido longitudinal. A Figura 43 apresenta a uma fibra técnica *in natura* fragmentada, é possível observar o aspecto aparente da epiderme e as células parenquimáticas. Na Figura 44 observa-se um estômato, que é uma diferenciação da célula da epiderme cuja função é a troca gasosa entre a planta e o meio ambiente.(ESAU, 1974).

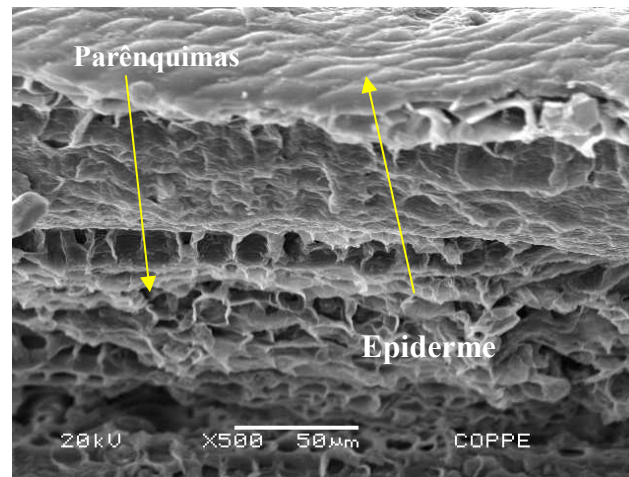


Figura 43: Fibra *in natura* lavada e seca

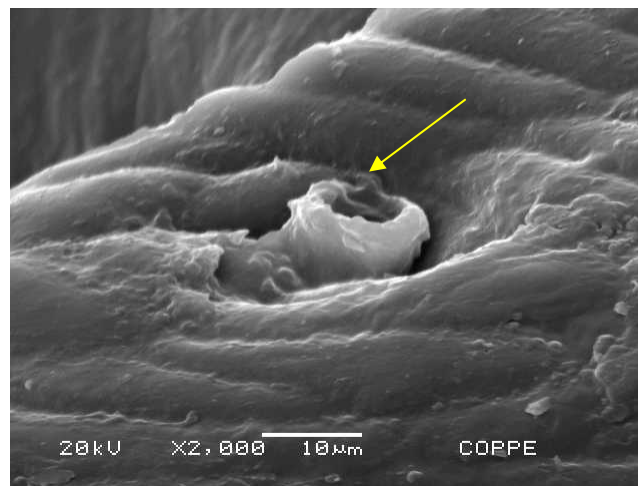


Figura 44: Estômato na fibra *in natura*

A Figura 45 mostra a morfologia da fibra técnica Branco, no sentido longitudinal; é observada ausência da epiderme (Figura 45a) e a Figura 45(b) exhibe a epiderme e a forma da calota de fibro-células, como um processo não uniforme.

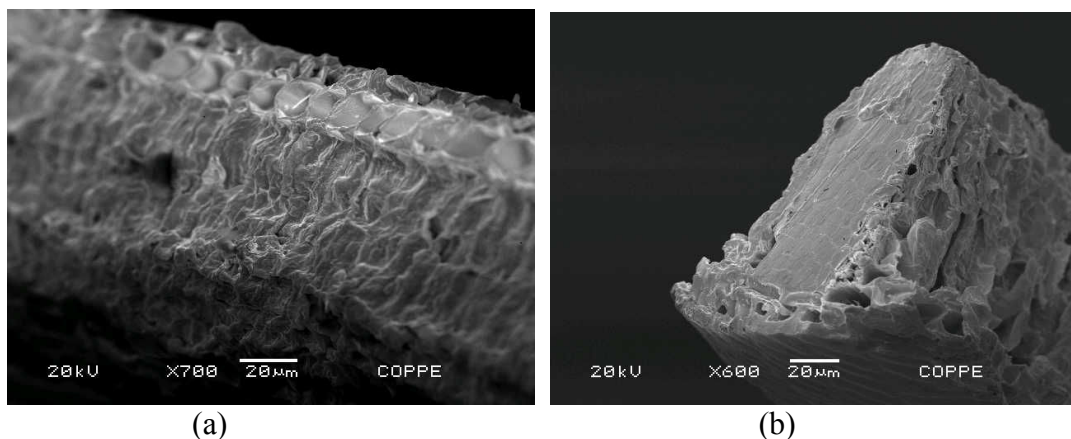


Figura 45: Amostra Branco - (a) Sem epiderme; (b) Calota com epiderme

As Figuras 46 e 47 apresentam a morfologia da fibra técnica tratada com 0,75% de NaOH, no sentido longitudinal e transversal, respectivamente. As imagens indicam as paredes das fibro-células mais soltas uma das outras, o que facilita o descolamento das fibro-células. As imagens mostram a superfície das fibras tratadas com NaOH com menor presença de massa vegetal, provocando aumento da área de superfície, situação que poderá favorecer a adesão da fibra à matriz, nos compósitos.

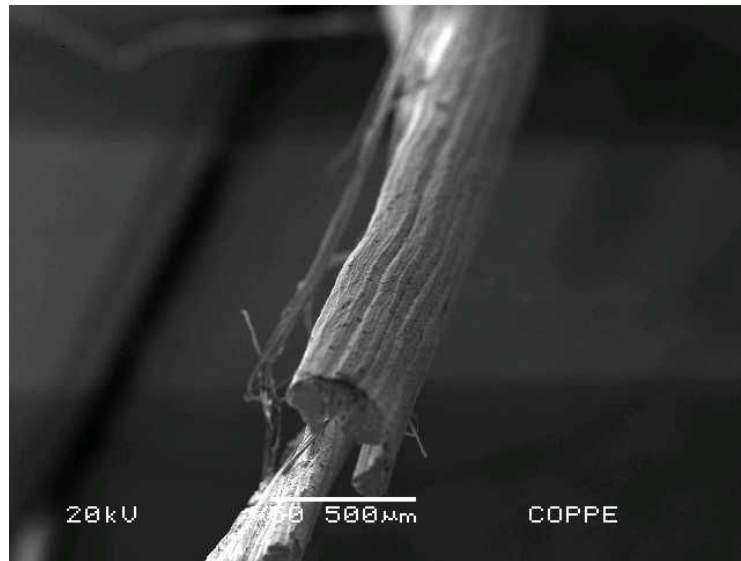


Figura 46: Fibra tratada com 0,75% NaOH, longitudinal.

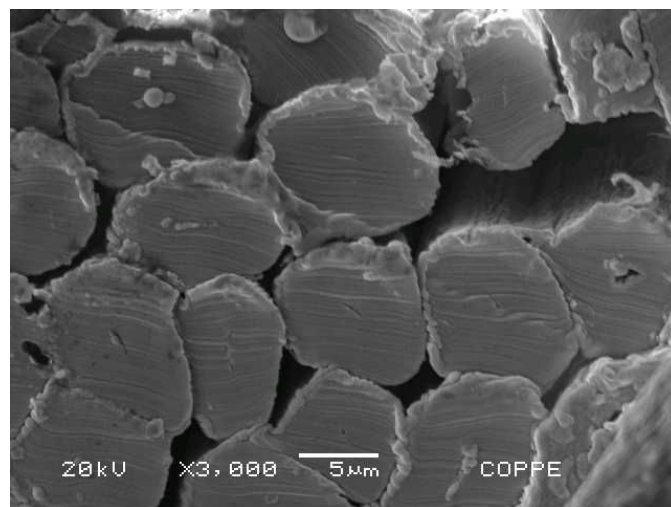


Figura 47: Fibro-células da fibra tratada a 0,75% NaOH.

As Figuras 48 a 52 mostram morfologia da fibra técnica tratada com 1,50% de NaOH, no sentido longitudinal e transversal. É observado: diminuição da presença de epiderme o que pode provocar aumento da rugosidade na superfície da fibra (Figura 48), fibro-células soltas, torção na fibra técnica (Figura 49) e deformação na calota das fibro-células (Figura 50).

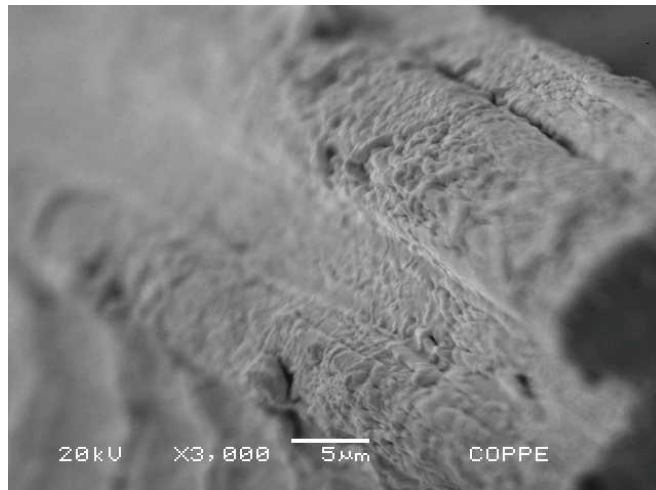


Figura 48: Superfície da fibra tratada com 1,50% NaOH.

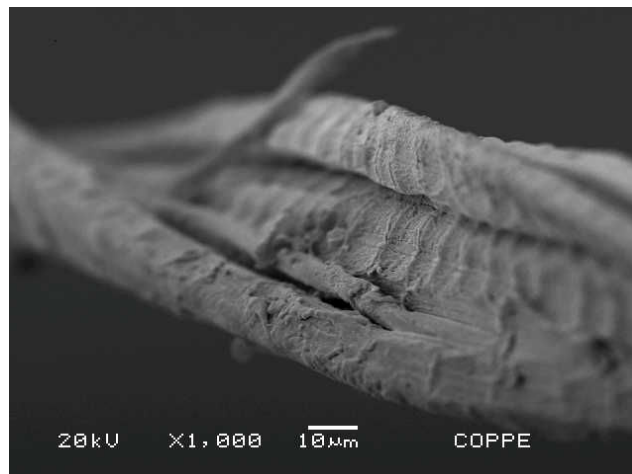


Figura 49: Torção na fibra técnica tratada com 1,50% NaOH.

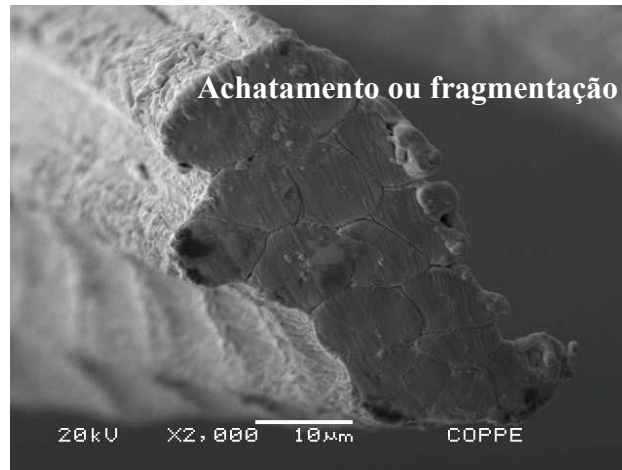


Figura 50: Deformação da calota, fibra tratada (1,50% NaOH).

A Figura 51 mostra o afrouxamento da ligação entre as fibro-células e quando ampliada a (x500) (Figura 52) a deformação da calota é mais facilmente percebida. As figuras mostram que as paredes das fibro-células estão descoladas uma das outras, o que facilita a liberação das fibro-células e aumento da área de superfície. A concentração de álcali (1,50%) e ou o tempo de imersão das fibras (24h) pode ter concorrido para provocar estes comportamentos, como na fragmentação aleatória de sua configuração interna.

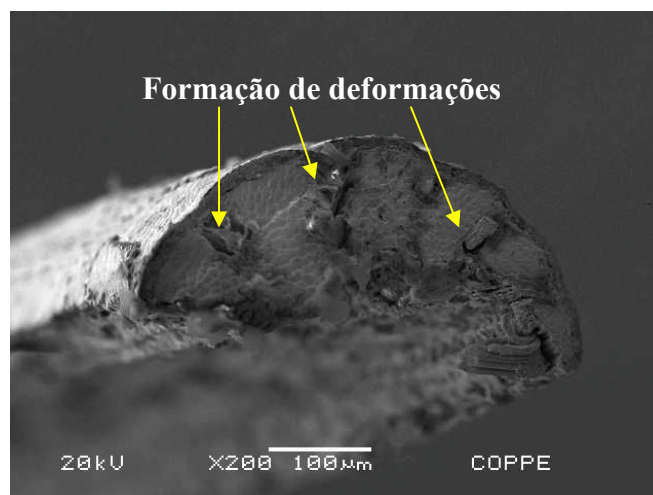


Figura 51: Fibra tratada com 1,50% NaOH (x100)

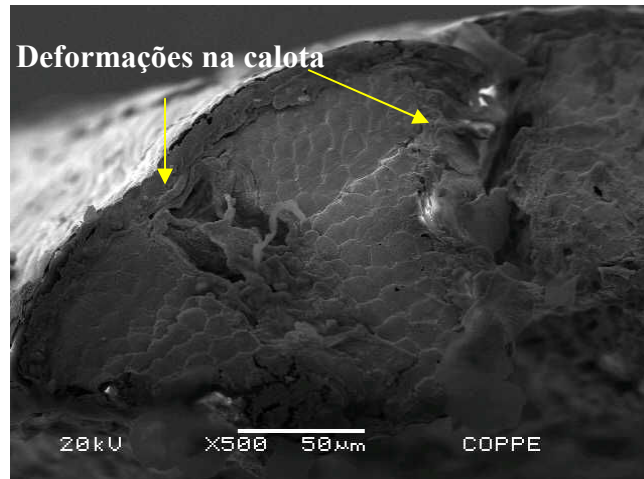


Figura 52: Fibra tratada com 1,50% NaOH (x500).

Em alguns trechos, ao longo do comprimento da fibra, após seca ao sol, e a fibra técnica tratada ou sem tratamento, apresenta coloração nitidamente, mais clara que e todo o comprimento da fibra. Estas porções foram separadas, nas amostras brancas, e avaliadas pelo MEV (Figuras 53 e 54). A imagem mostra grande quantidade de fibro-células soltas. A imagem ampliada de um destes fios soltos, escolhidos aleatoriamente, exhibe espaço vazio, longitudinalmente, reportando o desprendimento de uma fibro-célula.

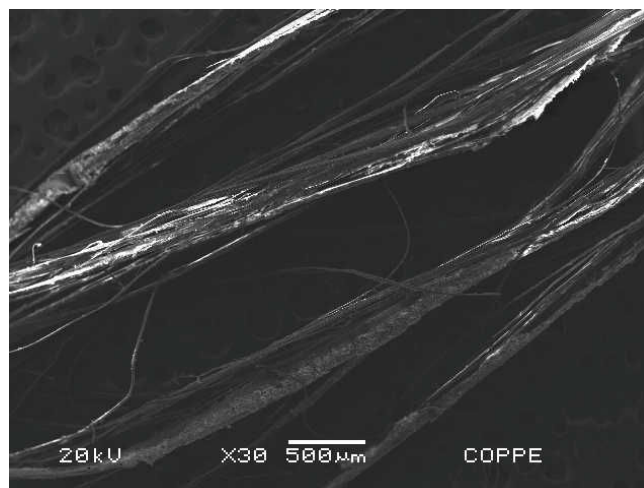


Figura 53: Fibras esbranquiçadas, intensa fibrilização.

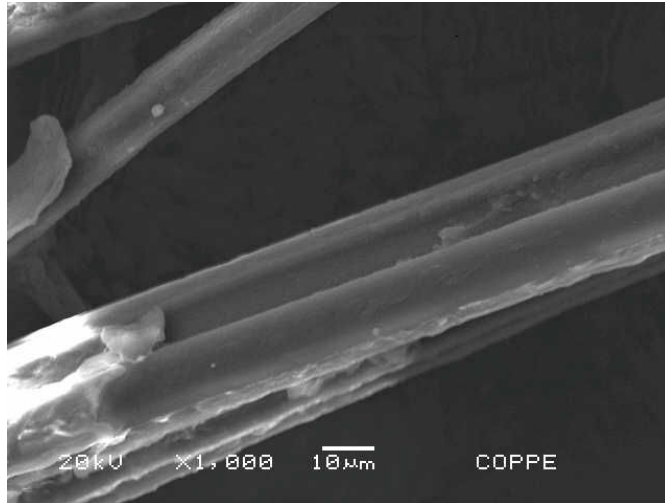
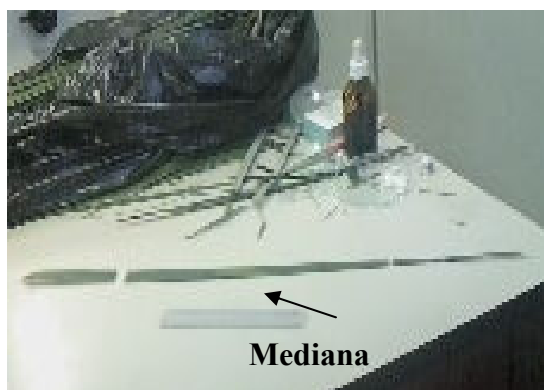


Figura 54: Fibras esbranquiçadas, x1000.

4.3.3 Comprimento, espessura e lúmen da fibro-célula (folhas verdes)

A Figura 55(a) mostra a parte mediana que foi utilizada para os cortes dos segmentos foliares (folhas) verdes, após 24h de coleta no campo. São dez centímetros a partir do ápice, padronizadas a todos os segmentos foliares (Figura 55b). As epidermes são dissociadas após 24h imersas em solução de Jeffrey e avaliadas em microscópio ótico.



(a) segmento foliar, mediana;



(b) medidas a partir do e ápice.

Figura 55: Preparação para análise em microscopia ótica

O comprimento, espessura e lúmen são medidos e analisados em vinte e quatro das fibro-células, por microscopia ótica (Tabela 16). Os resultados individuais

encontram-se nos Apêndices A e B. O coeficiente de variação (CV) indica que a média é representativa para estas medidas.

Tabela 16: Comprimento, espessura e lúmen da célula do licuri Segmentos foliares verdes, 24h após coleta no campo, N = 24

| Índices | Comprimento da célula | Diâmetro do Lúmen | Diâmetro da célula | Espessura da parede |
|--------------------|-----------------------|-------------------|--------------------|---------------------|
| Média (mm) | 1,222 | 0,012 | 0,046 | 0,017 |
| s (mm) | 0,3785 | 0,0020 | 0,0062 | 0,0031 |
| CV (%) | 30,99 | 19,59 | 13,61 | 18,42 |
| Mínimo (mm) | 0,742 | 0,007 | 0,042 | 0,014 |
| Máximo (mm) | 2,072 | 0,014 | 0,056 | 0,022 |

As células do licuri possuem comprimento de 1,222mm, classificada, como fibra de comprimento “curto”, segundo Paula e Alves (1997). A distribuição percentual do comprimento da fibro-célula, em função da classificação da fibra, indica que 83,3% das medidas estão concentradas em fibras “curtas”, “muito curtas” e “extremamente curtas” (Tabela 17). Os resultados observados não indicam a fibra do licuri para produção de papel (ROCHA; POTIGUARA, 2007). O histograma foi utilizado para verificar a distribuição da média e sua forma de dispersão. A Tabela 18 apresenta a distribuição de classe do comprimento da fibro-célula considerando as variáveis: o número de dados igual a vinte e quatro, número de classe em seis e o intervalo de classe calculado é igual a 0,2217mm.

Tabela 17: Distribuição percentual do comprimento da fibro-célula Segmento foliar verde, 24h após coleta no campo

| Classificação | Fibras de licuri | |
|---------------------|------------------|------|
| | Qtidade | % |
| Extremamente curtas | 1 | 4,2 |
| Muito curtas | 6 | 25,0 |
| Curtas | 13 | 54,1 |
| Longas | 3 | 12,5 |
| Extremamente longas | 1 | 4,2 |

Fonte (da classificação): PAULA e ALVES, 1997.

Tabela 18: Distribuição de classes do comprimento da fibro-célula
Segmento foliar verde, 24h após coleta no campo

| Nº classe | Limites do intervalo de classe (mm) | | Frequência | |
|-----------|-------------------------------------|----------|-------------|-------|
| | Inferior | Superior | Quantidade. | (%) |
| A | 0,7420 | 0,9637 | 6 | 25,0 |
| B | 0,9637 | 1,1854 | 8 | 33,3 |
| C | 1,1854 | 1,4071 | 5 | 20,8 |
| D | 1,4071 | 1,6288 | 1 | 4,2 |
| E | 1,6288 | 1,8505 | 1 | 4,2 |
| F | 1,8505 | 2,0722 | 3 | 12,5 |
| Total | | | 24 | 100,0 |

A Figura 56 apresenta um histograma de forma assimétrica positiva, revelando duas distribuições (bimodal). Os comprimentos da fibro-célula de 2,07; 1,96 e 1,88mm podem pertencer a uma distribuição diferente das demais.

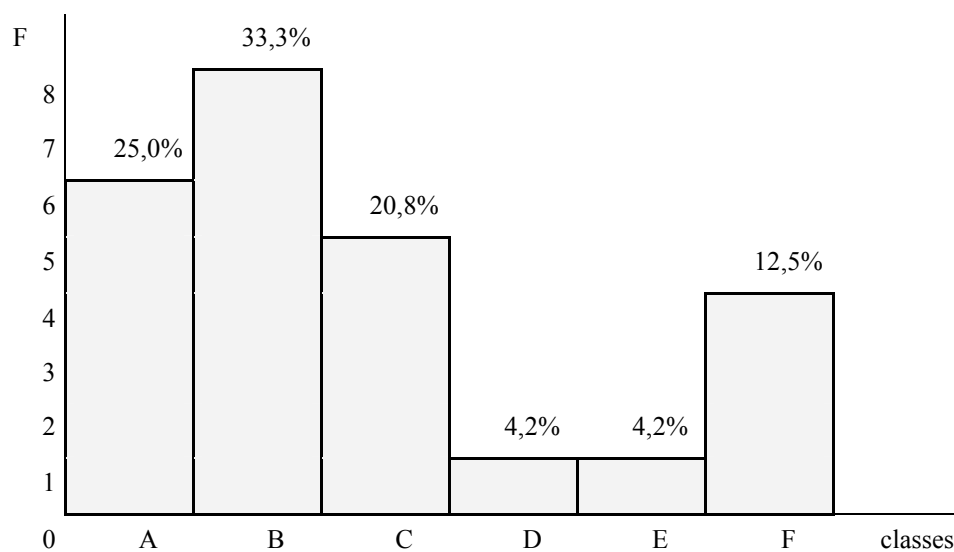


Figura 56: Histograma do comprimento da fibra celular do licuri
Segmento foliar verde, 24h após coleta no campo

A concentração de 79,1% dos dados nos intervalos de classe A, B e C, (de 0,7420 a 1,4071mm) confirma a classificação de fibras como curtas e muito curtas para o licuri. Cerca de 20,8% corresponde a fibras longas e extremamente longas.

O diâmetro estimado da fibro-célula é 45,50 μ m, classificada como fibra de diâmetro “grande” (PAULA e ALVES, 1997). Os diâmetros observados estão

concentrados em quatro valores: 42,0 – 56,0 – 70 e 112 μ sendo estes dois últimos avaliados como distantes da concentração das medidas. A Tabela 19 ilustra esta análise pela frequência dos dados. Assim, 75% dos valores do diâmetro concentraram-se em 42,0 μ m e 25% em 56,0 μ m.

Tabela 19: Distribuição em classes do diâmetro equivalente da fibro-célula Segmento foliar verde, 24h após coleta no campo

| Teste de Dixon | 40-50 | 50-60 | 60-70 | 70-80 | 80-90 | 90-100 | 100-110 | 110-120 |
|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|---------|
| Antes (μ m) | 19 | 6 | - | 1 | - | - | - | 1 |
| Depois (μ m) | 18 | 6 | - | - | - | - | - | - |

O diâmetro do lúmen da fibro-célula mede 12,2 μ m. A mesma avaliação é feita e 87,5% dos valores do diâmetro do lúmen estão concentrados entre 11,20 e 14,00 μ m. A média das medidas da espessura da parede celular da fibra do licuri é 16,65 μ m, classifica a fibra do licuri como fibra de parede “espessa” (PAULA e ALVES, 1997). As medidas da espessura da parede celular são avaliadas e 75% das fibras possuem espessura entre 10 a 20 μ m. As relações geométricas da fibro-célula: fração parede, índice de Runkel, coeficiente de flexibilidade e enfieltramento, foram calculadas para cada medida da fibro-célula analisada (Tabela 20; Apêndice C).

Tabela 20: Relações Geométricas da fibro-célula Segmento foliar verde, 24h após coleta no campo

| Nº Ensaio | Fração parede 100.2e / de | Índice de Runkel 2e / di | Coeficiente flexibilidade di / de | Coeficiente de enfieltramento L / de |
|---------------|------------------------------|-----------------------------|--------------------------------------|---|
| Média | 72,92 | 2,90 | 0,27 | 27,3 |
| s | 5,882 | 1,002 | 0,059 | 9,21 |
| CV (%) | 30,99 | 19,59 | 13,61 | 18,42 |
| Mínimo | 66,67 | 2,00 | 0,17 | 16,3 |
| Máximo | 83,33 | 5,00 | 0,33 | 49,3 |

O índice de Runkel da fibro-célula do licuri é de 2,90, inclui a fibra da folha do licuri no grupo V, e é considerada “não é boa para fabricação de papel”, conforme indicam os índices para as fibras, chamadas de “curtas”. O valor mínimo situa-se no limite para não indicação à produção de papel. (PAULA e ALVES, 1997).

O coeficiente de flexibilidade é 0,27%, indica uma fibra de parede celular espessa e lúmen de pequeno diâmetro, sendo então considerada como uma fibra de menor flacidez. Estes valores são indicativos de menor grau de achatamento e de fibras resistentes ao impacto, em função da parede espessa e lúmen pequeno. A fração parede é considerada alta 72,92%, e conforme os resultados obtidos pode chegar a 78,8%. Indicativo de uma fibra de resistência mecânica elevada. O valor do coeficiente de enfiamento é de 27,3, quanto menor este valor, mais evidencia menor resistência ao rasgo (papel). Nos compósitos cimentícios (GUIMARÃES, 1982) o coeficiente de enfiamento baixo indica dificuldades à aderência fibra-matriz, maior espaçamento e maior o diâmetro das fissuras, em compósitos.

4.3.4 Caracterização cristalográfica por raios-X

Esta caracterização na fibra técnica do licuri foi realizada com objetivo de determinar a estrutura cristalina e de avaliar a variação de cristalinidade nas fibras. As curvas apresentadas são similares às fibras lignocelulósicas, tal como às fibras de curauá (SPINACÉ et al, 2009) e às de piassava (d'ALMEIDA; AQUINO; MONTEIRO, 2006).

A Figura 57 mostra três picos bem definidos $2\theta = 15,9^\circ$, $2\theta = 22,3^\circ$ e $2\theta = 34,6^\circ$ semelhante aos resultados encontrados para curauá por Spinacé e outros (2009) com $2\theta = 16^\circ$, $2\theta = 22,6^\circ$ e $2\theta = 34,7^\circ$ estes picos foram designados como característicos da celulose cristalina I.

Os espectros encontrados para o licuri nas quatro diferentes amostras, apresentam as mesmas respostas em diferentes intensidades. A intensidade aumenta com o aumento da concentração do álcali nas amostras tratadas.

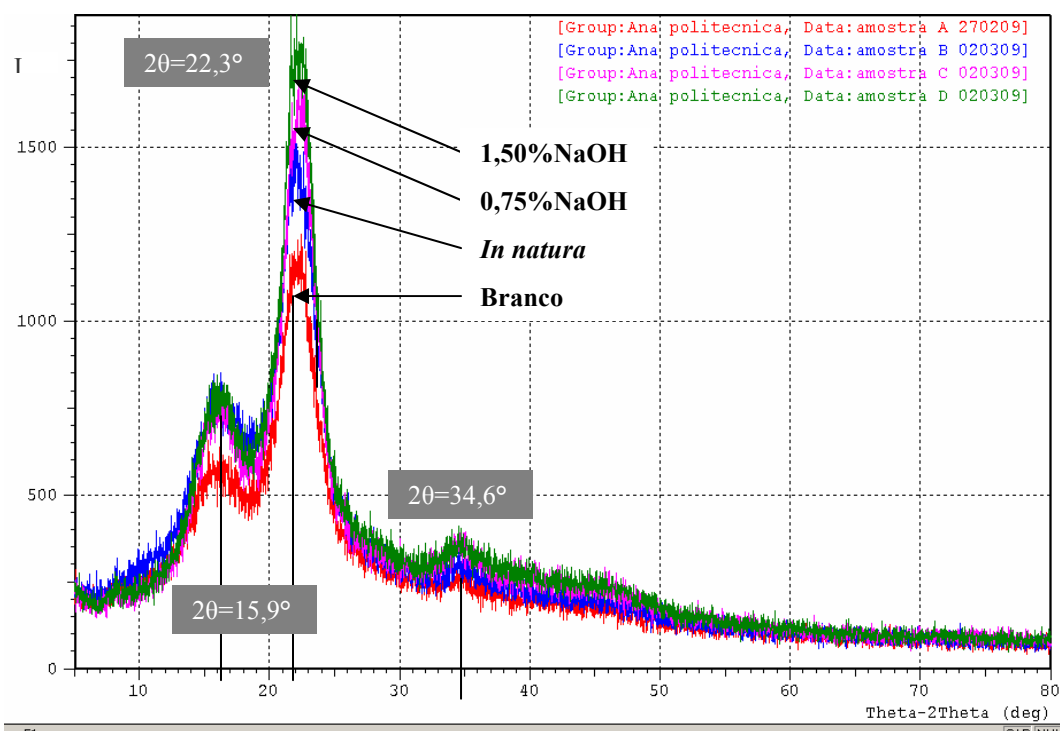


Figura 57: Difratoograma do Raio-X

Elenga e outros (2009) citam que alguns autores atribuem aos picos situados em $2\theta = 16,3^\circ$ e $2\theta = 22,5^\circ$ a presença de celulose I e celulose IV, entretanto, em seus testes, utilizando espectrofotômetro infravermelho em paralelo, este mostra que os dois picos são característicos de celulose I β . A estimativa do índice de cristalinidade é calculada utilizando a relação:

$$I_{cr} = (I_{22,3} - I_{15,9} - I_{34,6}) / I_{22,3} \quad \text{Equação 10}$$

Onde $I_{22,3}$ significa a intensidade do pico à $2\theta = 22,3^\circ$. E a intensidade difratada de $2\theta = 15,9^\circ$ e $2\theta = 34,6^\circ$ é atribuída a fração amorfa. O cálculo indica $I_{cr} = 71\%$ e $I_{cr} = 66\%$ para amostra *in natura* e para a amostra Branco, respectivamente, e, indica $I_{cr} = 68\%$ e $I_{cr} = 71\%$ para amostras mercerizadas a 0,75% e 1,50% em NaOH, respectivamente.

As amostras tratadas a 0,75% e 1,50% mostram aumento de 3,0% e 7,6% no índice de cristalinidade, respectivamente, com relação à amostra branco. Zafeiropoulos, Williams, Baillie e Matthews (2002) *apud* Spinacé e outros (2009)

observaram resultados similares de aumento no índice de cristalinidade para fibra de linho, quando tratadas por acetilação. Spinacé e outros (2009) observaram elevação no índice de cristalinidade para curauá tratado e atribui a: 1) remoções de parte dos constituintes amorfos e, 2) rearranjo das regiões cristalinas de tal forma que, a fibra apresenta natureza mais cristalina.

A amostra Branco apresentou menor natureza de cristalinidade do que a *in natura*. A amostra *in natura* possui presença de componentes que contribuem para elevação da cristalinidade sendo que na amostra Branco (mantida em água por 24h, sem agitação) estes componentes são hidrolisados e ou dissolvidos pelo tempo de contato com a água. Segundo Ogeda e Petry (2010), em água pura a hidrólise da celulose ocorre espontaneamente e de forma lenta.

A amostra mercerizada mostra menor índice de cristalinidade em 4% para a concentração de 0,75% de NaOH, quando comparada com a amostra *in natura*. Segundo Gurgel (2007), a mercerização traz algumas transformações na celulose da fibra: o material pode expandir-se, pode ocorrer rearranjo nas cadeias dos polissacarídeos, elevar a quantidade de material menos ordenado na fibra diminuindo assim, a parte cristalina.

O índice de cristalinidade mantém-se constante tanto na amostra mercerizada à 1,50% de NaOH quanto à amostra *in natura*. Conforme Gurgel (2007) a mercerização altera a estrutura fina, a morfologia da fibra, a conformação das cadeias moleculares, transformando celulose I em celulose II.

4.3.5 Identificação de metais por raios-X

As amostras são analisadas por Fluorescência de Raio X para detecção de metais. A Tabela 21 mostra que a fibra do licuri é rica em cálcio e sílica, possui 79,2% da composição mineral na fibra *in natura*, 87% na fibra tratada a 0,75% e 84,7% quando tratada a 1,50% de NaOH.

A fibra técnica do licuri não apresenta os elementos sódio, manganês e cobre, elementos estes que são encontrados na fibra da madeira. Na fibra da madeira,

também são identificados: sílica, magnésio, ferro, potássio, alumínio, cálcio (LOPES et al., 2002; RODRIGUES; SANTANA, 2006; ROSA, 2003). No licuri, entretanto, é observada a presença de enxofre e de fósforo, e, ausência do elemento sódio, indicando que não houve resíduo do álcali decorrente da mercerização.

Tabela 21: Análise semi-quantitativa de metais na fibra técnica do licuri

| Analito (%) | <i>In natura</i> | 0,75% NaOH | 1,50% NaOH |
|--------------------|-------------------------|-------------------|-------------------|
| Cálcio | 49,9 | 64,8 | 65,1 |
| Sílica | 29,3 | 22,2 | 19,6 |
| Magnésio | 4,3 | 5,7 | 5,8 |
| Enxofre | 7,7 | 2,6 | 4,2 |
| Ferro | 3,4 | 2,5 | 3,0 |
| Potássio | 1,6 | 0,7 | 0,8 |
| Fósforo | 3,2 | 0,7 | 0,9 |
| Alumínio | 0,6 | 0,6 | 0,6 |

Base: 100% da composição

É observado aumento da concentração de cálcio e diminuição da concentração de sílica nas amostras tratadas com NaOH. As variações nos resultados são decorrentes da mudança de base em cada etapa. Segundo Florindo (2009), ocorrem reações entre a sílica, estruturalmente distorcida ou amorfa e álcalis como NaOH ou hidróxido de potássio, tendo como produto um gel de silicato e álcali, possível de expansão pela absorção da água. É um tipo de comportamento físico que pode comprometer a resistência mecânica de compósitos caso estes elementos estejam presentes. Cita que o aumento da exposição ao ataque, à temperatura ambiente, não gera transformações apreciáveis na parte amorfa, mas produz dissolução de silicatos.

4.4 CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA TÉCNICA

Os resultados que compõem este capítulo, contemplam a Etapa Quatro do planejamento inicial para esta pesquisa, envolvem a caracterização bioquímica, química, física e mecânica nas amostras tratadas e não tratadas. As fibras técnicas para o teste de tração foram aleatoriamente escolhidas da amostra de fibras técnicas, cortadas, pesadas e o comprimento total da fibra afixado no molde do corpo de prova, é previamente medido. A espessura da fibra, que se denomina “diâmetro equivalente”, é medida em três pontos equidistantes ao longo da fibra. A massa específica das fibras técnicas é avaliada por três vias da picnometria. Assim, as titulações foram calculadas e o perfil da fibra é obtido.

4.4.1 Bioquímica: Celulose, hemicelulose e lignina

A Tabela 22 apresenta as variações nos teores dos constituintes da fibra técnicas em função das lavagens em água e do tratamento alcalino. A comparação das amostras sem e com tratamento permite avaliar a consistência da composição para fibras *in natura* e em branco.

Tabela 22: Resultados das análises bioquímicas na fibra técnica

| Composição | <i>In natura</i> | | Branco | | 0,75% NaOH | | 1,5% NaOH | |
|--|------------------|----------|--------|----------|------------|----------|-----------|----------|
| | (%) | <i>s</i> | (%) | <i>s</i> | (%) | <i>s</i> | (%) | <i>s</i> |
| Celulose | 68,1 | 0,77 | 67,3 | 3,1 | 64,8 | 1,0 | 62,6 | 1,2 |
| Hemicelulose | 8,0 | 0,57 | 8,4 | 1,7 | 13,9 | 1,0 | 11,9 | 0,3 |
| Lignina | 17,8 | 0,24 | 19,6 | 1,3 | 14,4 | 0,7 | 19,0 | 0,6 |
| FDA (lignina e celulose) | 88,6 | 0,47 | 88,3 | 1,5 | 80,4 | 0,6 | 83,2 | 0,6 |
| FDN (celulose, hemicelulose e lignina) | 94,6 | 0,18 | 96,7 | 0,4 | 94,1 | 0,6 | 95,0 | 0,3 |

A impureza da fibra técnica *in natura* é removida por dois métodos: lavagem sob água corrente e imersão em água, sendo a imersão em água, útil como referência para a mercerização. A indicação se a metodologia difere entre si é dada pela análise da composição da fibra e da aplicação dos métodos estatísticos. Indica que há baixo grau de dispersão e grande representatividade da média, se aceita a variância dos resultados entre os dois métodos de lavagem e conclui-se que as metodologias não são diferentes entre si e estão dentro do intervalo de confiança de 95%. O resultado para fibra *in natura* é considerado pela média das médias e dos desvios padrões encontrados por estes métodos. (CIENFUEGOS, 2005).

A soma dos componentes celulose, hemicelulose e lignina nas amostras *in natura* e tratadas com NaOH indicam concentração total aceitáveis, são equivalentes entre si. A soma das frações de celulose e lignina indica variação de 9,22% entre amostra *in natura* e as amostras tratadas. A concentração de celulose diminui em 4,8% e 8,0%, após tratamento alcalino nas concentrações de 0,75% e 1,50%, respectivamente. Não é observada tendência à diminuição da concentração de hemicelulose (PEREIRA, 1999). O experimento é realizado em base seca, o que implica na retirada de umidade e de voláteis. A mudança de base pode não revelar as frações que sofreram reações com hemicelulose e lignina.

4.4.2 Química: umidade e voláteis, matéria seca, cinzas, sílica, gorduras, antraquinonas.

Seis experimentações foram realizadas nas fibras técnicas, com o objetivo de caracterizar a fibras, avaliar o efeito da limpeza e tratamento químico. As observações, resultados e comparações serão apresentados para cada experimento.

Spinacé e outros (2009) citam que foram encontrados 9,10% de umidade, em peso para o curauá lavado com água à 80°C, e 8,30% para o curauá tratado com solução de hipoclorito de sódio com 2,0 a 2,5% de cloro livre; atribui que o tratamento tenha alterado a característica hidrofílica da fibra. As fibras técnicas tratadas e não tratadas do licuri, detiveram 8,55% ± 0,317% de umidade, experimento realizado por diferença de peso, após estufa com circulação de ar, à 105°C (Tabela 23).

Tabela 23: Teores de Matéria Seca e voláteis / água nas fibras do licuri

| Amostra | Matéria Seca (MS) (%) | Voláteis e água (%) |
|------------------|--------------------------|------------------------|
| <i>In natura</i> | 91,53 | 8,47 |
| Branco | 91,85 | 8,15 |
| 0,75% NaOH | 91,11 | 8,89 |
| 1,50% NaOH | 91,33 | 8,67 |

As cinzas obtidas pela calcinação das fibras em mufla são de cor clara, que segundo Silva (2002), é indicativo que a matéria orgânica foi totalmente calcinada. As amostras *in natura* e a amostra Branco apresentam as cinzas com coloração mais clara (Figura 58(b)) que as amostras que sofreram tratamento alcalino. A Figura 58(a) mostra as cinzas de fibra tratada com NaOH a 1,50%.

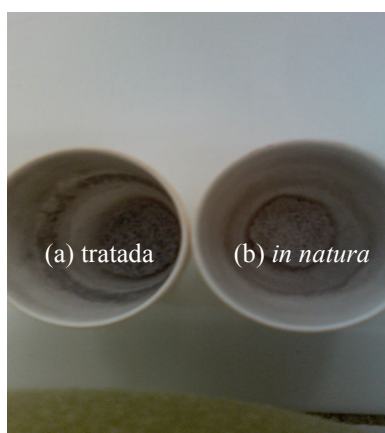


Figura 58: Cinzas da fibra técnica.

Os resultados indicam maior teor de cinzas e de sílica nas amostras tratadas que na amostra *in natura*, proporcional às concentrações de NaOH (Tabela 24). A variação na concentração de sílica nas cinzas tanto nas fibras da amostra Branco e *in natura*, quando comparadas às amostras tratadas, pode indicar o efeito da ação do álcali sobre a fibra. Observando os teores de sílica nas cinzas, verifica-se que não houve variação significativa em diferentes concentrações de NaOH. Nas fibras tratadas, o valor médio de sílica encontrado nas cinzas é de 71,5%.

Houve perda de 12,59% de material mineral na cinza do teste em branco (1,18%) quando comparado à fibra *in natura* (1,18%), que pode indicar perda de material orgânico em função do tempo de contato com a água. Comparado ao sisal e coco (Tabela 25), estes possuem 11 % (parte basal da fibra), 64% mais resíduos minerais que a fibra do licuri, o algodão possui 56% menos resíduos.

Tabela 24: Teor de cinzas e sílica nas fibras do licuri

| Amostra | Cinzas (%) | | Sílica (%) | |
|-----------------|---------------|----------------------------|------------|------------|
| | Na massa seca | Amostra tratada/ Branco | Na MS | Nas cinzas |
| In natura | 1,35 | - | 0,82 | 59 |
| Teste em Branco | 1,18 | - | 0,55 | 46 |
| 0,75% NaOH | 1,86 | 57,6 | 1,32 | 71 |
| 1,50% NaOH | 1,97 | 67,5 | 1,43 | 72 |

Tabela 25: Teor de cinzas da fibra do licuri e de outras fibras naturais

| Ensaio | Fibra de licuri | Outras fibras | | |
|----------------------------|-------------------------|---------------|----------|-------------|
| | | Sisal (a) | Coco (b) | Algodão (b) |
| Cinzas (%) | 1,35 | 1,5 | 2,22 | 0,6 |
| Relação | Cinzas (fibra / licuri) | 1,11 | 1,64 | 0,44 |
| Matéria orgânica total (%) | 98,7 | - | 97,78 | 99,4 |

Fonte: (a) MARTIN et al, 2009; (b) LEÃO, 2008.

O teor de gordura na amostra do teste em Branco (Tabela 26) difere de forma significativa do teor gordura da fibra *in natura* (0,80%). Para produção de compósitos esta informação é um indicador de possibilidades em favorecer a aderência entre fibra e matriz. As amostras foram analisadas em duplicatas.

Tabela 26: Teor de gorduras brutas (%) nas fibras do licuri

| Ensaio | Fibras | | |
|--------------|--------|---------|-----------------------|
| | Branco | Tratada | Perda de gorduras (%) |
| Gorduras (%) | 1,40 | 0,86 | 38,8 |
| <i>s</i> | 0,196 | 0,055 | --- |

As fibras secas desenvolveram uma coloração verde, do verde cana amarelado ao verde musgo, quando na lavagem com água corrente. Ao serem tratadas com solução de NaOH, alteraram a coloração para vermelho castanho. A rota apresentada pelo *spot test* (teste qualitativo) para antraquinonas segue o mesmo procedimento do tratamento alcalino utilizado. O desenvolvimento desta coloração é indicativo da presença de antraquinonas na fibra técnica. Às antraquinonas é atribuída propriedade antifúngica, bactericida e repelente a alguns insetos, condições que podem trazer benefícios em sua aplicação na construção civil. (MOUCO; BERNARDINO; CORNÉLIO, 2003).

4.4.3 Propriedades térmicas

O termograma indica comportamento semelhante às fibras vegetais. A sobreposição das curvas TGA da Figura 59 apresenta perfis semelhantes das fibras tratadas e não tratadas, com pequenas diferenças de perda de massa. A inclinação a 60°C até o ponto de ebulição da água, à pressão de 1atm, corresponde a perda de voláteis e água. As fibras do licuri foram secas antes da análise, e semelhante às lignocelulósicas como a fibra de ubuçu, a termogravimetria mostra que o licuri perde cerca de 10% de massa devido a água e voláteis (OLIVEIRA; d'ALMEIDA, 2008). Segundo Razer (2006), a perda total da água é dificultada devido à natureza hidrofílica das fibras.

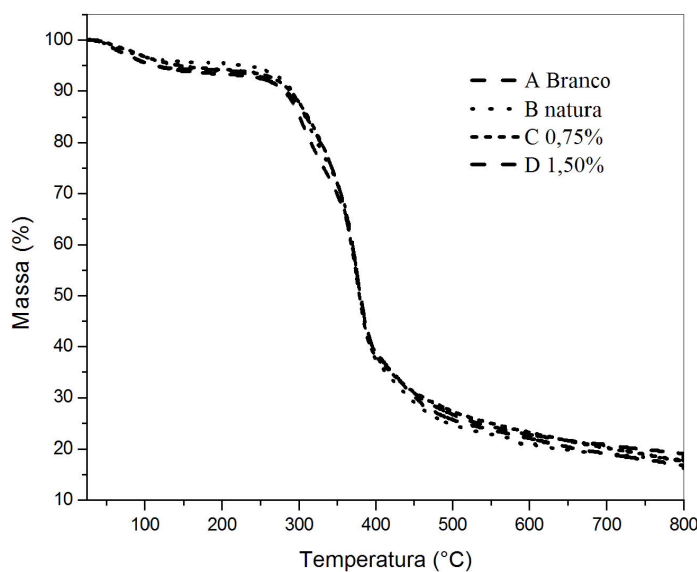


Figura 59: Termograma nas fibras técnicas, sobrepostas.

As curvas TGA mostram que a fibra do licuri possui estabilidade térmica até aproximadamente 250°C, dando início de decomposição térmica correspondendo a hemicelulose e é seguida pela decomposição da celulose. Tomczark, Sydenstricker e Satyanarayana (2007) encontrou a decomposição inicial da fibra do coco em 200°C, semelhante a fibra da banana. (GUIMARÃES et al, 2009).

A derivada da curva termogravimétrica (Figura 60) mostra os intervalos de decomposição das frações de hemicelulose e celulose. O intervalo de degradação da hemicelulose é de 295°C a 321°C; a perda de massa da fibra, nesta faixa de temperatura, é de 8%; quando à temperatura de até 321°C, a perda de massa total da fibra é de 19 a 22%. A celulose degrada entre 337 a 404°C, com 36 a 40% de perda de massa neste intervalo de temperatura. A perda de massa total da fibra até 404°C é de 62%.

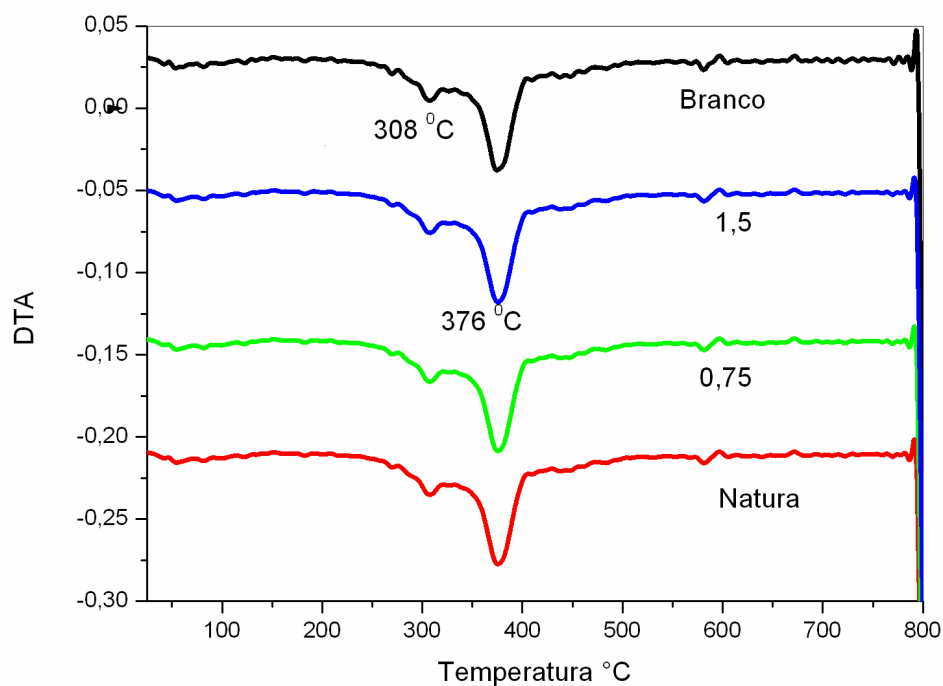


Figura 60: Derivada da curva termogravimétrica.

Segundo Agrela e outros (2009) a decomposição da lignina ocorre lentamente entre 25-900°C, essa possibilidade pode ocorrer sobreposta na degradação da hemicelulose e da celulose. Após 404°C a curva apresenta lenta decomposição da fibra residual. Na temperatura final em 800°C, o gráfico indica que 84% da fibra foi degradada.

A curva da Figura 61 apresenta um pico endotérmico no gráfico do DSC, referente à ebulição da água, aproximadamente a 75°C; dois picos exotérmicos são observados na faixa de 290 a 310°C, referente à degradação da fração de hemicelulose e na faixa de 360 a 380°C relativo à fração celulose.

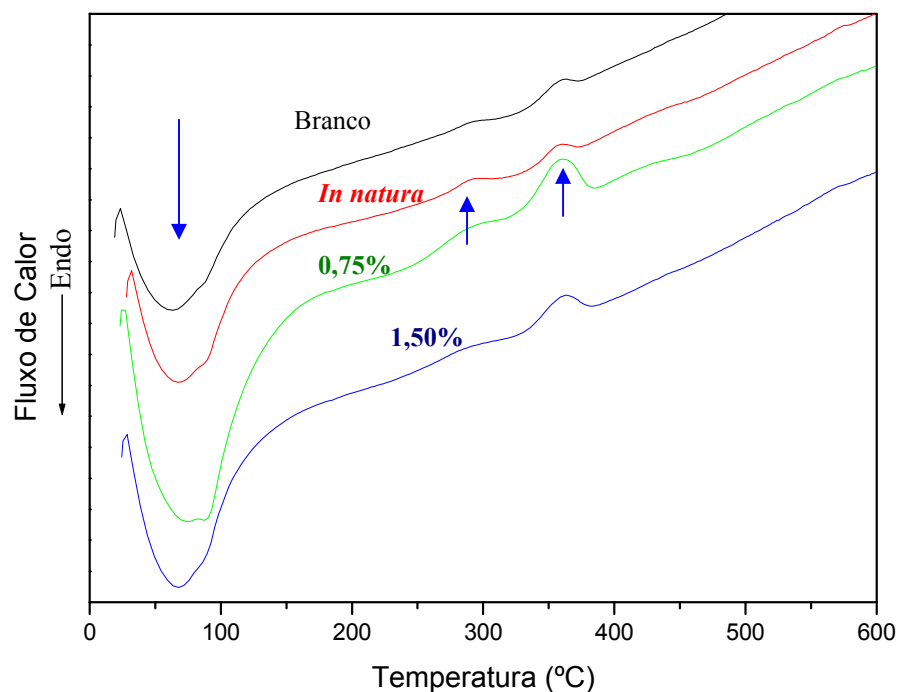


Figura 61: Gráfico de DSC nos feixes das fibras.

4.4.4 Massa específica da fibra técnica em água, hexano e gás hélio

As seguintes observações podem ser feitas sobre os resultados obtidos conforme Tabela 27. Quanto à comparação entre fibras tratadas e não tratada: a) as fibras tratadas apresentam maior massa específica que a fibra *in natura* e a amostra Branco, com exceção na picnometria em meio a hexano; segundo Rodríguez, Stefani e Vásquez (2007) o aumento da massa específica é consequência do colapso da estrutura celular da fibra, devido ao tratamento alcalino; b) a diferença de massa específica entre amostras tratadas e não tratadas é mais elevada quando na picnometria em meio aquoso, cerca de 38% e em meio hexano com 48%. As diferenças percentuais entre cada determinação encontram-se no Apêndice D.

Tabela 27: Massa específica (g/cm³) da fibra técnica por picnometria.

| Fibra | Gás hélio | °C | Água | °C | Hexano | °C |
|------------------|-----------|-------|--------|------|--------|------|
| Branco | - | - | 0,8399 | 27,9 | 0,9121 | 23,0 |
| <i>in natura</i> | 1,46492 | 22,00 | 0,8299 | 27,8 | 0,9553 | 23,0 |
| 0,75% | 1,52040 | 22,03 | 1,1464 | 27,5 | 0,7125 | 23,0 |
| 1,50% | 1,49718 | 22,60 | 0,9324 | 27,5 | 0,6440 | 23,0 |

Na picnometria por gás hélio observou-se cinco características particulares: 1) a capacidade de medir apenas o volume da substância lenhosa, descontando o volume dos poros ou lúmen, desde que, estes possam ser acessados pela molécula do gás; 2) a pressão do gás é constante ao longo do ensaio; 3) utilização das purgas prévias às medições, como processo de desgaseificação, para remoção de impurezas e umidade; 4) as várias tomadas de medidas de massa específica com uma mesma amostra; 5) não há interação do gás com os constituintes da fibra, por ser um gás inerte e de baixo peso molecular. É observável tratar-se de uma metodologia para comparação da parte sólida da amostra.

A picnometria em meio líquido pode utilizar água (massa molecular igual a 18,01508, massa específica igual a 1g/cm³) ou hidrocarboneto aromático, como o hexano (CH₃(CH₂)₄CH₃, massa molecular 86,18, massa específica de 0,6548g/cm³). Um dos principais pontos críticos, em comum, é o potencial para acesso do líquido aos poros e ao lúmen da fibro-célula. O potencial para acesso é função do tamanho dos poros, do diâmetro do lúmen da fibro-célula, do tamanho da molécula do líquido, da viscosidade e a interatividade destes fatores. Um outro ponto crítico é a solubilização da fibra em meio orgânico. A ação do líquido sobre a fibra poderá gerar inúmeras causas que provocam variações, para mais ou para menos, de forma não previsível. O ensaio de picnometria mostra complexidade no desenvolvimento do experimento. Quando usando hexano é a volatilidade do solvente e interação com a amostra, e quando em meio aquoso, devido menor densidade que a água e o fenômeno do intumescimento.

A massa específica do licuri comparada a outras fibras indica ser mais elevada que a fibra de curauá, com 0,1100 a 0,1200 g/cm³, coco (0,1150 g/cm³), a fibra da

banana ($0,1350 \text{ g/cm}^3$), que a fibra de algodão ($0,1500\text{-}0,1600 \text{ g/cm}^3$) e o sisal ($0,1500 \text{ g/cm}^3$). (SPINACÉ et al, 2009).

4.4.5 Diâmetro equivalente da fibra técnica

Seis caminhos metodológicos foram utilizados para estimar a área da seção transversal da fibra técnica e, conseqüentemente, seu diâmetro equivalente:

1) *Uso de microscópio manual com fotografia:* Vinte e sete fibras foram fotografadas, num total de 81 fotografias. As medidas do diâmetro não puderam ser correlacionadas com outros métodos das medidas, vez que, o ensaio de tração é um ensaio destrutivo.

2) *Uso de paquímetro digital, duas casas decimais:* Trinta e duas fibras foram medidas. É observado a dificuldade manual em manter pressão constante e evitar amassar a fibra; a medição de diâmetro requer precisão de medida que não é oferecida pelo paquímetro, gerando resultados que podem não ser confiáveis.

3) *Uso do microscópio ótico:* O “diâmetro equivalente” e sua variação ao longo do comprimento útil de 30mm da fibra técnica são medidos nas fibras técnicas que foram encaminhadas para o ensaio de tração. O resultado dos valores do diâmetro equivalente de cada fibra técnica encontra-se no Apêndice E, F e G. A Tabela 28 apresenta os valores estatísticos do “diâmetro equivalente médio” para as fibras analisadas; é observado que a massa específica da fibra tratada a 0,75% e 0,50% de NaOH é 9,1% e 4,0% mais elevada que a fibra técnica *in natura*, respectivamente.

Os valores obtidos indicam que o “diâmetro equivalente” destas fibras vegetais pertencem a uma mesma distribuição e que as fibras técnicas submetidas ao ensaio de tração são comparáveis entre si. O tratamento estatístico e o emprego do coeficiente de forma (T_f) podem ter contribuído para o baixo coeficiente de variação nestes resultados.

Tabela 28: “Diâmetro equivalente” da fibra técnica (mm), microscópio ótico.

| Principais Variáveis | | <i>In natura</i> | Tratadas com NaOH | |
|-------------------------------|----------|------------------|-------------------|--------|
| | | | 0,75% | 1,5% |
| Diâmetro equivalente(d_e) | Média | 0,2111 | 0,2303 | 0,2196 |
| Desvio padrão | <i>S</i> | 0,0394 | 0,0326 | 0,0482 |
| Coefficiente de variação | CV % | 17,83 | 14,15 | 21,95 |
| Valor mínimo | Mín. | 0,1517 | 0,1667 | 0,0933 |
| Valor máximo | Máx. | 0,2917 | 0,2917 | 0,2917 |
| N | | 20 | 33 | 26 |

O segundo conjunto de informações, que pode ser obtido a partir destas medidas, é o grau de variação dos diâmetros equivalentes da fibra técnica, ao longo do comprimento útil à tração (30mm) (Tabela 29). Os valores individuais e as principais variáveis das fibras se encontram nos Apêndices E, F e G.

Tabela 29: Variação do diâmetro equivalente (mm) ao longo da fibra técnica

| Itens | Unidade | <i>In natura</i> | Tratadas com NaOH | |
|-----------------------|---------|------------------|-------------------|--------|
| | | | 0,75% | 1,5% |
| (Δd_e) | % | 225 | 240 | 211 |
| 25% da fibra (Início) | mm | 0,1400 | 0,4200 | 0,1575 |
| 50% da fibra (Meio) | mm | 0,1400 | 0,1750 | 0,2275 |
| 75% da fibra (Final) | mm | 0,3150 | 0,2800 | 0,3325 |
| CV 's | % | 67,33 | 55,07 | 63,88 |
| N | - | 30 | 26 | 33 |

Donde:

Δd_e = diferença (%) entre o maior e menor valor do diâmetro equivalente.

$$\Delta d_e = (d_e \text{ maior} - d_e \text{ menor}) 100 / d_e \text{ menor}$$

Equação 11

Em uma mesma fibra técnica do licuri, o diâmetro equivalente pode variar de 0% até 240%, o que demonstra grande variabilidade do “diâmetro equivalente” ao longo da fibra técnica vegetal. O coeficiente de variação é considerado elevado.

Os segmentos foliares do licuri são recebidos secos ao sol, e requer serem transformados em fios no laboratório. Esta transformação se dá por escovação manual para cada segmento foliar, um a um. Os fios obtidos possuem espessuras variáveis. A escovação manual assim realizada pode ter contribuído para promover tal variabilidade. Numa frequência média de 85%, os valores mais elevados do “diâmetro equivalente” estão localizados nos extremos das fibras.

A Tabela 30 mostra o resultado do “diâmetro equivalente” medidos para cinco amostras, empregando paquímetro e, simultaneamente, o microscópio ótico provido de lâmina micrométrica. A variação percentual da média dos valores é de 5,0% à 46,15% (base de referencia: microscópio ótico).

Tabela 30: “Diâmetro equivalente”(mm) da fibra, paquímetro e microscópio ótico.

| Amostra | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | P | MO | P | MO | P | MO | P | MO | P | MO |
| Início | 0,14 | 0,13 | 0,17 | 0,11 | 0,15 | 0,22 | 0,20 | 0,13 | 0,14 | 0,10 |
| Meio | 0,11 | 0,15 | 0,16 | 0,11 | 0,25 | 0,20 | 0,17 | 0,13 | 0,16 | 0,11 |
| Final | 0,18 | 0,18 | 0,18 | 0,15 | 0,17 | 0,18 | 0,19 | 0,13 | 0,14 | 0,11 |
| Índices estatísticos | | | | | | | | | | |
| Média | 0,143 | 0,153 | 0,170 | 0,123 | 0,190 | 0,200 | 0,187 | 0,130 | 0,147 | 0,107 |
| <i>s</i> | 0,035 | 0,025 | 0,010 | 0,023 | 0,053 | 0,020 | 0,015 | 0,000 | 0,012 | 0,006 |
| CV% | 24,50 | 16,41 | 5,88 | 18,72 | 27,85 | 10,00 | 8,18 | 0,00 | 7,87 | 5,41 |
| (P-M) | 0,013 | | 0,047 | | 0,010 | | 0,060 | | 0,043 | |
| Variação % | 8,50 | | 38,21 | | 5,00 | | 46,15 | | 40,19 | |

P: paquímetro; MO: microscópio ótico.

- 4) *Uso da massa específica:* A Tabela 31 mostra a comparação dos valores do diâmetro equivalente nas fibras técnicas, em função da massa específica obtida

por microscopia ótica e picnometria utilizando gás hélio, em meio aquoso e em hexano.

O valor do “diâmetro equivalente (d_e)” medido pelo microscópio ótico é intermediário entre os valores calculados pela determinação por picnometria; a utilização da microscopia ótica possibilita avaliação direta na fibra requer a estimar que a fibra seja circular e que o diâmetro equivalente da fibra seja uniforme na extensão do comprimento.

As médias dos resultados destas metodologias foram tratadas estatisticamente. Os métodos não podem ser considerados iguais no nível de confiança de 95%.

Tabela 31: Diâmetro equivalente (mm) da fibra técnica por diferentes métodos

| Fibras | | Técnica | d_e (médio) | s | CV % | Mínimo | Máximo | |
|----------------------|-------------|------------------------|---------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| <i>In natura</i> | | Microscopia ótica (MO) | 0,2111 | 0,0394 | 17,83 | 0,1517 | 0,2917 | |
| | Picnometria | Gás hélio | 0,1723 | 0,0392 | 22,74 | 0,1139 | 0,2658 | |
| | | Água | 0,2290 | 0,0521 | 22,74 | 0,1513 | 0,3531 | |
| | | Hexano | 0,2134 | 0,0485 | 22,74 | 0,1410 | 0,3292 | |
| Tratadas com NaOH | 0,75% | Microscopia ótica (MO) | 0,2303 | 0,0326 | 14,15 | 0,1667 | 0,2917 | |
| | | Picnometria | Gás hélio | 0,2218 | 0,0248 | 11,18 | 0,1668 | 0,2678 |
| | | | Água | 0,2554 | 0,0286 | 11,18 | 0,1921 | 0,3084 |
| | | | Hexano | 0,3240 | 0,0362 | 11,18 | 0,2437 | 0,3912 |
| | 1,50% | Microscopia ótica (MO) | 0,2196 | 0,0482 | 21,95 | 0,0933 | 0,2917 | |
| | | Picnometria | Gás hélio | 0,1983 | 0,0321 | 16,17 | 0,1350 | 0,2582 |
| | | | Água | 0,2512 | 0,0406 | 16,17 | 0,1710 | 0,3272 |
| | | | Hexano | 0,3007 | 0,0459 | 15,26 | 0,2058 | 0,3845 |

4.4.6 Titulação da fibra técnica

Os resultados encontrados da massa, “diâmetro equivalente” (microscópio ótico), comprimento para cada fibra técnica e as titulações correspondentes (*denier*, coeficiente de forma e titulação simples) estão tabelados nos Apêndices H, I, J e K. As titulações tomam como base o “diâmetro equivalente” estimado pela microscopia ótica. O título *denier* (massa em grama por 9000metros de fibra) é elevado em até 41% pelo tratamento alcalino, indicando maior peso de fibra pelo comprimento da mesma, o que evidencia aumento do “diâmetro equivalente” da fibra tratada. Inversamente, a titulação simples (comprimento em metro por grama de fibra) diminui em 42% (Tabela 32).

Tabela 32: Titulações na fibra técnica *in natura* e tratada

| Parâ- metros | <i>In natura</i> , N = 20 | | | 0,75% NaOH, N = 33 | | | 1,50% NaOH, N = 26 | | |
|-----------------|----------------------------|-------------|-------|----------------------------|-------------|-------|----------------------------|-------------|-------|
| | <i>denier</i> (g/9000m) | Ts (m/g) | Tf | <i>denier</i> (g/9000m) | Ts (m/g) | Tf | <i>denier</i> (g/9000m) | Ts (m/g) | Tf |
| Média | 380 | 30,7 | 140 | 426 | 23,5 | 145 | 535 | 17,7 | 133 |
| <i>s</i> | 268,1 | 14,02 | 26,3 | 134,4 | 8,33 | 44,4 | 117,5 | 4,30 | 19,4 |
| CV % | 70,56 | 45,66 | 18,74 | 31,51 | 35,50 | 30,58 | 21,95 | 24,32 | 14,59 |
| Mínimo | 145 | 6,7 | 103 | 193 | 12,8 | 103 | 299 | 11,7 | 103 |
| Máximo | 1342 | 62,0 | 198 | 706 | 46,7 | 322 | 771 | 30,1 | 180 |

O coeficiente de forma (T_f), que é obtido pela razão entre comprimento e diâmetro equivalente, não segue uma tendência; a média nas amostras tratadas e na *in natura* é de $140 \pm 26,3$. Observa-se que do aumento o coeficiente de forma nas fibras tratadas pode estar ligado à massa específica, entretanto, o MEV mostra que o feixe de fibro-células está mais dissociado um do outro nas fibras tratadas a 1,50%, o que pode ter influenciado na medida do diâmetro equivalente, e agora evidenciado pelo coeficiente de forma.

Observa-se que, a seleção aleatória de fibras, retrata a característica mais real da fibra, naquela amostra, pela seleção estatística que ocorre quando aplicado o

coeficiente de forma ($T_{\geq 100}$). Numa mesma distribuição de frequência, permite comparação efetiva entre fibras de espécies diferentes ou da mesma espécie e diferentes regiões ou estações, vez que há uma mesma base de tratamento de fibras.

4.5 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Ensaio de tração foram realizados para avaliar o comportamento físico e mecânico da fibra técnica do licuri *in natura* e quando mercerizada. O ponto de partida para o ensaio e tração é a determinação do “diâmetro equivalente” medido pelo micrômetro do microscópio ótico, considerando a média de três pontos equidistantes no comprimento de 30cm de fibra técnica, quando submetida a tração. O diâmetro equivalente é estimado pela massa específica por picnometria em meio aquoso, em hexano e gás hélio, sendo este último utilizado para caracterização das propriedades da fibra.

A área da seção transversal de cada fibra técnica *in natura*, tratadas a 0,75% e 1,50% de NaOH é apresentada nos Apêndices L, M e N, respectivamente. Os resultados individuais do ensaio de tração, constando das informações: deformação específica (%), módulo de elasticidade e resistência à tração, estão apresentados nos Apêndices O, P e Q.

4.5.1 Tipo de Curva e Deformação

A curva tensão-deformação apresentada na Figura 62 é característica de fibras de alta capacidade de deformação permanente, indicando comportamento elástico, caracterizando a fibra técnica do licuri como fibra de fratura frágil (CALLISTER, 2002; GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000). Spinacé e outros (2009) citam que o comportamento tensão-tração de uma única fibra é complexo e não pode ser descrito por um modelo de elasticidade linear simples. A fibra do licuri apresentou comportamento elástico sendo quase uma constante até o ponto de ruptura. Algumas curvas apresentam aspecto descontínuo, podendo ser atribuído à

ruptura de um ou mais filamento, seguido de um reajustamento da fibra técnica à tensão que lhe é conferida. As respostas são, também, individuais considerando a deformação específica, o módulo de elasticidade e a resistência da fibra. Comportamento semelhante a este foi observado no bambu e no sisal (GUIMARÃES, 1987). O que não ocorre com o comportamento mecânico de fibra como piassava e coco (AQUINO, 2003) que apresenta uma larga região viscoelástica.

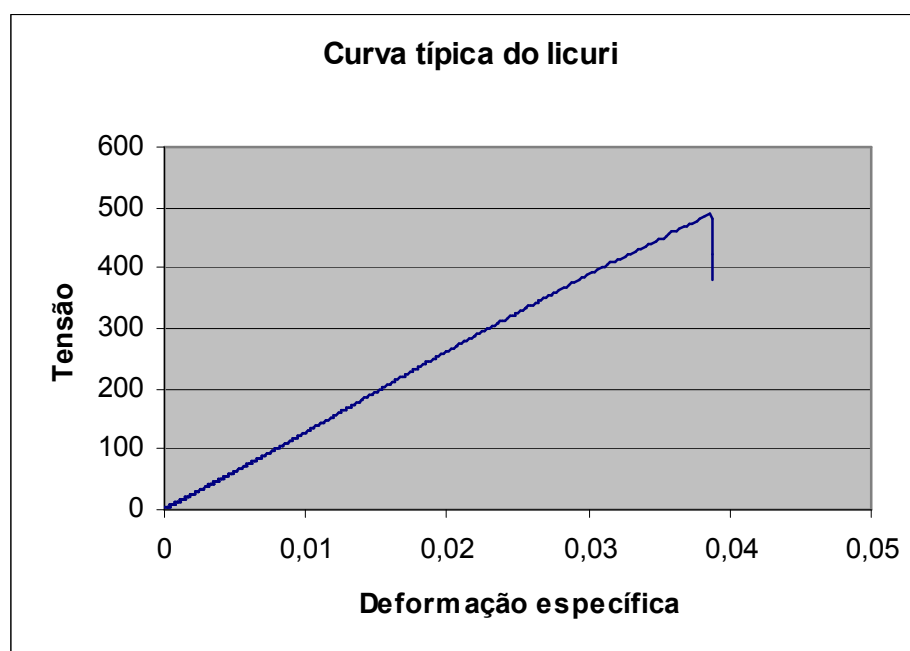


Figura 62: Curva típica do ensaio de tração nas fibras técnicas do licuri

4.5.2 Área da seção transversal da fibra técnica

As áreas estão sendo estimadas a partir: 1) da medida do “diâmetro equivalente”, da massa e o comprimento da fibra técnica; e, calculadas pelo diâmetro equivalente por picnometria 2) a gás hélio, 3) em meio aquoso e, 4) em hexano.

A área da seção transversal das fibras técnicas (Tabela 33) é relativamente menor quando se fez uso da massa específica avaliada por picnometria a gás hélio, tanto para fibra *in natura*, quanto para as fibras tratadas.

Tabela 33: Áreas da seção transversal da fibra técnica, diferentes métodos

| Tratamento Fibra técnica | Microscopia ótica | Picnometria | | |
|-----------------------------|----------------------|-------------|-----------|-----------|
| | | à gás | à água | à hexano |
| <i>In natura</i> | 3,95±1,37 | 2,45±1,14 | 4,32±2,00 | 3,75±1,74 |
| 0,75% | 4,25±1,19 | 3,91±0,86 | 5,19±1,14 | 8,35±1,83 |
| 1,50% | 3,99±1,64 | 3,08±0,92 | 4,95±1,48 | 7,26±2,13 |

Nota: áreas x 10⁻⁴cm²

É observado que a área (média) tende a ser mais elevada em função da mercerização aplicada à fibra. A variação percentual das médias das áreas entre menor (picnometria a gás) e maior valor (picnometria em hexano) é de 214%. A massa específica real da fibra *in natura*, medida por picnometria a gás, apresentou resultado de 1,46492 g/cm³. A estimativa da área da seção transversal obtida pela massa específica real evita processos de aproximação por estimativa da espessura da fibra, solubilização dos componentes da fibra e processos de adaptação de metodologia, em função do preenchimento ou não dos poros e do lúmen das fibras vegetais.

4.5.3 Resistência à tração, deformação específica e módulo de elasticidade

As observações a seguir referem-se à caracterização mecânica da fibra técnica, obtidas pelo ensaio de tração: deformação específica, módulo de elasticidade e resistência à tração. Utilizou-se a área da seção transversal calculada a partir da massa específica obtida pela picnometria à gás hélio.

A Tabela 34 mostra os resultados para os valores das propriedades obtidas no ensaio de tração da fibra técnica *in natura* e tratadas.

Tabela 34: Propriedades mecânicas da fibra técnica do licuri

| Tratamento | Deformação específica | Módulo de elasticidade | Resistência a tração |
|------------------|-----------------------|------------------------|----------------------|
| Fibra técnica | (%) | (GPa) | (MPa) |
| <i>In natura</i> | 3,06±0,975 | 18,04±7,674 | 218-833 |
| 0,75% | 4,01±0,937 | 13,89±1,775 | 351-578 |
| 1,50% | 3,08±0,922 | 15,22±2,237 | 313-512 |

Segundo Callister (2002) os materiais com deformação inferior à 5% são considerados materiais frágeis; é observado que os valores mínimo e máximo encontrados para deformação específica, para um mesmo comprimento da fibra *in natura*, é de 1,16% a 4,35%, valor médio de 3,06%±0,975%. A deformação específica da fibra tratada a 1,50% apresenta valores menores e mais acurados que a fibra tratada a 0,75%.

A fibra técnica em estudo é proveniente das folhas de uma monocotiledônea. As monocotiledôneas são consideradas fibras rígidas (ESAU, 1974). Pereira (1999) e Silva (2003) citam que as moléculas de celulose são ordenadas de forma aleatória, a proximidade com os radicais OH das moléculas favorecem a formação de ponte de hidrogênio de forma intra e intermolecular, sendo a ligação intramolecular responsável pela rigidez entre as cadeias unitárias. A fibra *in natura* apresenta módulo de elasticidade de 18,04±7,674GPa. As fibras tratadas, a 0,75% e 1,50%, apresentam valores ligeiramente menores; o módulo de elasticidade diminui em 23% e 16% (respectivamente) quando comparada à fibra *in natura*. É uma indicação que, a mercerização pode tornar a fibra menos rígida.

A resistência à tração da fibra *in natura* (218-833) é comparável às fibras do sisal e bambu (GUIMARÃES, 1984), algodão, juta e rami (AQUINO, 2003). Comparadas à fibra *in natura*, as fibras não tratadas apresentam-se menos resistentes à tração (12% e 22%, para 0,75% e 1,50%, respectivamente). As fibras tratadas comparadas entre si, mostram que a resistência diminui com o aumento da concentração do álcali.

4.5.4 Comparação com outras fibras

A Tabela 35 apresenta as características mecânicas e as variáveis estatísticas do licuri e de algumas fibras vegetais.

Tabela 35: Propriedades mecânicas de algumas fibras vegetais

| Fibra | Deformação específica | Módulo de elasticidade | Resistência a tração |
|------------------------|-----------------------|------------------------|----------------------|
| | (%) | (GPa) | (MPa) |
| Sisal ¹ | 4,3±1,54 | 14,91±0,04 | 331-573 |
| Sisal ² | 3-7 | 9,4-22 | 511-635 |
| Algodão ² | 7-8 | 1,1-12,6 | 287-597 |
| Juta ² | 1,5-1,8 | 3-26 | 393-773 |
| Bambu ¹ | 3,2±0,84 | 28,24±0,087 | 423-704 |
| Rami ² | 3,6-3,8 | 61,4-128 | 400-938 |
| Curauá/ro ² | - | 20-33 | 665-1300 |
| Curauá/br ² | - | 20-36 | 859-1404 |
| Curauá/br ³ | 3 | 36 | 636-1000 |
| Piassava ¹ | 5,99±2,76 | 5,49±0,011 | 91-189 |
| Piassava ² | - | 6,2 | - |
| Coco ¹ | 29,2±3,41 | 2,65±0,007 | 154-200 |
| Coco ² | 15-40 | 3-6 | 131-175 |
| Cana ¹ | 5,11±0,73 | 4,90±0,018 | 118-238 |

Fonte: ¹ GUIMARAES, 1984, 1992; ² AQUINO, 2003; ³ SPINACÉ et al, 2009.

Os resultados apresentados por Spinacé e outros (2009) foram experimentalmente obtidos para o curauá *in natura* e tratado com solução de hipoclorito de sódio; Guimarães (1984) apresenta resultados experimentais, testes realizados no Centro de Pesquisas e Desenvolvimento, para o Programa THABA; e, Aquino (2003)

mostra fibras vegetais convencionalmente utilizadas como reforço em compósitos, mediante autores diversos.

A resistência à tensão da fibra técnica de licuri tratada a 0,75% (351 – 578MPa) e 1,50% (313 - 512MPa) e *in natura* (218 – 833MPa) é comparável e tão resistente quanto à fibra técnica do sisal, algodão, juta, bambu e rami. Os valores da resistência à tração da fibra técnica de licuri tratada e *in natura* mostram uma fibra mais resistente que as fibras técnicas da piassava, coco e bagaço de cana e menos resistente que a fibra do curauá.

O módulo de elasticidade da fibra técnica de licuri tratada a 0,75% (12,12 – 15,67GPa) e 1,50% (12,98 – 17,46GPa) e *in natura* (10,37 – 25,71GPa) é comparável e tão rígida quanto à fibra técnica do sisal e juta.

5 CONCLUSÃO

Os resultados dos estudos e os experimentos realizados foram comparados às outras fibras naturais. Sugerem-se que as propriedades da fibra da folha do licuri, apresentam potencial de aplicação e utilização como fibra técnica em compósitos com uso em construção civil. Sugere-se que, a fibra pode ser considerada não indicada para produção de papel e com potencial para geração de energia.

5.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A avaliação pelas análises morfológicas indica ser uma fibro-célula de tamanho curto, diâmetro grande e lúmen estreito, uma fibra com larga espessura de parede celular. Estes itens conferem à fibra alto teor de celulose, menor grau de achatamento e como seqüência, resistência ao impacto e resistência mecânica.

A fotomicrografia mostra que o aspecto físico da fibra técnica do licuri é translúcido e brilhante, quando comparado comparada à fibra técnica do sisal e à borra da piassava.

A análise de microscopia de varredura mostra tratar-se de uma fibra técnica composta de feixes de fibro-células, que associada ao teor de lignina, confere à fibra maior facilidade de desfibramento. O MEV indica intenso desfibramento nos trechos de fibra técnica que se apresentam com a cor mais clara (esbranquiçada) ao longo do comprimento da fibra.

As fibras do licuri apresentaram cristalinidade em $22,3^\circ$ com o índice de cristalinidade de 71% para fibra *in natura*, em coerência com outros valores de fibras vegetais como o sisal e o *pinus*. As fibras tratadas apresentaram o índice de cristalinidade de 68% e 71% quando a 0,75% e 1,50% em NaOH; mostra ligeira diminuição na cristalinidade quando na fibra tratada a 0,75% de NaOH, provavelmente devido a remoção da fase amorfa. A análise quali-quantitativa pela

fluorescência de raios-X indica uma fibra com rica concentração dos elementos cálcio e sílica.

Não foi identificada fibra técnica sem estar fragmentada, uma fibra técnica inteira para observação do arranjo interno das calotas de fibro-células. Pode significar o efeito do tratamento abrasivo inicial à fibra.

A composição bioquímica da fibra, em especial o teor de celulose revela que as fibras do licuri tem potencial na aplicação mecânica. A fibra do licuri mostra ser uma fibra constituída por 94,62% (base seca) pelos componentes estruturais celulose, hemicelulose e lignina. Teste qualitativo indicou possível presença de antraquinona, isso confere características antifúngicas, bactericida e repelente para alguns insetos, importantes para aplicação na construção civil.

As fibras provenientes do campo e secas ao sol apresentaram intumescimento, ao contato com água.

Os resultados mostraram que o tempo de secagem das fibras do licuri ocorreu em duas horas, a 60°C em estufa com circulação de ar.

A análise térmica mostra que a fibra apresenta estabilidade térmica até 250°C, podendo ser utilizadas para processamento de compósitos poliméricos, semelhante às fibras celulósicas como o sisal.

O estudo para determinação da massa específica da fibra mostra menor dispersão nos resultados obtidos por picnometria a gás hélio, indica que, possivelmente, o gás hélio teve acesso ao lúmen e poros da fibra. A determinação da massa específica por picnometria em meio aquoso para fibras com densidade menor que água torna a metodologia de complexo manuseio e quando em meio a solvente orgânico pode haver interferência pela solubilidade das gorduras das fibras.

O estudo para determinação do diâmetro equivalente da fibra técnica para aplicação no cálculo da área da seção transversal da fibra mostra os resultados da microscopia ótica com valores intermediários entre a picnometria a gás hélio e em meio líquido. A área da seção transversal utilizando a massa específica medida por picnometria à gás é menor que as demais medidas, por considerar a massa sólida da fibra. A massa específica real da fibra técnica *in natura* do licuri é 1,46492g/cm³, a massa específica aparente é 0,8299g/cm³(meio aquoso) e 0,9553 g/cm³, em hexano.

O coeficiente de forma mostrou ser um referencial na especificação da fibra técnica para o ensaio de tração. A aplicação do coeficiente de forma assegura a escolha aleatória das fibras, condição essencial em avaliação de comportamento dos materiais, para o ensaio e possibilita ensaiar fibras dentro da mesma distribuição de frequência da relação comprimento e diâmetro equivalente. Nestes caso, a comparação entre fibras diferentes e em condições diferenciadas para uma mesma fibra, poderá ocorrer em condições compatíveis uma a outra.

A curva de tensão deformação e os resultados da deformação de fratura indicam tratar-se de uma fibra de característica frágil.

O tratamento alcalino nas concentrações de 0,75% e 1,50% em NaOH, indica afetar as propriedades mecânicas das fibras. As seguintes situações foram observadas nas fibras tratadas, quando comparadas à fibra *in natura*:

- diminui a resistência à tração,
- diminui a rigidez da fibra,
- apresenta rugosidade da superfície da fibra, fator importante para adesão fibra e matriz, nos compósitos,
- favorece a liberação das calotas de fibro-células, de forma mais acentuada em concentração mais elevada do álcali,
- observou-se deformação, tipo enovelamento, nas calotas da fibro-célula, quando em concentração a 1,50% de álcali,
- indica possível remoção de hemicelulose e lignina,
- aumenta o valor da massa específica, sendo mais elevado para concentração de 0,75% de álcali,

O tratamento alcalino nas diferentes concentrações aplicadas neste trabalho não produz significantes mudanças em relação à fibra *in natura*, nas análises de DSC e TGA.

A resistência à tração da fibra técnica do licuri, tanto a *in natura* quanto as fibras tratadas, são comparáveis ao sisal, algodão, juta e rami. O módulo de elasticidade pode ser comparável ao sisal e juta. A

deformação específica das fibras do licuri se comporta semelhante a juta, bambu, rami e curauá.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar as propriedades mecânicas em função de outros tipos de tratamento da fibra e as possíveis aplicações em função dos resultados encontrados.
- Avaliar diferentes metodologias para medidas da massa específica.
- Conhecer a rede cristalina dos componentes estruturais da fibra do licuri, o que facilitará a avaliação sobre cristalinidade da mesma.
- Conhecer o ângulo de inclinação da microfibrila da fibro-celula e comparar com as propriedades da fibra e seu comportamento à tração.
- Conhecer o poder calorífico das fibras das folhas e comparar com o das cascas da amêndoa.

REFERÊNCIAS

ABMCO. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE MATERIAIS COMPÓSITOS. **Compósitos I: materiais, processos, aplicações, desempenhos e tendências**. 2008. S. Paulo. 623 p.

AGRELA, S.P. et al. **Caracterização das fibras de piassava provenientes do sul do estado da Bahia (*Attalea funifera* Mart)**. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE FIBRAS NATURAIS. Salvador. 2009.

AGRIZANI, C.A. et al. **Influência do comprimento da fibra de sisal e do seu tratamento químico nas propriedades dos compósitos com poliéster**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. Paraná. 2006. Disponível em: <<http://www.metallum.com.br/17cbecimat/resumos/17Cbecimat-210-010.pdf>>. Acesso em: 15 out 2008.

ALMEIDA, Eliane Francisca. **Anatomia foliar e da madeira de espécies de *Xylopia* L. (ANONACEAE)**. 2008. 89 f. Dissertação (Mestrado em Botânica)–Museo Paraense Emilio Goeldi, Universidade Federal Rural da Amazônia, Manaus, 2008.

ALVES, Mauricio Rubio Pinto Alves; DEMATTÊ, Maria Esmeralda Soares Payão. **Palmeiras características botânicas e evolução**. Campinas, São Paulo. Fundação Cargill, 1987. 130 f.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM: D 3379 – 75**: Standard test methods for tensile strength and young's modulus for high-modulus single-filament materials. Philadelphia, 1989.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3822 – 07**. Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers. 1996. 10p.

ANDRADE-JUNIOR, Tarcisio Eloi de. **Produção de alumina biomórfica a partir do sisal e de outros materiais lignocelulósicos**. 2006. 114 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais)-Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2006.

AQUINO, Eve. **Compósitos Poliméricos Fabricação, Propriedades e Mecanismo de Dano**. Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Rio Grande do Norte.RGN. 2008. Apostilha.

AQUINO, Regina Coeli. **Desenvolvimento de Compósitos de Fibras de Piaçava da Espécie *Attalea Funifera* Mart e Matriz de Resina Poliéster**. 2003. 380 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais)-Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense. Campo dos Goitacazes. Rio de Janeiro. 2003.

AQUINO, Regina Coeli Martins Paes; D'ALMEIDA, José Roberto Moraes; MONTEIRO, Sérgio Neves. Desenvolvimento de compósitos de matriz polimérica e piaçava, como substitutivo de produtos de madeira. **VÉRTICES**. Rio de Janeiro. A.4, n.1, jan.2002.

ARGOLLO, R.M.; FERREIRA, C.; SAKAI, T. **Teoria de Erros**. Salvador. Departamento de Geofísica Nuclear. Instituto de Física. UFBA. 1998.

BAUER, M.O. et al. Análise comparativa de fragmentos identificáveis de forrageiras, pela técnica micro-histológica. **Revista Brasileira de Zootecnia**. Viçosa. v. 34, n.6, dez, 2005.

BÉAKOU, A et al. Physico-chemical and microstructural characterization of “*Rhectophyllum caerunnense*” plant fiber. **Composites: Part A** 39 (2008) 67-74. doi: 10.1016/j.compositesa.2007.09.002.

BONDAR, Gregório. A cultura do coqueiro (*cocos nucifera*) no Brasil. Bahia: **Boletim da Secretaria da Agricultura, Indústria e Comércio do Estado da Bahia**, Salvador, 50 (14), 1954.

BONDAR, Gregório. As ceras no Brasil e o Licuri na Bahia. Bahia: **Instituto Central de Fomento Econômico da Bahia**, n.11, 1942.

BONDAR, Gregório. Importância econômica das palmeiras nativas do gênero *Cocos* nas zonas secas do interior baiano. Bahia: **Instituto Central de Fomento Econômico da Bahia**, n. 5, 1939.

BONDAR, Gregório. O Licurizeiro e suas possibilidades na economia brasileira. Bahia: **Instituto Central de Fomento Econômico da Bahia**, n. 2, 1938.

BONDAR, Gregório. **Palmeiras do Brasil**. São Paulo: Secretaria de Agricultura do Estado de SP, Instituto de Botânica, SP Brasil, n. 2, jun.1964.

CALLISTER, William. **Ciência e engenharia de materiais: - uma introdução.** Rio de Janeiro. LTC–Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda. 2002.

CANEVAROLO, Sebastião. **Técnicas de Caracterização de Polímeros.** São Paulo: ArtLiber Editora, 2004. 448 f.

CARVALHO, Ricardo Fernandes. **Compósito de fibra de sisal para uso em reforço de estruturas de madeira.** 2005. 119 f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia dos Materiais)-Escola de Engenharia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

CIENFUEGOS, Freddy. **Estatística aplicada ao laboratório.** Rio de Janeiro. Editora Interciência. 2005.

CREPALDI, Iara. ***Syagrus coronata* e *Syagrus vagans*: Palmeira economicamente importantes na caatinga baiana.** 2001. 119 f. Tese de Doutorado - Universidade de São Paulo, USP, São Paulo, 2001.

d'ALMEIDA, J.R.M.; AQUINO, R.C.M.P.; MONTEIRO, S.N. Tensile mechanical properties, morphological aspects and chemical characterization of piassava (*attalea funifera*) fibers. **Composites: Part A** 37 (2006) 1473-1479. doi: 10.1016/j.compositesa.2005.03.035.

DRUMOND, Marcos Antonio. **Licuri *Syagrus coronata* (Mart.) Becc.** Embrapa, documentos on-line, 199, Set. 2007. Disponível em: < <http://www.repdigital.cnptia.embrapa.br/bitstream/CPATSA/36697/1/SDC199.pdf>>. Acesso em: junho 2009.

ELEKEIROZ. **Propriedades da Resina UCEFLEX UC 2090.** Certificado de Análise Resina UCEFLEX UC 2090, 10 dez 2008.

ELENGA et al. On the microstructure and physical properties of untreated raffia textilis fiber. **Composites: Part A** 40 (2009) 418-422. doi: 10.1016/j.compositesa.2009.01.001.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. São Paulo. **A cultura do coqueiro.** 2007. Disponível em:< <http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Coco/ACulturadoCoqueiro/importancia.htm>. Acesso: 30 jun 2009.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. São Paulo. **Clima**. 2010. Disponível em:< <http://www.cnpf.embrapa.br/pesquisa/efb/clima.htm>. Acesso: 11 set 2010.

ESAU, Katherine. **Anatomia das plantas com sementes**. São Paulo, Edgard Blucher, Editora da Universidade de São Paulo, 1974.

FAGURY, Régia Vânia Gulliod. **Avaliação de Fibras naturais para fabricação de compósitos: açaí, coco e juta**. 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Centro Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 2005.

FAO. FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS.2009. Espanha. **Año internacional de las fibras naturais**. Disponível em:<<http://www.naturalfibres2009.org/es/index.html>> Acesso: 02 jul 2009.

FEBRABAN. FEDERAÇÃO BRASILEIRA DE BANCOS. **O Semi-Árido**. 2003. São Paulo. Disponível em:<http://www.febraban.org.br/arquivo/destaques/destaque-fomezero_semiarido.asp> Acesso:15 mai 2008.

FERREIRA, Gracialda da Costa. **Diretrizes para coleta, herborização e identificação de material botânica nas parcelas permanentes em florestas naturais da Amazônia brasileira**. ProManejo/IBAMA.Secretaria Executiva da REDEFLO. Manaus, 2006.

FLORINDO, Renata Nóbrega. **Estudo da reação álcali-silica em concretos através de ressonância magnética nuclear de alta resolução**. 2009. Dissertação (Mestrado)-Universidade de São Paulo, São Paulo,2009.

GAÑÁN, Piedad.; MONDRAGON, Iñaki. Effects of fiber treatments on mechanical behavior of short fique fiber-reinforced polyacetal composites. **Journal of Composites Materials**. v. 39, n.7, 2004.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Álvares; SANTOS, Carlos Alexandre dos. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: LTC Editora. 2000. p.01-45.

GONÇALVES, Maria do Carmo. **Microscopia eletrônica de varredura**. In___. Técnicas de caracterização de polímeros. São Paulo: Artiliber Editora. 2004. p. 164-175.

GUIMARÃES, J.L. et al. Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. **Industrial Crops and Products** 30 (2009) 407-415. doi: 10.1016/j.indcrop.2009.07.013.

GUIMARÃES, Sueli da Silva. **Compósito fibra vegetal-cimento análise da durabilidade relatório final**. Centro de Pesquisas e Desenvolvimento / COMED / THABA. Salvador, 1992.

GUIMARÃES, Sueli da Silva. **Experimental Mixing and moulding with vegetal fibre reinforced cement composites**. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON DEVELOPMENT OF LOW-COST AND ENERGY SAVING CONSTRUCTION MATERIALS. Rio de Janeiro. v.1, p.35-51, 1984.

GUIMARÃES, Sueli da Silva. **Some experiments in vegetable fiber-cement composites**. IN: BUILDING MATERIALS FOR LOW-INCOME HOUSING IN ASIA AND PACIFIC, BANGKOK. SCAP-RILEM. P.167-175, jan 1987.

GUIMARÃES, Sueli da Silva. **Utilização das Fibras Vegetais no Fibro-Cimento e no Concreto-Fibra**. Centro de Pesquisas e Desenvolvimento / BNH. Rio de Janeiro, 1982.

GURGEL, Leandro Vinicius. **Mercerização e modificação química de celulose e bagaço de cana de açúcar com anidrido succínico e trietanolamina: preparação de novos materiais quelantes para absorção de Pb (II), Cd (II), Cr (IV) e Cr (III)**. 2007. Mestrado em Engenharia Ambiental – Universidade Federal de Ouro Preto. Minas Gerais. 2007.

IBGE. INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Contagem da População 2007 e Estimativas da População**. 2007. Rio de Janeiro: 2007. Disponível em: www.ibge.gov.br/home/estatistica/populacao/contagem2007/BA.pdf. Acesso em: 02 mai 2008.

KLOCK, Umberto. **Química da Madeira**. Engenharia Industrial da Madeira. Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2009. Material didático. Disponível em: < <http://www.madeira.ufpr.br/disciplinasklock/> >. Acesso em: 22 dez. 2009.

KRAUS, Elizabeth; ARDUIN, Marcos. **Manual básico de métodos em morfologia vegetal**. Rio de Janeiro, EDUR, Seropédica, 1997.

LEÃO, Mirtânia. **Fibras de Licuri**: um reforço alternativo de compósitos poliméricos. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)-Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

LEITE, Janaína. **Processamento e caracterização de compósitos formados por resina fenólica e fibra de bagaço de cana como reforço**. 2002. 85 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais)-Universidade Federal de Santa Catarina, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Santa Catarina, 2002. Disponível em:< <http://www.tede.ufsc.br/teses/PCEM0060.pdf>>. Acesso em: 10 jan 2009.

LEITE, Kelly Regina Batista.; SCATENA, Vera Lúcia. Anatomia do Segmento Foliar de Espécies de *Syagrus* Mart. (Arecaceae) da Chapada Diamantina, Bahia, Brasil. **Sitientibus Série Ciências Biológicas**. v.1, 3-14. 2001.

LINS, U. et al. Structure, morphology, and composition of silicon biocomposites in the palm tree *Syagrus coronata* (Mart.) Becc. **Protoplasma** (2002) 220: 89-96, doi: 10.1007/s00709-002-0036-5.

LOPES, M.F.G. et al. Estudo mineral de plantas medicinais. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, João Pessoa, v. 12, suplemento 1, p. 115-116, 2002.

MACEDO, R.L.G., et al. Desenvolvimento Inicial *Tectona grandis* L.F.(Teca) em diferentes espaçamentos no município e Paracatu. MG. **CERNE**, Universidade Federal de Lavras. Minas Gerais, v.11, p. 61-69, jan./mar. 2005.

MACHADO, Luci; MATOS, Jivaldo do Rosário. **Análise Térmica Diferencial e Calorimetria Exploratória Diferencial**. In: TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE POLÍMEROS. São Paulo: Artiliber Editora. 2004. p. 229-262.

MACHADO, Raul Dodsworth. Observações sobre a folha e revestimento ceroso da *Syagrus coronata* (Mart.) Becc. In: BAHIA: IX REUNIÃO DA SOCIEDADE BOTÂNICA DO BRASIL. Rio de Janeiro, 1958.

MARINELLI, A.L. et al. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para sustentabilidade amazônica. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Paulo, v. 18, n. 2, p. 92-99, 2008. Disponível em:< http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0104-14282008000200005&script=sci_arttext>. Acesso em: 22 ago 2008.

MATIAS, Lígia Queiroz. **Coleta, Herborização e o Registro de Material Botânico**. Disciplina de Taxonomia e Morfologia Vegetal. Universidade Federal do Ceará. Disponível em: <http://www.biologia.ufc.br/monitoria/TaxoVeg/arquivos/Coleta%20e%20ident_angiosper.pdf>. Acesso em: 20 jan. 2010.

MARTIN, A.R. et al. Caracterização Química e Estrutural de Fibra de Sisal da Variedade *Agave sisalana*. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Paulo, v. 19, n. 1, p. 40-46, 2009.

MATTOSO, L.H.C. et al. (1996). **Utilização de fibras vegetais para reforço de plástico**. Embrapa, n.03, p. 1-4, Nov. 1996.

MAZZARO et al; Indução de fitoalexinas em cotilédones de soja em resposta a derivados de folhas de pitangueira. **Ciência Rural**. Santa Maria. v.38,n.7, Out. 2008.

MDS. MINISTÉRIO DE DESENVOLVIMENTO SOCIAL. **Programa Cisternas**. Edital MDS/SESAN nº13, 2007. Brasília. 2007.

MEC. MINISTÉRIO DE EDUCAÇÃO E CULTURA. **A Bahia descobre o licuri**. Brasília. n. 6, Nov. 2006. Cadernos temáticos.

MEDEIROS, Eliton Souto de. **Desenvolvimento de compósitos de resina fenólica reforçados por tecidos híbridos juta/algodão**. 2002.117f. Mestrado em Engenharia de Materiais–Universidade Federal de São Carlos, SP, 2002.

MEDEIROS, Marcos Antonio. **Propriedades mecânicas de compósitos de PVC reciclado reforçados com fibras de sisal e de nylon 6**. 2006. 89 f. Mestrado-Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia, 2006.

MEDINA, Julio César. **Plantas fibrosas da flora mundial**. Campinas, São Paulo. Instituto Agrônômico. 1959. 913p.

MELO, Julio César Perin de. **Síntese e caracterização de derivados da celulose modificada com anidridos orgânicos** – adsorção e termodinâmica de interação com cátions metálicos. 2007. 69 f. Mestrado em Química na Área de Química Inorgânica–Universidade Estadual de Campinas, 2007.

MIN - MINISTÉRIO DA INTEGRAÇÃO NACIONAL. **Nova delimitação do semi-árido brasileiro**. Brasília. 2005. Cadernos temáticos.

MOREIRA, R.Y.O. et al. Antraquinonas e naftoquinonas do caule de um espécime de reflorestamento de *Tectona grandis* (Verbenaceae). **Revista Brasileira de Farmacognosia**. João Pessoa. v.16, n.3, Jul./Set. 2006. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0102-695X2006000300017&script=sci_arttext&tlng=es>. Acesso em 08 jan. 2010.

MOUCO, G.; BERNARDINO, M.J.; CORNÉLIO, M.L. Controle de qualidade de ervas medicinais. **Revista Biotecnologia, Ciência & Desenvolvimento, cidade**, v.31, p. 68-73, jul./dez. 2003. Disponível em:< http://www.biotecnologia.com.br/revista/bio31/quebra_pedra.pdf>. Acesso em 08 jan. 2010

MOURA, Maria José; FIGUEIREDO, Maria Margarida. Aplicação das Técnicas de Pricnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à caracterização da madeira de *E. globulus*. 2000. **SILVA LUSITANA**, Lisboa. 10(2), p. 207-216, jul 2002. Disponível em:< <http://www.scielo.oces.mctes.pt/pdf/slv/v10n2/10n2a07.pdf>>. Acesso em 26 jul. 2010.

OGEDA, Thais Lucy; PETRY, Denise F.S. Hidrólise Enzimática de Biomassa. **Química Nova**. São Paulo. V.33, n.7, 2010.

OLIVEIRA, A.K.F.; d'ALMEIDA, J.R.M. Caracterização da fibra de ubuçu como elemento para fabricação de compósitos. In: 18º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. Painel 202.145. Recife. 2008. Disponível em:<[http:// www.metallum.com.br/18cbecimat/18Cbecimat.pdf](http://www.metallum.com.br/18cbecimat/18Cbecimat.pdf)>. Acesso em 23 mar. 2010.

PAIVA, José Wanderley de. Praticando a conservação do meio ambiente. PROAVES. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA PARA CONSERVAÇÃO DAS AVES. Brasília. 2004. **Cadernos temáticos**. Disponível em:<[http:// www.proaves.org.br](http://www.proaves.org.br)>. Acesso em outubro 2009.

PAULA, José Elias de. **Caracterização anatômica de madeiras nativas do cerrado com vistas à produção de energia**. Cerne. Brasília, v.5. n.2, p.026-040, 1999.

PAULA, José Elias de; ALVES, José Luiz de Hamburgo. **Madeiras Nativas, anatomia, dendrologia, dendrometria, produção e uso**. Recife, Fundação Mokiti Okada, 1997.

PEREIRA, Nilson Casimiro. **Compósitos polipropileno-fibras de sisal: preparação, desempenho mecânico e caracterização estrutural**. 1999. 132 f. Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade de São Carlos, SP, 1999.

PEREIRA, S.J. et al. Morfologia e densidade básica das folhas de Tucum (*Bactris inundata* Martius) como fonte de fibras celulósicas para papel. **Ciência Florestal**. Santa Maria, v.12. n.1,p. 39-48, 2002.

PNUMA. PROGRAMA DAS NAÇÕES UNIDAS PARA O MEIO AMBIENTE. Os Desertos. 2006. São Paulo: Disponível em: <http://www.brasilpnuma.org.br/pordentro/saiba_mais/desertos.html> Acesso: 26 jan 2008.

RAMALHO, Cícera Isabel. Licuri (*Syagrus coronata*). Centro de Ciências Agrárias, Campus II, Areia. UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA – UFPB. Paraíba. [200?]. Disponível em: <<http://www.cca.ufpb.br/lavouraxerofila/pdf/licuri.pdf>>. Acesso em: 06 mai 2008.

RAZERA, Ilce Aiko Tanaka. **Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica**. 2006. 167 f. Doutorado. Instituto de Química de São Carlos. Universidade de São Carlos. 2006. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/75/75131/.../IlceAikoTanakaRazera.pdf>>. Acesso 23 mar. 2009.

ROCHA, C.B.R.; POTIGUARA, R.C.V. Morfologia das fibras das folhas de *Astrocaryum murumuru* var. *murumuru* Mart. (ARECACEAE). **Acta Botânica Brasilica**. Manaus. v.37, n.4, 2007.

ROCHA, Edmundo Cidade da; GHELIER-JUNIOR, Jordão. “Aproveitamento de resíduos gerados na aglomeração de fibra de coco com látex natural”. **Matéria Técnica SENAI**. Rio de Janeiro, 2000.

RODRIGUES, Laécio Carneiro; SANTANA, Marcos Antonio Eduardo. Metodologia para determinação do teor de sílica em madeira via espectrofotometria UV-VIS. Sociedade Brasileira de Química. In: 29ª REUNIÃO ANUAL. 2006. Disponível em: <<http://sec.s bq.org.br/cd29ra/resumos/T1344-1.pdf>>. Acesso em 14 jan. 2010.

RODRÍGUEZ, E.S., STEFANI, P.M., VÁSQUEZ, A.; Effects of fiber’s alkali treatment on the resin transfer molding processing and mechanical properties of jute-vinylester composites. **Journal of Composites Materials**, v. 41, n. 14, 2007.

RONDON, E. V. Estudo de Biomassa de *Tectona grandis* L.f. sob diferentes espaçamentos no estado de Mato Grosso. **Revista Arvore**. Viçosa. V.30, n.3, p. 337-341, 2006. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/rarv/v30n3/a03v30n3.pdf>>. Acesso em 08 jan. 2010.

RONDON-NETO, R.M. MACEDO, R. L. G., TSUKAMOTO FILHO, A.A. Formação de povoamentos florestais com *Tectona grandis* L.f. (Teca). **Boletim Técnico – Série Extensão** 7, v.33, p.1-29, 1998.

ROSA, Cláudia Adriana Broglio da. **Influência do teor de lignina da madeira de *Eucalyptus globulus* na produção e na qualidade da celulose kraft**. 2003. 120 f. Mestrado em Engenharia Florestal–Universidade Federal de Santa Maria, RS, 2003.

RUFINO et al. Conhecimento e uso do ouricuri (*Syagrus coronata*) e do babaçu (*Orbignya phalerata*) em Buíque, PE, Brasil. **Acta Botânica Brasilica**. São Paulo. V.22, n.4, out./nov., 2008.

RUSSOMANNO, Olga Maria R.; KRUPPA, Pedro Carlos; Importância do herbário do Laboratório de Micologia Fitopatológica. **Centro de Pesquisa e Desenvolvimento de Sanidade Vegetal**, n.84, 29 set. 2008. Disponível em: <http://www.biologico.sp.gov.br/artigos_ok.php?id_artigo=85>. Acesso em: 25 jan. 2010.

SANTANA, Maristela de Fátima Simplicio de; GASPARETTO, Carlos Alberto. Microestrutura da fibra alimentar do albedo de laranja: um estudo por técnicas físicas e análise de imagens. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas. v.29, n.1, jan./mar. 2009. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0101-20612009000100020&script=sci_arttext>. Acesso em 26 jul. 2010

SANTOS, Alexandre. **Estudo de compósitos híbridos polipropileno / fibra de vidro e coco para aplicações em engenharia**. 2006. 90 f. Dissertação (Mestre em Engenharia)-Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

SANTOS-NETO, Joaquim Rocha dos. Ataque de araras-azuis-de-lear *Anadorhynchus Leari* (Bonaparte, 1856) Psittacidae, a milharais. XIII Congresso de Ornitologia. Belém do Pará. 2005.

SANTOS, N.S.S.; DIAS, C.G.B.T.; MEIRELES, A.C.R. Comportamento da propagação da fratura em compósitos laminados reforçados com fibras vegetais trançadas. In: 17º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

SANTOS, R.S.; SILVEIRA, E.L.C.; SOUZA, C.M.L. Estudos das propriedades mecânicas de compósitos de matriz termofixa reforçada com fibras de buriti. In: 30º REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 2007, Águas de Lindóia, SP, Brasil.

SILVA, Dirceu Jorge; QUEIROZ, Augusto Cesar. **Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos**. Viçosa: UFV, 2002. 235p

SILVA, R. et al. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. **Química Nova**. São Paulo.v.32, n.3, 2009. doi: 10.1590/501000-40422009000300010

SILVA, H.S.P. et al. Desenvolvimento de compósitos poliméricos termorrígidos com fibras de curauá. In: 18º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Pernambuco, 2008. p. 4558-4569. Disponível em: <http://www.cbecimat.com.br/Trab_Completos/211-001.doc> Acesso em: 11 jul 2009.

SILVA, Rosana Vilarim da. **Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais**. 2003. 157f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais)—Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

SODRÉ, José Barbosa. **Morfologia das Palmeiras como meio de identificação e uso paisagístico**. 2005. 65 f. Monografia (Especialização em Plantas Ornamentais e Paisagismo)—Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais, 2005.

SKOOG, Douglas A.; HOLLER, F. James; NIEMAN, Timothy A. **Princípios de Análise Instrumental**. 5ª. Editora São Paulo. Bookman, 2006.

SPINACÉ, M.A.S et al. Characterization of lignocellulosic curauá fibers. **Carbohydrate Polymers** 77 (2009) 47-53. doi:10.1016/j.carbpol.2008.12.005.

TANOBE, V. et al. Caracterização de biocompósitos poliéster/luffa cilíndrica ou sisal. In: 58º CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS ABM, 2003, Rio de Janeiro. Disponível em: <http://demec.ufpr.br/grupo_de_polimeros/ABM2003.pdf>. Acesso em: 21 abr 2009.

TOMCZARK, F., SATYANARAYANA, K.G., SYDENSTRICKER, T.H.D. Studies on lignocellulosic of Brazil. Part III: Morphology and properties of brazilian curauá fibers. **Composites: Part A** 38 (2007) 2227-2236. doi: 10.1016/j.compositesa. 2007.06.005.

TOMCZARK, F., SYDENSTRICKER, T.H.D., SATYANARAYANA, K.G. Studies on lignocellulosic of Brazil. **Composites: Part II: Morphology and**

properties of Brazilian coconut fibers. Part A 38 (2007) 1710-1721. doi: 10.1016/j.compositesa.2007.02.04.

UNESCO. ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA A EDUCAÇÃO, A CIÊNCIA E A CULTURA. **Desertificação**. 2003. Disponível em:< <http://unesdoc.unesco.org/images/0012/001298/129872porb.pdf>>. Acesso em: 15 mai 2008.

WASTOWSKI, A.D. **Química da Madeira**. Centro Superior de Educação Norte, Universidade Federal de Santa Maria, Rio Grande do Sul, 2009.

APÊNDICE

Apêndice A: Comprimento, lúmen e espessura da fibro-célula

Antes de Dixon, N=27

| Nº ensaios | Comprimento da célula | Diâmetro do lúmen | Espessura da célula | Espessura da parede |
|----------------------|-----------------------|-------------------|---------------------|---------------------|
| 1 | 0,910 | 0,014 | 0,056 | 0,021 |
| 2 | 0,770 | 0,011 | 0,042 | 0,015 |
| 4 | 1,162 | 0,014 | 0,056 | 0,021 |
| 7 | 1,050 | 0,014 | 0,056 | 0,021 |
| 8 | 0,742 | 0,011 | 0,042 | 0,015 |
| 9 | 0,784 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 10 | 1,176 | 0,011 | 0,042 | 0,015 |
| 11 | 0,966 | 0,011 | 0,042 | 0,015 |
| 12 | 1,148 | 0,007 | 0,042 | 0,018 |
| 13 | 1,288 | 0,007 | 0,042 | 0,018 |
| 14 | 1,120 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 15 | 1,232 | 0,011 | 0,042 | 0,015 |
| 16 | 0,896 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 17 | 1,372 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 18 | 1,848 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 19 | 1,232 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 20 | 1,876 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 21 | 2,072 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 22 | 0,840 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| 23 | 1,302 | 0,011 | 0,042 | 0,015 |
| 24 | 1,120 | 0,014 | 0,056 | 0,021 |
| 25 | 1,960 | 0,011 | 0,056 | 0,022 |
| 26 | 1,036 | 0,011 | 0,056 | 0,022 |
| 27 | 1,414 | 0,007 | 0,042 | 0,018 |
| Índices Estatísticos | | | | |
| Média (mm) | 1,222 | 0,012 | 0,046 | 0,017 |
| S (mm) | 0,378 | 0,002 | 0,006 | 0,003 |
| CV (%) | 1,120 | 0,014 | 0,042 | 0,014 |
| Mo (mm) | 1,155 | 0,014 | 0,042 | 0,015 |
| Md (mm) | 0,742 | 0,007 | 0,042 | 0,014 |
| Mínimo (mm) | 2,072 | 0,014 | 0,056 | 0,022 |
| Máximo (mm) | 30,99 | 19,59 | 13,61 | 18,42 |

Apêndice B: Tratamento estatístico, Testes de Dixon Comprimento, espessura e diâmetro do lúmen na fibro-célula

| Teste Dixon | N | Grau de significância | Valor crítico Tabelado | Q Calculado | | | |
|-------------|----|-----------------------|------------------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| | | | | Limites | Comprimento | Lúmen | Diâmetro |
| 1° | 27 | 5% | 0,429 | Inferior | 0,037 | 0,000 | 0,000 |
| | | 1% | 0,502 | Superior | 0,152 | 0,400 | 0,800 |
| 2° | 26 | 5% | 0,436 | Inferior | 0,038 | 0,000 | 0,000 |
| | | 1% | 0,510 | Superior | 0,095 | 0,800 | 0,500 |
| 3° | 25 | 5% | 0,443 | Inferior | 0,037 | 0,000 | 0,000 |
| | | 1% | 0,517 | Superior | 0,051 | 0,667 | 0,000 |
| 4° | 24 | 5% | 0,451 | Inferior | 0,038 | 0,000 | 0,000 |
| | | 1% | 0,526 | Superior | 0,408 | 0,000 | 0,000 |

Apêndice C: Fração parede e Índice de Runkel na fibro-célula, N=24

| Nº Ensaio | Fração parede 100.2e / de (%) | Índice de Runkel 2e / di | Coefficiente flexibilidade di / de | Coefficiente de enfeltramento L / de |
|----------------------|----------------------------------|--------------------------------|--|--|
| 1 | 75,000 | 3,000 | 0,250 | 16,3 |
| 2 | 73,333 | 2,750 | 0,267 | 18,3 |
| 4 | 75,000 | 3,000 | 0,250 | 20,8 |
| 7 | 75,000 | 3,000 | 0,250 | 18,8 |
| 8 | 73,333 | 2,750 | 0,267 | 17,7 |
| 9 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 18,7 |
| 10 | 73,333 | 2,750 | 0,267 | 28,0 |
| 11 | 73,333 | 2,750 | 0,267 | 23,0 |
| 12 | 83,333 | 5,000 | 0,167 | 27,3 |
| 13 | 83,333 | 5,000 | 0,167 | 30,7 |
| 14 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 26,7 |
| 15 | 73,333 | 2,750 | 0,267 | 29,3 |
| 16 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 21,3 |
| 17 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 32,7 |
| 18 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 44,0 |
| 19 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 29,3 |
| 20 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 44,7 |
| 21 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 49,3 |
| 22 | 66,667 | 2,000 | 0,333 | 20,0 |
| 23 | 73,333 | 2,750 | 0,267 | 31,0 |
| 24 | 75,000 | 3,000 | 0,250 | 20,0 |
| 25 | 80,000 | 4,000 | 0,200 | 35,0 |
| 26 | 80,000 | 4,000 | 0,200 | 18,5 |
| 27 | 83,333 | 5,000 | 0,167 | 33,7 |
| Índices estatísticos | | | | |
| Média | 72,92 | 2,90 | 0,27 | 27,3 |
| s | 5,882 | 1,002 | 0,059 | 9,21 |
| CV (%) | 30,99 | 19,59 | 13,61 | 18,42 |
| Mo | 66,67 | 2,00 | 0,33 | 29,3 |
| Md | 73,33 | 2,75 | 0,27 | 27,0 |
| Mínimo | 66,67 | 2,00 | 0,17 | 16,3 |
| Máximo | 83,33 | 5,00 | 0,33 | 49,3 |

Nota: Foram rejeitadas as amostras de numero 03, 05 e 06.

Apêndice D: Massa específica da fibra técnica por picnometria

| Fibras | Massa Específica (g/cm ³) | | | | | | Δ% | | |
|------------------|--|-------|--------|------|--------|------|------------|------------|-------------|
| | Gás Hélio | °C | Água | °C | Hexano | °C | (gás/água) | (gás/hex.) | (água/hex.) |
| Branco | - | - | 0,8399 | 27,9 | 0,9121 | 23,0 | - | | -9 |
| in natura | 1,46492 | 22,00 | 0,8299 | 27,8 | 0,9553 | 23,0 | 43 | 35 | -15 |
| 1,50% | 1,49718 | 22,60 | 0,9324 | 27,5 | 0,6440 | 23,0 | 38 | 57 | 31 |
| 0,75% | 1,52040 | 22,03 | 1,1464 | 27,5 | 0,7125 | 23,0 | 25 | 53 | 38 |

Apêndice E: Variabilidade dos “diâmetros equivalentes” ao longo do comprimento útil da fibra técnica do licuri *in natura*.

Método: Microscópio Ótico

| N° Amostra | Parâmetros | | | | | |
|----------------------|---|--------|--------|--------|--------|---------|
| | “Diâmetro equivalente”, mm (em 30mm) | | | | s | CV% |
| | superior | meio | final | média | | |
| 1 | 0,2100 | 0,1750 | 0,1400 | 0,1750 | 0,0350 | 20,00 |
| 2 | 0,2450 | 0,1050 | 0,1750 | 0,1750 | 0,0700 | 40,00 |
| 3(1) | 0,1400 | 0,1400 | 0,3150 | 0,1983 | 0,1010 | 50,94 |
| 4 | 0,2800 | 0,2100 | 0,2450 | 0,2450 | 0,0350 | 14,29 |
| 5 | 0,1400 | 0,1400 | 0,1750 | 0,1517 | 0,0202 | 13,32 |
| 6 | 0,1750 | 0,1750 | 0,1750 | 0,1750 | 0,0000 | 0,00 |
| 7 | 0,2800 | 0,2450 | 0,1750 | 0,2333 | 0,0535 | 22,91 |
| 8 | 0,2450 | 0,2450 | 0,2450 | 0,2450 | 0,0000 | 0,00 |
| 9 | 0,2450 | 0,2100 | 0,2450 | 0,2333 | 0,0202 | 8,66 |
| 10 | 0,1400 | 0,1750 | 0,2100 | 0,1750 | 0,0350 | 20,00 |
| 11 | 0,1750 | 0,3150 | 0,2800 | 0,2567 | 0,0729 | 28,39 |
| 12 | 0,2450 | 0,1400 | 0,1750 | 0,1867 | 0,0535 | 28,64 |
| 13 | 0,2450 | 0,2100 | 0,1750 | 0,2100 | 0,0350 | 16,67 |
| 14 | 0,2450 | 0,2100 | 0,2450 | 0,2333 | 0,0202 | 8,66 |
| 15 | 0,2800 | 0,2800 | 0,2800 | 0,2800 | 0,0000 | 0,00 |
| 16 | 0,2100 | 0,1750 | 0,2450 | 0,2100 | 0,0350 | 16,67 |
| 17 | 0,3500 | 0,2100 | 0,1750 | 0,2450 | 0,0926 | 37,80 |
| 18 | 0,1400 | 0,2450 | 0,3150 | 0,2333 | 0,0881 | 37,75 |
| 19 | 0,2450 | 0,2450 | 0,3850 | 0,2917 | 0,0808 | 27,71 |
| 20 | 0,2450 | 0,3500 | 0,2100 | 0,2683 | 0,0729 | 27,15 |
| Índices estatísticos | | | | | | |
| Média | | | | 0,2211 | 0,0460 | 20,98 |
| s | | | | 0,0394 | 0,0318 | 14,1251 |
| CV (%) | | | | 17,83 | 69,16 | 67,33 |
| Moda | | | | 0,1750 | 0,035 | 0,00 |
| Mediana | | | | 0,2333 | 0,035 | 20,00 |
| Mínimo | | | | 0,1517 | 0,00 | 0,00 |
| Máximo | | | | 0,2917 | 101,04 | 50,94 |

Nota: (1) maior variação de diâmetro equivalente ao longo da fibra técnica

Apêndice F: Variabilidade dos “diâmetros equivalentes” ao longo do comprimento útil da fibra técnica do licuri tratada com 1,5% NaOH.

Método: Microscópio Ótico

| Nº Amostra | Parâmetros | | | | | |
|----------------------|---|--------|--------|--------|--------|---------|
| | “Diâmetro equivalente”, mm (ao longo do comprimento de 30mm) | | | | s | CV (%) |
| | superior | meio | final | média | | |
| 1 | 0,3500 | 0,3500 | 0,1750 | 0,2917 | 0,1010 | 34,64 |
| 2 | 0,3500 | 0,2800 | 0,2450 | 0,2917 | 0,0535 | 18,33 |
| 3 | 0,2800 | 0,2800 | 0,3150 | 0,2917 | 0,0202 | 6,93 |
| 4 | 0,2450 | 0,2100 | 0,2800 | 0,2450 | 0,0350 | 14,29 |
| 5 | 0,2450 | 0,1750 | 0,1400 | 0,1867 | 0,0535 | 28,64 |
| 6 | 0,2450 | 0,2100 | 0,3500 | 0,2683 | 0,0729 | 27,15 |
| 7 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2800 | 0,2333 | 0,0404 | 17,32 |
| 8 | 0,1400 | 0,1400 | 0,1750 | 0,1517 | 0,0202 | 13,32 |
| 9 | 0,2100 | 0,3150 | 0,2100 | 0,2450 | 0,0606 | 24,74 |
| 10 | 0,2800 | 0,2100 | 0,1400 | 0,2100 | 0,0700 | 33,33 |
| 11 | 0,1750 | 0,2450 | 0,1750 | 0,1983 | 0,0404 | 20,38 |
| 12 | 0,2800 | 0,2100 | 0,2275 | 0,2392 | 0,0364 | 15,23 |
| 13 | 0,2100 | 0,1750 | 0,2275 | 0,2042 | 0,0267 | 13,09 |
| 14 | 0,2100 | 0,2800 | 0,3850 | 0,2917 | 0,0881 | 30,20 |
| 15(1) | 0,1575 | 0,2275 | 0,3325 | 0,2392 | 0,0881 | 36,83 |
| 16 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2100 | 0,0000 | 0,00 |
| 17 | 0,2500 | 0,1800 | 0,2500 | 0,2267 | 0,0404 | 17,83 |
| 18 | 0,1800 | 0,2000 | 0,2200 | 0,2000 | 0,0200 | 10,00 |
| 19 | 0,2200 | 0,2100 | 0,1700 | 0,2000 | 0,0265 | 13,23 |
| 20 | 0,1900 | 0,1500 | 0,1700 | 0,1700 | 0,0200 | 11,76 |
| 21 | 0,2500 | 0,2000 | 0,2500 | 0,2333 | 0,0289 | 12,37 |
| 22 | 0,2200 | 0,2400 | 0,2800 | 0,2467 | 0,0306 | 12,39 |
| 23 | 0,1800 | 0,2200 | 0,2400 | 0,2133 | 0,0306 | 14,32 |
| 24 | 0,1600 | 0,1700 | 0,1700 | 0,1667 | 0,0058 | 3,46 |
| 25 | 0,1500 | 0,1400 | 0,2000 | 0,1633 | 0,0321 | 19,68 |
| 26 | 0,1000 | 0,0900 | 0,0900 | 0,0933 | 0,0058 | 6,19 |
| Índices estatísticos | | | | | | |
| Média | | | | 0,2196 | 0,0403 | 17,5250 |
| s | | | | 0,0482 | 0,0264 | 9,6502 |
| CV (%) | | | | 21,95 | 65,47 | 55,07 |
| Moda | | | | 0,2917 | 0,0404 | N/D |
| Mediana | | | | 0,2200 | 0,0336 | 14,7750 |
| Mínimo | | | | 0,0933 | 0,0000 | 0,0000 |
| Máximo | | | | 0,2917 | 0,1010 | 36,8300 |

Nota: (1) maior variação de diâmetro equivalente ao longo da fibra técnica

Apêndice G: Variabilidade dos “diâmetros equivalentes” ao longo do comprimento útil da fibra técnica do licuri tratada com 0,75% NaOH.

Método: Microscópio Ótico

| Nº Amostra | Parâmetros | | | | | |
|----------------------|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | “Diâmetro equivalente”, mm | | | | s | CV (%) |
| | superior | meio | final | média | | |
| 1 | 0,2800 | 0,2450 | 0,2450 | 0,2567 | 0,0202 | 7,87 |
| 2 | 0,2100 | 0,2800 | 0,3535 | 0,2812 | 0,0718 | 25,52 |
| 3 | 0,2450 | 0,2800 | 0,2800 | 0,2683 | 0,0202 | 7,53 |
| 4 | 0,3150 | 0,2100 | 0,3150 | 0,2800 | 0,0606 | 21,65 |
| 5 | 0,1750 | 0,2450 | 0,2100 | 0,2100 | 0,0350 | 16,67 |
| 6 | 0,1400 | 0,1925 | 0,2100 | 0,1808 | 0,0364 | 20,15 |
| 7 | 0,2800 | 0,2450 | 0,3150 | 0,2800 | 0,0350 | 12,50 |
| 8 | 0,2800 | 0,2450 | 0,2450 | 0,2567 | 0,0202 | 7,87 |
| 9 | 0,3500 | 0,1750 | 0,2100 | 0,2450 | 0,0926 | 37,80 |
| 10 | 0,2450 | 0,2450 | 0,2450 | 0,2450 | 0,0000 | 0,00 |
| 11 | 0,2100 | 0,2800 | 0,2450 | 0,2450 | 0,0350 | 14,29 |
| 12 | 0,1750 | 0,2800 | 0,2800 | 0,2450 | 0,0606 | 24,74 |
| 13(1) | 0,4200 | 0,1750 | 0,2800 | 0,2917 | 0,1229 | 42,14 |
| 14 | 0,2000 | 0,1900 | 0,2800 | 0,2233 | 0,0493 | 22,09 |
| 15 | 0,2000 | 0,2000 | 0,1200 | 0,1733 | 0,0462 | 26,65 |
| 16 | 0,2300 | 0,2900 | 0,2300 | 0,2500 | 0,0346 | 13,86 |
| 17 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2100 | 0,0000 | 0,00 |
| 18 | 0,1300 | 0,1800 | 0,1900 | 0,1667 | 0,0321 | 19,29 |
| 19 | 0,1600 | 0,2300 | 0,2600 | 0,2167 | 0,0513 | 23,68 |
| 20 | 0,2300 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2167 | 0,0115 | 5,33 |
| 21 | 0,2600 | 0,1500 | 0,1900 | 0,2000 | 0,0557 | 27,84 |
| 22 | 0,2100 | 0,2100 | 0,2300 | 0,2167 | 0,0115 | 5,33 |
| 23 | 0,2100 | 0,1800 | 0,2000 | 0,1967 | 0,0153 | 7,77 |
| 24 | 0,2700 | 0,2200 | 0,2500 | 0,2467 | 0,0252 | 10,20 |
| 25 | 0,2700 | 0,2600 | 0,2200 | 0,2500 | 0,0265 | 10,58 |
| 26 | 0,2200 | 0,2100 | 0,2000 | 0,2100 | 0,0100 | 4,76 |
| 27 | 0,2600 | 0,2100 | 0,1900 | 0,2200 | 0,0361 | 16,39 |
| 28 | 0,2200 | 0,1900 | 0,2300 | 0,2133 | 0,0208 | 9,76 |
| 29 | 0,2500 | 0,2400 | 0,1700 | 0,2200 | 0,0436 | 19,81 |
| 30 | 0,1800 | 0,2600 | 0,2100 | 0,2167 | 0,0404 | 18,65 |
| 31 | 0,1900 | 0,1900 | 0,2100 | 0,1967 | 0,0115 | 5,87 |
| 32 | 0,1400 | 0,2000 | 0,2600 | 0,2000 | 0,0600 | 30,00 |
| 33 | 0,3000 | 0,2700 | 0,2400 | 0,2700 | 0,0300 | 11,11 |
| Índices estatísticos | | | | | | |
| Média | | | | 0,2303 | 0,0370 | 15,99 |
| s | | | | 0,0326 | 0,0259 | 10,22 |
| CV (%) | | | | 14,15 | 69,99 | 63,88 |
| Mediana | | | | 0,2200 | 0,0350 | 14,29 |
| Mínimo | | | | 0,1667 | 0,0000 | 0,00 |
| Máximo | | | | 0,2917 | 0,1229 | 42,14 |

Nota: (1) maior variação de diâmetro equivalente ao longo da fibra técnica

Apêndice H: Principais relações da titulação, fibra técnica *in natura*

| N° Amostra | Massa (g) | de (mm) MO | L (mm) | Titulação da fibra técnica | | |
|--|--------------|---------------|--------|----------------------------|----------------|----------------|
| | | | | Denier | T _s | T _f |
| 1 | 0,0090 | 0,1750 | 60,34 | 1342 | 6,7 | 171 |
| 2 | 0,0066 | 0,3500 | 59,97 | 990 | 9,1 | 86 |
| 3 | 0,0010 | 0,1750 | 62,04 | 145 | 62,0 | 171 |
| 4 | 0,0011 | 0,3617 | 59,89 | 165 | 54,4 | 83 |
| 5 | 0,0043 | 0,3617 | 61,10 | 633 | 14,2 | 83 |
| 6 | 0,0039 | 0,4433 | 58,57 | 599 | 15,0 | 68 |
| 7 | 0,0017 | 0,1983 | 63,75 | 240 | 37,5 | 151 |
| 8 | 0,0066 | 0,3733 | 59,75 | 994 | 9,1 | 80 |
| 9 | 0,0035 | 0,3150 | 70,13 | 449 | 20,0 | 95 |
| 10 | 0,0014 | 0,2450 | 60,96 | 207 | 43,5 | 122 |
| 11 | 0,0052 | 0,1517 | 63,97 | 732 | 12,3 | 198 |
| 12 | 0,0013 | 0,1750 | 60,51 | 193 | 46,5 | 171 |
| 13 | 0,0022 | 0,2333 | 63,45 | 312 | 28,8 | 129 |
| 14 | 0,0017 | 0,2450 | 62,40 | 245 | 36,7 | 122 |
| 15 | 0,0017 | 0,2333 | 59,76 | 256 | 35,2 | 129 |
| 16 | 0,0012 | 0,1750 | 66,74 | 162 | 55,6 | 171 |
| 17 | 0,0020 | 0,2567 | 61,58 | 292 | 30,8 | 117 |
| 18 | 0,0017 | 0,1867 | 50,74 | 302 | 29,8 | 161 |
| 19 | 0,0028 | 0,3500 | 53,30 | 473 | 19,0 | 86 |
| 20 | 0,0025 | 0,2100 | 52,80 | 426 | 21,1 | 134 |
| 21 | 0,0017 | 0,2333 | 53,19 | 288 | 31,3 | 173 |
| 22 | 0,0016 | 0,2800 | 56,21 | 256 | 35,1 | 120 |
| 23 | 0,0027 | 0,3267 | 53,70 | 452 | 19,9 | 143 |
| 24 | 0,0033 | 0,3150 | 55,64 | 534 | 16,9 | 138 |
| 25 | 0,0032 | 0,2100 | 53,64 | 554 | 16,8 | 138 |
| 26 | 0,0025 | 0,3267 | 53,20 | 541 | 21,3 | 150 |
| 27 | 0,0023 | 0,2450 | 52,89 | 425 | 23,0 | 138 |
| 28 | 0,0023 | 0,2333 | 53,06 | 390 | 23,1 | 153 |
| 29 | 0,0034 | 0,2917 | 63,24 | 327 | 18,6 | 122 |
| 30 | 0,0031 | 0,2683 | 60,50 | 506 | 19,5 | 120 |
| Sem as amostras com T _{fm} <100, N = 20 | | | | | | |
| Media | 0,0025 | 0,2111 | 59,09 | 380 | 30,7 | 140 |
| s | 0,00181 | 0,0394 | 4,771 | 268,1 | 14,02 | 26,3 |
| CV % | 72,10 | 17,83 | 8,07 | 70,56 | 45,66 | 18,74 |
| Mediana | 0,0019 | 0,2333 | 60,51 | 297 | 30,3 | 129 |
| Mínimo | 0,0010 | 0,1517 | 50,74 | 145 | 6,7 | 103 |
| Máximo | 0,0090 | 0,2917 | 66,74 | 1342 | 62,0 | 198 |
| Inclusão das amostras com T _{fm} <100, N = 30 | | | | | | |
| Media | 0,0029 | 0,2468 | 58,90 | 448 | 27,1 | 131 |
| s | 0,00185 | 0,07377 | 4,802 | 275,7 | 14,40 | 33,5 |
| CV % | 63,53 | 29,89 | 8,15 | 61,58 | 53,12 | 25,58 |
| Mediana | 0,0024 | 0,2283 | 59,93 | 408 | 22,1 | 131 |
| Mínimo | 0,0010 | 0,1517 | 50,74 | 145 | 6,7 | 68 |
| Máximo | 0,0090 | 0,4433 | 70,13 | 1342 | 62,0 | 198 |

de – “diâmetro equivalente”

Apêndice I: Principais relações da titulação, fibra técnica a 1,50% de NaOH.

| N° Amostra | Massa (g) | de (mm) MO | L (mm) | Titulação | | |
|--|--------------|---------------|--------|-----------|-------|----------------|
| | | | | Denier | Ts | T _f |
| 1 | 0,0046 | 0,2917 | 61,52 | 673 | 13,4 | 103 |
| 2 | 0,0047 | 0,3033 | 66,84 | 633 | 14,2 | 99 |
| 3 | 0,0041 | 0,3033 | 71,84 | 514 | 17,5 | 99 |
| 4 | 0,0036 | 0,2917 | 66,69 | 486 | 18,5 | 103 |
| 5 | 0,0035 | 0,2917 | 69,92 | 451 | 20,0 | 103 |
| 6 | 0,0028 | 0,2450 | 69,93 | 360 | 25,0 | 122 |
| 7 | 0,0040 | 0,3092 | 68,35 | 527 | 17,1 | 97 |
| 8 | 0,0029 | 0,1867 | 65,99 | 396 | 22,8 | 161 |
| 9 | 0,0039 | 0,3267 | 67,63 | 519 | 17,3 | 92 |
| 10 | 0,0045 | 0,3500 | 66,40 | 610 | 14,8 | 86 |
| 11 | 0,0036 | 0,2683 | 58,87 | 550 | 16,4 | 112 |
| 12 | 0,0030 | 0,2333 | 65,10 | 415 | 21,7 | 129 |
| 13 | 0,0040 | 0,3267 | 65,11 | 553 | 16,3 | 92 |
| 14 | 0,0018 | 0,1517 | 64,92 | 250 | 36,1 | 198 |
| 15 | 0,0065 | 0,5017 | 64,63 | 905 | 9,9 | 60 |
| 16 | 0,0036 | 0,2450 | 62,32 | 520 | 17,3 | 122 |
| 17 | 0,0067 | 0,3733 | 64,81 | 930 | 9,7 | 80 |
| 18 | 0,0023 | 0,2100 | 68,92 | 300 | 30,0 | 143 |
| 19 | 0,0019 | 0,1983 | 68,14 | 251 | 35,9 | 151 |
| 20 | 0,0036 | 0,2392 | 64,03 | 506 | 17,8 | 125 |
| 21 | 0,0054 | 0,3383 | 65,56 | 741 | 12,1 | 89 |
| 22 | 0,0018 | 0,2042 | 63,04 | 257 | 35,0 | 147 |
| 23 | 0,0033 | 0,2917 | 70,19 | 423 | 21,3 | 103 |
| 24 | 0,0036 | 0,2392 | 67,10 | 483 | 18,6 | 125 |
| 25 | 0,0048 | 0,2100 | 61,22 | 706 | 12,8 | 143 |
| 26 | 0,0028 | 0,2267 | 50,73 | 497 | 18,1 | 132 |
| 27 | 0,0018 | 0,2000 | 48,25 | 336 | 26,8 | 150 |
| 28 | 0,0030 | 0,2000 | 48,67 | 555 | 16,2 | 150 |
| 29 | 0,0018 | 0,1700 | 50,30 | 322 | 27,9 | 176 |
| 30 | 0,0022 | 0,2333 | 47,77 | 414 | 21,7 | 129 |
| 31 | 0,0027 | 0,2467 | 49,05 | 495 | 18,2 | 122 |
| 32 | 0,0037 | 0,2133 | 53,98 | 617 | 14,6 | 141 |
| 33 | 0,0011 | 0,1667 | 51,36 | 193 | 46,7 | 180 |
| 34 | 0,0021 | 0,1633 | 53,50 | 353 | 25,5 | 184 |
| 35 | 0,0015 | 0,0933 | 48,05 | 281 | 32,0 | 322 |
| Sem as amostras com T _{fm} <100, N = 26 | | | | | | |
| Média | 0,0028 | 0,2196 | 59,60 | 426 | 23,5 | 145 |
| s | 0,00095 | 0,04822 | 8,177 | 134,4 | 8,33 | 44,4 |
| CV% | 33,65 | 21,95 | 13,72 | 31,51 | 35,50 | 30,58 |
| Mediana | 0,0029 | 0,2200 | 61,92 | 419 | 21,5 | 136 |
| Mínimo | 0,0011 | 0,0933 | 47,77 | 193 | 12,8 | 103 |
| Máximo | 0,0048 | 0,2917 | 70,19 | 706 | 46,7 | 322 |
| Inclusão das amostras com T _{fm} <100, N = 35 | | | | | | |
| Média | 0,0033 | 0,2527 | 61,45 | 486 | 21,1 | 131 |
| s | 0,00133 | 0,07653 | 7,783 | 173,8 | 8,35 | 46,1 |
| CV% | 39,67 | 30,29 | 12,67 | 35,74 | 39,54 | 35,32 |
| Mediana | 0,0035 | 0,2392 | 64,81 | 495 | 18,2 | 125 |
| Mínimo | 0,0011 | 0,0933 | 47,77 | 193 | 9,7 | 60 |
| Máximo | 0,0067 | 0,5017 | 71,84 | 930 | 46,7 | 322 |

Apêndice J: Principais relações da titulação, fibra técnica a 0,75% de NaOH

| Nº Amostra | Massa (g) | de (mm) MO | L (mm) | Titulação | | |
|-------------------------------------|-----------|------------|--------|-----------|-------|-------|
| | | | | Denier | Ts | Tf |
| 1 | 0,0056 | 0,3383 | 71,82 | 701,8 | 12,8 | 89 |
| 2 | 0,0050 | 0,2567 | 72,14 | 623,8 | 14,4 | 117 |
| 3 | 0,0041 | 0,2812 | 72,15 | 511,4 | 17,6 | 107 |
| 4 | 0,0056 | 0,4037 | 67,53 | 746,3 | 12,1 | 74 |
| 5 | 0,0035 | 0,2683 | 73,63 | 427,8 | 21,0 | 112 |
| 6 | 0,0059 | 0,2800 | 68,88 | 770,9 | 11,7 | 107 |
| 7 | 0,0033 | 0,2100 | 75,10 | 395,5 | 22,8 | 143 |
| 8 | 0,0021 | 0,1808 | 63,20 | 299,1 | 30,1 | 166 |
| 9 | 0,0045 | 0,2800 | 67,19 | 603 | 14,9 | 107 |
| 10 | 0,0035 | 0,2567 | 64,76 | 486 | 18,5 | 117 |
| 11 | 0,0046 | 0,3150 | 68,30 | 606 | 14,8 | 95 |
| 12 | 0,0042 | 0,2450 | 64,86 | 583 | 15,4 | 122 |
| 13 | 0,0043 | 0,2450 | 60,29 | 642 | 14,0 | 122 |
| 14 | 0,0032 | 0,2450 | 71,85 | 401 | 22,5 | 122 |
| 15 | 0,0025 | 0,2450 | 63,08 | 357 | 25,2 | 122 |
| 16 | 0,0023 | 0,2917 | 62,47 | 331 | 27,2 | 103 |
| 17 | 0,0046 | 0,2233 | 54,14 | 765 | 11,8 | 134 |
| 18 | 0,0029 | 0,1733 | 53,63 | 487 | 18,5 | 173 |
| 19 | 0,0035 | 0,2500 | 50,15 | 628 | 14,3 | 120 |
| 20 | 0,0030 | 0,2100 | 49,96 | 540 | 16,7 | 143 |
| 21 | 0,0033 | 0,1667 | 52,66 | 564 | 16,0 | 180 |
| 22 | 0,0031 | 0,2167 | 52,28 | 534 | 16,9 | 138 |
| 23 | 0,0035 | 0,2167 | 54,02 | 583 | 15,4 | 138 |
| 24 | 0,0027 | 0,2000 | 51,91 | 468 | 19,2 | 150 |
| 25 | 0,0036 | 0,2167 | 50,57 | 641 | 14,0 | 138 |
| 26 | 0,0030 | 0,1967 | 52,21 | 517 | 17,4 | 153 |
| 27 | 0,0035 | 0,2467 | 51,15 | 616 | 14,6 | 122 |
| 28 | 0,0044 | 0,2500 | 52,04 | 761 | 11,8 | 120 |
| 29 | 0,0026 | 0,2100 | 49,87 | 469 | 19,2 | 143 |
| 30 | 0,0033 | 0,2200 | 52,15 | 570 | 15,8 | 136 |
| 31 | 0,0030 | 0,2133 | 50,26 | 537 | 16,8 | 141 |
| 32 | 0,0027 | 0,2200 | 50,30 | 483 | 18,6 | 136 |
| 33 | 0,0028 | 0,2167 | 53,67 | 470 | 19,2 | 138 |
| 34 | 0,0024 | 0,1967 | 52,77 | 409 | 22,0 | 153 |
| 35 | 0,0031 | 0,2000 | 50,21 | 556 | 16,2 | 150 |
| 36 | 0,0037 | 0,2700 | 52,57 | 633 | 14,2 | 111 |
| Sem as amostras com Tfm<100, N = 33 | | | | | | |
| Média | 0,0034 | 0,2303 | 58,06 | 535 | 17,7 | 133 |
| s | 0,00083 | 0,03259 | 8,485 | 117,5 | 4,30 | 19,4 |
| CV% | 24,32 | 14,15 | 14,61 | 21,95 | 24,32 | 14,59 |
| Mediana | 0,0033 | 0,2200 | 53,63 | 537 | 16,8 | 136 |
| Mínimo | 0,0021 | 0,1667 | 49,87 | 299 | 11,7 | 103 |
| Máximo | 0,0059 | 0,2917 | 75,10 | 771 | 30,1 | 180 |

Apêndice J: Principais relações da titulação, fibra técnica a 0,75% de NaOH

| N° Amostra | Massa (g) | de (mm) MO | L (mm) | Titulação | | | |
|---|-----------|------------|--------|-----------|-------|------|-------|
| | | | | Denier | Ts | Tf | |
| Inclusão das amostras com Tfm<100, N = 36 | | | | | | | |
| Média | 0,0035 | 0,2358 | 58,99 | 542 | 252,4 | 17,5 | 131 |
| s | 0,00091 | 0,03902 | 8,713 | 117,9 | 37,63 | 4,28 | 21,2 |
| CV% | 25,76 | 16,55 | 14,77 | 21,76 | 14,9 | 24,5 | 16,20 |
| Mediana | 0,0033 | 0,2233 | 53,67 | 540 | 246,1 | 16,7 | 134 |
| Mínimo | 0,0021 | 0,1667 | 49,87 | 299 | 194,7 | 11,7 | 89 |
| Máximo | 0,0059 | 0,3383 | 75,10 | 771 | 357,6 | 30,1 | 180 |

de – “diâmetro equivalente”

Apêndice K: Resultados do processo estatístico sobre as variáveis da fibra técnica

| Principais Variáveis | | <i>In natura</i> | Tratadas com NaOH | |
|----------------------|---------------------|-------------------------|------------------------------------|------------|
| | | | 1,5% | 0,75% |
| N inicial | | 30 | 35 | 36 |
| Teste de Dixon | Rejeitadas unidades | 03 (10%) | 01 (3%) | 01 (3%) |
| | Amostras | 23, 24, 26 | 15 | 04 |
| Coeficiente de Forma | Tf<100 unidades | 07 (23%) | 09 (26%) | 03 (8%) |
| | Amostras | 02, 04 a 06, 07, 08, 19 | 02, 03, 07, 09, 10, 13, 15, 17, 21 | 01, 04, 11 |
| | Tf>100 unidades | 20 (67%) | 26 (74%) | 33 (92%) |

**Apêndice L: Áreas da seção transversal da fibra técnica *in natura*,
diferentes métodos**

| N° Amostra | "Diâmetro equivalente" | Massa específica por picnometria | | |
|-----------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| | Microscopia ótica | Gás Hélio | Água | Hexano |
| | 10 ⁻⁴ cm ² | 10 ⁻⁴ cm ² | 10 ⁻⁴ cm ² | 10 ⁻⁴ cm ² |
| 1 | 2,405 | 1,018 | 1,797 | 1,561 |
| 2 | 2,405 | 1,100 | 1,942 | 1,687 |
| 3 | 3,089 | 1,820 | 3,213 | 2,791 |
| 4 | 4,714 | 1,568 | 2,767 | 2,404 |
| 5 | 1,807 | 5,549 | 9,795 | 8,509 |
| 6 | 2,405 | 1,467 | 2,589 | 2,249 |
| 7 | 4,276 | 2,367 | 4,178 | 3,630 |
| 8 | 4,714 | 1,860 | 3,283 | 2,852 |
| 9 | 4,276 | 1,942 | 3,428 | 2,978 |
| 10 | 2,405 | 1,227 | 2,167 | 1,882 |
| 11 | 5,174 | 2,217 | 3,913 | 3,400 |
| 12 | 2,737 | 2,287 | 4,037 | 3,507 |
| 13 | 3,464 | 3,232 | 5,705 | 4,956 |
| 14 | 4,276 | 2,182 | 3,851 | 3,346 |
| 15 | 6,158 | 1,943 | 3,430 | 2,980 |
| 16 | 3,464 | 4,072 | 7,188 | 6,245 |
| 17 | 4,714 | 2,969 | 5,240 | 4,552 |
| 18 | 4,276 | 2,959 | 5,223 | 4,538 |
| 19 | 6,681 | 3,670 | 6,478 | 5,626 |
| 20 | 5,655 | 3,498 | 6,174 | 5,364 |
| Índices estatísticos | | | | |
| Média | 3,95 | 2,45 | 4,32 | 3,75 |
| s | 1,37 | 1,14 | 2,00 | 1,74 |
| CV (%) | 34,68 | 46,39 | 46,39 | 46,39 |
| Mediana | 4,28 | 2,20 | 3,88 | 3,37 |
| Mínimo | 1,81 | 1,02 | 1,80 | 1,56 |
| Máximo | 6,68 | 5,55 | 9,79 | 8,51 |

Apêndice M: Áreas da seção transversal da fibra técnica tratada a 1,50% em NaOH, diferentes métodos

| N° Amostra | "Diâmetro equivalente" | Massa específica por picnometria | | |
|-----------------------------|------------------------|----------------------------------|------------------------|------------------------|
| | Microscopia ótica | Gás Hélio | Água | Hexano |
| | 10^{-4} cm^2 | 10^{-4} cm^2 | 10^{-4} cm^2 | 10^{-4} cm^2 |
| 1 | 6,683 | 4,994 | 8,019 | 11,610 |
| 2 | 6,683 | 3,606 | 5,789 | 8,382 |
| 3 | 6,683 | 3,343 | 5,369 | 7,773 |
| 4 | 4,714 | 2,674 | 4,294 | 6,217 |
| 5 | 2,738 | 2,935 | 4,713 | 6,824 |
| 6 | 5,654 | 4,084 | 6,559 | 9,496 |
| 7 | 4,275 | 3,078 | 4,942 | 7,156 |
| 8 | 1,807 | 1,852 | 2,974 | 4,305 |
| 9 | 4,714 | 3,858 | 6,195 | 8,970 |
| 10 | 3,464 | 2,229 | 3,579 | 5,182 |
| 11 | 3,088 | 1,862 | 2,991 | 4,330 |
| 12 | 4,494 | 3,755 | 6,030 | 8,730 |
| 13 | 3,275 | 1,907 | 3,062 | 4,434 |
| 14 | 6,683 | 3,140 | 5,042 | 7,301 |
| 15 | 4,494 | 3,583 | 5,754 | 8,331 |
| 16 | 4,036 | 3,687 | 5,920 | 8,571 |
| 17 | 3,142 | 2,492 | 4,001 | 5,793 |
| 18 | 3,142 | 4,117 | 6,611 | 9,571 |
| 19 | 2,270 | 2,390 | 3,838 | 5,557 |
| 20 | 4,275 | 3,076 | 4,939 | 7,151 |
| 21 | 4,780 | 3,677 | 5,904 | 8,547 |
| 22 | 3,573 | 4,578 | 7,351 | 10,643 |
| 23 | 2,183 | 1,431 | 2,297 | 3,326 |
| 24 | 2,094 | 2,622 | 4,210 | 6,095 |
| 25 | 0,684 | 2,085 | 3,348 | 4,847 |
| Índices estatísticos | | | | |
| Média | 3,99 | 3,08 | 4,95 | 7,26 |
| s | 1,64 | 0,92 | 1,48 | 2,13 |
| CV (%) | 41,11 | 29,91 | 29,91 | 29,37 |
| Mediana | 4,04 | 3,08 | 4,94 | 7,22 |
| Mínimo | 0,68 | 1,43 | 2,30 | 3,33 |
| Máximo | 6,68 | 4,99 | 8,02 | 11,61 |

Apêndice N: Áreas da seção transversal da fibra técnica tratada a 0,75% em NaOH, diferentes métodos

| N° Amostra | “Diâmetro equivalente” | Massa específica por picnometria | | |
|-----------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| | Microscopia ótica | Gás Hélio | Água | Hexano |
| | 10 ⁻⁴ cm ² | 10 ⁻⁴ cm ² | 10 ⁻⁴ cm ² | 10 ⁻⁴ cm ² |
| 1 | 5,175 | 4,559 | 6,046 | 9,728 |
| 2 | 6,210 | 3,738 | 4,957 | 7,976 |
| 3 | 5,654 | 3,126 | 4,146 | 6,672 |
| 4 | 6,158 | 5,634 | 7,472 | 12,022 |
| 5 | 3,464 | 2,890 | 3,833 | 6,167 |
| 6 | 2,568 | 2,185 | 2,898 | 4,664 |
| 7 | 6,158 | 4,405 | 5,842 | 9,400 |
| 8 | 5,174 | 3,555 | 4,714 | 7,585 |
| 9 | 4,714 | 4,259 | 5,649 | 9,088 |
| 10 | 4,714 | 4,691 | 6,221 | 10,010 |
| 11 | 4,714 | 2,929 | 3,885 | 6,251 |
| 12 | 4,714 | 2,607 | 3,457 | 5,562 |
| 13 | 6,683 | 2,422 | 3,212 | 5,167 |
| 14 | 3,916 | 5,588 | 7,411 | 11,925 |
| 15 | 2,359 | 3,557 | 4,717 | 7,589 |
| 16 | 4,909 | 4,590 | 6,088 | 9,795 |
| 17 | 3,464 | 3,949 | 5,238 | 8,428 |
| 18 | 2,183 | 4,122 | 5,466 | 8,795 |
| 19 | 3,688 | 3,900 | 5,172 | 8,322 |
| 20 | 3,688 | 4,261 | 5,652 | 9,093 |
| 21 | 3,142 | 3,421 | 4,537 | 7,300 |
| 22 | 3,688 | 4,682 | 6,210 | 9,991 |
| 23 | 3,039 | 3,779 | 5,012 | 8,065 |
| 24 | 4,780 | 4,501 | 5,969 | 9,604 |
| 25 | 4,909 | 5,561 | 7,375 | 11,867 |
| 26 | 3,464 | 3,429 | 4,548 | 7,317 |
| 27 | 3,801 | 4,162 | 5,520 | 8,881 |
| 28 | 3,573 | 3,926 | 5,207 | 8,377 |
| 29 | 3,801 | 3,531 | 4,682 | 7,534 |
| 30 | 3,688 | 3,431 | 4,551 | 7,322 |
| 31 | 3,039 | 2,991 | 3,967 | 6,383 |
| 32 | 3,142 | 4,061 | 5,386 | 8,665 |
| 33 | 5,726 | 4,629 | 6,139 | 9,878 |
| Índices estatísticos | | | | |
| Média | 4,25 | 3,91 | 5,19 | 8,35 |
| s | 1,19 | 0,86 | 1,14 | 1,83 |
| CV % | 27,96 | 21,95 | 21,95 | 21,95 |
| Mediana | 3,80 | 3,93 | 5,21 | 8,377 |
| Mínimo | 2,18 | 2,19 | 2,90 | 4,664 |
| Máximo | 6,68 | 5,63 | 7,47 | 12,022 |

Apêndice O: Ensaio de tração, fibra técnica *in natura*

| Amostra | Deformação específica | MOE | Resistência | | | |
|-----------------------------|-----------------------|-------|-------------------|------------|-----------|--------------|
| | | | Microscopia Ótica | Pic. à gás | Pic. água | Pic. tolueno |
| | (%) | (Gpa) | (MPa) | (MPa) | (MPa) | (MPa) |
| 1 | 1,90 | 31,44 | 84,9 | 557,2 | 70,7 | 48,9 |
| 2 | 2,33 | 23,99 | 89,2 | 542,1 | 103,0 | 71,1 |
| 3 | 1,27 | 16,19 | 52,4 | 195,3 | 65,2 | 45,1 |
| 4 | 2,29 | 10,29 | 75,4 | 232,1 | 82,8 | 57,2 |
| 5 | 1,16 | 6,86 | 156,6 | 77,3 | 91,0 | 6,3 |
| 6 | 4,02 | 22,44 | 143,5 | 553,2 | 123,7 | 85,5 |
| 7 | 3,78 | 20,21 | 402,9 | 727,6 | 348,5 | 240,7 |
| 8 | 3,70 | 18,10 | 671,3 | 652,2 | 407,9 | 281,8 |
| 9 | 3,72 | 14,30 | 222,2 | 539,3 | 169,1 | 116,8 |
| 10 | 4,21 | 35,50 | 517,9 | 1462,1 | 501,3 | 346,2 |
| 11 | 3,12 | 10,12 | 232,4 | 323,7 | 239,9 | 165,7 |
| 12 | 4,04 | 17,74 | 363,8 | 715,0 | 271,2 | 187,3 |
| 13 | 2,12 | 11,00 | 207,1 | 209,9 | 221,5 | 153,0 |
| 14 | 3,53 | 19,63 | 215,8 | 660,9 | 286,0 | 197,5 |
| 15 | 2,75 | 19,32 | 191,2 | 442,3 | 149,4 | 103,2 |
| 16 | 4,35 | 12,92 | 597,7 | 592,4 | 407,5 | 281,5 |
| 17 | 3,54 | 21,15 | 678,6 | 718,2 | 532,9 | 368,1 |
| 18 | 2,89 | 28,25 | 682,4 | 724,6 | 324,3 | 224,0 |
| 19 | 3,91 | 12,64 | 781,3 | 483,2 | 462,1 | 319,1 |
| 20 | 2,48 | 8,74 | 80,3 | 101,6 | 69,5 | 48,0 |
| Índices estatísticos | | | | | | |
| Média | 3,06 | 18,04 | 322,4 | 525,5 | 246,37 | 167,3 |
| s | 0,975 | 7,674 | 244,29 | 307,51 | 155,91 | 111,33 |
| CV % | 31,90 | 42,53 | 75,78 | 58,52 | 63,28 | 66,53 |
| Mínimo | 1,16 | 6,86 | 52,4 | 77,3 | 65,2 | 6,3 |
| Máximo | 4,35 | 35,50 | 781,3 | 1462,1 | 532,9 | 368,1 |

Apêndice P: Ensaio de tração, fibra técnica tratada à 1,50% de NaOH

| Amostra | Deformação específica | MOE | Resistência | | | |
|-----------------------------|-----------------------|-------|-------------------|------------|-----------|--------------|
| | | | Microscopia Ótica | Pic. à gás | Pic. água | Pic. tolueno |
| | (%) | (Gpa) | (MPa) | (MPa) | (MPa) | (MPa) |
| 1 | 3,10 | 12,88 | 310,4 | 415,3 | 258,7 | 178,7 |
| 2 | 1,70 | 17,52 | 115,6 | 214,2 | 133,4 | 92,1 |
| 3 | 2,82 | 14,74 | 196,6 | 393,0 | 244,7 | 169,0 |
| 4 | 3,74 | 12,72 | 185,6 | 327,1 | 203,7 | 140,7 |
| 5 | 2,40 | 13,42 | 343,8 | 320,7 | 199,7 | 138,0 |
| 6 | 3,09 | 14,18 | 257,2 | 356,0 | 221,7 | 153,1 |
| 7 | 3,38 | 15,00 | 374,5 | 520,1 | 323,9 | 223,7 |
| 8 | 2,55 | 17,96 | 447,2 | 436,4 | 271,7 | 187,7 |
| 9 | 2,92 | 13,65 | 314,2 | 384,0 | 239,1 | 165,1 |
| 10 | 3,36 | 15,20 | 277,7 | 420,0 | 268,8 | 185,6 |
| 11 | 2,64 | 16,98 | 264,5 | 438,6 | 273,0 | 188,6 |
| 12 | 3,17 | 15,28 | 404,1 | 483,7 | 301,2 | 208,0 |
| 13 | 2,97 | 19,76 | 344,8 | 592,2 | 368,8 | 254,7 |
| 14 | 2,61 | 14,73 | 182,3 | 388,0 | 241,6 | 166,9 |
| 15 | 3,77 | 14,63 | 399,6 | 501,2 | 312,1 | 215,5 |
| 16 | 5,27 | 13,92 | 301,8 | 348,0 | 205,8 | 142,1 |
| 17 | 2,80 | 15,73 | 310,5 | 391,5 | 243,8 | 168,4 |
| 18 | 3,94 | 12,70 | 410,5 | 313,3 | 195,1 | 134,8 |
| 19 | 3,26 | 14,25 | 505,8 | 480,4 | 299,1 | 206,6 |
| 20 | 2,40 | 12,50 | 245,0 | 340,5 | 212,0 | 146,5 |
| 21 | 3,20 | 15,94 | 345,6 | 449,3 | 279,8 | 193,3 |
| 22 | 1,54 | 13,50 | 302,7 | 235,2 | 147,1 | 101,6 |
| 23 | 2,52 | 21,58 | 404,6 | 617,3 | 384,5 | 265,6 |
| 24 | 3,25 | 17,03 | 696,8 | 556,5 | 346,6 | 239,4 |
| 25 | 2,91 | 14,74 | 119,9 | 393,3 | 244,9 | 169,2 |
| Índices estatísticos | | | | | | |
| Média | 3,08 | 15,22 | 322,5 | 412,6 | 256,9 | 177,4 |
| s | 0,922 | 2,237 | 125,08 | 99,63 | 62,38 | 43,08 |
| CV % | 29,91 | 14,69 | 38,79 | 24,14 | 24,29 | 24,28 |
| Mínimo | 1,43 | 12,50 | 115,55 | 214,2 | 133,40 | 92,13 |
| Máximo | 4,99 | 21,58 | 696,80 | 617,3 | 384,55 | 265,58 |

Apêndice Q: Ensaio de tração, fibra técnica tratada à 0,75% em NaOH

| Amostra | Deformação específica | MOE | Resistência | | | |
|-----------------------------|-----------------------|-------|-------------------|------------|-----------|--------------|
| | | | Microscopia Ótica | Pic. à gás | Pic. água | Pic. tolueno |
| | (%) | (Gpa) | (MPa) | (MPa) | (MPa) | (MPa) |
| 1 | 4,55 | 12,74 | 423,6 | 480,8 | 362,6 | 225,3 |
| 2 | 4,12 | 11,52 | 228,9 | 380,3 | 286,8 | 274,8 |
| 3 | 3,00 | 13,01 | 179,2 | 324,1 | 244,4 | 213,1 |
| 4 | 3,60 | 12,89 | 358,2 | 391,5 | 295,2 | 84,3 |
| 5 | 3,52 | 12,91 | 297,9 | 357,1 | 269,2 | 357,7 |
| 6 | 4,18 | 13,78 | 468,4 | 550,5 | 415,0 | 221,3 |
| 7 | 5,10 | 10,91 | 250,5 | 350,2 | 264,1 | 128,0 |
| 8 | 3,30 | 13,34 | 292,9 | 426,9 | 321,5 | 203,4 |
| 9 | 4,34 | 13,23 | 308,4 | 367,9 | 257,4 | 166,8 |
| 10 | 3,70 | 10,65 | 301,2 | 307,8 | 228,2 | 145,3 |
| 11 | 3,60 | 12,83 | 247,2 | 397,8 | 299,9 | 22,7 |
| 12 | 3,10 | 14,44 | 228,0 | 412,2 | 310,9 | 209,5 |
| 13 | 2,10 | 15,16 | 141,4 | 252,5 | 294,2 | 208,0 |
| 14 | 6,40 | 12,43 | 527,0 | 369,3 | 278,5 | 79,2 |
| 15 | 3,90 | 17,52 | 953,8 | 632,6 | 477,0 | 272,0 |
| 16 | 4,20 | 14,14 | 506,1 | 541,2 | 408,0 | 229,7 |
| 17 | 3,80 | 14,60 | 477,9 | 419,2 | 316,1 | 294,8 |
| 18 | 4,90 | 13,45 | 900,0 | 476,7 | 359,5 | 188,2 |
| 19 | 3,80 | 15,01 | 620,3 | 586,6 | 442,3 | 236,1 |
| 20 | 4,30 | 13,20 | 644,9 | 558,2 | 420,8 | 251,6 |
| 21 | 3,60 | 17,51 | 566,6 | 520,4 | 392,4 | 325,8 |
| 22 | 4,30 | 14,03 | 673,1 | 530,2 | 399,8 | 178,2 |
| 23 | 4,60 | 11,58 | 749,4 | 486,4 | 454,4 | 307,8 |
| 24 | 6,40 | 16,07 | 652,3 | 698,4 | 522,4 | 237,1 |
| 25 | 4,50 | 12,39 | 544,7 | 483,6 | 362,5 | 262,8 |
| 26 | 2,70 | 16,47 | 326,5 | 329,8 | 248,7 | 365,4 |
| 27 | 4,90 | 14,13 | 679,2 | 620,3 | 467,7 | 127,4 |
| 28 | 3,50 | 15,35 | 568,5 | 517,4 | 390,1 | 308,2 |
| 29 | 3,20 | 16,67 | 427,0 | 459,7 | 346,7 | 269,6 |
| 30 | 4,10 | 14,60 | 523,5 | 562,7 | 424,2 | 221,7 |
| 31 | 3,90 | 16,19 | 657,8 | 668,3 | 503,9 | 302,5 |
| 32 | 2,40 | 12,49 | 398,6 | 308,4 | 232,5 | 230,7 |
| 33 | 4,70 | 13,27 | 448,8 | 555,1 | 418,6 | 126,8 |
| Índices estatísticos | | | | | | |
| Média | 4,01 | 13,89 | 471,9 | 464,4 | 355,0 | 220,5 |
| s | 0,9370 | 1,775 | 201,64 | 113,59 | 83,83 | 80,16 |
| CV % | 23,37 | 12,78 | 42,73 | 24,46 | 23,61 | 36,36 |
| Máximo | 6,40 | 17,52 | 953,4 | 698,4 | 522,4 | 365,4 |
| Mínimo | 2,10 | 10,65 | 141,4 | 252,5 | 228,2 | 22,7 |