



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

DESENVOLVIMENTO DE BIOPRODUTOS A PARTIR DE FIBRAS DE  
FRUTOS DE *Euterpe precatoria*, *Paullinia cupana*, *Astrocaryum aculeatum* E  
POLIPROPILENO

DORIAN LESCA DE OLIVEIRA  
DOUTORADO

Manaus/AM  
Fevereiro/2024

DORIAN LESCA DE OLIVEIRA

DESENVOLVIMENTO DE BIOPRODUTOS A PARTIR DE FIBRAS DE  
FRUTOS DE *Euterpe precatória*, *Paullinia cupana*, *Astrocaryum aculeatum* E  
POLIPROPILENO

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-  
Graduação em Química da Universidade Federal do  
Amazonas na Linha de Pesquisa de Métodos Analíticos  
e Estudos Ambientais.

Dr. GENILSON PEREIRA SANTANA  
Orientador

Manaus  
Fevereiro/2024

## Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

O48d Oliveira, Dorian Lesca de  
Desenvolvimento de bioprodutos a partir de fibras de frutos de Euterpe precatoria, Paullinia cupana, Astrocaryum aculeatum e polipropileno / Dorian Lesca de Oliveira . 2024  
82 f.: il. color; 31 cm.

Orientador: Genilson Pereira Santana  
Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal do Amazonas.

1. Resíduos. 2. açaí. 3. tucumã. 4. guaraná. 5. fibras lignocelulósicas. I. Santana, Genilson Pereira. II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

## DORIAN LESCA DE OLIVEIRA

Desenvolvimento de bioprodutos a partir de fibras de frutos de *Euterpe precatoria*,  
*Paullinia cupana*, *Astrocaryum aculeatum* e polipropileno

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Amazonas na Linha de Pesquisa de Métodos Analíticos e Estudos Ambientais.

## BANCA EXAMINADORA

15/03/2024, 21:17

SEI/UFAM - 1939043 - Ata



Documento assinado eletronicamente por **Genilson Pereira Santana, Professor do Magistério Superior**, em 04/03/2024, às 08:22, conforme horário oficial de Manaus, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Alisson Meza Novais, Professor do Magistério Superior**, em 04/03/2024, às 09:08, conforme horário oficial de Manaus, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Neila de Almeida Braga, Professor do Magistério Superior**, em 04/03/2024, às 12:29, conforme horário oficial de Manaus, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Flávio Augusto de Freitas, Usuário Externo**, em 06/03/2024, às 14:31, conforme horário oficial de Manaus, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Lizandro Manzato, Usuário Externo**, em 15/03/2024, às 15:12, conforme horário oficial de Manaus, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---

*“Dedico a minha família”.*

## AGRADECIMENTOS

À Deus, por mais uma oportunidade de desenvolvimento profissional e pessoal.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas, *Campus* Manaus Centro (IFAM/CMC), pelo incentivo à qualificação e fortalecimento do desenvolvimento institucional.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Genilson Pereira Santana, pela valiosa orientação no decorrer da pesquisa.

A Universidade Federal do Amazonas (UFAM) por intermédio da Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação (PROPESP) e do Programa de Pós-Graduação em Química (PPGQ) pelo estímulo à pesquisa e à formação de Doutores em Química na região Amazônica.

Aos membros da banca examinadora da defesa da tese e da qualificação pela disponibilidade e interesse em avaliar o projeto.

Ao meu filho Sávio por ter sido o estímulo para superação dos desafios diários.

A minha mãe Cleide por ter me conduzido pelos bons caminhos da vida.

Ao meu companheiro Cledson pelo incentivo, compreensão e apoio no desenvolvimento do projeto.

A minha irmã Denise e minha sobrinha Bianca pela ajuda em momentos de dificuldades.

Aos colegas das turmas de 2019 e 2020: Marcos, Elton, Augusto, João, Leylane, Luiz, Priscila, José, Anny, Franklin, Lilyanne, Ivana, Sara, Flávia, Luane e Rayanne pela troca de experiências acadêmicas e profissionais.

Ao Sr. Francisco Daou, proprietário da empresa Waku Sese Amazônia, e aos gerentes: Sr. Viana e Sra. Kátia, pela doação das amostras de açaí, e a D. Valda, pela doação das amostras de pupunha e buriti, que infelizmente não puderam ser utilizadas nessa pesquisa, pois fungaram

em virtude das restrições de acesso a UFAM em 2020 e 2021 ocasionadas pela pandemia de Covid-19.

Ao Sr. João do estabelecimento Açaí da Codajás pela doação das amostras de açaí de Anori, ao meu orientador pela doação das amostras de tucumã e guaraná (obtidas na Magama industrial).

Ao Sr. Clementino pelo auxílio na fragmentação das amostras de tucumã.

A Tutiplast Indústria e Comércio Ltda pela parceria que tornou possível a realização da injeção plástica para obtenção dos bioprodutos.

Aos servidores do IFAM: Sr. Afrânio da Gerência de Manutenção, Profa. Dra. Rogete e a técnica administrativa Maria Carolina ambas do Departamento de Química, Alimentos e Ambiente (DQA), pelo apoio ao início da parte experimental da pesquisa concedendo autorização para utilização das dependências da instituição.

A Profa. Dra. Jaqueline Bezerra (IFAM/CMC), pelo auxílio na moagem das amostras e nas análises de Difração de Raios X (DRX) na Central Analítica do DQA, mostrando-se sempre disposta em apoiar as pesquisas no âmbito institucional.

Aos técnicos dos laboratórios do IFAM: Marcos Túlio e Thamiris do DQA; Daniel e Thammi do Departamento Acadêmico de Infraestrutura pelo apoio em algumas atividades de caracterização das amostras.

A Isadora Moita do Laboratório de Química de Produtos Naturais da UFAM pelo acompanhamento na moagem das amostras e pela troca de experiências acadêmicas.

A equipe do Centro de Biotecnologia do Amazonas: engenheiros de bioprocessos (Vanessa Leal e Daniel Nascimento), MSc. (Aldemir, Silma e Wyvir) e aos Drs. (Flávio Augusto e Edson Pablo) por conceder o uso das instalações da instituição para realização das análises lignocelulósicas.

A técnica em microscopia, Aldenora dos Santos, do Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos, da Universidade do Estado do Amazonas (UEA), pelo apoio na realização das análises de microscopia eletrônica de varredura.

Ao Prof. Dr. Lizandro Manzato e MSc. Igor Pinto do Polo de Inovação do IFAM pelo apoio na realização das análises termogravimétricas.

As contribuições teóricas realizadas pelos colegas do IFAM (MSc. Álefe, MSc. Luz Marina e Dra. Fernanda Villani), INPA (MSc. Cristiano do Nascimento), Inovameta (MSc. Hilton), UFAM (técnico em laboratório Sanley), UFRJ (Dra. Cristiane Ximenes), Shimadzu do Brasil (Engenheiro Gilvando) e do Programa de Pós-Graduação em Física (MSc. Roberta Bernardino).

Ao Dr. Antônio Cláudio Kieling e acadêmicas do curso de engenharia mecânica Ana Pestana e Adrielle Ferreira da Escola Superior de Tecnologia (EST) da UEA pelo auxílio na elaboração dos corpos de provas.

Ao Prof. Dr. José Costa Neto por ter cedido o espaço do Laboratório de Pesquisa & Desenvolvimento (P & D/EST-UEA) para realização dos ensaios mecânicos.

Ao engenheiro de materiais Renato Moreira do P & D/EST-UEA, pelo acompanhamento nos ensaios mecânicos de tração e flexão.

Ao Prof. Dr. Sérgio Duvoisin (EST-UEA) e ao MSc. Rudyere Nascimento (Laboratório de Eletroquímica e Energia da UFAM) pelo apoio na realização das análises de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier em modo de reflectância total atenuada.

Enfim, agradeço a todos que contribuíram direta ou indiretamente para realização dessa pesquisa.

*Não é sobre cuidar da natureza, e sim sobre preservar o planeta e a humanidade.*

*(Domingos J. A. Neto).*

## RESUMO

Resíduos agroindustriais de açai (*Euterpe precatoria*), tucumã (*Astrocaryum aculeatum*) e guaraná (*Paullinia cupana* var. *sorbilis* (Mart.) Ducke, sinônimo *Paullinia cupana*) são descartados, na maioria das vezes, de forma inadequada contribuindo para a poluição do ambiente. A fim de apresentar uma solução para esse problema desenvolveram-se bioprodutos (biocompósitos) com resíduos fibrosos de açai, guaraná, tucumã e polipropileno (PP). Dessa forma, foram produzidas diferentes combinações de bioprodutos por injeção plástica, em uma empresa do Polo Industrial de Manaus. As características físico-químicas, morfológicas e térmicas dos bioprodutos foram determinadas por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier - reflectância total atenuada (FTIR-ATR), microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e propriedades mecânicas: tração e flexão. Os resultados mostram que nos bioprodutos não há formação de novas fases cristalinas durante a injeção plástica. As análises termogravimétricas indicam que o início da decomposição do PP ocorre em aproximadamente 397 °C e finaliza a 475 °C, enquanto nos bioprodutos ocorre a 300 °C, e finaliza em cerca de 475 °C. As transformações térmicas para o PP ocorrem a 437,3 °C e para os bioprodutos de 167,8 °C a 464,0 °C. Os testes mecânicos de tração mostram que a ruptura dos bioprodutos ocorrem com a formação de microvazios típicos de conglomerados com fases distintas. Além disso, os bioprodutos produzidos apresentam resistência à tração inferior ao PP. Mas o mesmo não pode ser afirmado para a flexão, cujos bioprodutos possuem praticamente a mesma flexão que o PP. Apesar dos resultados obtidos nos testes mecânicos, os bioprodutos ainda pode ser considerados materiais aplicáveis em produtos plásticos menos exigentes em termos de tração e flexão. Essa afirmação se baseia na redução em cerca de 10 % de PP, além de introduzir matéria-prima sustentável na composição das matrizes poliméricas usadas na indústria de injeção plástica.

**Palavras-chaves:** resíduos, açai, tucumã, guaraná, fibras lignocelulósicas.

## ABSTRACT

Agroindustrial waste from açai (*Euterpe precatoria*), tucumã (*Astrocaryum aculeatum*), and guaraná (*Paullinia cupana* var. *sorbilis* (Mart.) Ducke, synonym *Paullinia cupana*) are discarded, most of the time, inappropriately, contributing to environmental pollution. In order to present a solution to this problem, bioproducts (biocomposites) were developed with fibrous waste from açai, guaraná, tucumã and polypropylene (PP). In this way, different combinations of bioproducts were produced by plastic injection, in a company in the Manaus Industrial Complex. The physicochemical, morphological, and thermal characteristics of the bioproducts were determined by Fourier transform infrared spectroscopy – attenuated total reflectance (FTIR-ATR), scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC) and mechanical properties: tension and flexion. The results show that in bioproducts there is no formation of new crystalline phases during plastic injection. Thermogravimetric analyses indicate that the beginning of the decomposition of PP occurs at approximately 397 °C and ends at 475 °C, while in bioproducts it occurs at 300 °C, and ends at around 475 °C. Thermal transformations for PP occur at 437,3 °C and for bioproducts from 167,8 °C to 464,0 °C. Mechanical tensile tests show that the rupture of bioproducts occurs with the formation of microvoids typical of conglomerates with different phases. Despite this, the bioproducts produced have lower tensile strength than PP. But the same cannot be said for flexure, whose bioproducts have practically the same flexure as PP. Despite the results obtained in mechanical tests, bioproducts can still be considered materials applicable in plastic products that are less demanding in terms of traction and flexion. This statement is based on the reduction of around 10 % of PP, in addition to introducing sustainable raw materials into the composition of polymer matrices used in the plastic injection industry.

Keywords: waste, açai, tucumã, guaraná, lignocellulosic fibers.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Modelo de transição da economia linear para economia circular (COMETAIS, 2021).....	18
Figura 2. Frutos de açaí maduros (RODRÍGUEZ <i>et al.</i> , 2015).....	20
Figura 3. Arbustos com frutos de guaraná em Maués - AM, Brasil (SHUTTERLOCK, 2024).....	21
Figura 4. Fruto do tucumã semidescascado e em corte transversal (SHUTTERLOCK, 2024) .....	21
Figura 5. Material lignocelulósico: estrutura de uma fibra natural vegetal (adaptado de IEA BIOENERGY, 2014).....	22
Figura 6. Estrutura química da (a) celulose, (b) hemicelulose e (c) lignina (MAURYA e MANIK, 2023).....	23
Figura 7. Mecanismo de acoplamento do PPAM com fibras celulósicas (SANTOS <i>et al.</i> , 2010).....	24
Figura 8. Ciclo de operações na moldagem por injeção (GRANADO, 2010).....	25
Figura 9. Polimerização do propileno para obtenção do PP (DALLAMUTA <i>et al.</i> , 2020).	26
Figura 10. Formas isotáticas, sindiotáticas e atáticas em polímeros vinílicos (BRYDSON, 1999).....	26
Figura 11. Grãos de PP para injeção plástica (SHUTTERLOCK, 2024).....	27
Figura 12. Micrografias da seção transversal do compósito madeira-plástica (10% pET + 90% PP <sub>r</sub> ) com ampliação da esquerda para direita (KIELING <i>et al.</i> , 2021).....	31
Figura 13. Micrografias do compósito de PP sem agente de acoplamento com 60% RSTC (AYRILMIS <i>et al.</i> , 2012).....	32
Figura 14. Resíduos de (a) sementes e fibras mesocárpicas dos frutos de <i>E. precatória</i> (b) endocarpos de <i>A. aculeatum</i> e (c) sementes de <i>P. cupana</i> (Próprio Autor, 2021).....	33
Figura 15. Amostras em triplicatas para determinação do teor de umidade (Próprio Autor, 2021).....	34
Figura 16. Sistema para análise do teor de extrativos nas amostras de <i>E. precatória</i> , <i>A. aculeatum</i> e <i>P. cupana</i> (Próprio Autor, 2021).....	35

Figura 17. Análise de lignina (a) aquecimento e refluxo das amostras de <i>A. aculeatum</i> , (b) filtração a vácuo da amostra de <i>P. cupana</i> e (c) conjunto funil-lignina da amostra de <i>E. precatória</i> após pesagem (Próprio Autor, 2021).....	37
Figura 18. Análise de holocelulose (a) conjunto erlenmeyer-reagentes-amostra de <i>E. precatória</i> , (b) filtração a vácuo da amostra de <i>A. aculeatum</i> e (c) conjunto funil-holocelulose da amostra de <i>P. cupana</i> (Próprio Autor, 2021).....	38
Figura 19. Holocelulose da amostra de <i>E. precatória</i> em contato com a solução alcalina (Próprio Autor, 2021).....	40
Figura 20. Alfacelulose da amostra de <i>A. aculeatum</i> (Próprio Autor, 2021).....	40
Figura 21. Porta-amostra de alumínio com amostra de <i>A. aculeatum</i> (Próprio Autor, 2021).....	42
Figura 22. Amostra A, G, T (fibras curtas lignocelulósicas) e PP (Próprio Autor, 2023)..	43
Figura 23. Etapas de obtenção dos corpos de provas para os ensaios de tração e flexão (Próprio Autor, 2023).....	45
Figura 24. Quantidade de celulose, hemicelulose e lignina das fibras de <i>E. precatória</i> , <i>P. cupana</i> e <i>A. aculeatum</i> e (Próprio Autor, 2022).....	47
Figura 25. Difrátogramas das fibras de <i>E. precatória</i> , <i>P. cupana</i> e <i>A. Aculeatum</i> (Próprio Autor, 2022).....	48
Figura 26. Figura 26. Amostras de <i>E. precatória</i> (c; f), <i>P. cupana</i> (a; d), <i>A. aculeatum</i> (b; e) submetidas a MEV e MLO (Próprio Autor, 2021 e 2023).....	49
Figura 27. Micrografias com magnificação (x45), distância de trabalho média (10,4 mm) para <i>E. precatória</i> : (a) <i>in natura</i> ; (b) aquecida a 200 °C (Próprio Autor, 2021).....	49
Figura 28. Micrografias com magnificação e distância de trabalho médias de: x321 e 10,2 mm, respectivamente, para <i>P. cupana</i> : (a) <i>in natura</i> ; (b) aquecida a 200 °C (Próprio Autor, 2021).....	50
Figura 29. Figura 29. Micrografias com magnificação e distância de trabalho médias de: x1250 e 8,8 mm, respectivamente, para <i>A. aculeatum</i> : (a) <i>in natura</i> ; (b) aquecida a 200 °C (Próprio Autor, 2021).....	50
Figura 30. Termogramas para as fibras de <i>E. precatória</i> , <i>P. cupana</i> e <i>A. Aculeatum</i> (Próprio Autor, 2022).....	51
Figura 31. Curvas de DSC para as fibras de <i>E. precatória</i> , <i>P. cupana</i> e <i>A. Aculeatum</i> (Próprio Autor, 2022).....	52

Figura 32. Espectros de FTIR para as fibras de: (a) <i>E. precatoria</i> ; (b) <i>A. aculeatum</i> e (c) <i>P. cupana in natura</i> e após aquecimento a 200 °C (Próprio Autor, 2022).....	<b>53</b>
Figura 33. Espectros de FTIR de PP e bioprodutos com fibras de <i>E. precatoria</i> (açai, A), <i>P. cupana</i> (guaraná, G) e <i>A. aculeatum</i> (tucumã, T) (Próprio Autor, 2023) .....	<b>54</b>
Figura 34. Termogramas para o PP e bioprodutos (Próprio Autor, 2023).....	<b>55</b>
Figura 35. Curva de DSC para o PP e bioprodutos (Próprio Autor, 2023) .....	<b>57</b>
Figura 36. Figura 36. Micrografias com magnificação e distância de trabalho médias de: x31 e 44,2 mm, respectivamente das seções transversais fraturadas no ensaio de tração: (a) PP, (b) PP:A, (c) PP:G, (d) PP:T, (e) PP:A: G, (f) PP:A:T, (g) PP:G:T e (h) PP:A:G:T. ....	<b>57</b>
Figura 37. <i>Boxplot</i> para os ensaios de tração e flexão: resistência e módulo para os bioprodutos (Próprio Autor, 2023).....	<b>60</b>
Figura 38. Mini escorregador infantil confeccionado em PP (Auto Equip., 2024).....	<b>61</b>

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Exemplos de iniciativas circulares no mundo (SILVA <i>et al.</i> , 2021).....	19
Tabela 2. Compósito madeira-plástico e os resultados de algumas técnicas de caracterização (KIELING <i>et al.</i> , 2021).....	30
Tabela 3. Propriedades mecânicas de compósitos de RTSG-PP com e sem agente de acoplamento anidrido maleico (AYRILMIS <i>et al.</i> , 2012).....	32
Tabela 4. Temperaturas associadas à perda de massa do PP e bioprodutos obtidas por TGA/DTG (Próprio Autor, 2023).....	56
Tabela 5. Propriedades mecânicas de tração e flexão de PP e bioprodutos (Próprio Autor, 2023).....	58

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....</b>	<b>16</b>
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>17</b>
<b>2.1. Resíduos sólidos e o desenvolvimento sustentável.....</b>	<b>17</b>
<b>2.2. Resíduos sólidos de frutos de açaí (<i>E. precatoria</i>), guaraná (<i>P. cupana</i>) e tucumã (<i>A. aculeatum</i>).....</b>	<b>20</b>
<b>2.3. Fibras lignocelulósicas e o desenvolvimento de bioprodutos.....</b>	<b>22</b>
<b>2.4. Polipropileno: um plástico versátil.....</b>	<b>26</b>
<b>2.5. Compósitos de PP com resíduos de frutos de <i>E. precatoria</i>, <i>P. cupana</i> e <i>A. aculeatum</i>: pesquisas de referências para o desenvolvimento de bioprodutos.....</b>	<b>28</b>
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>33</b>
<b>3.1. Processamento dos resíduos sólidos dos frutos de <i>E. precatoria</i>, <i>P. cupana</i> e <i>A. aculeatum</i>.....</b>	<b>33</b>
<b>3.2. Análises das fibras dos frutos de <i>E. precatoria</i>, <i>P. cupana</i> e <i>A. aculeatum</i>.....</b>	<b>34</b>
<b>3.2.1. Análise lignocelulósica.....</b>	<b>34</b>
<b>3.2.1.1. Determinação do teor de umidade.....</b>	<b>34</b>
<b>3.2.1.2. Determinação do teor de extrativos.....</b>	<b>35</b>
<b>3.2.1.3. Determinação de lignina.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.1.4. Determinação de holocelulose.....</b>	<b>38</b>
<b>3.2.1.5. Determinação de alfacelulose.....</b>	<b>39</b>
<b>3.2.1.6. Determinação da hemicelulose.....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.2. Análise por microscopia de luz óptica (MLO).....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.3. Aquecimento em estufa.....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.4 Análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV).....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.5. Análise de difração de raios X (DRX).....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.6. Análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier.....</b>	<b>43</b>
<b>3.2.7. Análises térmicas: análise termogravimétrica (TGA) e calorimetria exploratória diferencial (DSC).....</b>	<b>43</b>

<b>3.3. Obtenção do PP e bioprodutos.....</b>	<b>43</b>
<b>3.3.1. Análise de FTIR-ATR.....</b>	<b>44</b>
<b>3.3.2. Análises térmicas: TGA e DSC.....</b>	<b>44</b>
<b>3.3.3. Ensaios mecânicos (tração e flexão) e boxplot.....</b>	<b>44</b>
<b>3.3.4. Análise de MEV.....</b>	<b>45</b>
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>46</b>
<b>4.1. Caracterização das fibras dos frutos de <i>E. precatoria</i>, <i>P. cupana</i> e <i>Astrocaryum aculeatum</i>.....</b>	<b>46</b>
<b>4.2. Caracterização do PP, bioprodutos e sugestão de aplicação.....</b>	<b>54</b>
<b>5. CONCLUSÃO.....</b>	<b>62</b>
<b>6. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS.....</b>	<b>63</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>64</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>74</b>

## 1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Ao longo dos anos, a geração e disposição inadequada de uma grande quantidade de resíduos sólidos urbanos tem sido um desafio mundial para a construção de uma sociedade sustentável. O consumo e o beneficiamento de algumas frutas tropicais geram grandes quantidades de resíduos de polpas, cascas e sementes.

A implementação de práticas sustentáveis é uma das soluções para questão da redução de resíduos, pois proporciona menor impacto ambiental decorrente das diversas atividades humanas, principalmente em áreas de florestas como a Amazônia. Além da economia de recursos naturais, geração de empregos e rendas.

No modelo da economia circular, os resíduos são reinseridos no processo produtivo, principalmente como subprodutos em um processo cíclico. Por isso, o setor privado deve exercer um papel essencial no desenvolvimento sustentável com ações que procurem aliar a atividade econômica com a preservação ambiental.

Nesse contexto, a comercialização e industrialização dos frutos amazônicos como açaí, guaraná e tucumã geram grandes quantidades de resíduos constituídos por fibras vegetais (lignocelulósicas) curtas. Essas fibras curtas podem ser reaproveitadas para produção de (bio)compósitos (bioprodutos) poliméricos usando técnicas convencionais de produção de plásticos, como extrusão e moldagem por injeção.

Por isso, a presente pesquisa tem como objetivo geral, desenvolver bioprodutos com fibras vegetais de resíduos de frutos de açaí (*Euterpe precatoria*), guaraná (*Paullinia cupana*), tucumã (*Astrocaryum aculeatum*) e PP, em diferentes combinações, utilizando moldagem por injeção plástica em uma empresa do Polo Industrial de Manaus (PIM). Portanto, os objetivos específicos são:

- Contribuir com uma proposta de redução de resíduos dos frutos de *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum* no ambiente;
- Caracterizar as fibras vegetais de *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum* utilizando análises lignocelulósicas e técnicas de: FTIR-ATR, MEV, DRX, TGA, DSC e MLO (microscopia de luz óptica);
- Avaliar as características físico-químicas, morfológicas e térmicas dos bioprodutos utilizando: FTIR-ATR, MEV, TGA, DSC, além de ensaios mecânicos de tração e flexão.

## **2. REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1. Resíduos sólidos e o desenvolvimento sustentável**

Um dos grandes problemas da atualidade corresponde a questão dos resíduos sólidos urbanos, gerados diariamente em grandes quantidades causando diversos danos ao ambiente (ARANTES *et al.*, 2021). No Brasil, esse cenário é mais grave quando se consideram os baixos níveis de reciclagem e reaproveitamento (VALÉRIO *et al.*, 2021).

Para Fetene e colaboradores (2018), a redução de resíduos pelo reaproveitamento e reciclagem é a base do desenvolvimento sustentável, pois torna o setor de resíduos mais ecológico devido à valorização destes passivos ambientais como matérias-primas. Dessa forma, a reciclagem pode contribuir significativamente para redução dos impactos ambientais. Nesse sentido, Valério e colaboradores (2021) destacam a necessidade de apropriação da responsabilidade ambiental e de mecanismos de participação cidadã para que as ações ambientais passem do nível conceitual para o nível transformador. Portanto, o setor privado deve desempenhar um papel central no desenvolvimento sustentável, não apenas em termos de crescimento econômico, mas também em termos das necessidades ambientais e sociais do século XXI (SULLIVAN *et al.*, 2018).

O modelo de economia circular vem ganhando destaque como fator chave para impulsionar o desenvolvimento sustentável. Reduzir consumo de matérias-primas, bem como aumentar a quantidade de resíduos reciclados, são os desafios atuais que o sistema de gestão de resíduos sólidos se impõe (BERTANZA *et al.*, 2021). Por outro lado, no modelo linear, a economia se caracteriza por utilizar os recursos naturais sem considerar sua limitação. Os processos produtivos se constituem pela transformação da matéria-prima em produtos que após sua vida útil são, em sua maioria, descartados sem o devido aproveitamento. Assim, observa-se o aumento da produção de resíduos e os consequentes impactos ambientais e à saúde humana. Em oposição ao modelo linear, a economia circular se fundamenta em um processo cíclico no qual os resíduos são reinseridos no processo produtivo, seja como fonte de energia ou como subprodutos (ASSUNÇÃO, 2019).

Para Cangioti e colaboradores (2022) de modo geral, a pesquisa científica e a tecnologia buscam metas, como: minimização de resíduos, crescimento sustentável e competitividade econômica em longo prazo, entre outras. Mas precisam acelerar a transição do modelo de economia linear para um modelo de economia circular (Figura 1).

Ou seja, a produção sustentável de bens, a redução de resíduos, a reutilização e reciclagem de recursos são estabelecidas entre os cidadãos e as indústrias.



Figura 1. Modelo de transição da economia linear para economia circular (COMETAIS, 2021).

Silva e colaboradores (2021) mencionam que as políticas públicas propulsoras do modelo circular demonstram o seu papel de incentivo e poderão ser, a princípio, adequadas a realidade de cada país. Além disso, a presença de parcerias público-privadas, principalmente em longo prazo, faz-se necessária para que a mudança disruptiva do modelo de negócio vigente aconteça. No Brasil são poucas as empresas com iniciativas de sucesso na área de economia circular. Cerca de 75% das empresas sediadas no Brasil adotam alguma iniciativa voltada para economia circular, entretanto, a maior parte não sabe que as iniciativas se enquadram nesse conceito, isso se explica porque cerca de 70% das pessoas entrevistadas nunca ouviram falar no termo economia circular. Conseqüentemente, o país deve seguir uma linha de ação que promova a aproximação das universidades e instituições de pesquisa, fomentando projetos.

Na tabela 1, encontram-se algumas iniciativas de projeto já desenvolvidos no mundo.

Tabela 1. Exemplos de iniciativas circulares no mundo (SILVA *et al.*, 2021).

LOCAL	ANO	NOME DO PROGRAMA	ÁREA	AÇÃO DESENVOLVIDA
Copenhague	2019	Plano de Recursos e Resíduos	Gestão de resíduos	Workshop para compartilhamento de ideias sobre como o município e empresas privadas poderiam trabalhar juntos para transformar resíduos em produtos e serviços de economia circular.
Seul	2013	Share Hub	Oportunidades de negócio	Comunidade online e offline que reúne o governo municipal, empresas e moradores interessados em compartilhar oportunidades econômicas na cidade.
Londres	2017	Advance London	Oportunidade de negócio	Compartilhamento de know-how para criação de valor sustentável.
União Européia	2015	Acordos de Inovação em Economia Circular	Resíduos e água	Estímulo a inovação na economia circular e identificação de barreiras regulatórias.
Bruxelas	2016	Be Circular	Inovação	Acordo de Regulamentação Circular foi criado para reunião de atores dos setores público e privado para identificar barreiras regulatórias em diferentes setores.
Escócia	2014	Zero Waste Scotland	Inovação; resíduos	Órgão governamental que trabalha pela eficiência dos recursos e na economia circular.
8 regiões da Europa	2017	CircE <i>Interreg</i>	Inovação; resíduos	O projeto visa ajudar os parceiros envolvidos a aumentarem a capacidade de seus instrumentos de política para orientar a economia para um modelo circular.

Por isso, Veiga (2019) enfatiza que no Polo Industrial de Manaus (PIM), as empresas devem ser avaliadas em termo de potencial de inserção de práticas circulares na

economia, identificando os obstáculos para implementação e agindo para viabilizá-las, pois será necessário para manter a competitividade.

## 2.2. Resíduos sólidos de frutos de açaí (*E. precatoria*), guaraná (*P. cupana*) e tucumã (*A. aculeatum*).

A comercialização e industrialização dos frutos amazônicos, como os das espécies *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum*, geram grandes quantidades de resíduos com potencial de reaproveitamento.

O processamento do açaí gera como resíduos principalmente caroços que corresponde a aproximadamente 85% do fruto (SANTOS *et al.*, 2023). A quantidade produzida de açaí em 2022 na extração vegetal foi de 247.034 toneladas no Brasil. Os estados do Pará (PA) e Amazonas (AM) lideram a produção com 164.902 e 53.729 toneladas, respectivamente (IBGE, 2022). As estimativas de resíduos gerados correspondem a aproximadamente 140.000 toneladas no Pará e 45.600 toneladas no Amazonas. O fruto da espécie *E. precatoria* é globoso com 0,9 a 1,3 cm de diâmetro, epicarpo liso de cor púrpura-negra (Figura 2), mesocarpo com a mesma cor do epicarpo, endocarpo duro e endosperma homogêneo (VIANNA, 2024).

A polpa é muito utilizada no preparo de alimentos e bebidas (PACHECO-PALENCIA *et al.*, 2009) e muito consumida no mercado brasileiro e internacional. Mas, por outro lado, essa bioindústria não tem um processo de descarte adequado para toneladas dos resíduos fibrosos produzidos. Por isso, os resíduos fibrosos são geralmente descartados indiscriminadamente no ambiente (BARBOSA e CARVALHO JUNIOR, 2022).



Figura 2. Frutos de açaí maduros (RODRÍGUEZ *et al.*, 2015).

O fruto da espécie *P. cupana* (Figura 3) é esférico, enegrecido e brilhante assumindo uma forma de cápsula dentro da qual há apenas uma semente que quando madura muda para vermelho-alaranjada (KUSKOSKI *et.al.*, 2005).



Figura 3. Arbustos com frutos de guaraná em Maués - AM, Brasil (SHUTTERLOCK, 2024).

As sementes são usadas para produzir guaraná em pó (DALONSO e PETKOWICZ, 2012) e comumente utilizadas para produzir refrigerantes, bebidas energéticas e produtos farmacêuticos (SILVA JUNIOR *et al.*, 2022). Uma indústria de extração de aromas, por exemplo, gera até 92 toneladas/ano de resíduos de guaraná (ROCHA *et al.*, 2020).

A quantidade total mensal de resíduos de caroços (endocarpos) de tucumã é de aproximadamente 50 toneladas na cidade de Manaus (KIELING *et al.*, 2019). O fruto da espécie *A. aculeatum* é globoso a elipsoide (4,5 - 6,5 x 3,5 - 4,5cm); epicarpo liso e amarelado; mesocarpo (polpa) carnudo e alaranjado; endocarpo duro e preto; amêndoa interna branca (Figura 4). A polpa é bastante apreciada e consumida na região amazônica. Ela é facilmente encontrada no comércio, sendo consumida fresca ou em uma variedade de receitas da culinária regional (VIANNA, 2020).



Figura 4. Fruto do tucumã semidescascado e em corte transversal (SHUTTERLOCK, 2024).

Os dados indicam que, em princípio, a quantidade de resíduos gerados pelas agroindústrias no Amazonas acumula um potencial constituídos por celulose,

hemicelulose, lignina (fibras lignocelulósicas), corantes, entre outros. Podendo ser útil ao homem e ao ambiente com um produto de valor agregado tal como os compósitos (GAETE *et al.*, 2020). Callister Junior e Rethwisch (2012) definem compósito como qualquer material multifásico que exibe uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes. Ou seja, o compósito é obtido com a melhor combinação de propriedades (princípio da ação combinada). Geralmente, uma fase, a matriz (polimérica) é contínua e envolve a outra fase, a dispersa (fibras naturais). Nesse contexto, os compósitos mencionados nessa pesquisa serão também denominados de (bio)compósitos.

### 2.3. Fibras lignocelulósicas e o desenvolvimento de bioprodutos

As fibras naturais vegetais (Figura 5) são compósitos de fibrilas de celulose mantidas unidas por uma matriz de lignina e hemicelulose (Figura 6). Cada fibrila tem uma estrutura complexa em camadas, consistindo em uma parede primária fina que circunda uma parede secundária espessa. A parede secundária é composta por três camadas e a espessa camada média determina as propriedades mecânicas da fibra. A camada média consiste em uma série de microfibrilas celulares helicoidais formados a partir de moléculas de celulose de cadeia longa (JAYARAMAN, 2003).

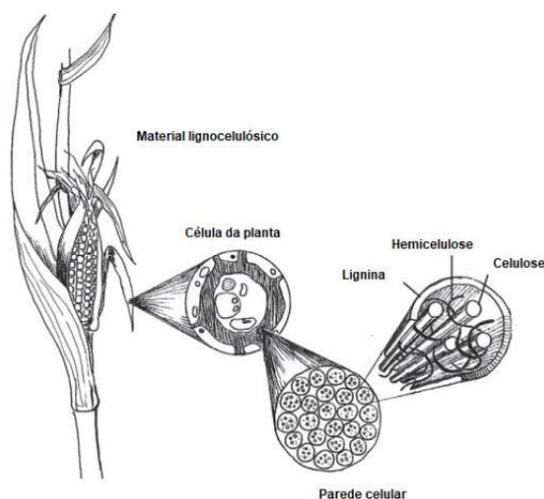


Figura 5. Material lignocelulósico: estrutura de uma fibra natural vegetal (adaptado de IEA BIOENERGY, 2014).

Silva e colaboradores (2009) destacam que além dos componentes mencionados anteriormente são encontrados compostos inorgânicos e moléculas extraíveis com solventes orgânicos, como carboidratos simples, terpenos, polifenólicos, entre outros.

Essas fibras naturais vegetais são denominadas de fibras lignocelulósicas que ocorrem espontaneamente na natureza, outras são resíduos gerados, principalmente pela agroindústria.

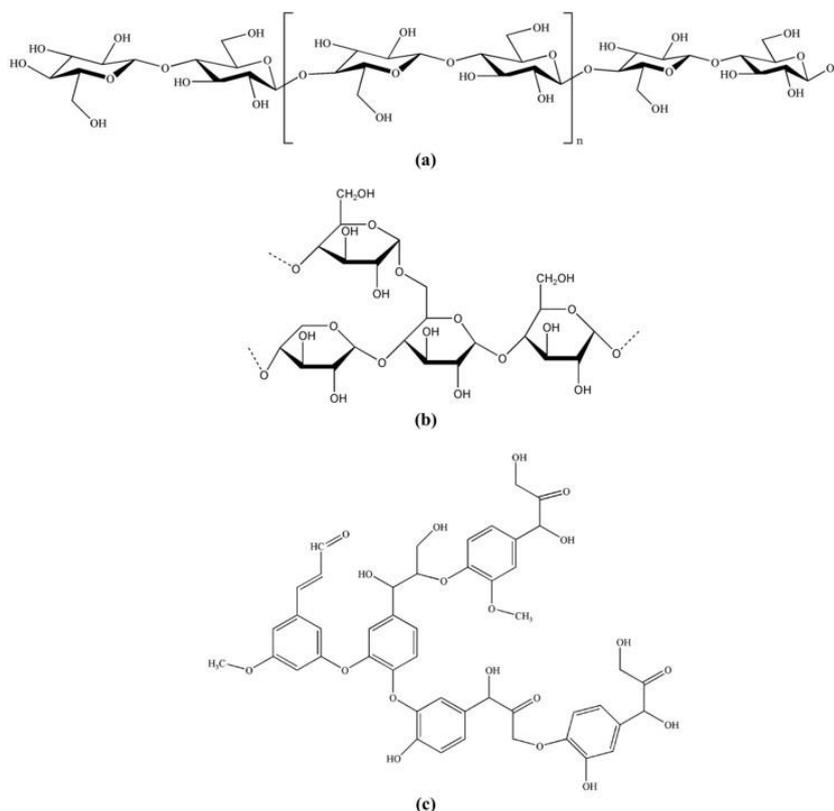


Figura 6. Estrutura química da (a) celulose, (b) hemicelulose e (c) lignina (MAURYA e MANIK, 2023).

Khalid e colaboradores (2021) relatam que atualmente, os materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais vegetais são de grande interesse devido principalmente à sua natureza ecologicamente correta, leveza, baixo custo e propriedades mecânicas nobres. Além terem ampla aplicação na engenharia, um campo de pesquisa que está em constante desenvolvimento.

Ainda em concordância com Silva e colaboradores (2009) a elevada disponibilidade de fibras lignocelulósicas abre uma grande oportunidade para avanços tecnológicos que agreguem valor aos resíduos da agroindústria. As fibras lignocelulósicas são excelentes matérias-primas para compósitos à base de plásticos que podem ser preparados como uma alternativa ao descarte de polímeros não biodegradáveis, como uma forma de reciclagem, atribuindo novas funções a polímeros com propriedades inferiores, se comparados ao polímero virgem de origem.

Os compósitos poliméricos com fibras vegetais têm se mostrado promissores quando aplicados na construção civil e na produção de artefatos de uso geral, tais como: solados de calçados, pentes, utensílios domésticos e outros (SANTOS *et al.*, 2010).

Os compósitos de fibras naturais, hidrofílicas têm a desvantagem de não serem facilmente compatíveis com a matrizes poliméricas, hidrofóbicas. Portanto, uma pobre fixação interfacial entre a fibra e a matriz geralmente se forma, o que leva a propriedades mecânicas reduzidas do que a fase contínua, uma vez que as fibras atuam como um espaço vazio dentro da matriz em vez de reforçá-la. Este é um dos principais motivos para não conseguir ampla aplicação destes compósitos, apesar de ter uma grande taxa de produção do que as fibras sintéticas (HASAN *et al.*, 2022).

Para Santos e colaboradores (2010) adição de agentes de acoplamento simplifica o processo de fabricação de compósitos. Hasan e colaboradores (2022) mencionam que o PP modificado com anidrido maleico (PPAM) tem sido um dos agentes de acoplamento utilizado em compósitos de fibras naturais.

Doan (2006) afirma que os mecanismos de interação interfacial podem ser entendidos a partir do modelo apresentado na Figura 7, no qual provavelmente interações químicas (ligações covalentes e ligação de hidrogênio) devem ser formadas entre os grupos hidroxila da fibra de celulose e o anidrido maleico do agente de acoplamento. Como consequência há melhor adesão entre a fibra e a matriz.

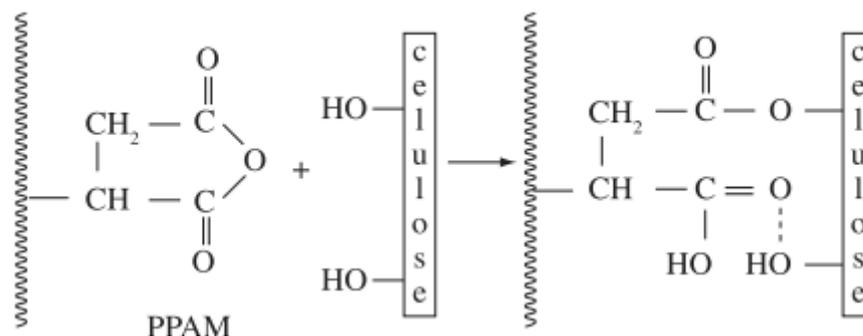


Figura 7. Mecanismo de acoplamento do PPAM com fibras celulósicas (SANTOS *et al.*, 2010).

Por outro lado, Arbelaiz e colaboradores (2005) aplicaram os tratamentos de viniltrimetoxissilano e anidrido maleico a fibras de linho e não obtiveram efeito sobre as propriedades mecânicas dos compósitos. Maurya e Manik (2023) citam que o desenvolvimento de novas tecnologias, compósitos à base de PP tornaram-se um potencial

substituto para plásticos, usados em diferentes componentes na indústria automotiva. As indústrias já estão migrando para opções mais sustentáveis embora muitas empresas já tenham desenvolvido biocompósitos para módulo de portas, suporte de painel de instrumentos, acessórios de carrocerias, entre outras, mas as desvantagens como as baixas propriedades mecânicas ainda são problemas significativos.

Ainda de acordo com Hasan e colaboradores (2022), o método escolhido para a fabricação de compósitos com fibras naturais depende do tipo de matriz a ser utilizada e das condições para o processamento que dependerá do tipo de fibra. O longo tempo de processamento, pós-processamento e o alto custo associado à resina termofixa têm atraído o interesse dos pesquisadores para as resinas termoplásticas como matriz polimérica. Por outro lado, o compósito de matriz termoplástica pode ser produzido em um tempo de processamento muito menor (em um minuto ou menos).

Para Granado (2010) a moldagem por injeção de termoplásticos (Figura 8), de um modo geral, é recomendada, pois é feita através de um ciclo de operações em que primeiramente o material é aquecido para que adquira viscosidade, depois é realizada a moldagem através de pressão previamente estabelecida e por último o resfriamento no qual o material adquire rigidez.

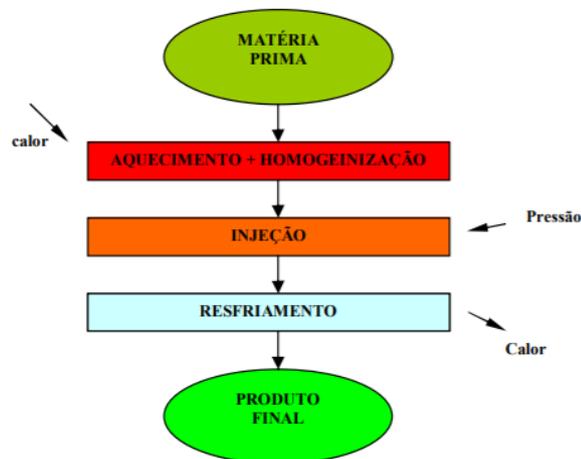


Figura 8. Ciclo de operações na moldagem por injeção (GRANADO, 2010).

Portanto, desenvolver produtos sustentáveis é um dos principais desafios enfrentados pela indústria no século XXI (MAXWEEL e VAN DER VORST, 2003).[[[[[[

## 2.4. Polipropileno: um plástico versátil

De acordo com Rosa e colaboradores (2020) o polipropileno (PP) está entre os polímeros mais fabricados devido a suas inúmeras aplicações e custo relativamente baixo. Ele é um plástico leve com densidade de  $0,85-0,91 \text{ g.cm}^{-3}$ , além de moderada resistência mecânica e de fácil processamento. Esse polímero termoplástico semicristalino foi polimerizado cataliticamente a partir do propileno (Figura 9) pela primeira vez em 1954 e ganhou rapidamente destaque em toda Europa (WANG *et al.*, 2023)

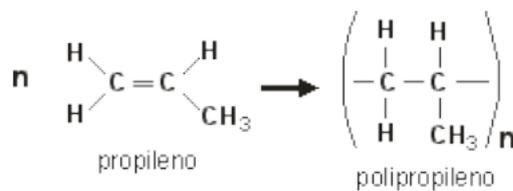


Figura 9. Polimerização do propileno para obtenção do PP (DALLAMUTA *et al.*, 2020).

Brydson (1999) cita que a polimerização do propileno utilizando certos catalisadores do “tipo Ziegler”, produz três diferentes tipos de estruturas: isotático, sindiotático e atático (Figura 10).

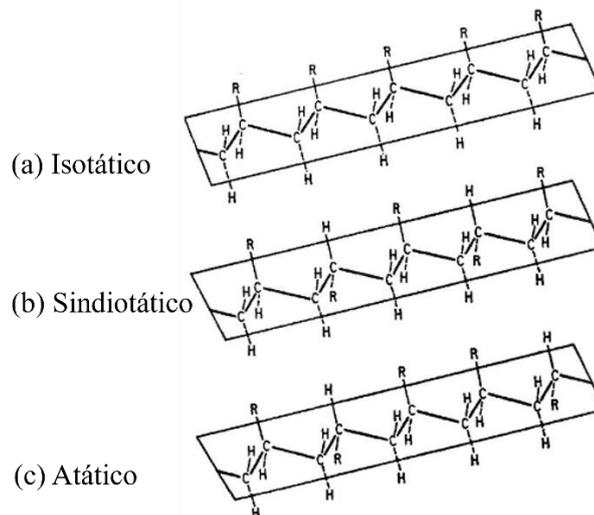


Figura 10. Formas isotáticas, sindiotáticas e atáticas em polímeros vinílicos (BRYDSON, 1999).

A Figura 10 (a) apresenta uma estrutura isotática na qual todos os grupos metil (-R) estão do mesmo lado da cadeia principal. Uma estrutura com grupos metil alternado é mostrado na Figura 10 (b), que corresponde a estrutura sindiotática, enquanto na Figura

10 (c) observa-se um sistema aleatório com grupos metil característicos de estrutura atática. Assim, as estruturas isotáticas e sindiotáticas são regulares e capazes de cristalizar, enquanto a atática é irregular. Na prática um polímero pode ter parte atática e isotática ou sindiotática. Os polímeros comerciais são geralmente cerca de 90-95% isotáticos e muitos fabricantes afirmam que seus produtos são altamente isotáticos.

O PP é o material mais importante entre as poliolefinas por três razões principais. Primeiro, as excelentes propriedades do PP, como baixa densidade, alta temperatura de fusão e inércia química com baixo custo, tornam o PP ideal para aplicações de longa vida. Em segundo lugar, o PP é um material altamente versátil, o que significa que é possível alcançar diversidade em projetos estruturais e propriedades mecânicas. Terceiro, diferentes estruturas morfológicas do PP são possíveis usando cargas ou agentes de reforço e misturando o PP com outros polímeros que resultam em características superiores (MADDAH, 2016).

Wang e colaboradores (2023) relatam que o PP (Figura 11) pode ser fundido e moldado em qualquer forma e tamanho, sendo predominantemente utilizado na moldagem por injeção para gerar produtos para uso em setores industriais e domésticos. Esses produtos vão desde componentes automotivos a embalagens para alimentos. O PP também é usado como polímero em matriz de materiais compósitos. A ele podem ser incorporados materiais de reforços para obter melhorias nas propriedades termomecânicas. Sendo assim, o PP é o responsável por mais de 20 % de todos os plásticos consumidos globalmente.



Figura 11. Grãos de PP para injeção plástica (SHUTTERLOCK, 2024).

Berger (2023) expõe que o consumo de plástico tem aumentado constantemente em todo o mundo. Aproximadamente 460 milhões de toneladas de plásticos são introduzidas

no mercado a cada ano, enquanto cerca de 360 milhões de toneladas de resíduos plásticos são geradas anualmente. Desse total de resíduos plásticos gerados anualmente, aproximadamente 50 % consistem em embalagens plásticas, 30 % de resíduos plásticos de construção, indústria e agricultura, enquanto o restante dos outros resíduos inclui equipamentos eletrônicos e elétricos, têxteis e produtos de consumo.

Rosa e colaboradores (2020) salientam que a reciclagem mecânica de plástico polimérico consiste na reutilização direta de resíduos plásticos como um novo componente por meio de moagem, o que torna o material mais homogêneo e mais fácil de misturar com cargas de reforço ou outros polímeros. Os resíduos plásticos podem receber uma nova forma após o amolecimento. Os métodos mais conhecidos deste tipo de processamento são a extrusão e a moldagem por injeção.

Mohamad e colaboradores (2023) mencionam que o PP reciclado tem valor agregado se integrado aos materiais de reforços principalmente do tipo naturais orgânicos e inorgânicos, pois ocorre a redução de custos com o material e ao mesmo tempo, melhorarias na resistência e funcionalidade da matriz.

Portanto, reutilizar, reduzir e reciclar são formas sustentáveis de resolver parcialmente esse problema ambiental, pois o descarte de PP pode ocasionar sérios problemas ambientais (PAIVA *et al.*, 2021).

## **2.5. Compósitos de PP com resíduos de frutos de *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum*: pesquisas de referências para o desenvolvimento de bioprodutos**

Maurya e Manik (2023) relatam que as técnicas de extrusão, injeção e moldagem por compressão são amplamente utilizadas para o desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras curtas. Sendo a moldagem por injeção usada para produção em massa de materiais.

Por meio da revisão da literatura nas plataformas sciencedirect e google acadêmico (fevereiro de 2020 - 2024) foi verificado que há apenas um artigo de pesquisa publicado na língua inglesa relatando a elaboração de madeira plástica com resíduos de *A. aculeatum* em matriz de PP por injeção plástica sem agente de acoplamento. Essa divulgação foi realizada por Kieling e colaboradores (2021) e aparece como resultado da pesquisa realizada por meio das seguintes combinações de termos:

1º) “wood plastic” and:

“*Euterpe precatoria*”;

“*Paullinia cupana*”;

“*Astrocaryum aculeatum*”;

2º) “composites” and:

“*Euterpe precatoria*”;

“*Paullinia cupana*”;

“*Astrocaryum aculeatum*”;

3º) “wood plastic” and “reinforced” and “polypropylene” and “plastic injection” and “coupling agent”;

4º) “natural fiber composite” and “reinforced” and “polypropylene” and “*plastic injection*” and “*coupling agent*”.

Apesar da grande quantidade de resíduos fibrosos gerados pelo processamento dos frutos de *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum* há somente uma publicação na língua portuguesa descrevendo a preparação de compósitos com resíduos de endocarpos de *A. aculeatum* utilizando uma matriz de poliestireno de alto impacto por injeção plástica sem agente de acoplamento.

Dessa forma, a pesquisa de Kieling e colaboradores (2021) nortearam o desenvolvimento dessa investigação. Além do trabalho de Ayrilmis e colaboradores (2012) com fabricação de compósitos a partir de resíduos de tortas de sementes de girassóis (RTSG) em matriz de PP com e sem agente de acoplamento.

Kieling e colaboradores (2021) elaboraram compósitos de madeira-plástico feito de polipropileno reciclado (PP<sub>r</sub>) e pó de endocarpo de tucumã (pET) sem agente de acoplamento que engloba questões sociais e ambientais. Os compósitos madeira-plástico foram compostos por 10, 20, 30, 40 e 50 % em peso de pET combinado com PP<sub>r</sub> e moldagem por injeção plástica, sendo posteriormente caracterizados por FTIR, MEV, ensaios de tração, flexão, entre outros. Dessa forma, foi observado que o pET não reage com a fase matriz. Em geral, a incorporação do pET não só aumenta o módulo de elasticidade, mas também reduz a resistência (Tabela 2).

Tabela 2. Compósito madeira-plástico e os resultados de algumas técnicas de caracterização (KIELING *et al.*, 2021)

**Compósitos madeira-plástico:** (pET) + PP reciclado (PP<sub>r</sub>) + injeção plástica.

pET com granulometria de 577±134 μm, 49,4±0.9 % de celulose e 37,4±1.3 % de lignina (previamente secos em estufa (~60 °C) por 6 h)

Composições (g)	TG/DSC	Resistência a tração (MPa)	Módulo (GPa)	Resistência a flexão (MPa)	Módulo (GPa)
100 % PP <sub>r</sub>		23,06 ± 0,56	0,73 ± 0,02	57,25 ± 3,01	1,14 ± 0,13
10 % pET + 90 % PP <sub>r</sub>	Mesma estabilidade térmica	18,21 ± 0,93	0,73 ± 0,02	54,57 ± 3,19	1,23 ± 0,08
20 % pET + 80 % PP <sub>r</sub>		17,84 ± 1,20	0,73 ± 0,04	56,39 ± 4,06	1,15 ± 0,08
30 % pET + 70 % PP <sub>r</sub>	Perda de estabilidade térmica	14,13 ± 2,38	0,83 ± 0,05	53,68 ± 7,07	1,28 ± 0,11
40 % pET + 60 % PP <sub>r</sub>		10,09 ± 2,72	0,94 ± 0,07	48,68 ± 6,56	1,38 ± 0,13
50% pET + 50% PP <sub>r</sub>		9,36 ± 1,51	0,73 ± 0,02	41,08 ± 6,31	1,48 ± 0,23
Outras informações importantes sobre os compósitos madeira-plástico					
FTIR-ATR	Ausência de novas bandas que sugere a formação de outras espécies; Não há reação entre o PP <sub>r</sub> e o pET.				
MEV	Interface definida (grãos-matriz); Algumas regiões com vazios (amostras fraturadas após ensaio de tração) evidenciando a separação entre os materiais.				

O compósito feito com 20 % em massa de pET é um material promissor a ser usado como madeira-plástico em aplicações de engenharia sustentável devido suas propriedades mecânicas moderadas.

Vale ressaltar que os compósitos se apresentaram estáveis termicamente nas composições de 10 e 20% de pET. E de modo geral, com interface definida e algumas regiões com vazios pós fraturas revelando a separação entre os materiais.

A Figura 12 mostra micrografias da seção transversal do compósito madeira-plástica (10 % pET + 90 % PP<sub>r</sub>) após o ensaio de tração. As setas brancas indicam um

efeito de extração de partículas nessa composição, assim como em todas as outras composições de madeira-plástico. A seta verde aponta a morfologia do pET dentro do compósito madeira-plástica que pode se apresentar em uma variedade de formas (irregulares, grãos arredondados e prismáticos), atribuídos ao processo de moagem. No entanto, uma interface bem definida entre os grãos pET e a matriz polimérica mostra que os parâmetros de fabricação adotados são eficientes para produzir um material uniforme (KIELING *et al.*, 2021).

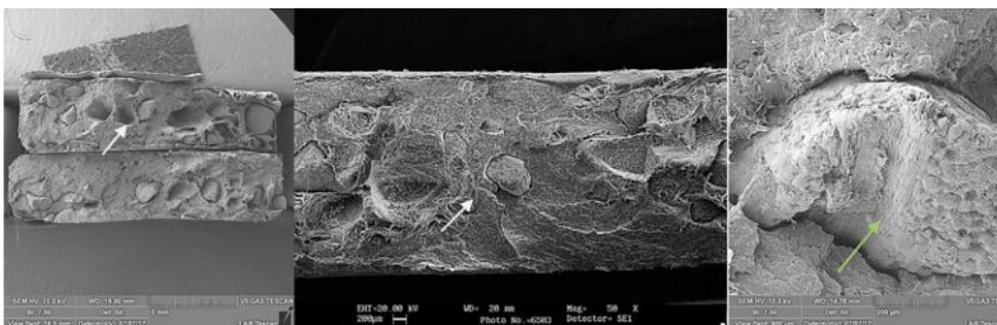


Figura 12. Micrografias da seção transversal do compósito madeira-plástica (10 % pET + 90 % PP<sub>r</sub>) com ampliação da esquerda para direita (KIELING *et al.*, 2021).

Ayrilmis e colaboradores (2012) investigaram as propriedades mecânicas de resíduos de tortas de sementes de girassóis (RTSG) como reforço em compósitos de PP (Tabela 3). Esses resíduos são deixados após a prensagem das sementes de girassol para extração do seu óleo. Sendo assim, os compósitos moldados por injeção plástica foram preparados a partir da farinha de RTSG e PP com e sem anidrido maleico (agente de acoplamento) nos teores de 30, 40, 50 e 60 % em massa da farinha de RTSG. Para os compósitos de PP com farinha de RTSG sem agente de acoplamento, o módulo de flexão aumenta de 3157 para 4363 MPa à medida que a farinha de RTSG aumenta de 30 para 60 % em massa. A resistência à flexão máxima de 38,4 MPa foi observada para amostras de farinha de RTSG com 40 % em massa.

A resistência à tração das amostras diminuiu de 22,5 MPa para 14 MPa, enquanto o módulo de tração aumentou de 3023 MPa para 3677 MPa à medida que a farinha RTSG aumentou de 30 % para 60 % em massa.

As propriedades mecânicas dos compósitos foram significativamente melhoradas com a incorporação do agente de acoplamento. O PPAM melhora a adesão interfacial entre a farinha RTSG e a matriz polimérica, levando a menos microvazios e desvinculações fibra-polipropileno na interface.

Tabela 3. Propriedades mecânicas de compósitos de RTSG-PP com e sem agente de acoplamento anidrido maleico (AYRILMIS *et al.*, 2012)

Compósitos	Resistência a flexão (MPa)	Módulo de flexão (MPa)	Resistência a tração (MPa)	Módulo de tração (MPa)
30 % RTSG + 70 % PP	37,6 ± 1,9	3157 ± 129	22,5 ± 1,6	3023 ± 121
40 % RTSG + 60 % PP	38,4 ± 2,2	3409 ± 150	19,3 ± 1,3	3305 ± 172
50 % RTSG + 50 % PP	35,7 ± 2,0	3822 ± 145	17,5 ± 1,9	3475 ± 131
60 % RTSG + 40 % PP	31,9 ± 1,1	4363 ± 178	14,0 ± 1,5	3677 ± 147
30 % RTSG + 67 % PP + 3 % PPAM	39,3 ± 1,6	3356 ± 154	24,5 ± 0,9	3205 ± 178
40 % RTSG + 57 % PP + 3 % PPAM	43,4 ± 1,8	3665 ± 177	22,0 ± 2,0	3417 ± 59
50 % RTSG + 47 % PP + 3 % PPAM	40,4 ± 2,1	4144 ± 184	21,6 ± 1,6	3566 ± 132
60 % RTSG + 37 % PP + 3 % PPAM	35,9 ± 1,3	4455 ± 202	15,5 ± 1,1	3712 ± 94
100 % PP	28,3 ± 0,4	652 ± 73	2708 ± 0,7	1709 ± 92

Na Figura 13 as micrografias das superfícies de fraturas mostram para algumas combinações de reforço e matriz polimérica, regiões de fracas interações.

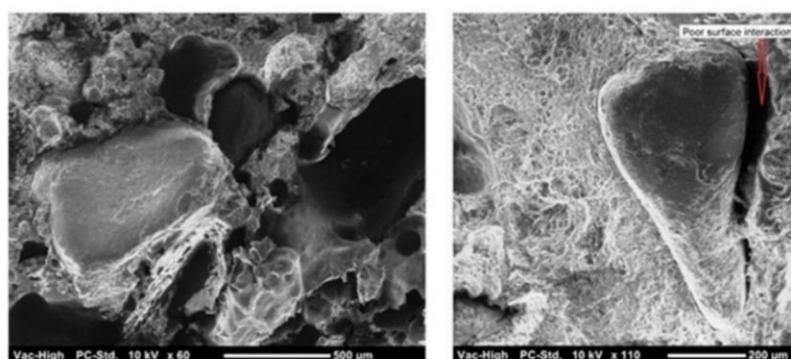


Figura 13. Micrografias do compósito de PP sem agente de acoplamento com 60 % RSTC (AYRILMIS *et al.*, 2012).

Com base nos resultados obtidos neste estudo, o RTSG pode ser eficientemente utilizado como carga de reforço para compósitos de polipropileno utilizados em aplicações que requerem alta estabilidade dimensional, como decks de piscinas e decks de jardins.

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1. Processamento dos resíduos sólidos dos frutos de *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum*

As fibras lignocelulósicas desse estudo, coletadas na cidade de Manaus, foram obtidas dos resíduos de: i) sementes de frutos de *E. precatoria*, provenientes de um estabelecimento de venda de polpas de açaí chamado Açaí da Codajás; ii) sementes torradas de frutos de *P. cupana* doados pela Magama Industrial, que atua no mercado de refrigerantes; iii) endocarpos (caroços) de frutos de *A. aculeatum* adquiridos no comércio local.

As sementes dos frutos de *E. precatoria* e os endocarpos dos frutos de *A. aculeatum* foram higienizados com solução de hipoclorito de sódio 2,5 % por 10 min. Em seguida foram secos ao sol por 8h e a temperatura ambiente ( $28\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) por 15 dias até a realização da moagem. As fibras mesocárpicas presentes nas sementes dos frutos de *E. precatoria* (Figura 14(a)) foram retiradas com auxílio de uma peneira comum e as sementes moídas em moinho de facas (Tecnal/TE 651) com tela de 20 *mesh*.

Os caroços dos frutos de *A. aculeatum* foram envolvidos em um pano branco de algodão limpo e fragmentados. Com auxílio de uma marreta foi separado o endocarpo da amêndoa (Figura 14(b)) sendo em seguida moídos nas mesmas condições utilizadas para *E. precatoria*.



Figura 14. Resíduos de (a) sementes e fibras mesocárpicas dos frutos de *E. precatoria* (b) endocarpos de *A. aculeatum* e (c) sementes de *P. cupana* (Próprio Autor, 2021).

As sementes torradas dos frutos de *P. cupana* (Figura 14 (c)), não necessitaram ser submetidas ao processo de higienização. Os fragmentos dessas sementes permaneceram na mesma temperatura e tempo utilizados para os outros dois outros resíduos. Sendo que elas foram apenas peneiradas em uma peneira de tela de 20 *mesh*.

### **3.2. Análises das fibras dos frutos de *E. precatoria*, *Paullinia cupana* e *A. aculeatum***

#### **3.2.1. Análise lignocelulósica**

O desenvolvimento deste trabalho foi realizado utilizando fibras lignocelulósicas provenientes de resíduos de frutos de *E. precatoria*, sementes torradas de frutos de *P. cupana* e endocarpos de *A. aculeatum*. As análises lignocelulósicas foram realizadas de acordo com os procedimentos empregados por Unidades do Sistema Embrapa propostos por Moraes, Rosa e Marconini (2010) utilizando-se balança analítica Mettler Toledo (AB 304-S/FACT), sistema de rotaevaporação Buchi (R-215), placa aquecedora para 6 provas (Fisatom), agitador magnético com aquecimento (Heidolph MR Hei -Standard), estufa de esterilização e secagem Nova Ética (400 ND) e encontram-se descritas nos tópicos a seguir.

##### **3.2.1.1. Determinação do teor de umidade**

Após o processamento das amostras de *E. precatoria*, *P. cupana* e *A. aculeatum*, foi realizada a homogeneização dessas amostras, que foram submetidas ao procedimento de determinação do teor de umidade (Figura 15).



Figura 15. Amostras em triplicatas para determinação do teor de umidade (Próprio Autor, 2021).

Em uma placa de Petri limpa e seca previamente em estufa, pesou-se 2,0000 g de cada amostra. As medidas das massas foram anotadas e os conjuntos (recipiente-amostra úmida) levados à estufa por 3 h a  $105 \pm 2$  °C. O procedimento foi realizado em triplicata com intuito de reduzir o desvio- padrão.

Após a permanência na estufa, os conjuntos foram retirados e colocados em um dessecador com agente dessecante (sílica gel) para resfriar à temperatura ambiente por 30 min. Ao término desse tempo, os conjuntos foram pesados e as massas rapidamente anotadas, retornando os conjuntos ao dessecador. Para aumentar a precisão e a exatidão das análises, os conjuntos retornaram para a estufa por mais 30 min. e o procedimento de resfriamento-pesagem foram repetidos até a obtenção de uma massa constante.

Com o conhecimento dos valores da massa do recipiente (MR), da massa da amostra úmida (MAU), da massa do conjunto recipiente-amostra úmida (MRAU) e da massa do conjunto recipiente-amostra seca (MRAS), calculou-se a massa da amostra seca (AS) e, conseqüentemente, a determinação do teor de umidade (TU %) em percentagem, de acordo com a fórmula a seguir:

$$TU\% = \frac{(MRAU - MRAS)}{MAU} \times 100 \%$$

Equação 1

### 3.2.1.2. Determinação do teor de extrativos

Em uma aparelhagem limpa e desengordurada para extração por Soxhlet (Figura 16), colocou-se 4,0000 g de amostra em um cartucho confeccionado em papel de filtro (Macherey Nagel, MN 218B).



Figura 16. Sistema para análise do teor de extrativos nas amostras de *E. precatória*, *A. aculeatum* e *P. cupana* (Próprio Autor, 2021).

(a) amostras de guaraná e (b) amostras de açaí e tucumã, respectivamente (Próprio Autor, 2021).

Conectou-se ao extrator um balão de vidro de fundo redondo com 150 mL de álcool etílico 70 %. O conjunto balão-extrator foi colocado em uma manta aquecedora e acoplado ao condensador. O número de refluxos foi ajustado para que não ocorresse menos do que 24 refluxos no período de 5 h de extração.

Após o tempo estabelecido, o balão com solvente e extrativos foram removidos, e o solvente foi recuperado, em rotaevaporador, até que o volume final no balão ficasse em aproximadamente 25 mL. O extrato no balão de fundo redondo previamente pesado foi colocado na estufa a  $105 \pm 2$  °C por 1 h. Após esse tempo, retirou-se a amostra da estufa para um dessecador, onde permaneceu por 30min., até resfriar à temperatura ambiente, para medir a massa final. O procedimento foi realizado em triplicatas.

Com os valores da massa do recipiente (MR), da massa da amostra (MA), da massa do conjunto recipiente/extrativos (MRE), calculou-se o teor de extrativos (TE %) em percentagem, de acordo com a fórmula:

$$TE\% = \frac{(MRE-MR)}{MA} \times 100 \%$$

Equação 2

### 3.2.1.3. Determinação de lignina

Lavou-se um funil de vidro sinterizado de 50 mL - n°. 4 (abertura de poro de 10 µm a 16 µm). e colocou-se na estufa por 2 h a  $105 \pm 2$  °C. Posteriormente, o funil foi removido com pinça e guardado em um dessecador que continha sílica gel, por pelo menos 30 min., até o momento da utilização.

Utilizou-se para análise, 1,0000 g de amostra moída, sem umidade e sem extrativos. A amostra foi colocada em um almofariz com capacidade de pelo menos 300 mL sendo adicionados 17,0 mL de ácido sulfúrico 72 % (m/m), resfriado em geladeira (10 °C a 15 °C), antes do uso. A mistura foi agitada vigorosamente com um pistilo por 15 min, até total solubilização permanecendo por aproximadamente 24 h em digestão.

Depois de decorrido o tempo de digestão, adicionou-se 306 mL de água destilada ao almofariz e transferiu-se quantitativamente o conteúdo para um balão de 500 mL, em várias porções. O balão foi levado para uma manta aquecedora e conectado a um condensador permanecendo sob aquecimento e refluxo por 4 h (Figura 17(a)), contadas a partir do início da fervura. Finalizado o tempo de refluxo, desligou-se o aquecimento e esperou-se alguns minutos até o balão atingir a temperatura ambiente. O conteúdo do

balão foi transferido para o funil (previamente pesado) com agitação constante para evitar a perda de precipitado no interior do funil.

Preparou-se a aparelhagem de filtração a vácuo e transferiu-se todo o conteúdo do balão para o funil, lavando com água destilada, para que nenhum resquício de lignina insolúvel fosse perdido. O precipitado recolhido no funil foi enxaguado até que o pH do filtrado estivesse próximo ao da água utilizada (Figura 17(b)).

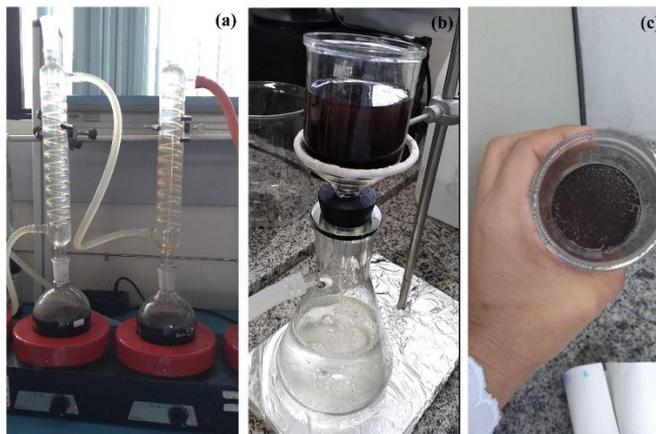


Figura 17. Análise de lignina (a) aquecimento e refluxo das amostras de *A. aculeatum*, (b) filtração a vácuo da amostra de *P. cupana* e (c) conjunto funil-lignina da amostra de *E. precatória* após pesagem (Próprio Autor, 2021).

A seguir, o funil foi levado para uma estufa a  $105 \pm 2$  °C. Apesar das variações que podem ocorrer para diferentes materiais foi estabelecido um tempo de 3h como um parâmetro inicial para a secagem. Após a secagem, colocou-se o conjunto funil-lignina em um dessecador com agente dessecante, por 30 min, para atingir a temperatura ambiente, e mediu-se a massa do funil somada à massa de lignina (Figura 17 (c)), em uma balança analítica. O procedimento foi realizado em duplicata.

Com base na massa do funil limpo e seco (MF); na massa da amostra (MA); na massa do funil somada à massa de lignina, após a secagem em estufa (MFL); pode-se calcular o teor de lignina insolúvel (TLI %), conforme a fórmula:

$$TLI\% = \frac{(MFL - MF)}{MA} \times 100\%$$

Equação 3

#### 3.2.1.4. Determinação de holocelulose

Lavou-se um funil de vidro sinterizado de 50 mL - nº. 2 (abertura de poro de 40  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ ) e colocou-se na estufa por 2 h a  $105 \pm 2$  °C. Posteriormente, o funil foi removido com pinça e guardado em um dessecador que continha sílica gel, por pelo menos 30 min., até o momento da utilização

Em uma capela de exaustão, preparou-se um banho-maria com óleo vegetal de forma que a temperatura permanecesse constante a  $70 \pm 2$  °C.

Em um erlenmeyer de 500 mL, adicionou-se 3,0000 g da amostra moída, sem umidade e sem extrativos, 120 mL de água destilada, 2,5 g de clorito de sódio, com pureza aproximada de 80 %, e 1 mL de ácido acético glacial, com pureza  $\geq 99,85$  %. Acrescentou-se também uma barra magnética para garantir uma agitação constante durante a reação. O conjunto erlenmeyer-reagentes foi tampado com um erlenmeyer de 125 mL, mergulhado no banho de óleo (Figura 18 (a)), aquecido por 1 h, e mantido sobre um agitador magnético ligado. Após esse tempo, realizou-se uma nova adição de 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético mantendo-se a temperatura constante de  $70 \pm$  °C por mais 1 h. Finalizado esse tempo, adicionou-se, mais uma vez, 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético, e prosseguiu-se com o aquecimento em banho por mais 3 h.

Montou-se a aparelhagem de filtração a vácuo. A massa do funil de vidro sinterizado foi medida, e o funil colocado sobre um kitassato de 1000 mL, usando-se um conector. Conectou-se uma bomba de vácuo ao kitassato preparando o sistema para filtração.

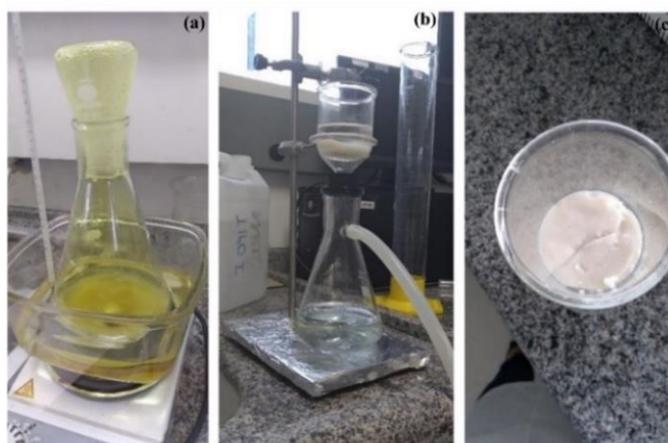


Figura 18. Análise de holocelulose (a) conjunto erlenmeyer-reagentes-amostra de *E. precatória*, (b) filtração a vácuo da amostra de *A. aculeatum* e (c) conjunto funil-holocelulose da amostra de *P. cupana* (Próprio Autor, 2021).

O conteúdo do erlenmeyer foi transferido para o funil com agitação constante para evitar a perda de precipitado. Ligou-se a bomba de vácuo para agilizar o processo. Com água destilada, lavou-se o erlenmeyer e transferiu-se o conteúdo para o funil (Figura 18 (b)). O precipitado recolhido no funil foi enxaguado até que o filtrado apresentasse um pH próximo ao da água utilizada (Figura 18 (c)).

O funil, então foi levado para uma estufa a  $105 \pm 2$  °C. Apesar das variações que ocorrem para diferentes materiais, foi estabelecido um tempo de 18 h como um parâmetro inicial para a secagem. Após a secagem, colocou-se o conjunto funil-holocelulose em um dessecador com sílica gel, por 30 min., para atingir a temperatura ambiente, e mediu-se a massa em uma balança analítica a massa do funil somada à massa de holocelulose. O procedimento foi realizado em duplicata

Com base na massa do funil limpo e seco (MF); na massa da amostra (MA); e na massa do funil somada à massa de holocelulose, após a secagem em estufa (MFH), pode-se calcular o teor de holocelulose (TH %), conforme a fórmula:

$$TH\% = \frac{(MFH - MF)}{MA} \times 100 \%$$

Equação 4

### 3.2.1.5. Determinação de alfacelulose

Lavou-se um funil de vidro sinterizado de 50 mL - n°. 2 (abertura de poro de 40 µm a 100 µm) e colocou-se na estufa por 2 h a  $105 \pm 2$  °C. Posteriormente, o funil foi removido com pinça e guardado em um dessecador que continha sílica gel, por pelo menos 30 min., até o momento da utilização.

Montou-se a aparelhagem de filtração a vácuo. A massa do funil de vidro sinterizado foi medida, e o funil colocado sobre um kitassato de 1000 mL, usando-se um conector. Conectou-se uma bomba de vácuo ao kitassato preparando o sistema para filtração.

Pesou-se 1,0000 g da holocelulose seca obtida no procedimento anterior. A amostra foi colocada em um almofariz, com capacidade de pelo menos 100 mL, adicionando-se em seguida 15 mL de solução de hidróxido de sódio a 17,5 %, permanecendo 2 min. em contato com a solução (Figura 19) e, então, realizando a maceração do material por 8 min. Finalizado esse tempo, adicionou-se 40 mL de água destilada ao almofariz.



Figura 19. Holocelulose da amostra de *E. precatoria* em contato com a solução alcalina (Próprio Autor, 2021).

O conteúdo do almofariz foi transferido para o funil com agitação constante, para evitar a perda de precipitado. Lavou-se bem o almofariz com mais água destilada transferindo-se para o funil. Ligou-se a bomba de vácuo para agilizar o processo. O precipitado recolhido no funil foi enxaguado até que o filtrado apresentasse um pH próximo ao da água utilizada

O funil, então foi levado para uma estufa a  $105 \pm 2$  °C. Apesar das variações que ocorrem para diferentes materiais, foi estabelecido um tempo de 18 h como um parâmetro inicial para a secagem. Após a secagem, colocou-se o conjunto funil-alfacelulose em um dessecador com sílica gel, por 30 min., para atingir a temperatura ambiente, e mediu-se em uma balança analítica a massa do funil somada à massa de alfacelulose (figura 20). O procedimento foi realizado em duplicata.



Figura 20. Alfacelulose da amostra de *A. aculeatum* (Próprio Autor, 2021).

Com base na massa do funil limpo e seco (MF); na massa da amostra de holocelulose (MAH); e na massa do funil somada à massa de alfacelulose, após a secagem em estufa (MFA), pode-se calcular o teor de alfacelulose (TA %), conforme a fórmula:

$$TA \% = \frac{(MFA - MF)}{MAH} \times 100 \%$$

Equação 5

### **3.2.1.6. Determinação da hemicelulose**

Conhecendo-se os teores de holocelulose (TH) e de alfacelulose (TA) das amostras foi possível determinar o teor de hemicelulose - T(HEM) por meio do cálculo da diferença:

$$T(HEM) \% = TH - TA$$

Equação 6

### **3.2.2. Análise por microscopia de luz óptica (MLO)**

A granulometria das fibras foi determinada utilizando um estereoscópio Kowa e microscópio óptico Coleman. (N107) com uma câmera (Omron Sentech, STC C83USB) com auxílio do software Image J 1.54 (open source).

### **3.2.3. Aquecimento em estufa**

A fim de avaliar previamente o efeito do aquecimento a 200 °C, sobre o comportamento das fibras, realizou-se o aquecimento delas em estufa de esterilização e secagem digital (Lucadema) por 1 h, deixando-se esfriar em dessecador por 30 min.

### **3.2.4. Análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

As amostras, tanto *in natura* quanto aquecidas, foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (Jeol: JSM-IT500HR) com tensão de aceleração 5 kV e distância de trabalho variando conforme o tipo de amostra. As amostras foram impregnadas em fita dupla-face e fixada em um stub metálico e metalizadas a vácuo por 4 min em metalizador (Jeol, DII-29010sctr Smart Coater). Com o auxílio de um detector de elétrons secundário acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, foram obtidas as micrografias.

### **3.2.5. Análise de difração de raios X (DRX)**

As amostras foram peneiradas utilizando peneira de uso doméstico com intuito de obter partículas mais finas e homogêneas. Esse procedimento foi realizado antes da etapa de aquecimento descrito no item 3.4.

Para cada amostra pulverizada, transferiu-se uma pequena quantidade para a cavidade do porta-amostra de alumínio utilizando-se uma espátula para espalhá-la,

seguido sempre a mesma orientação (movimentos paralelos \\\\)). Segurando firme o porta-amostra, pressionou-se uma lâmina de vidro sobre a amostra fazendo movimentos circulares, preparando assim a mesma para leitura (Figura 21).

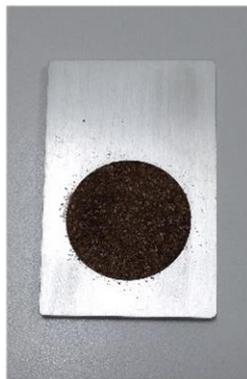


Figura 21. Porta-amostra de alumínio com amostra de *A. aculeatum* (Próprio Autor, 2021).

As análises foram realizadas em Difratorômetro de raios X (XRD-7000 Maxima) da Shimadzu, com um ânodo de cobre como fonte de radiação de raios X (CuK $\alpha$  = 0,15406 nm), com tensão de 40 kV e 30 mA de corrente, no intervalo  $2\theta$  variando de  $10^\circ$  a  $40^\circ$  com velocidade de  $2^\circ\text{min}^{-1}$  e passo de  $0,02^\circ$ .

A cristalinidade das amostras foi calculada por meio do software *Crystallinity* do equipamento utilizando o método Ruland e a equação a seguir (SOBREIRA *et al.*, 2020):

$$C (\%) = \frac{I_p}{(I_p + I_a)}$$

Equação 7

Onde:

C (%) = fase cristalina;

$I_p$  = integração da região do pico na fase cristalina;

$I_a$  = integração da região amorfa.

### 3.2.6. Análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier

As amostras, tanto *in natura* quanto aquecidas, foram analisadas na região de comprimento de onda de 500 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  em um espectrômetro de FTIR-ATR da Shimadzu (IRAffinity-1S) com 70 varreduras, resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  no modo de transmitância.

### 3.2.7. Análises térmicas: análise termogravimétrica (TGA) e calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As amostras *in natura* foram submetidas a TGA em aproximadamente 10 mg em cadinho de platina. As medições foram realizadas em atmosfera de nitrogênio ( $50\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ), com variação de massa em função da faixa de temperatura de  $25^{\circ}\text{C}$  a  $600^{\circ}\text{C}$  e rampa de aquecimento de  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  em analisador termogravimétrico da Shimadzu (TGA-50H). As medidas de DSC foram realizadas com amostras de 5 mg em um calorímetro de varredura diferencial da Shimadzu (DSC-60), com atmosfera de nitrogênio e fluxo de gás de  $50\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ . As variações de temperatura foram entre  $25^{\circ}\text{C}$  e  $500^{\circ}\text{C}$  com uma taxa de temperatura de  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ .

### 3.3. Obtenção do PP e bioprodutos

Os bioprodutos foram produzidos seguindo o procedimento experimental adotado por Kieling (2018) para elaboração dos compósitos madeira-plástico ou ecocompósitos a partir de pET e PP. Foram levados em consideração questões ambientais como o mínimo de geração de resíduos e consumo de energia. Por isso, os bioprodutos foram obtidos diretamente pelo processo de injeção plástica em uma máquina injetora (Haitian Hayuan, MA1600), a partir de fibras curtas *in natura* e PP obtidos em estado reciclado na forma de grãos de  $3644 \pm 484 \mu\text{m}$  (Figura 22).



Figura 22. Amostra A, G, T (fibras lignocelulósicas curtas) e PP (Próprio Autor, 2023).

Inicialmente, o PP foi injetado de forma isolada, PP:100 (PP) e os bioprodutos nas seguintes proporções percentuais em massa: PP:A:90:10 (PP:A); PP:G:90:10 (PP:G); PP:T:90:10 (PP:T); PP:A:G:90:5:5 (PP:A:G); PP:A:T:90:5:5 (PP:A:T); PP:G:T:90:5:5 (PP:G:T); PP:A:G:T:90:3,4:3,3:3,3 (PP:A:G:T) para 2 Kg de misturas obtidos pelas pesagens separadas de cada materiais de acordo com as proporções pré-estabelecidas. Sendo assim, foram obtidas placas planas de aproximadamente 175x115x3 mm

### **3.3.1. Análise de FTIR-ATR**

A amostra de PP e dos bioprodutos foram analisadas na região de comprimento de onda de 550 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  em um espectrômetro de FTIR da Shimadzu (IRTracer-100) com módulo ATR (Veemax III), 45 varreduras, resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  no modo de transmitância.

### **3.3.2. Análises térmicas: TGA e DSC**

A amostra de PP e biocompósitos foram submetidas a TGA e DSC em um analisador térmico simultâneo da Netzsch (STA 449 F3 Jupiter) utilizando aproximadamente 7 mg em um cadinho de alumina, gás de proteção nitrogênio com 20  $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ , taxa de aquecimento de  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  e faixa de temperatura entre  $23^{\circ}\text{C}$  a  $600^{\circ}\text{C}$ .

### **3.3.3. Ensaios mecânicos (tração e flexão) e boxplot**

Os ensaios mecânicos de tração e flexão de três pontos para amostra de PP e de bioprodutos foram realizados de acordo com ASTM D638-14 e ASTM D790-03, respectivamente.

A partir das placas planas obtidas na injeção plástica (Figura 23 (a)) os corpos de provas foram delineados no Corel Draw Laser (Figura 23 (b)) e cortados (Figura 23 (c)) em uma máquina Router Laser (VS6040).

Para o ensaio de tração foram confeccionados corpos de provas do tipo I, de compósitos reforçados, na forma de halteres (Figura 23 (d)). E para o ensaio de flexão foram confeccionados corpos de provas, de materiais de moldagem (termoplásticos) conforme o item 7.4 da norma (Figura 23 (e)).

Cada amostra foi testada em quintuplicata em uma máquina de teste Instron 5984 com carga de 150 kN, velocidade de  $10\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  e temperatura de  $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ .

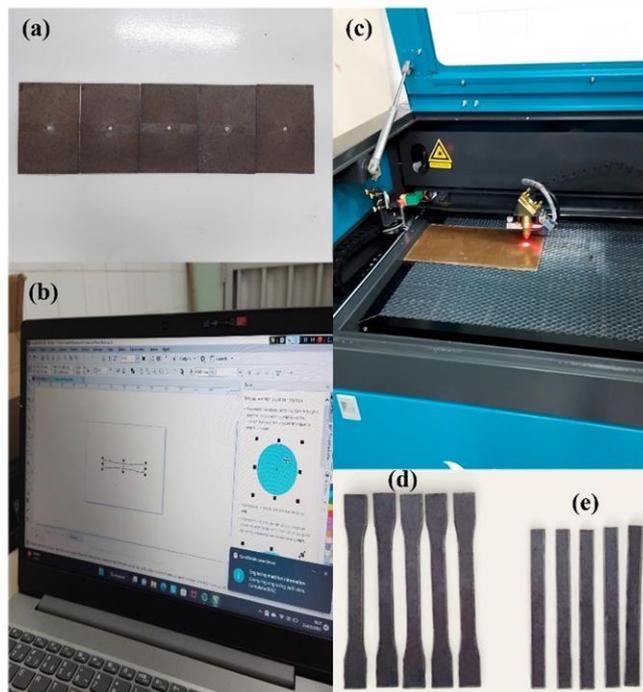


Figura 23. Etapas de obtenção dos corpos de provas para os ensaios de tração e flexão (Próprio Autor, 2021 e 2023).

Os resultados selecionados no ensaio foram de resistência e módulo de elasticidade na tração e flexão. Após os ensaios foram aplicados o *boxplot* como método estatístico visual, que compõe um recurso específico para detectar tendências e substituir tabelas em casos específicos. Quando bem indicado, contribui para melhorar a interpretação de dados, detectar *outliers* (valores atípicos) e comparar grupos amostrais (VALLADARES NETO et al., 2017).

#### 3.3.4. Análise de MEV

Os corpos de provas dos bioprodutos, após o teste de tração, foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (Jeol: JSM-IT500HR) com tensão de aceleração 5 kV e distância de trabalho variando conforme o tipo de amostra. As regiões de fraturas dos corpos de provas foram metalizadas com ouro em um metalizador (Jeol, DII-29010sctr Smart Coater) até obtenção de uma cobertura superficial adequada para captura das micrografias.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1. Caracterização das fibras dos frutos de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. aculeatum*

Os resultados mostram os seguintes teores de umidade para as fibras estudadas (tamanho médio  $\leq 20$  mesh/0,841 mm):

- i) *E. precatória*: 22,35 % ( $\pm 0,06$ );
- ii) *P. cupana*: 10,73 % ( $\pm 0,27$ );
- iii) *A. aculeatum*: 12,89 % ( $\pm 0,05$ ).

Existem poucos dados sobre a umidade dessas fibras, e o que literatura científica mostra basicamente são alguns teores de umidades sob certas condições de secagem. Para a fibra de *E. precatória* ( $\leq 40$  mesh/0,420mm), Barros e colaboradores (2021) mencionam que o teor de umidade é de 7,17 % quando seco por 3 h a 65 °C em estufa de circulação.

Kieling (2018) encontraram diferentes teores de umidade (%) para fibras de *A. aculeatum* de diferentes diâmetros: 0,129mm (12,53 %); 0,577mm (9,2 %) e 1,436mm (8,87 %), após 5 h de secagem em estufa a 110 °C ( $\pm 3$ ). Em termos de perda de umidade em função do diâmetro, observa-se que os grãos com diâmetro menor apresentaram a maior perda de umidade em relação ao restante dos grãos, enquanto os grãos maiores apresentaram a menor perda de umidade. Isto pode ser explicado pelo fato de que vários grãos menores originários do mesmo grão de maior dimensão apresentariam uma área superficial de troca de calor maior.

Oliveira Júnior e colaboradores (2022) citam que o teor de umidade é de 10,65 % ( $\pm 0,21$ ) para fibra de *P. cupana* ( $\leq 20$  mesh) após 3 h de secagem a 105 °C em estufa, o que está muito próximo do teor de umidade encontrado nesse estudo. Outra característica também importante nesse estudo é que a fibra de *P. cupana* apresenta um teor de umidade muito próximo ao da *A. aculeatum*.

Em termos de produção de bioprodutos com essas fibras, nota-se que ciclos de aquecimento por 3 h a 105 °C em estufa, seguido de dessecação por 30 min., é um procedimento recomendado para utilização dessas fibras no processo de injeção em matriz de PP. Alto teor de umidade pode implicar em perda de propriedades mecânicas.

Yan e colaboradores (2016) discorrem que a hemicelulose é diretamente responsável pelo teor de umidade nas fibras vegetais. De fato, a Figura 24 mostra a proximidade no conteúdo de hemicelulose das fibras de *P. cupana* e *A. aculeatum*.

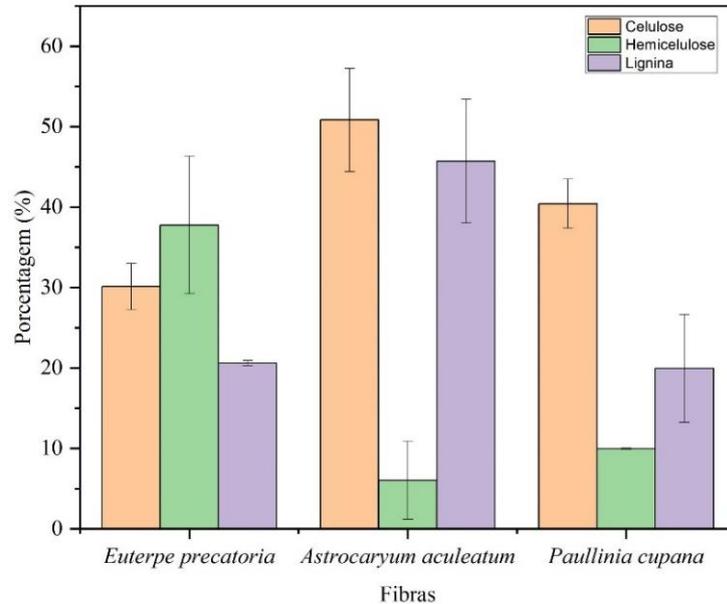


Figura 24. Quantidade de celulose, hemicelulose e lignina nas fibras de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. aculeatum* (Próprio Autor, 2023).

Os resultados também revelam que a quantidade de celulose e a lignina nas fibras de *A. aculeatum* é superior às de *E. precatória* e *P. cupana* que é semelhante aos resultados de Kieling e colaboradores (2021). Esses autores encontraram 49,4 % ( $\pm 0,9$ ) e 37,4 % ( $\pm 1,3$ ) para teores de celulose e lignina respectivamente. As fibras de *P. cupana* possuem duas vezes e meia o teor de celulose relatado na literatura. Segundo Oliveira Júnior e colaboradores (2022), a fibra de *P. cupana* possui 19,16 % ( $\pm 1,07$ ) de celulose. Em princípio, a diferença na quantidade de celulose se deve aos diferentes métodos de processamento das sementes que podem influenciar nas porcentagens dos componentes lignocelulósicos. Para Yan e colaboradores (2016), a quantidade de celulose presente nas fibras influencia diretamente na sua resistência, rigidez e estabilidade. O uso da lignina como carga para compósitos poliméricos refere-se principalmente ao seu papel original - o reforço mecânico da estrutura das plantas (KLAPISZEWSKI *et al.*, 2019).

No que se refere aos conteúdos de extrativos foram observados diferentes teores para *E. precatória* ( $2,17 \pm 0,38$  %), *A. aculeatum* ( $2,75 \pm 0,50$  %) e *P. cupana* ( $3,8 \pm 0,58$  %). Constata-se que a principal característica dessas fibras é o baixo teor de extrativos correspondendo a valores  $< 5$  %. Esses resultados podem ser explicados pelo tipo de solo, estação do ano e idade da planta que influenciam diretamente na quantidade dos extrativos: ácidos graxos, ceras, resinas, entre outros (GUIMARÃES JUNIOR *et al.*, 2013) que podem influenciar de forma negativa na compatibilidade química: fibra-matriz polimérica.

Na Figura 25, os difratogramas mostram basicamente as principais reflexões da celulose de 15 ° a 25 ° em 2θ (BARROS *et al.*, 2021; MAYAKUN *et al.*, 2022). Os percentuais de cristalinidade obtidos para as fibras de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. aculeatum* são de: 28,4 %, 17,6 % e 16,5 %, respectivamente. Com a fibra de *E. precatória* apresentando maior percentual de cristalinidade. Para Sao, Samantaray e Bhattacharjee (1994) o grau de cristalinidade estar relacionado com as propriedades de tração das fibras.

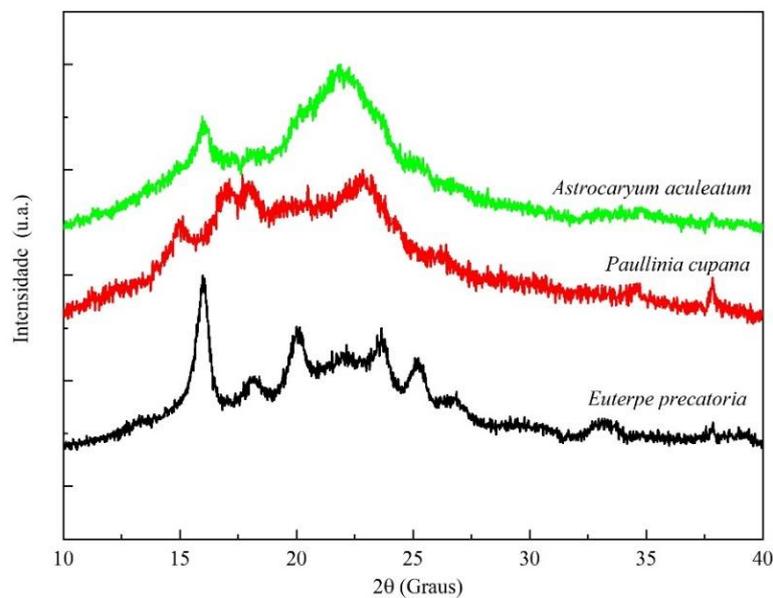


Figura 25. Difratogramas das fibras de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. Aculeatum* (Próprio Autor, 2022).

Padrões de DRX do endocarpo de tucumã (*Astrocaryum aculeatum* Meyer) *in natura* sugerem um conteúdo cristalino natural embutido em uma matriz não cristalina. O nível de precisão dessas estruturas dada a sua complexidade é uma tarefa difícil (MANZATO *et.al.*, 2017). De modo geral, as reflexões de DRX são caracterizadas por fases amorfas e com baixas cristalinidades.

As micrografias com magnificação (x 45), distância de trabalho média (10,5 mm) mostram a morfologia superficial (Figura 26 (a-c)) e a distribuição das fibras (Figura 26 (d-f)) com tamanhos médios de 250 μm/0,250 mm (*E. precatória*), 32 μm/0,032 mm (*P. cupana*) e 100 μm/0,100 mm (*A. aculeatum*) que possibilitam a produção de compósitos com matriz de PP.

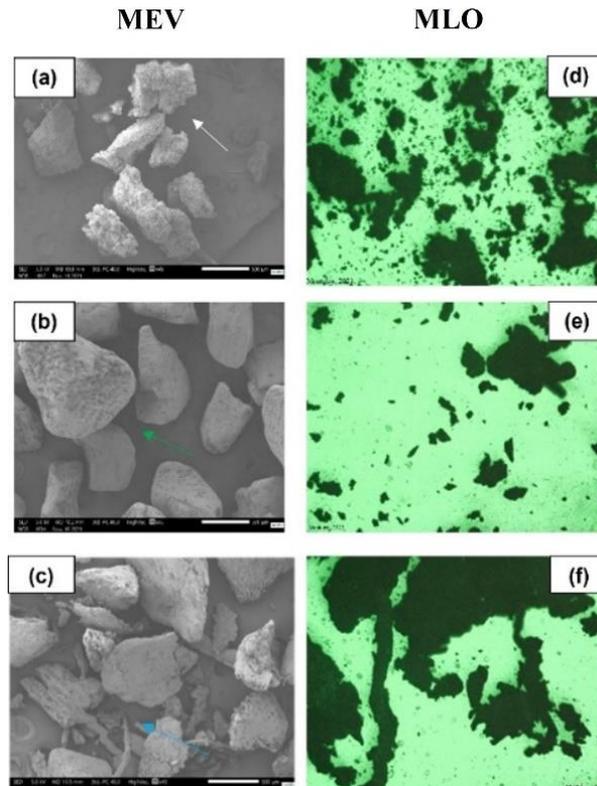


Figura 26. Amostras de *E. precatória* (c; f), *P. cupana* (a; d), *A. aculeatum* (b; e) submetidas a MEV e MLO (Próprio Autor, 2021 e 2023).

A amostra de *E. precatória in natura* é constituída por vários fragmentos de diferentes tamanhos e formas sendo que alguns apresentam aspectos porosos (Figura 27 (a), seta preta). Quando aquecidos a 200 °C, os fragmentos apresentam praticamente os mesmos tamanhos e formas, convertendo-se em um sistema mais homogêneo (Figura 27 (b)).

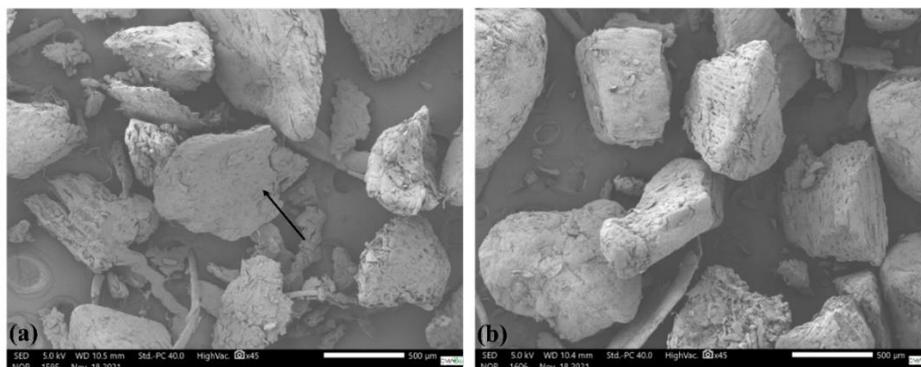


Figura 27. Micrografias com magnificação (x45), distância de trabalho média (10,4 mm) para *E. precatória*: (a) *in natura*; (b) aquecida a 200 °C (Próprio Autor, 2021).

De modo semelhante ao estudo de Costa e colaboradores (2015) com açáí (*Euterpe oleracea* Mart.) em pó, as imagens exibem um material poroso com estrutura irregular podendo ser observados diferentes tamanhos. A presença de estruturas irregulares em diferentes tamanhos é provavelmente consequência da trituração em moinho de facas que se torna menos evidente quando aquecidas a 200 °C.

Observou-se que amostra de *P. cupana in natura* apresenta pequenos fragmentos aglomerados, com dimensões e contornos irregulares (Figura 28(a)) semelhantes às imagens de MEV obtidas por Oliveira Junior e colaboradores (2022) em seu estudo com resíduos de guaraná na forma de sementes processadas. Para amostra aquecida foi observada uma redução na quantidade de fragmentos visualizando um sistema com aspecto de aglomerados desgastados (Figura 28(b))

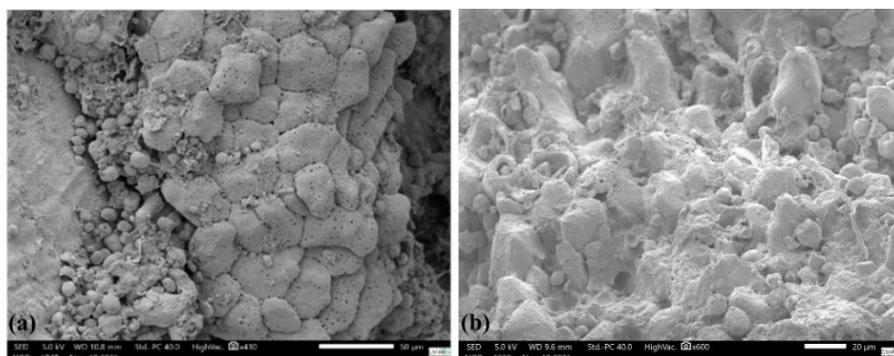


Figura 28. Micrografias com magnificação e distância de trabalho médias de: x321 e 10,2 mm, respectivamente, para *P. cupana*: (a) *in natura*; (b) aquecida a 200 °C (Próprio Autor, 2021).

Em relação a amostra de *A. aculeatum in natura* a mesma apresentou fragmentos com regiões porosas e lisas ao longo de sua estrutura (Figura 29 (a)). Quando aquecida a 200 °C, verificou-se que não há grandes alterações na sua morfologia, porém passa a ser visualizado um aglomerado de camadas sobrepostas (Figura 29 (b), setas brancas).

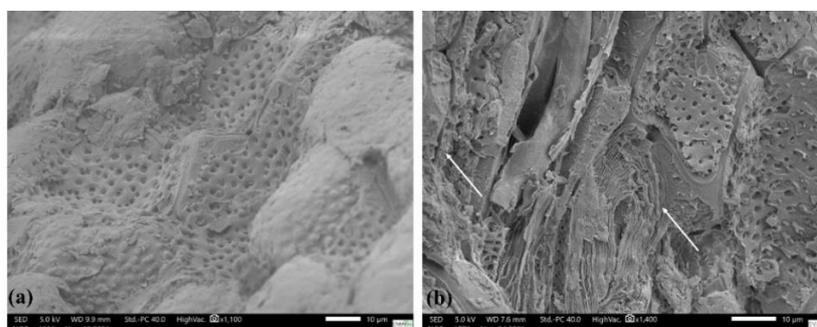


Figura 29. Micrografias com magnificação e distância de trabalho médias de: x1250 e 8,8 mm, respectivamente, para *A. aculeatum*: (a) *in natura*; (b) aquecida a 200 °C (Próprio Autor, 2021).

Braz (2014) menciona que a semente do tucumã apresenta poros ao longo de toda sua estrutura. Portanto, as fibras lignocelulósicos analisadas possuem características morfológicas peculiares quando *in natura* e aquecidas a 200 °C. Levando em consideração, apenas as características morfológicas, as fibras de *E. precatória* (aquecida a 200 °C), destaca-se como o material mais promissor para utilização como reforço em compósitos com matriz de PP, tendo como segunda opção sua forma *in natura*.

A Figura 30 mostra os termogramas que correspondem à perda de água em temperaturas próximas a 100 °C com os seguintes valores: 16,38 %, 10,69 % e 8,34 % para fibras de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. aculeatum*, respectivamente.

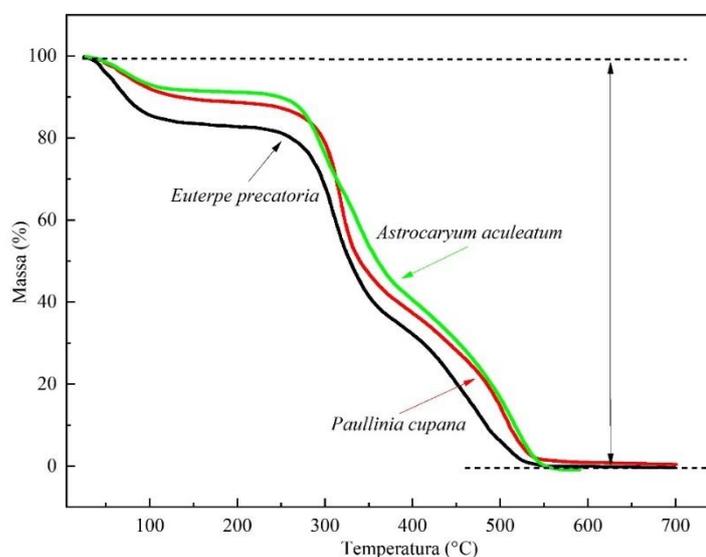


Figura 30. Termogramas para as fibras de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. Aculeatum* (Próprio Autor, 2022).

Yang e colaboradores (2007) descrevem que a pirólise da hemicelulose ocorre principalmente a 220 °C - 315 °C e a da celulose a 315 °C - 400 °C. E que a lignina é difícil de decompor, pois sua perda de massa ocorre em uma ampla faixa de temperatura (de 160 °C a 900 °C). Por isso, os termogramas mostram reduções de massas típicas de celulose, hemicelulose e lignina na faixa de 269,78 °C a 543,57 °C.

As curvas de DSC (Figura 31) mostram que a partir de 284 °C as transformações passam a ser químicas, do tipo exotérmica, até aproximadamente 365 °C quando ocorre a decomposição da celulose, hemicelulose e lignina, conforme pesquisa de Chand e colaboradores (1987). Estas transformações coincidem com as reduções de massa observadas nos termogramas.

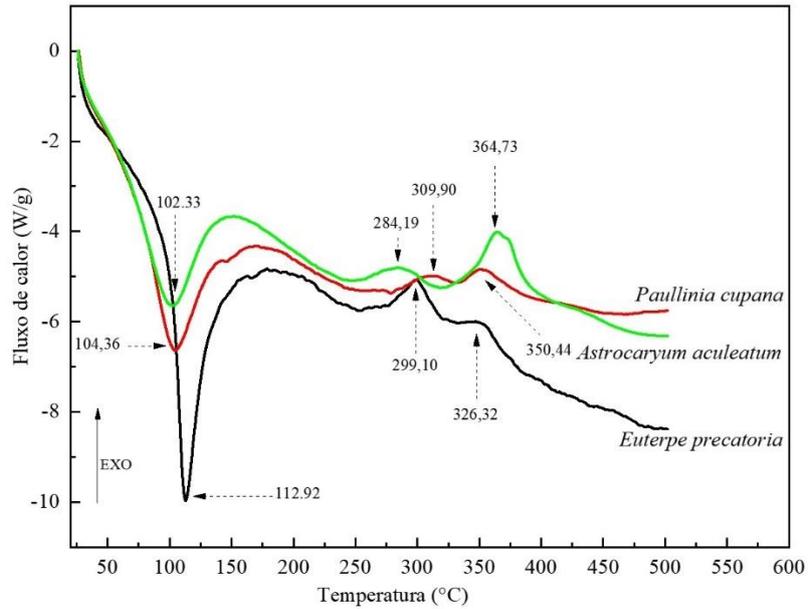


Figura 31. Curvas de DSC para as fibras de *E. precatória*, *P. cupana* e *A. Aculeatum* (Próprio Autor, 2022).

Um pico endotérmico foi visualizado para cada fibra em: 102,33 °C (*A. aculeatum*), 104,36 °C (*P. cupana*) e, 112,92 °C (*E. precatória*), que caracterizam transformações correspondentes a perda de água (CARNEIRO *et al.*, 2013; MARTINS *et al.*, 2008)

Os espectros de FTIR para as fibras de *E. precatória*, *A. aculeatum*, *P. cupana in natura* e aquecidas a 200 °C são mostrados na Figura 32. As fibras são estáveis quando aquecidas a 200 °C, temperatura necessária para injeção plástica com PP.

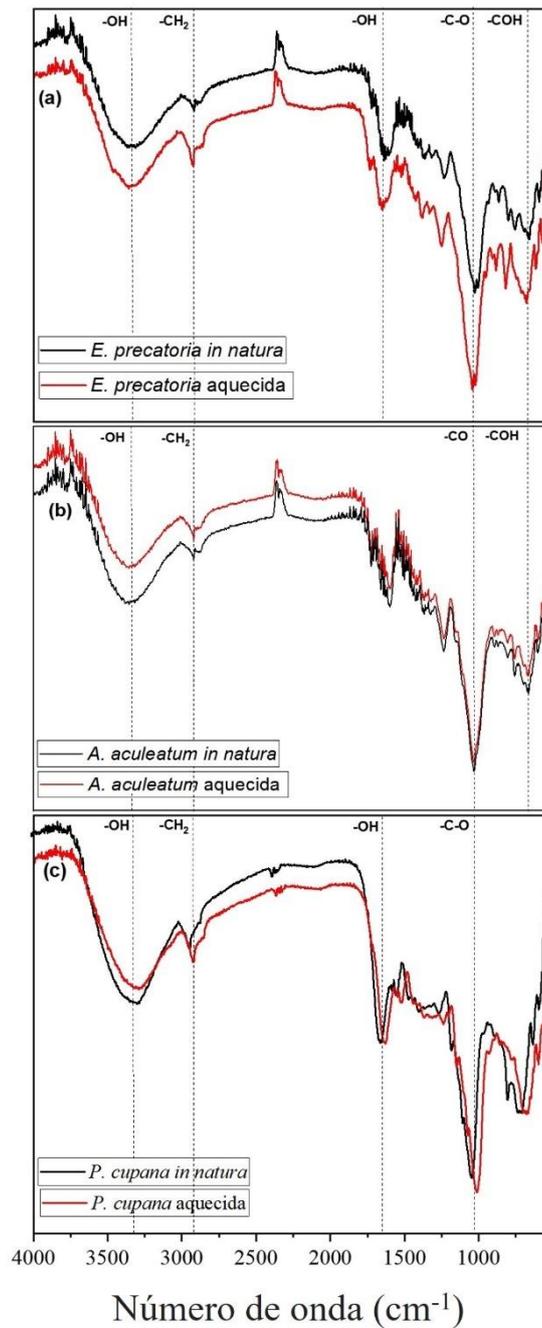


Figura 32. Espectros de FTIR para as fibras de: (a) *E. precatória*; (b) *A. aculeatum* e (c) *P. cupana in natura* e após aquecimento a 200 °C (Próprio Autor, 2022).

Em geral, os espectros apresentam bandas de absorção típicas de substâncias lignocelulósicas, com grupos funcionais referentes à celulose, hemicelulose e lignina. Assim, é possível constatar bandas de absorção para as fibras na região de:

a)  $3336\text{ cm}^{-1}$ , vibrações de alongamento -OH decorrentes da ligação de hidrogênio na celulose (ABIDI *et al.*, 2014);

- b)  $2912\text{ cm}^{-1}$ , vibrações de estiramento características dos grupos  $-\text{CH}_2-$  de substâncias lignocelulósicas (STARK e MATUANA, 2007);
- c)  $1645\text{ cm}^{-1}$ , deformações angulares de grupamentos  $-\text{OH}$  típicos de moléculas de celulose (ARUN *et al.*, 2020);
- d)  $1251\text{ cm}^{-1}$ , referentes ao grupamento de C-O de lignina e hemicelulose (ZHANG *et al.*, 2015);
- e)  $1022\text{ cm}^{-1}$ , vibração de estiramento C-O de lignina (KUMAR *et al.*, 2022)
- f)  $664\text{ cm}^{-1}$  bandas fora do plano de grupamentos de  $-\text{COH}$  de celulose (TOMAK, 2014).

#### 4.2. Caracterização do PP, bioprodutos e sugestão de aplicação

Os espectros de FTIR dos bioprodutos mostram basicamente bandas de absorção do PP e algumas referentes às fibras (Figura 33). O espectro do PP apresenta bandas de absorção típicas de deformação simétrica do agrupamento  $\text{CH}_3$  em  $1377\text{ cm}^{-1}$  e estiramento das ligações C-H e  $\text{CH}_2$  em  $2960$  e  $2920\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente. Estas bandas correspondem às observadas no estudo de Catto e colaboradores (2019) com biocompósitos de PP e fibras de erva-mate (*Ilex paraguariensis*, Saint Hil.). Existe uma banda de absorção referente ao C-C para o PP em  $1350\text{ cm}^{-1}$  (CABRA, 2017).

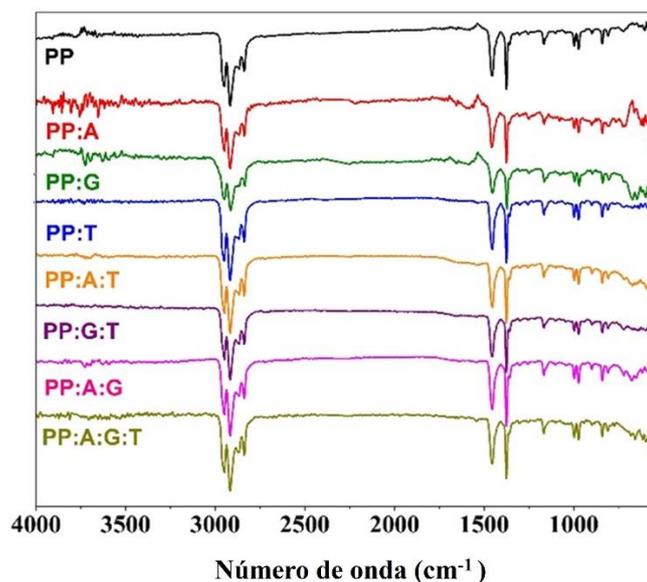


Figura 33. Espectros de FTIR de PP e bioprodutos com fibras de *E. precatória* (açai, A) (A), *P. cupana* (guaraná, G) e *A. aculeatum* (tucumã, T) (Próprio Autor, 2023).

Da mesma forma que no estudo de Kieling e colaboradores (2021), os espectros de FTIR dos bioprodutos não apresentaram bandas de absorção que pudessem indicar uma reação entre o PP e as fibras.

A Figura 34 exibe as curvas TGA para PP e bioprodutos com diferentes valores de redução de massa: PP:G:T (34,04 %); PP:A:T (44,5 %); PP:A:G:T (45,53 %); PP:A:G (51,64 %); e PP:A (54,76 %), com exceção de: P:G e PP:T (57,96 %); e para o PP (46,30 %).

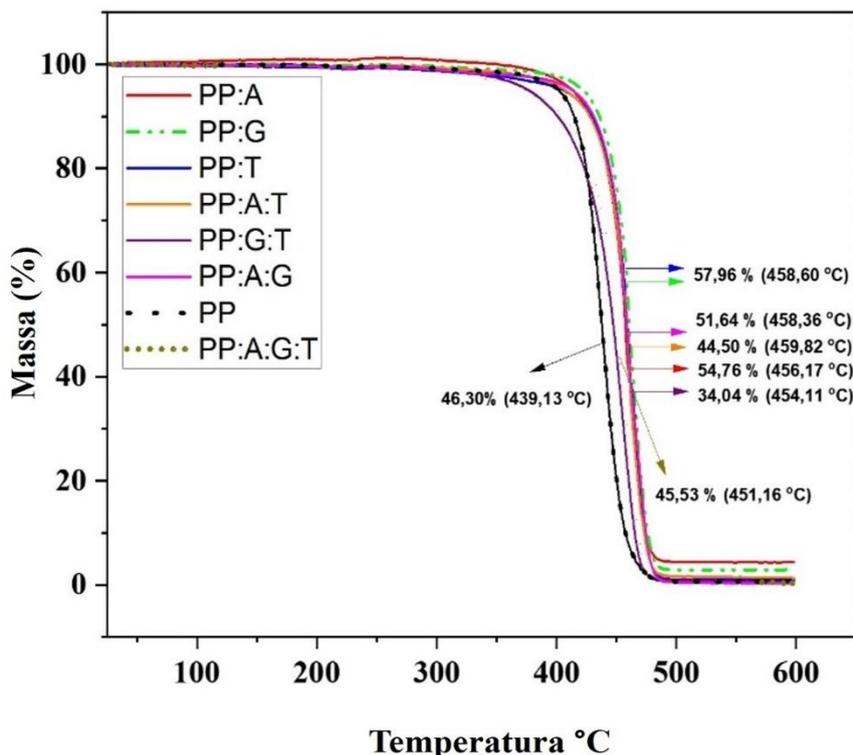


Figura 34. Termogramas para o PP e bioprodutos (Próprio Autor, 2023).

A temperatura inicial de decomposição térmica ( $T_{idt}$ ) do PP é 396,8 °C (Tabela 4). As outras decomposições ocorrem na faixa de 269,78 °C a 543,57 °C e são atribuídas aos três principais constituintes naturais: celulose, hemicelulose e lignina. Esse comportamento está relacionado às interações interfaciais entre o PP e as fibras estudadas, cujas partículas podem limitar o movimento das cadeias poliméricas, com quebra das cadeias moleculares em temperaturas mais baixas (KUMAR *et al.*, 2021). A literatura afirma que a decomposição térmica de biocompósitos madeira-plástico depende de outros fatores como a espécie e a quantidade de madeira, tamanho das partículas, teor de umidade, agentes de acoplamento, quantidade e tipo de polímeros e

outros aditivos (JESKEA *et al.*, 2012). Assim, o  $T_{\text{idt}}$  para um polímero é essencial para poder avaliar sua estabilidade térmica (ABDELWAHAB *et al.*, 2012).

Tabela 4. Temperaturas associadas à perda de massa do PP e bioprodutos obtidas por TGA/DTG (Próprio Autor, 2023).

Amostras	Temperatura de perda de massas (°C)		
	Início	Máximo	Término
PP	396,8	434,5	475,1
PP:A	300,5	456,2	476,5
PP:G	300,1	459,0	475,1
PP:T	300,1	459,7	475,1
PP:A:G	300,0	459,0	475,1
PP:A:T	300,0	459,9	475,1
PP:G:T	300,1	454,6	475,0
PP:A:G:T	300,0	450,9	475,1

A estabilidade térmica é praticamente a mesma para todos os bioprodutos sendo ligeiramente maior para a combinação: PP:A (300,5 °C) seguida de estabilidade térmicas semelhantes para (i) PP:G, PP:T e PP:G:T (300,1 °C) e (ii) PP:A:G, PP:A: T e PP:A:G:T (300,0 °C). A temperatura de processamento deve ser alta o suficiente para que os polímeros possam fundir e fluir, mas não deve exceder a temperatura de degradação (437,3 °C) para evitar a deterioração de suas propriedades. A estabilidade térmica de compósitos poliméricos depende de dois fatores principais, ou seja, da morfologia e da ligação interfacial das misturas (SHAYUTI *et al.*, 2020).

Na Figura 35, as curvas de DSC mostram transformações endotérmicas para o PP (437,3 °C) e para os bioprodutos (167,8 °C a 464,0 °C). É possível observar uma transformação na região de 437,3°C que corresponde aproximadamente à temperatura máxima de decomposição térmica do PP observada em TGA/DTG (Tabela 4). Para os bioprodutos, as transformações que ocorrem na faixa de 432,6 °C a 464,0 °C são compatíveis com as faixas de reduções de massa obtidas em TGA, características dos componentes lignocelulósicos. A transformação em 167,8 °C ocorreu apenas para os bioprodutos que podem estar associados à decomposição da lignina. Yang e colaboradores (2007) descrevem a lignina como sendo uma substância com faixa de

temperatura de decomposição muito ampla (160 °C a 900 °C), ou seja, é comum que os picos de degradação desta substância se sobreponham aos de outras substâncias.

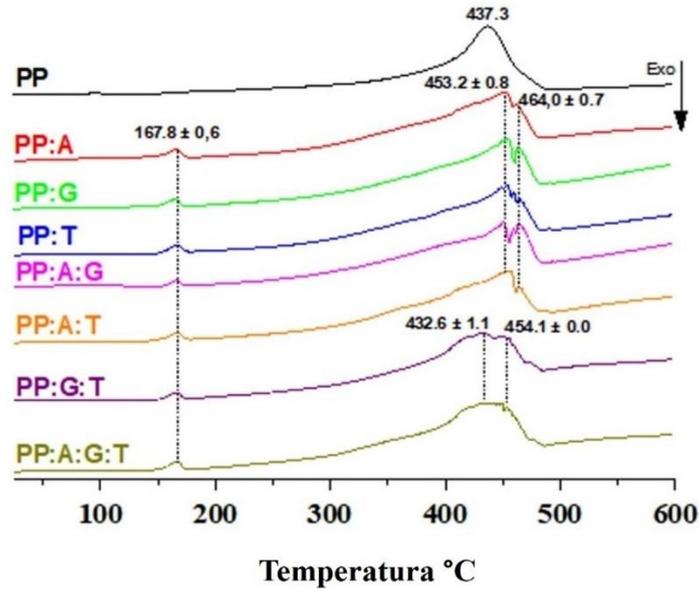


Figura 35. Curva de DSC para o PP e bioprodutos (Próprio Autor, 2023).

As micrografias das seções transversais fraturadas nos ensaios de tração para PP e bioprodutos são apresentadas na Figura 36 (a-h).

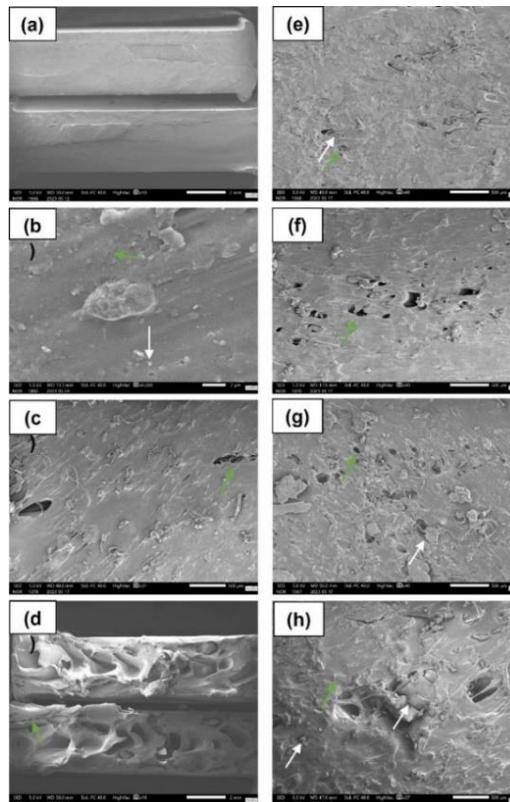


Figura 36. Micrografias com magnificação e distância de trabalho médias de: x31 e 44,2 mm, respectivamente das seções transversais fraturadas no ensaio de tração: (a) PP, (b) PP:A, (c) PP:G, (d) PP:T, (e) PP:A:G, (f) PP:A:T, (g) PP:G:T e (h) PP:A:G:T.

Para o PP observa-se uma ruptura quase predominantemente reta (Figura 36 (a)). Esse tipo de ruptura é comum em polímeros frágeis como o PP, principalmente polímero puro (KIELING et al., 2021).

Para os demais bioprodutos é possível visualizar o deslocamento das fibras na ruptura (Figura 36, setas brancas) e a morfologia nas demais micrografias. Alguns compósitos apresentam microvazios (Figura 36, setas verdes), que segundo Kieling e colaboradores (2021) tornam-se evidentes devido a fratura após ensaios de tração, e a separação entre as fases do compósito é observada.

A Tabela 5 mostra os resultados dos ensaios mecânicos de tração e flexão do PP e bioprodutos. Os bioprodutos produzidos com a adição de 10 % de fibras individual de: *A. aculeatum*, *E. precatória* e *P. cupana*, tiveram uma redução na resistência à tração em relação ao PP de cerca de 10,5 % a 34,1 % e o módulo de elasticidade em 40,94 % a 66,14 %. Por outro lado, a combinação de duas fibras e PP reduziram também a resistência a tração em cerca de 16,4 % a 36,9 % e o módulo de elasticidade em 50,39 % a 64,56 %. Finalmente, na combinação das três fibras observa-se uma redução média na resistência a tração de 13,3 % em relação a matriz de PP e o módulo de elasticidade para 49,60 %.

Tabela 5. Propriedades mecânicas de tração e flexão de PP e bioprodutos (Próprio Autor, 2023)

Composições (%)	Tração		Flexão	
	Resistência (MPa)	Módulo (GPa)	Resistência (MPa)	Módulo (GPa)
<b>PP:100</b>	17,11±1,65	1,27±0,10	26,33±0,95	0,87±0,04
<b>PP:1 fibra</b>				
PP:G (Guaraná):90:10	15,32±0,96	0,75±0,04	28,03±0,56	0,87±0,03
PP:T (Tucumã):90:10	13,06±0,21	0,67±0,01	26,65±0,80	0,89±0,04
PP:A (Açaí):90:10	11,28±0,76	0,43±0,02	21,63±1,70	0,71±0,07
<b>PP:2 fibras</b>				
PP:A:G:90:5:5	14,31±0,46	0,63±0,02	27,46±0,65	0,87±0,07
PP:G:T:90:5:5	11,18±0,20	0,45±0,01	22,96±1,33	0,78±0,03
PP:A:T: 90:5:5	10,80±1,83	0,48±0,03	20,54±0,87	0,65±0,05
<b>PP:3 fibras</b>				
PP:A:G:T:90:3,3:3,4:3,3	14,84±0,40	0,64±0,01	26,72±0,47	0,89±0,02

Seixas e colaboradores (2018) observaram uma redução de aproximadamente 20 % da tensão máxima para vários biocompósitos produzidos com talo de banana e PP de três granulometria diferentes (32, 48 e 100 *mesh*). Segundo esses autores a redução da tensão máxima está diretamente relacionada ao processo de adesão entre as fibras da banana e matriz polimérica de PP. Outra possibilidade é o efeito de descontinuidade que impede uma distribuição uniforme na matriz polimérica causado pelas fibras (PADILHA JR e ZARDO, 2010). Além disso, López e colaboradores (2012) mencionam que geralmente, o efeito do reforço de fibra curta no módulo de elasticidade de uma matriz termoplástica é governado pelos parâmetros: dispersão das fibras, rigidez intrínseca da fibra, entre outros.

Apesar dos resultados não tão promissores em termos de resistência e módulo de tração, a combinação PP:G destaca-se em aplicações onde a redução de 10 % de PP seja permitida para materiais não tão exigentes em termos de propriedades de tração.

Com relação aos ensaios de flexão (Tabela 5) observa-se a obtenção de bioprodutos mais e menos resistentes que o PP. As composições: PP:T; PP:A:G:T; PP:G:A; PP:G apresentam aumento na resistência a flexão de 1,21 %; 1,48 %; 4,29 % e 6,45 %, respectivamente. Enquanto nas outras composições ocorreu redução de 12,7% (PP:G:T), 17,8 % (PP:A) e PP:A:T (21,99 %). Para o módulo de elasticidade (flexão) há composições que não tiveram o módulo alterado como: PP:G e PP:A:G. Por outro lado, há composições em que ocorreram reduções em módulo: PP:A (18,99 %), PP:A:T (26,20%) e PP:G:T (10,76%). O aumento no módulo só foi observado para as composições: PP:T (2,06 %) e PP:A:G:T (2,29 %). Partículas (cargas) lignocelulósicas podem tornar o compósito termoplástico mais rígido (KIELING *et. al.*, 2021). Ayrilmis e colaboradores (2012) relatam que os módulos elásticos de flexão podem ser aumentados pela incorporação de partículas lignocelulósicas onde a celulose é o principal componente de suporte nas cargas.

Sendo assim, a composição PP:G destaca-se dentre as demais por ter apresentado em relação ao PP uma resistência a flexão superior e o módulo de flexão similar, despontando como um material promissor para reforço em matriz de PP.

Os resultados dos ensaios de tração e flexão do PP e bioprodutos também foram submetidos ao *boxplot* que é um recurso gráfico usado em pesquisas científicas para resumir e avaliar os dados quantitativos a partir de softwares estatísticos.

Sendo assim, a Figura 37 corresponde aos gráficos (*boxplot*) referentes aos ensaios de tração e flexão para o PP e bioprodutos. Observa-se que em praticamente todos os

*boxplot* existe uma pequena assimetria que não prejudica a interpretação dos resultados. É possível observar apenas um outlier (nesse caso representado por um ponto preto) no *boxplot* referente ao ensaio de flexão para o PP.

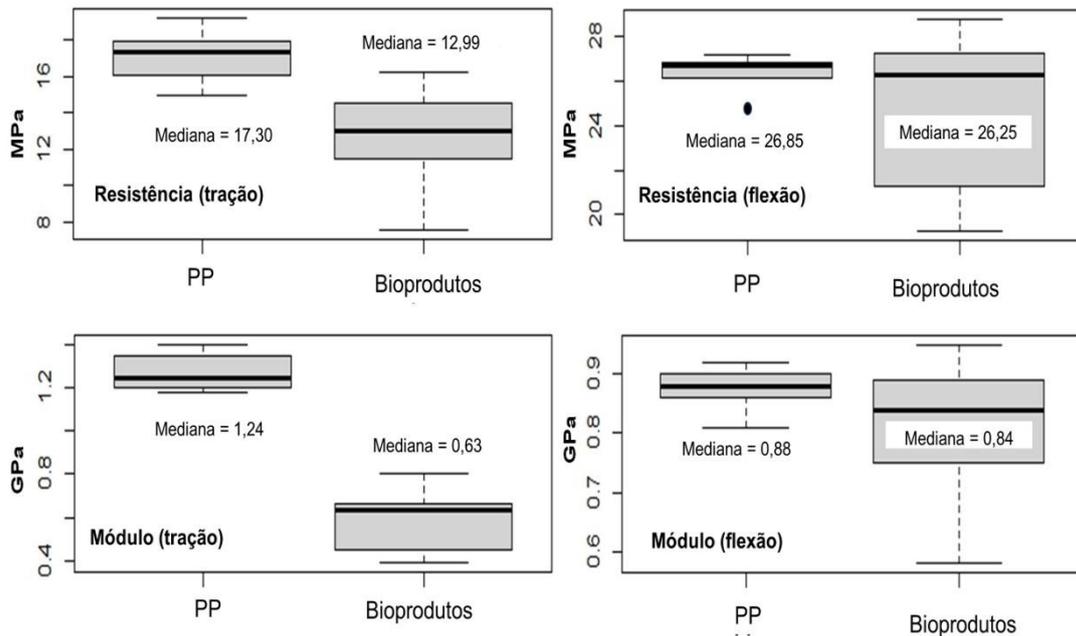


Figura 37. *Boxplot* para os ensaios de tração e flexão: resistência e módulo para os bioproductos (Próprio Autor, 2023).

O *boxplot* para o ensaio de flexão mostra que não há diferenças significativas entre o PP e os bioproductos. De modo geral, isso indica que os bioproductos possuem praticamente a mesma capacidade de flexão do PP em módulo e resistência. Mas o mesmo não pode ser afirmado para a tração, cuja medianas caracterizam uma diferença significativa, tanto no ensaio quanto no módulo de tração. Em termos gerais, os bioproductos possuem uma capacidade de tração menor do que o PP. Mesmo assim, esses bioproductos, com diferentes tons de madeiras e sem odor, podem ser utilizados futuramente, em substituição ao PP, dependendo do projeto e aplicação específica do material como em brinquedos (Figura 38).



Figura 38. Mini escorregador infantil confeccionado em PP (Auto Equip, 2024).

A maioria dos produtos plásticos e brinquedos regulares em Bangladesh são preparados usando o processo de moldagem por injeção. A incorporação de fibras ajuda a reduzir o custo de produção que, por sua vez, reduz o preço do produto (HASAN et al., 2022).

## 5. CONCLUSÃO

O reaproveitamento de fibras lignocelulósicas dos resíduos de frutos de açaí (*E. precatória*), guaraná (*P. cupana*) e endocarpos de tucumã (*A. aculeatum*) tornam-se alternativas para obtenção de bioprodutos, por injeção plástica, utilizando matriz de PP. As fibras lignocelulósicas desses frutos possuem diferentes características físico-químicas, morfológicas e térmicas, assim como, o PP. Em termos macroscópicos foi possível observar uma boa dispersão e adesão das fibras lignocelulósicas a matriz de PP e conseqüentemente a obtenção de bioprodutos em diferentes tons de madeiras e sem odor.

De modo geral para os bioprodutos, não foram visualizadas formação de novas bandas no FTIR. A estabilidade térmica é praticamente a mesma para todos os bioprodutos sendo ligeiramente maior para a combinação: PP:A (300,5 °C) seguida de estabilidade térmicas semelhantes para (i) PP:G, PP:T e PP:G:T (300,1 °C) e (ii) PP:A:G, PP:A: T e PP:A:G:T (300,0 °C). As transformações endotérmicas do DSC estão de acordo com os intervalos de perdas de massas observadas no TGA para os componentes lignocelulósicos. As análises de MEV mostraram que os ensaios de tração causaram fraturas caracterizadas por um deslocamento das fibras durante as rupturas, alguns microvazios e separação entre a matriz polimérica e as fibras dos bioprodutos.

Em relação aos ensaios mecânicos, apesar dos resultados não tão promissores em termos de resistência e módulo de tração, a composição PP:G destaca-se como um bioproduto com proporção de 90 % de PP e 10 % de fibra, que pode ser aplicado em materiais não tão exigentes em termos de propriedades de tração.

No que se refere aos ensaios mecânicos de flexão a composição PP:G sobressai dentre as demais por ter apresentado em relação ao PP uma resistência a flexão superior e o módulo de flexão similar, despontando como um material promissor para reforço em matriz de PP. Esse bioproduto pode ser utilizado em substituição ao PP, dependendo do projeto e aplicação específica do material, como em brinquedos do tipo escorregador, pois a incorporação da fibra irá ajudar a reduzir o custo de produção e conseqüentemente o preço do produto.

## 6. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Apesar dos resultados promissores obtidos, recomenda-se para pesquisas futuras um estudo mais detalhado de outras propriedades da composição PP:A, sugerindo:

- Desenvolver novos bioprodutos nas mesmas condições atuais e em diferentes proporções de PP:G (80:20; 70:30; 60:40; 50:50) com intuito de verificar o comportamento do aumento do teor fibra lignocelulósica nas propriedades de tração e flexão;
- Contribuir com uma nova proposta de redução de resíduos de frutos de *P. cupana* em escala industrial;
- Submeter os novos bioprodutos PP:G a outros ensaios como: compressão, impacto, envelhecimento, inflamabilidade e absorção de água em 24 h;
- Propor uma aplicação industrial para os novos bioprodutos a partir dos resultados dos ensaios.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDELWAHAB, M. A., FLYNN, A., CHIOU, B. S., IMAM, S., ORTS, W., CHIELLINI, E. Thermal, mechanical and morphological characterization of plasticized PLA-PHB blends. *Polymer Degradation and Stability*, v. 97, n. 9, p. 1822-1828, 2012.

ABIDI, N., CABRALES, L., HAIGLER, C.H. Changes in the cell wall and cellulose content of developing cotton fibers investigated by FTIR spectroscopy. *Carbohydrate Polymers*, v. 100, p. 9-16, 2014.

ARANTES, L. M. S. LEAL, T. F., MARQUES, R. F. P., DE OLIVEIRA, A. S. Análise técnica e econômica para implantação de um centro de coleta seletiva em Monsenhor Paulo - MG. *Revista Augustus*, v. 27, n. 54, p. 78-95, 2021.

ARBELAIZ, A., FERNÁNDEZ, B., CANTERO, G., LLANO-PONTE, R., VALEA, A., MONDRAGON, I. Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization. *Composites: Part A*, v. 36, p. 1637-1644, 2005.

ARUN, V., PERUMAL, E. M., PRAKASH, K. A., RAJESH, M., TAMILARASAN, K. Sequential fractionation and characterization of lignin and cellulose fiber from waste rice bran. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 8, n. 5, p. 1-8, 2020.

ASTM D638-14, “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics”, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.

ASTM D790-03, “Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials”, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003.

ASSUNÇÃO, G. M. Environmental management towards the circular economy: how Brazil presents itself in this discussion. *Systems & Management*, v. 14, p. 223-231, 2019.

AYRILMIS, N., KAYMAKCI, A., OZDEMIR, F., Sunflower seed cake as reinforcing filler in thermoplastic composites. *Journal of Applied Polymer Science*, p. 1170-1178, 2012.

BARBOSA, J. R., CARVALHO JUNIOR, R. N. Food sustainability trends - How to value the açai production chain for the development of food inputs from its main bioactive ingredients? *Trends Food Science Technology*, v. 124, p. 86-95, 2022.

BARROS, S. S., OLIVEIRA, E. S., PESSOA JÚNIOR, W. A. G., ROSAS, A. L. G., FREITAS, A. E. M., LIRA, M. S. F., CALDERARO, F. L., SARON, C., FREITAS, F. A. Waste açai (*Euterpe precatoria* Mart.) seeds as a new alternative source of cellulose: Extraction and characterization. *Research, Society and Development*, v. 10, p. 1-16, 2021.

BERGER, R. The plastic waste management framework. *Alliance to End Plastic Waste*, 2023, 67p.

BERTANZA, G., MAZZOTTI, S., GOMEZ, F. H., NENCI, M., VACCARI, M., ZETERA, S. F. Implementation of circular economy in the management of municipal solid waste in an Italian medium-sized city: A 30-years lasting history. *Waste Management*, v. 126, p. 821-834, 2021.

BRAZ, C. E. M. Caracterização de biomassa lignocelulósica para uso em processos térmicos de geração de energia. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araraquara, Brasil, 2014.

BRYDSON, J. A. *Plastic Materials*. 7th. edition. Butterworth-Heinemann, 1999, 920p.

CABRA, J. R.V. Identificación de polímeros por espectroscopía infrarroja. *Revista Ontare*, v. 5, n. 3, p. 115-140, 2017

CALLISTER JUNIOR, W. D., RETHWISCH, D. G. *Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução*. 8. ed. Rio de Janeiro, Ed. LTC, 2012, 535p.

CANGIOTTI, J., SCATTO, M., ARAYA-HERMOSILLA, E., MICHELETTI, C., CRIVELLARI, D., BALLONI, A., PUCCI, A., BENEDETTI, A. Valorization of seashell waste in polypropylene composites: An accessible solution to overcome marine landfilling. *European Polymer Journal*, v.162, p. 1-8, 2022.

CARNEIRO, A. C. O. Estudo da decomposição térmica da madeira de oito espécies da região do Seridó, Rio Grande do Norte. *Revista Árvore*, v. 37, n. 6, p. 1153-1163, 2013.

CATTO, A. L., JÚNIOR, M. A. D., HANSEN, B., FRANSCISQUETTI, E. L., BORSOI, C. Characterization of polypropylene composites using yerba mate fibers as reinforcing filler. *Composites Part B: Engineering*, v. 174, p.1-9, 2019.

CHAND, N., SOOD, S., SINGH, D. K., ROHATGI, P. K. Structural and thermal studies on sisal fibre. *Journal of Thermal Analysis*, v. 32, p. 595-599, 1987.

COSTA, R. G., ANDREOLA, K., MATTIETTO, R. A., DE FARIA, L. J. G., TARANTO, O. P. Effect of operating conditions on the yield and quality of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced in spouted bed. *LWT-Food Science and Technology*, v. 64, n. 2, p. 1196-1203, 2015

DALONSO, N., PETKOWICZ, C. L. O. Guarana powder polysaccharides: Characterisation and evaluation of the antioxidant activity of a pectic fraction. *Food Chemistry*, v. 134, p. 1804-1812, 2012.

DOAN, T. T. L. Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices. Dissertation, Fakultät Maschinenwesen, Technischen Universität Dresden, Deutschland, 2006.

FETENE, Y., ADDISB, T., BEYENEC, A., KLOOSD, H. Valorisation of solid waste as key opportunity for green city development in the growing urban areas of the developing world. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 6, p. 7144-7151, 2018.

GAETE, A. V., TEODORO, C. E. S., MARTINAZO, A. P. Utilização de resíduos agroindustriais para produção de celulase: uma revisão. *Research, Society and Development*, v. 9, n. 8, p 1-33, 2020.

GRANADO, R. M. Moldagem por injeção de microcomponentes ópticos poliméricos gerados em insertos usinados por torneamento de ultraprecisão. Tese de doutorado, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo (USP), 2010.

GUIMARÃES JUNIOR, M., NOVACK, K. M., BOTARO, V. R., PROTÁSIO, T. P., COUTO, A. M. Caracterização físico-química de fibra e polpas de *Bambusa vulgaris* Schrad para utilização em compósitos poliméricos. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, v. 33, p. 33-42, 2013.

HASAN, A., RABBI, M. S., BILLAH, M. M., HASIB, M. A. Effect of chemical treatments on properties of injection molded *Nypa fruticans* fiber reinforced polypropylene composite. *Heliyon*, v. 8, p. 1-22, 2022.

IBGE, Quantidade produzida de açaí, em toneladas, em lavouras permanentes em 2022. Disponível em <<https://sidra.ibge.gov.br/tabela/1613#resultado>>, acessado em 9 de janeiro de 2023.

JAYARAMAN, K. Manufacturing sisal–polypropylene composites with minimum fibre degradation. *Composites Science and Technology*, v. 63, p. 367-374, 2003.

JESKE, H., SCHIRP, A., CORNELIUS, F. Development of a thermogravimetric analysis (TGA) method for quantitative analysis of wood flour and polypropylene in wood plastic composites (WPC). *Thermochimica Acta*, v. 543, p. 165-171, 2012.

KHALID, M. Y., AL RASHID, A., ARIF, Z. U., AHMED, W., ARSHAD, H., ZAIDI, A., A. Natural fiber reinforced composites: Sustainable materials for emerging applications. *Results in Engineering*, v. 11, p. 1-12, 2021.

KIELING, A. G. Viabilidade técnica e econômica da madeira plástica (wood plastic) produzida com plástico reciclável e endocarpo de tucumã (*Astrocaryum* sp.). Tese de

doutorado, Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia, Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Brasil, 2018.

KIELING, A. C., SANTANA, G. P., SANTOS, M. C., JAQTINON, H., C. C., MONTEIRO, C. C. P. Cadeia do tucumã comercializado em Manaus - AM. *Scientia Amazonia*, v. 8, p. B1-B9, 2019.

KIELING, A. C., SANTANA, G. P., SANTOS, M. C., MACEDO NETO, J. C., DEL PINO, G. G., SANTOS, M. D., DUVOISIN JUNIOR, S. Wood-plastic composite based on recycled polypropylene and amazonian (*Astrocaryum aculeatum*) endocarp waste. *Fibers and Polymers*, v. 22, p. 2834-2845, 2021.

KLAPISZEWSKI, L., BULA, K., DOBROWOLSKA, A., CZACZYK, K., JESIONOWSKI, T. A high-density polyethylene container based on ZnO/lignin dual fillers with potential antimicrobial activity. *Polymer Testing*, v. 73, p. 51-59, 2019.

KUMAR, R., SIVAGANESAN, S., SENTHAMARAIKANNAN, P., SARAVANAKUMAR, S. S., KHAN, A., DANIEL, S. A. A., LOGANTHAN, L. Characterization of new cellulosic fiber from the bark of *Acacia nilotica* L. plant. *Journal of Natural Fibers*, v. 19, n. 1, 199-208, 2022.

KUMAR, D., SRISVATAN, A., GAUTAM, V. Investigation on mechanical and thermo-mechanical properties of injection molded PP-TiO<sub>2</sub> composites. *Materials Today: Proceedings*, v. 44, p. 4607-4611, 2021.

KUSKOSKI, E. M., ROSEANE, F., GARCIA, A. A., TRONCOSO, A. M. G. Propiedades químicas y farmacológicas del fruto guaraná (*Paullinia cupana*). *Revista Vitae*, v. 12, n. 2, p. 45-52, 2005.

LÓPEZ, J. P., MUTJÉ, P., PÉLACH, M. A., EL MANSOURI, N-E., BOUFI, S., VILASECA, F. MMMMAAnalysis of the tensile modulus of polypropylene composites reinforced with stone groundwood fibers. *BioResources*, v. 7, n.1, p 1310-1323, 2012

MADDAH, H. Polypropylene as a promising plastic: a review. *American Journal of Polymer Science*, v. 6, n. 1, p. 1-11, 2016.

MANZATO, L., RABELO, L. C. A., DE SOUZA, S. M., DA SILVA, C. G., SANCHES, E. A., RABELO, D., MARIUBA, L. A. M., SIMONSEN, J. New approach for extraction of cellulose from tucumã's endocarp and its structural characterization. *Journal of Molecular Structure*, v. 1143, p. 229-234, 2017.

MARTINS, M. A., PESSOA, J. D. C., GONÇALVES, P. S., SOUZA, F. I., MATTOSO, L. H. C. Thermal and mechanical properties of the açai fiber/natural rubber composites. *Journal of Materials Science*, v. 43, n.19, p. 6531-6538, 2008.

MAURYA, A. K., MANIK, G. Advances towards development of industrially relevant short natural fiber reinforced and hybridized polypropylene composites for various industrial applications: a review. *Journal of Polymer Research*, p. 30-47, 2023.

MAXWELL, D., VAN DER VOST, R. Developing sustainable products and services. *Journal of Cleaner Production*, v. 11, p. 883-895, 2003.

MAYAKUN, J., KLINKOSUN, P., CHAICHANASONGKRAM, T., KAEWTATIP, S. S., Characterization of a new natural cellulose fiber from and its potential application, *Industrial Crops & Products*, v. 186, p. 1-7, 2022.

MOHAMAD, N., MAULOD, H. E. A., RAZAK, J. A. Sustainable materials from recycled polypropylene waste and green fillers: processing, properties and applications. *Recycled Polymer Blends and Composites*, p. 133-177, 2023.

MORAIS, J. P. S.; ROSA, M. F.; MARCONCINI, J. M. Documentos 236. In: *Procedimentos para análise lignocelulósica*. Campina Grande, Embrapa Algodão, 2010. 54p.

OLIVEIRA JÚNIOR, S.D., GOUVÊA, P. R. S.; AGUIAR, L. V. B., PESSOA, V. A., COSTA, C. L. S. C., CHEVREUIL, L. R. Production of lignocellulolytic enzymes and phenolic compounds by *Lentinus strigosus* from the Amazon using solid-state

fermentation (SSF) of guarana (*Paullinia cupana*) residue. Applied Biochemistry and Biotechnology, v. 194, p. 2882-2900, 2022.

PACHECO-PALENCIA, L. A., DUNCAN, C. E., TALCOTT, S. T. Phytochemical composition and thermal stability of two commercial açai species, *Euterpe oleracea* and *Euterpe precatoria*. Food Chemistry, v. 115, p. 1199-1205, 2009.

PAIVA, R., WRONA, M., NERÍN, C., VERONEZE, I. B., GAVRIL, G.-L., CRUZ, S. A. Importance of profile of volatile and off-odors compounds from different recycled polypropylene used for food applications. Food Chemistry, v. 350, n. 15, p. 2021.

PADILHA JUNIOR, E. J., ZARDO, C. L. Comportamento mecânico e reológico de compósito de polipropileno e fibra de bananeira. Revista Eletrônica de Materiais e processos, v. 5, n. 1, 2010.

ROCHA, M. I., BENKENDORF, S., GERN, R. M. M., RIANI, J. C., WISBECK, E. Desenvolvimento de biocompósitos fúngicos utilizando resíduos industriais, Revista Matéria, v. 25 p. 1-12, 2020.

ROSA, C. H. S., MOTHÉ, M. G., MARQUES, M. F. V., MOTHÉ, C. G., MONTEIRO, S. N. Steam-exploded fibers of almond tree leaves as reinforcement of novel recycled polypropylene composites. Journal of Materials Research and Technology, v. 9, n. 5, p. 11791-11800, 2020.

SAO, K. P.; SAMANTARY, B. K.; BHATTACHERJEE, S. X Ray study of crystallinity and disorder in ramie fiber. Journal of Applied Polymer Science, vol. 52, p. 1687-1694, 1994.

SANTOS, E. F., MORESCO, M., ROSA, S. M. L., NACHTIGAL, S. M. B. Extrusão de compósitos de PP com fibras curtas de coco: efeito da temperatura e agentes de acoplamento. Polímeros, v. 20, n. 3, p. 215-220, 2010.

SANTOS, M. M., PASOLINI, F. S., COSTA, A. P. O. Physico-chemical characterization of açai seed and fiber (*Euterpe oleracea* Mart.) through classical and instrumental methods. Brazilian Journal of Production Engineering, v. 9, n. 2, p. 144-160, 2023.

SANVEZZO, P. B., BRANCIFORTI, M. C. Recycling of industrial waste based on jute fiber-polypropylene: Manufacture of sustainable fiber-reinforced polymer composites and their characterization before and after accelerated aging. *Industrial Crops & Products*, v. 168, p. 1-11, 2021.

SEIXAS, J. N., GRANADA, J. E., DE MELO, C. C. N., DA SILVA, G. E. H., PASSADOR, F. R., CHOLAN, G. M., OLIVEIRA, A. D., BEATRICE, C. A. G., GONÇALVES, M. R. F., CARREÑO, N. L. V. Compósitos de polipropileno reforçados com fibras naturais do talo da banana em diferentes granulometrias. *Revista Brasileira de Engenharia e Sustentabilidade*, v. 5, n. 3, p. 32-37, 2018.

SHAYUTI, M. S. M., SHARUDIN, R. W., MOHD, T. A. T., KHAMARUDDIN, P. N. F. M., ABDULLAH, M. Z., YUSOFF, P. S. M. M. Thermal conductivity and crystallography of polypropylene/polycarbonate/polypropylene-graft-maleic anhydride polymer blend. In. *Materials Science Forum*, Trans Tech Publications LTd, v. 995, p. 56-62, 2020.

SILVA, R., HARAGUCHI, S. K., MUNIZ, E. C., RUBIRA, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. *Química Nova*, v. 32, n. 3, p. 661-671, 2009.

SILVA, T. G. E., PONTES, A. C. S. J. E., MUSETTI, M. A., OMETTO, R. Economia circular: um panorama do estado da arte das políticas públicas no Brasil. *Revista Produção Online*, v. 21, n. 3, p. 951-972, 2021.

SILVA JUNIOR, A. L. S., NASCIMENTO, M. M., SANTOS, A. G., LÔBOA I. P., JESUS R. M. Occurrence of polycyclic aromatic compounds in guarana (*Paullinia cupana*) seeds subjected to different drying processes. *Applied Food Research*, v. 2, p. 1-8, 2022.

SOBREIRA, T. G. P., SILVA, L. A., MENEZES, F. D., FRANÇA, E. J., AQUINO, K. A. S. Aspectos estruturais de esferas de quitosana/PVA reticuladas com glutaraldeído aplicados a diferentes tratamentos térmicos, *Química Nova*, v. 43, p. 1251-1257, 2020.

STARK, N. M., MATUANA, L. M. Characterization of weathered wood-plastic composite surfaces using FTIR spectroscopy, contact angle, and XPS. *Polymer Degradation and Stability*, v. 92, p. 1883-1890, 2007.

SULLIVAN, K., THOMAS, S., ROSANO, M. Using industrial ecology and strategic management concepts to pursue the Sustainable Development Goals. *Journal of Cleaner Production*, v. 174, p. 237-246, 2018.

TOMAK, E. D. Changes in chemical composition of decayed Scots pine and beech wood. *Science and Engineering of Composite Materials*, v. 21, n. 4, p. 589-595, 2014.

VALÉRIO, J. M. P., PEREIRA, M. O., GOMES, V. T. Gerenciamento de resíduos sólidos em instituição de ensino: o caso da FATEC Itapetininga. *Revista de Ciências Ambientais*, v. 15, n. 2, p. 1-14, 2021.

VALLADARES NETO, J., DOS SANTOS, C. B., TORRES, E. M., ESTRELA, C. Boxplot: um recurso gráfico para a análise e interpretação de dados quantitativos. *Revista Odontológica do Brasil Central*, v. 26, n.76, p. 1-6, 2017.

VEIGA, R. Competitividade das indústrias será afetada pela Economia Circular. FIEAM, Manaus. Disponível em: <<http://www.fieam.org.br/fieam/2019/09/30/competitividade-das-industrias-sera-afetada-pela-economia-circular-diz-renee-veiga/>>, acessado em 11 de janeiro de 2023.

VIANNA, S. A. *Astrocaryum aculeatum* G. Mey in Flora do Brasil 2020. Disponível em <<https://floradobrasil2020.jbrj.gov.br/FB22080>>, acessado em 11 de janeiro de 2023.

VIANNA, S.A. *Euterpe* precatória in Flora e Funga do Brasil 2024. Disponível em: <<https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB22139>>, acessado em 28 de janeiro de 2024.

WANG, S., MUIRURI, J. K., SOO, X. Y. D., LIU, S., THITSARTAN, W., TAN, B. T., SUWARDI, A., LI, Z., ZHU, Q., LOH, X. J. Bio-polypropylene and polypropylene-based biocomposites: solutions for a sustainable future. *Chemistry na Asian Journal*, v. 18, p. 1-22, 2023

YAN, L., KASAL, B. HUANG, L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. *Composites Part B*, v. 92, p. 94-132, 2016.

YANG, H., YAN, R., CHEN, H., LEE, D. H., ZHENG, C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*, v. 86, p. 1781–1788, 2007.

ZHANG, P., DONG, S. J., MA, H. H., ZHANG, B. X., WANG, Y. F., HU, X. M. Fractionation of corn stover into cellulose, hemicellulose and lignin using a series of ionic liquids. *Industrial Crops & Products*, v. 76, p. 688-696, 2015.

## **ANEXOS**

## 1) Artigo publicados como primeira autora



REVISTA OBSERVATORIO DE LA ECONOMIA LATINOAMERICANA  
Curitiba, v.22, n.1, p. 220-231. 2024.  
ISSN: 1696-8352

**Características morfológicas e térmicas de resíduos fibrosos de *Euterpe precatória*, *Paullinia cupana* var. *sorbilis* (Mart.) Ducke e *Astrocaryum aculeatum***

**Morphological and thermal characteristics of fibrous residues of *Euterpe precatória*, *Paullinia cupana* var. *sorbilis* (Mart.) Ducke and *Astrocaryum aculeatum***

DOI: 10.55905/oelv22n1-012  
Recebimento dos originais: 01/12/2023  
Aceitação para publicação: 02/01/2024

**Dorian Lesca de Oliveira**  
Doutoranda em Química  
Instituição: Universidade Federal do Amazonas (UFAM)  
Endereço: Av. General Rodrigo Octavio Jordão Ramos, 1200, Coroado I,  
Manaus - AM, CEP: 69067-005  
E-mail: dorian.oliveira@ifam.edu.br

**Genilson Pereira Santana**  
Doutor em Físico-Química  
Instituição: Universidade Federal do Amazonas (UFAM)  
Endereço: Av. General Rodrigo Octavio Jordão Ramos, 1200, Coroado I, Manaus -  
AM, CEP: 69067-005  
E-mail: gsantana2005@gmail.com

**Antonio Claudio Kieling**  
Doutor em Biotecnologia  
Instituição: Escola Superior de Tecnologia da Universidade do Estado do Amazonas  
(EST-UEA)  
Endereço: Av. Darcy Vargas, 1200, Parque Dez, Manaus - AM, CEP: 69050-020  
E-mail: akieling@uea.edu.br

**Cledson da Rocha Souza**  
Graduando em Engenharia Mecânica  
Instituição: Instituto Federal do Amazonas (IFAM)  
Endereço: Av. Sete de Setembro, 1975, Centro, Manaus - AM, CEP: 69020-120  
E-mail: cledsonrocha@gmail.com

**RESUMO**  
Resíduos agroindustriais de açaí (*Euterpe precatória*), tucumã (*Astrocaryum aculeatum*) e guaraná (*Paullinia cupana* var. *sorbilis* (Mart.) Ducke), são potenciais fontes de fibras vegetais para novos materiais. Essa pesquisa estudou as características morfológicas e

Page 220  
REVISTA OBSERVATORIO DE LA ECONOMIA LATINOAMERICANA, Curitiba, v.22, n.1, p. 220-231. 2024.

## 2) Artigo submetido como primeira autora

Química Nova

# química nova

**PHYSICAL, CHEMICAL AND MECHANICAL  
CHARACTERIZATION OF POLYPROPYLENE BIOCOMPOSITES  
WITH FIBERS FROM EUTERPE PRECATORIA, PAULLINIA  
CUPANA VAR. SORBILIS (MART.) DUCKE AND  
ASTROCARYUM ACULEATUM**

Journal:	Química Nova
Manuscript ID:	QN-2024-0106
Manuscript Type:	Original Article
Date Submitted by the Author:	27-Mar-2024
Complete List of Authors:	Lesca de Oliveira, Dorian; Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Amazonas de Souza, Wamber ; Universidade Federal do Amazonas Bernardino, Roberta Lorena dos S.; Universidade Federal do Amazonas, Programa de Pós-Graduação em Física Santana, Genilson Pereira; Universidade Federal do Amazonas, Departamento de Química Kieling, Antonio Claudio; Universidade do Estado do Amazonas, Escola Superior de Tecnologia da Rocha Souza, Cledson; Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Amazonas, Departamento de Engenharia Mecânica de Sá Barros, Silma; Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Materiais Freitas, Flavio; Universidade Federal do Rio de Janeiro Junior, Sergio; Universidade do Estado do Amazonas, Escola Superior de Tecnologia
Keyword:	Amazonian fibers, açaí, tucumã, guarana, composite
Please, specify if the submission is for a Regular Issue or Special Issue:	Special Issue: Sustentabilidade e Química Ambiental

SCHOLARONE™  
Manuscripts

<https://mc04.manuscriptcentral.com/qn-scielo>

### 3) Artigo publicados como coautora

## Composite Materials Using Mallow Fibers and Epoxy Resin

### Materiais Compósitos usando Fibra de Malva e Resina Epóxi

Wamber Broni de Souza,<sup>1,\*</sup> Genilson Pereira Santana,<sup>2</sup> Dorian Lesca de Oliveira,<sup>2</sup> Antônio Claudio Kieling,<sup>3,4</sup> Gilberto Garcia del Pino,<sup>3,4</sup> Sérgio Duvoisin Júnior,<sup>4,5</sup> José Costa de Macêdo Neto<sup>2</sup>

This work investigates chemically modified Mallow fibers (MF) and their utilization as reinforcement in an epoxy composite. The untreated Mallow fibers (UTMF) and the Mallow fibers treated (TMF) with 5% NaOH solution were characterized, and Mallow/epoxy resin composites (MEC) were fabricated using 10, 20, and 30 wt.% of TMF, and their mechanical, and thermal properties were studied. UTMF, TMF, and MEC were evaluated using Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Thermogravimetric Analysis (TGA), X-ray diffraction (XRD), and scanning electron microscopy (SEM). A tensile test was performed to characterize the MEC. The alkali treatment increased cellulose by 7% and lignin by 56%, removed hemicellulose and ash content up to 28.8% and 31.4% respectively, and reduced moisture by 3.5%. The spectra of the FTIR and DSC-TGA analyses show the broad absorption and decomposition characteristics of cellulose, hemicellulose, and lignin in the fibers. The UTMF presented a crystallinity index ( $C_i$ ) value of 57% while the TMF had a  $C_i$  value of 77.60%. From the results, it is observed that the maximum tensile strength value was obtained at 20 wt.% of fiber loading, giving 100.22 MPa, which is considered ideal for the fabrication of Mallow/epoxy resin composites.

**Keywords:** Mallow fiber; alkali treatment; mechanical properties; composite materials; epoxy resin.

## 1. Introduction

The most common synthetic fibers<sup>1,2</sup> used in the composites industry are glass fibers,<sup>3,4</sup> carbon fibers,<sup>5-10</sup> and Kevlar<sup>®</sup> (aramid).<sup>11</sup> However, the production of these fibers uses non-renewable natural resources, materials that are not eco-friendly, that have a high cost of production, and consume large amounts of water and energy in their production, in addition to generating industrial waste. To preserve the environment, there is a great interest in discovering environmentally compatible materials that can replace or reduce the use of synthetic fibers, among these, natural fibers stand out.

Plant fibers are widely recognized by the industry and are the most extensively studied by researchers because they are light, biodegradable, and resistant.<sup>12</sup> Investigations have been carried out on numerous natural fibers, such as Mallow, jute, sisal, curauá (*Ananas erectifolius*), banana, cotton, bamboo, bagasse, flax, kenaf (*Hibiscus cannabinus*), oats, barley, wheat, rice husk, wood, alginate, and hemp, for the manufacture of natural fiber polymer composites. The growth in research involving natural fibers can be explained by a short growth period, renewability, lower production costs, good specific mechanical properties, lower density of the composites, reduced energy consumption during manufacturing, biodegradability and eco-friendly materials, lower risk to human health, and broader viability of the product.<sup>12</sup> Cellulose, hemicellulose, and lignin constitute the vegetable fibers that can be obtained from the stem, bast, leaves, seeds, fruit, wood, stalk, and grass/reeds.<sup>13</sup>

Among the natural fibers, Mallow fiber presents relatively very few reports in the literature, and its uses for industrial applications like the automotive<sup>14</sup> and construction industries are even rare.<sup>15</sup> Mallow belongs to the *Malvaceae* family, which comprises several species such as *Malva sylvestris* and the *Urena lobata* Linn. It is originally from Asia and is today cultivated in meadows of rivers, particularly in the Amazon region of Brazil.

In Brazil, Mallow has been cultivated in the states of Amazonas and Pará since the 1930s. It is a plant that is well adapted to soils of low fertility and can be cultivated in *terra firme* soil. The production of Mallow and jute fibers was for a long time the activity that was responsible for a significant percentage of the formation of income in the state of Amazonas (20% of the income



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

Waste Management

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/wasman](http://www.elsevier.com/locate/wasman)

## Research Paper

## Influence of kaolin and red clay on ceramic specimen properties when galvanic sludge is incorporated to encapsulate heavy metals

F.M. Brasil<sup>a,b,\*</sup>, D.L. Oliveira<sup>b</sup>, M.O. Melquíades<sup>c</sup>, F.X. Nobre<sup>c</sup>, C.E.T. Balestra<sup>d</sup>, J.D. Ardisson<sup>e</sup>, J.D. Fabris<sup>f</sup>, G.P. Santana<sup>b</sup>, M.A. Ramirez<sup>a</sup><sup>a</sup> School of Engineering and Sciences, Guaratinguetá, São Paulo State University – UNESP, Guaratinguetá, SP, Brazil<sup>b</sup> Federal University of Amazonas, UFAM, Campus Sede, Manaus, Amazonas, Brazil<sup>c</sup> Federal Institute of Education, Science and Technology of Amazonas (IFAM) – Unidade Centro, Manaus, Amazonas, Brazil<sup>d</sup> Federal Technological University of Paraná, UTFPR, Campus Toledo, PR, Brazil<sup>e</sup> Nuclear Technology Development Center/CDTN/CNEN, Piquiá, Belo Horizonte, MG, Brazil<sup>f</sup> Federal University of Minas Gerais, UFMG, Pampulha, Belo Horizonte, MG, Brazil

## ARTICLE INFO

**Keywords**  
Industrial waste  
Environmental cleaning  
Galvanic sludge  
Heavy metal encapsulation

## ABSTRACT

This study presented the influence of two types of clay: kaolin (Kao) and red clay (RC) on the chemical and physical properties of ceramic specimens when galvanic sludge (GS) is incorporated to encapsulate heavy metals. Samples were obtained of GS from the industrial district of Manaus – Amazonas State, Brazil, and kaolin (Kao), and red clay (RC) from the Central Amazon. A fourth sample was prepared by mixing GS, Kao, and RC in the ratio 1:1:8 (GS + Kao + RC). This mixture was ground, and ceramic specimens were prepared, and heat treated at 950 °C and 1200 °C for three hours for phase detection, compressive strength, leaching of Fe, Ni and Cr metals and life cycle assessment. Galvanic sludge, Kao, and RC were also, and heat treated to at 950 °C and 1200 °C for three hours, obtaining GS950, GS1200, Kao950, Kao1200, RC950, and RC1200. The samples were submitted to XRF, XRD, Rietveld refinement, Mössbauer spectroscopy, TG/DTG/DSC, and SEM. The results show that the formation of nickel oxide and a spinel solid solution of the type  $[\text{Fe}^{2+}] (\text{Fe}^{2+}_x, \text{Fe}^{2+}_{1-x}, \text{Ni}^{2+}_x, \text{Cr}^{3+}_x)\text{O}_4$  (in which  $\square$  – tetrahedral site,  $\{\}$  octahedral site) occurs in GS1200, which is caused by sulfate decomposition to  $\text{SO}_2$ . At 1200 °C, heavy metals are encapsulated, forming other phases such as nickel silicate and hematite. Life cycle assessment was used to verify the sustainability and value of GS in clay for making bricks, and it indicated that the production of ceramics is feasible, reduces the use of clays, and is sustainable.

## 1. Introduction

Promoting environmental sustainability means steering the world towards efforts and initiatives that reduce global warming. Many areas of the planet are polluted, and it is common to find high levels of heavy metals (HM) in soils, groundwater or surface water and the atmosphere. These are contaminants that require special attention because they are not biodegradable, have a high bioaccumulative capacity and can cause diseases such as cancer and Wilson's disease, among others (Lu et al., 2018). In addition, improper disposal or disposal in landfills contributes to the leaching of HM into groundwater (Changming et al., 2018).

One of the most important sources of HM in the environment is galvanic sludge, and the electroplating process consumes a considerable amount of HM, mainly chromium, nickel, zinc (Matovic et al., 2021).

High amounts of hazardous galvanic sludge containing HM are scattered in multiple locations throughout the world: (i) in China, these figures reached about 10 million tons annually in 2020 alone (Weng et al., 2020); as well as (ii) in the city of Kyiv, Ukraine, which ranks 29th among the most polluted cities in the world. In 2019 alone, it had about 170 million tons of toxic industrial waste, including galvanic sludge, which was dumped in landfills (Romanukha et al., 2020); and (iii) in Algeria, one of the most industrialized countries in Africa, which has about 2 million ton/year of galvanic sludge from various galvanisation processes, such as those used in automobiles, refrigerators, and bicycles, among others (Amrane and Bouhidel, 2018). Thus, the literature recommends that the safest destination for galvanic sludge is recycling since it reduces the amount of HM in the environment (Changming et al., 2018).

\* Corresponding author at: School of Engineering and Sciences, Guaratinguetá, São Paulo State University – UNESP, Guaratinguetá, SP, Brazil.  
E-mail address: [fbrasil@ufam.edu.br](mailto:fbrasil@ufam.edu.br) (F.M. Brasil).

<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2024.04.015>

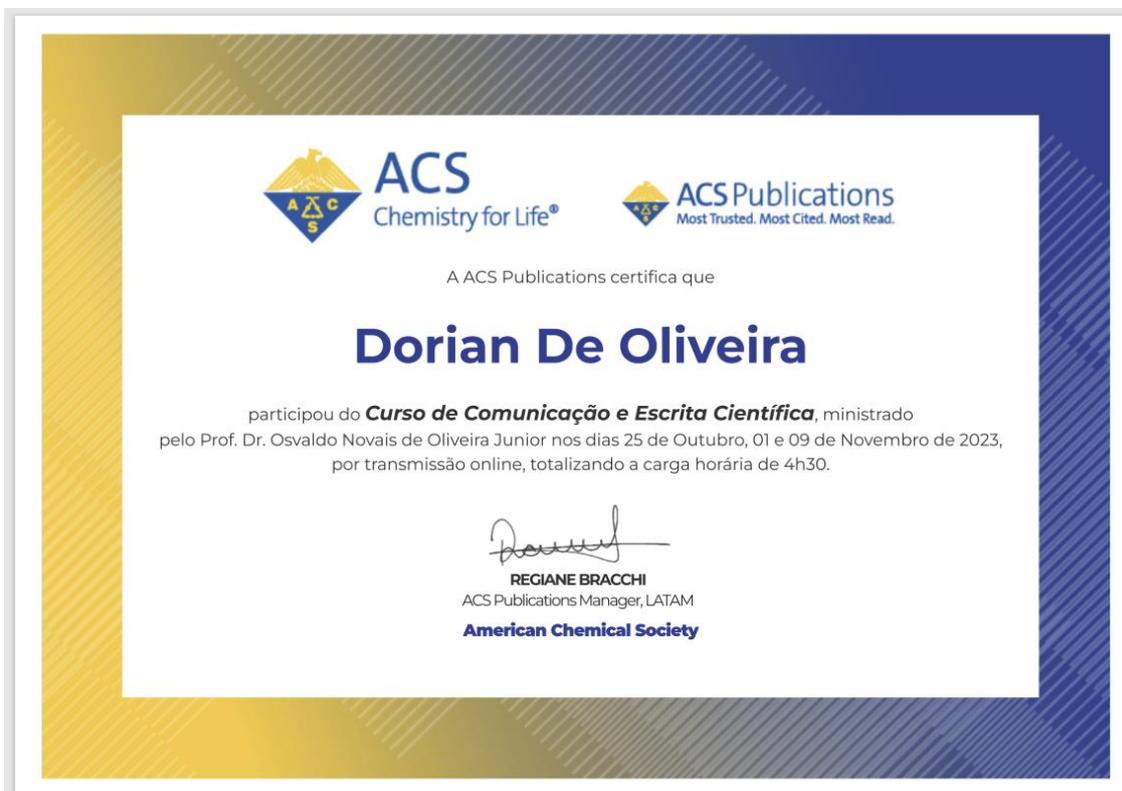
Received 10 July 2023; Received in revised form 17 March 2024; Accepted 8 April 2024

Available online 12 April 2024

0956-053X/© 2024 Elsevier Ltd. All rights reserved.

# PARTICIPAÇÕES EM EVENTOS E MINICURSOS RELACIONADOS AO PROJETO DE TESE

## 1) MINICURSOS



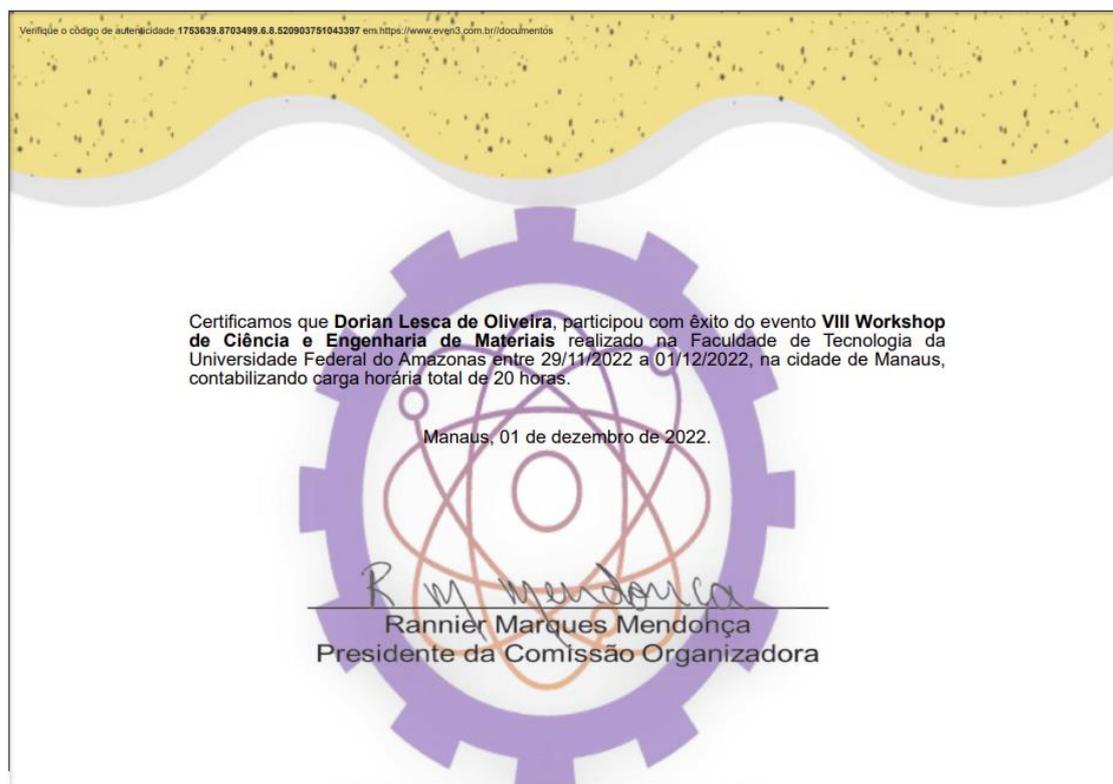
Acesse <https://doi.org/10.26434/chemrxiv-2023-9muub> para verificar se este certificado é válido. Código de validação: 9MUUB9RM







## 2) EVENTOS



## 3rd MEETING OF THE BRICS WORKING GROUP ON MATERIALS SCIENCE AND NANOTECHNOLOGY

26 out. 2021, 07h / 28 out. 2021, 17h

Hotel Intercity Manaus  
Rua Professor Márciano Armond, 544, Adrianópolis - Manaus, AM

### Inscrição

**Inscrição/ Subscription**  
**R\$ 0,00**

Comprado dia 19 out. 2021 - 13h48



**S7SD7VKV40**

### Participante

**Dorian Lesca de Oliveira**

Verifique o código de autenticidade 156284.8703499.6.8.57208043189970 em <https://www.even3.com.br//documentos>



Congresso Nacional  
& IV Semana Acadêmica de  
**BIOTECNOLOGIA-UEA**  
Biotecnologia para a sociedade

Manaus, AM - 24 a 27 de setembro de 2019

## Certificado

Certificamos que Dorian Lesca de Oliveira, participou do evento Congresso Nacional e IV Semana Acadêmica de Biotecnologia, da Universidade do Estado do Amazonas, realizado de 24 a 27 de setembro de 2019, em Manaus/AM, contabilizando carga horária total de 30 horas.

*Márcia Rúbia Silva Melo*

**Márcia Rúbia Silva Melo**  
Coordenadora Geral do Congresso

Realização:

**UEA** UNIVERSIDADE  
DO ESTADO DO  
AMAZONAS

Apoio:

**FAPEAM**  
FUNDAÇÃO DE AMPARO À PESQUISA  
DO ESTADO DO AMAZONAS  
EDITAL Nº 001/2018