

## OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE HARAKEKE PARA DISPERSÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO

THOMAZ FRAZATTO CARRARA<sup>1</sup>; OSCAR GIORDANI PANIZ<sup>2</sup>; ALICE  
GONÇALVES OSÓRIO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [tf.carrara@uol.com.br](mailto:tf.carrara@uol.com.br)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [oscar.paniz@hotmail.com](mailto:oscar.paniz@hotmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – [osorio.alice@gmail.com](mailto:osorio.alice@gmail.com)

### 1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, as fibras vegetais estão sendo cada vez mais utilizadas para a produção de compósitos, sendo uma possibilidade de melhorar seu balanço de dióxido de carbono (DE ROSA et al, 2010). Dentre estas, a maioria é extraída de cascas, como juta, linho ou cânhamo, assim como de algumas folhas, tal como sisal, assim, gerando interesse comercial.

As fibras das folhas do *Phormium tenax* (Harakeke<sup>1</sup>) vêm originalmente da Nova Zelândia, onde elas têm um uso tradicional para a produção de tapetes e cordas. Tal como acontece com outras fibras foliares, o *P. tenax* parece ser promissor para a obtenção de longos trechos de fibras alinhadas, com comprimento superior a 1 m. Este tem sido o objeto de vários estudos recentes que visam a avaliação de suas propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas características, bem como a viabilidade de sua introdução em compósitos (JAYARAMAN, 2009).

No entanto, o limite de todas as fibras foliares é que, sendo formado por feixes de muitas células vegetais, apenas uma pequena parte delas contribui efetivamente à adesão da matriz da fibra (MISHRA et al, 2004). Como consequência, as propriedades mecânicas e estruturais das fibras extraídas da maneira tradicional são muito inferiores àquelas que podem ser obtidas usando as próprias fibras de celulose.

Por outro lado, a extração de nanofibras com diâmetros de 5 a 50 nm e comprimentos de vários micrômetros, e a separação subsequente por meio de hidrólise ácida, leva a domínios nanocristalinos com módulos de elasticidade em torno de 150 GPa (SAMIR et al, 2004).

Nesse contexto, a extração de nanocristais de celulose de fibras vegetais começa a ser atraente, devido ao alto percentual de celulose em sua estrutura.

### 2. METODOLOGIA

Para a obtenção das fibras do Harakeke, inicialmente foram cortadas e moídas no moinho de facas da marca Marconi MA 340, cujo resultado é mostrado na Figura 1.

---

<sup>1</sup> Harakeke: De acordo com Wehi 2007, Harakeke é a denominação de *Phormium tenax* na linguagem Maori.

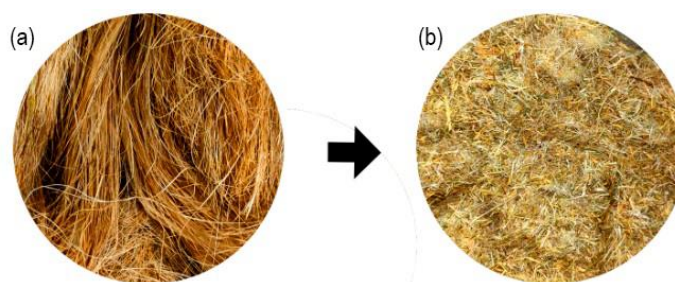


Figura 1 – Fibras secas (a) e fibras molidas (b)

Para a obtenção da polpa celulósica, as fibras molidas foram submetidas a dois tratamentos químicos, que visam a remoção dos componentes amorfos das fibras lignocelulósicas como hemicelulose e lignina. O primeiro tratamento aplicado foi hidrólise alcalina utilizando uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) 5% (m/v), à 70 °C, por 3 horas sob agitação constante. Após esse período, a polpa foi lavada com água destilada quente até a neutralização do pH, como mostra a Figura 2 (a).



Figura 2 – Hidrólise alcalina (a) e branqueamento (b)

O segundo tratamento realizado foi o branqueamento, utilizando uma solução de clorito de sódio ( $\text{NaClO}_2$ ) 0,1 molar com pH 4 (ajustado com ácido acético ( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )), à 70 °C por 1 hora sob agitação constante. Sendo novamente, lavado com água destilada quente até a neutralização do pH, como mostra a Figura 2 (b).

Finalmente, a polpa oriunda do processo anterior foi submetida a hidrólise ácida utilizando uma solução de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 30% (v/v), por 1 hora em ultrassom. Posteriormente a suspensão em solução ácida foi neutralizada através do uso de membranas de diálise.

Para a caracterização da celulose, foram utilizadas as técnicas de FTIR, no equipamento de marca Shimadzu e modelo IRPrestige-21. As imagens de microscopia óptica foram obtidas em um microscópio Olympus CX 21 e a medição do diâmetro das fibras foi feita pelo software ImageJ.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As análises morfológicas foram realizadas com as fibras após o branqueamento, como pode ser visto na figura 3 (c) e (d).

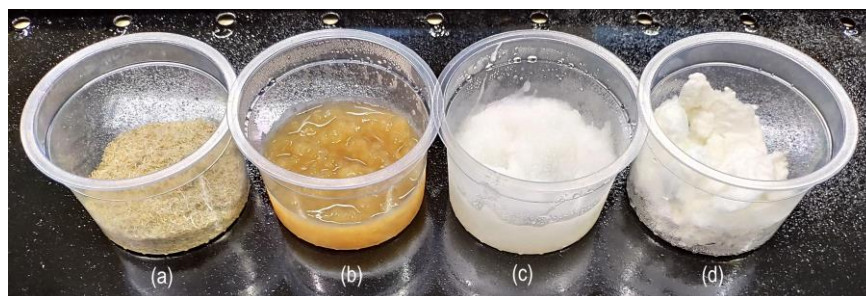


Figura 3 – Etapas dos processos químicos (a), (b), (c) e (d), fibras moidas, fibras após a hidrólise alcalina, polpa após o branqueamento e polpa seca, respectivamente.

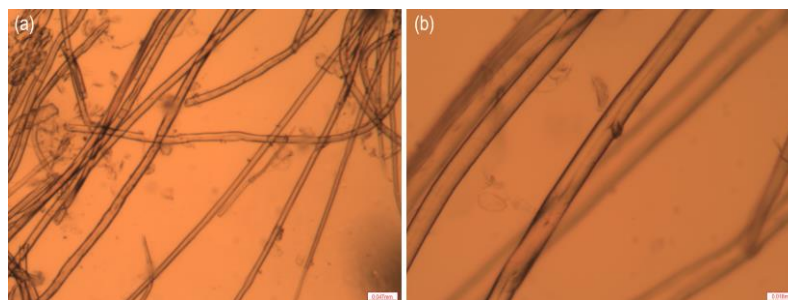


Figura 4 – Micrografias óticas da fibra de Harakeke após o branqueamento.

De acordo com a figura 4 podemos observar que, após os tratamentos químicos, a matriz que envolve as fibras celulósicas foi majoritariamente removida, separando as fibras de celulose da matriz lignocelulósica, evidenciando a remoção gradual de componentes amorfos, como hemiceluloses, lignina, pectina e a permanência da parte celulósica e as fibras possuem diâmetro de 15 micrometros.

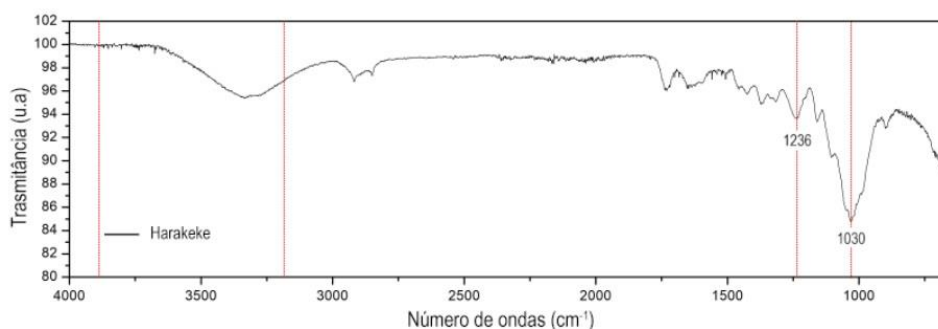


Figura 4 – Espectro de FTIR do Harakeke

Analisando-se os espectros de infravermelho das fibras de *Phormium tenax*, foi possível identificar as bandas de absorção características de fibras naturais. Sendo elas entre 3200 e 3800  $\text{cm}^{-1}$  que representa a deformação axial da ligação O-H presente nos polissacarídeos. A absorção da região de 1236  $\text{cm}^{-1}$  está relacionada ao grupo C-O presente na lignina e a região de 1030  $\text{cm}^{-1}$  relacionadas ao estiramento assimétrico da ligação C-O-C presente na celulose.

#### 4. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos até então reforçam a eficácia da metodologia definida a fim de obter e caracterizar as fibras de linho neozelandês. De acordo com as análises de microscopia ótica e FTIR é possível dar seguimento ao método aplicado.

Testes preliminares usando nanocelulose com nanotubos de carbono indicaram que a sua aplicação como agente dispersante prova ser bastante promissora.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

SAMIR, My Ahmed et al. Tangling effect in fibrillated cellulose reinforced nanocomposites. **Macromolecules**, v. 37, n. 11, p. 4313-4316, 2004.

MISHRA, Supriya et al. A review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their biocomposites. **Macromolecular Materials and Engineering**, v. 289, n. 11, p. 955-974, 2004.

JAYARAMAN, Krishnan; HALLIWELL, Rex. Harakeke (phormium tenax) fibre–waste plastics blend composites processed by screwless extrusion. **Composites Part B: Engineering**, v. 40, n. 7, p. 645-649, 2009.

DE ROSA, Igor M. et al. Tensile behavior of New Zealand flax (Phormium tenax) fibers. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 29, n. 23, p. 3450-3454, 2010.

FORTUNATI, E. et al. Extraction of cellulose nanocrystals from Phormium tenax fibres. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 21, n. 2, p. 319-328, 2013.

NEWMAN, Roger H. et al. Epoxy composites reinforced with deacetylated Phormium tenax leaf fibres. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 38, n. 10, p. 2164-2170, 2007.

LE, Tan Minh; PICKERING, Kim Louise. The potential of harakeke fibre as reinforcement in polymer matrix composites including modelling of long harakeke fibre composite strength. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 76, p. 44-53, 2015.

PELLISSARI, Franciele Maria. Et al. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. **Cellulose**, v. 21, n. 1, p. 417-432, 2014.

WEHI, Priscilla M.; CLARKSON, Bruce D. Biological flora of New Zealand 10. Phormium tenax, harakeke, New Zealand flax. **New Zealand Journal of Botany**, v. 45, n. 4, p. 521-544, 2007.