

4

Resultados e Discussão

4.1. Microscopia Eletrônica de Varredura

Obtiveram-se micrografias das superfícies longitudinais e transversais das fibras: Bastão do Imperador, Costus e Helicônia. (Figura 36, Figura 37 e Figura 38).

Nas Figura 36 (a), Figura 37(a) e Figura 38 (a) é apresentado o aspecto superficial das fibras, onde nas superfícies longitudinais observam-se as células parenquimáticas.

Este arranjo de células é característica das fibras ligno-celulósicas. Observa-se ainda que as células de Helicônia são menores que as de Bastão do Imperador, e que as células de Costus são as maiores das três fibras.

Nas Figura 36 (b), Figura 37 (b) e Figura 38 (b) podem ser observadas as macrofibrilas, as microfibrilas, os vasos condutores e o lúmen das três diferentes fibras.

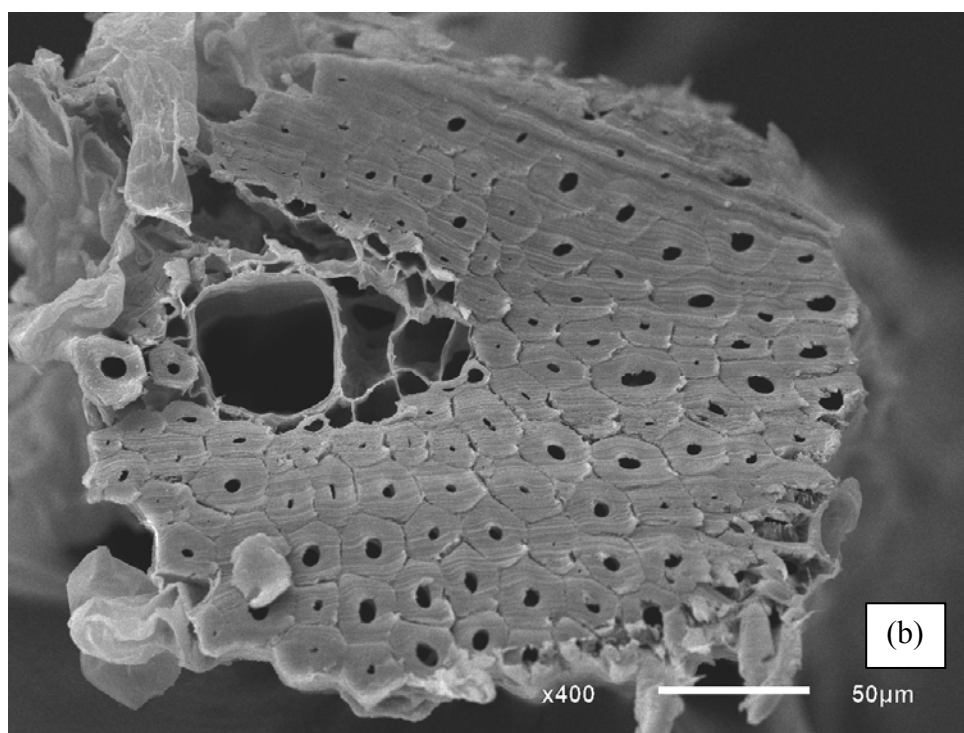
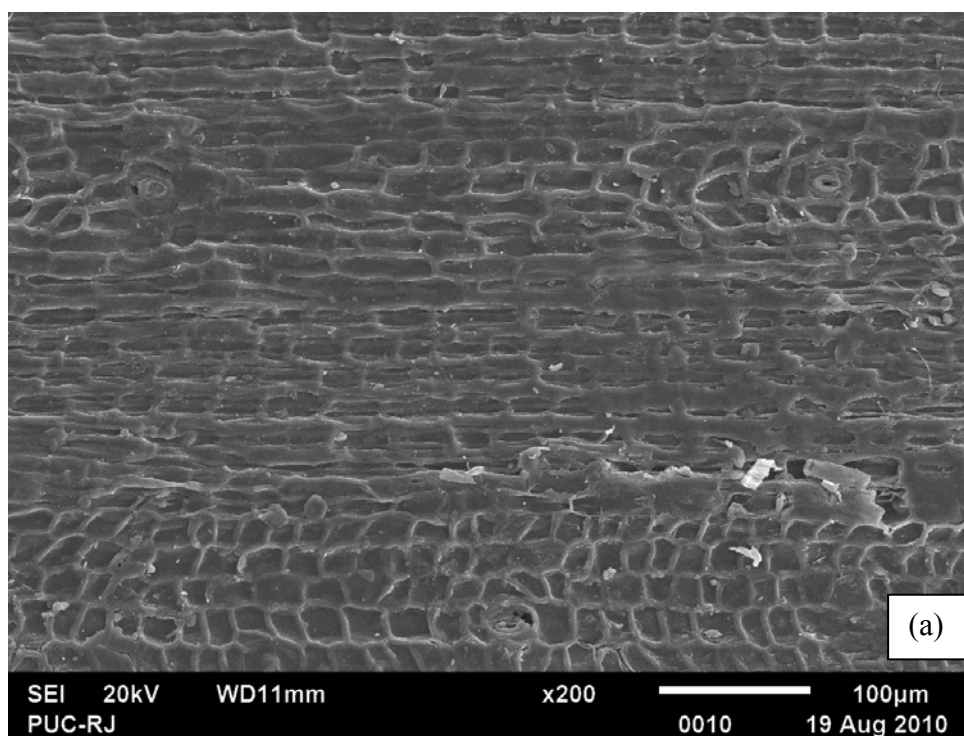


Figura 36 – Micrografia obtida por MEV da fibra de Bastão do Imperador, (a) superfície longitudinal e (b) seção transversal da fibra.

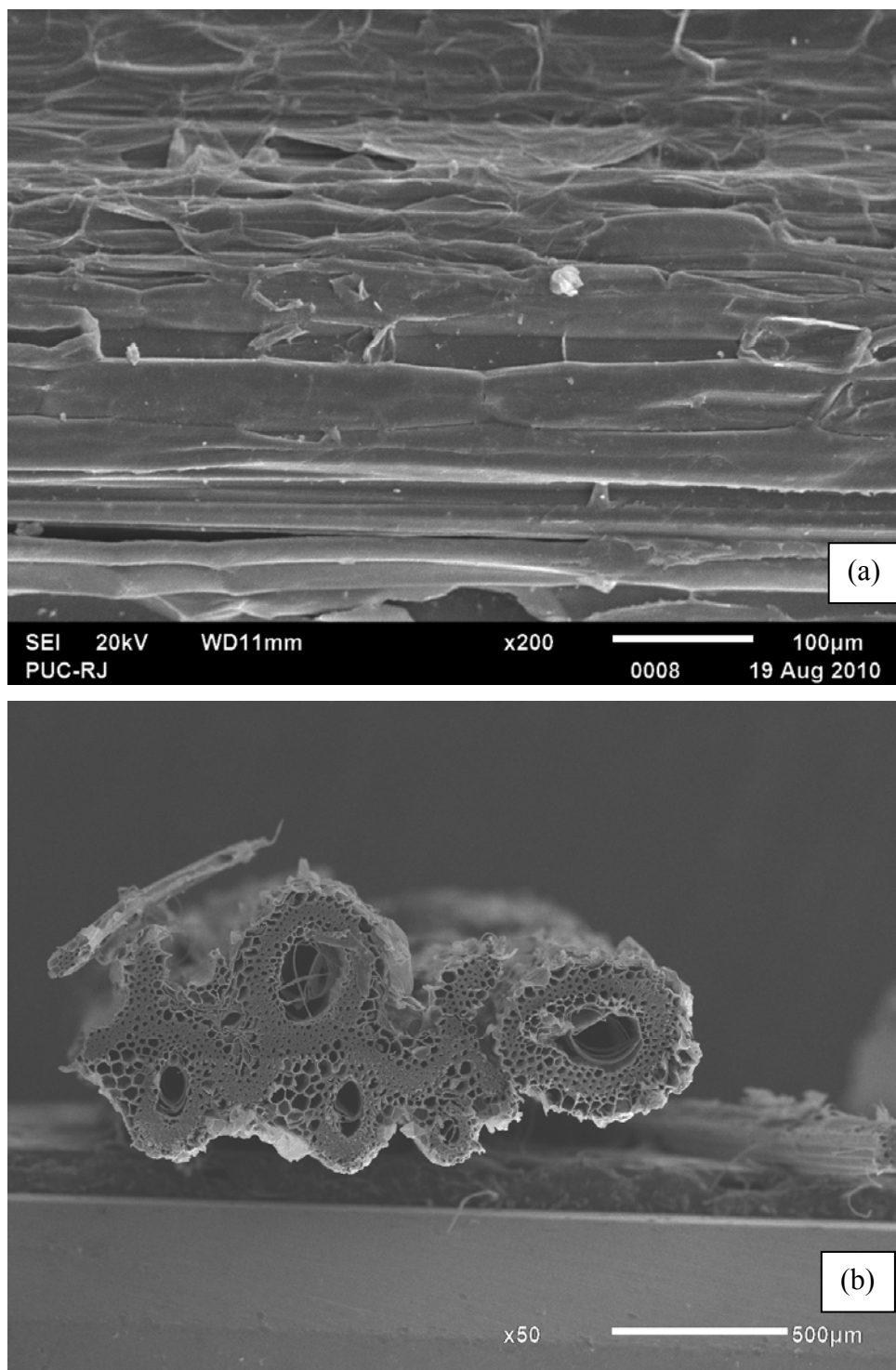


Figura 37– Micrografia obtida por MEV da fibra de Costus, (a) superfície longitudinal e (b) seção transversal da fibra.

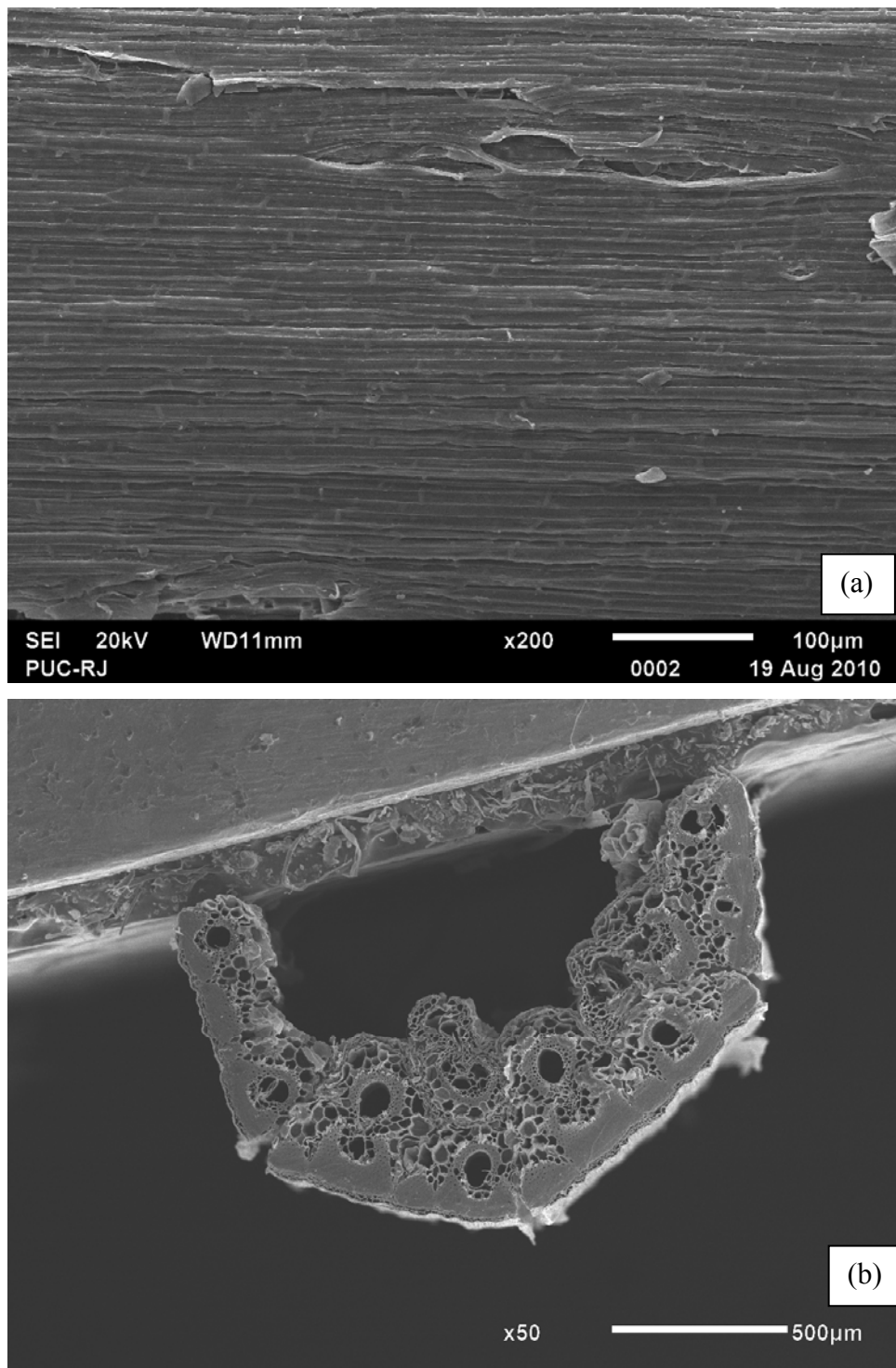


Figura 38 – Micrografia obtida por MEV da fibra de Helicônia, (a) superfície longitudinal e (b) seção transversal da fibra.

Nas Figura 39, Figura 40 e Figura 41, pode-se observar com detalhe o tamanho e o aspecto das microfibrilas, assim como o espaço ocupado por seus vasos condutores.

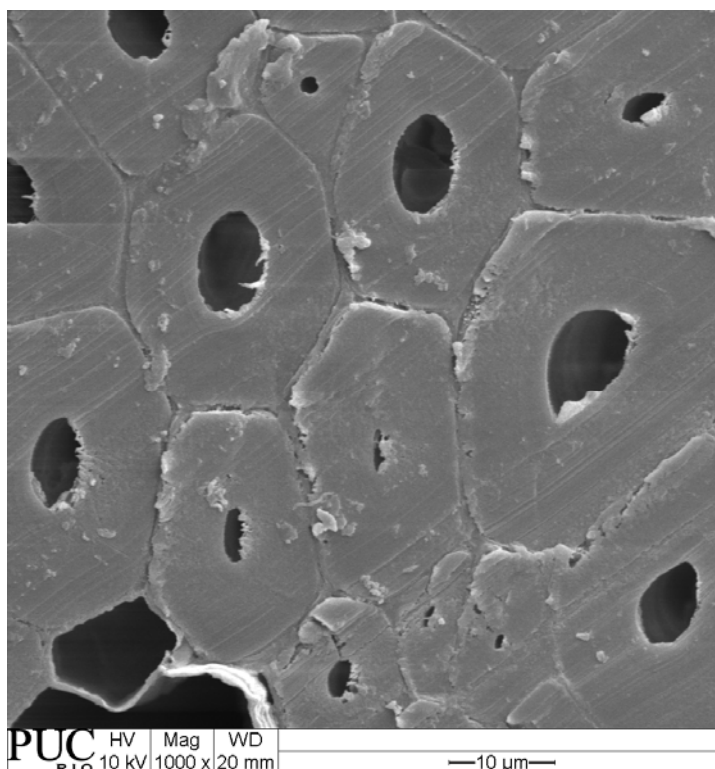


Figura 39 – Micrografia obtida por MEV detalhando as microfibrilas da fibra de Bastão do Imperador.

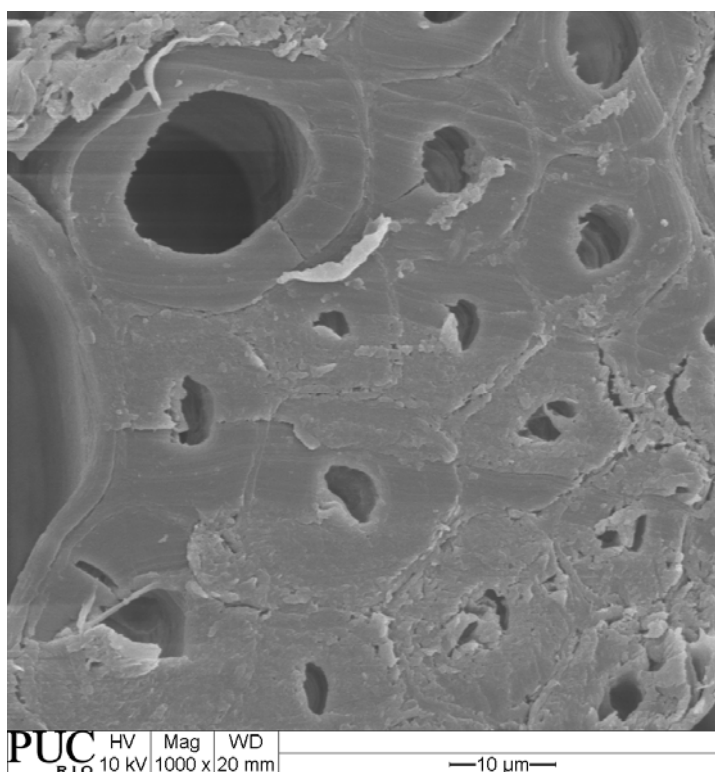


Figura 40 – Micrografia obtida por MEV detalhando os vasos condutores das microfibrilas da fibra de Costus.

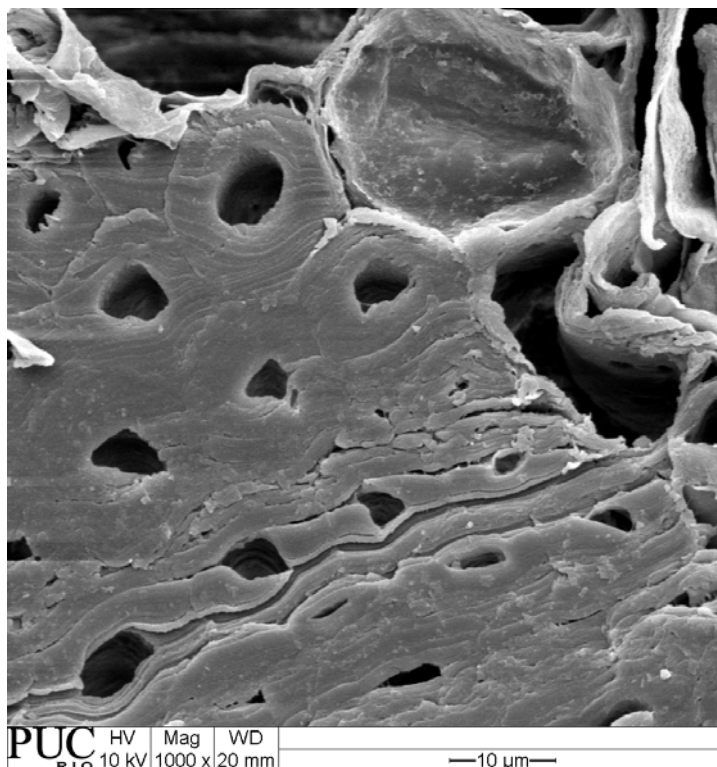


Figura 41 – Micrografia obtida por MEV detalhando os vasos condutores das microfibrilas da fibra de Helicônia.

4.2. Difração de Raios-X

O espectro de Difração de Raios-X correspondente à fibra de Bastão do Imperador está apresentados na Figura 42, o da fibra de Costus na Figura 43 e o de Helicônia na Figura 44.

Estes resultados apresentam os três picos característicos das fibras lignocelulósicas sendo que a partir destes resultados pode se calcular o índice de cristalinidade com a fórmula já mencionada na seção 3.5.

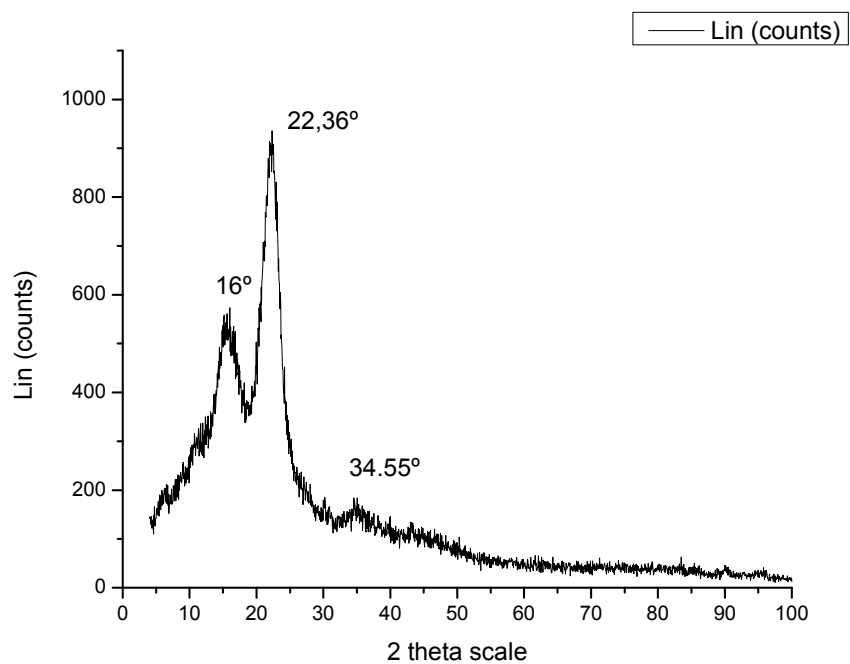


Figura 42 – Difratoograma da Fibra de Bastão do Imperador.

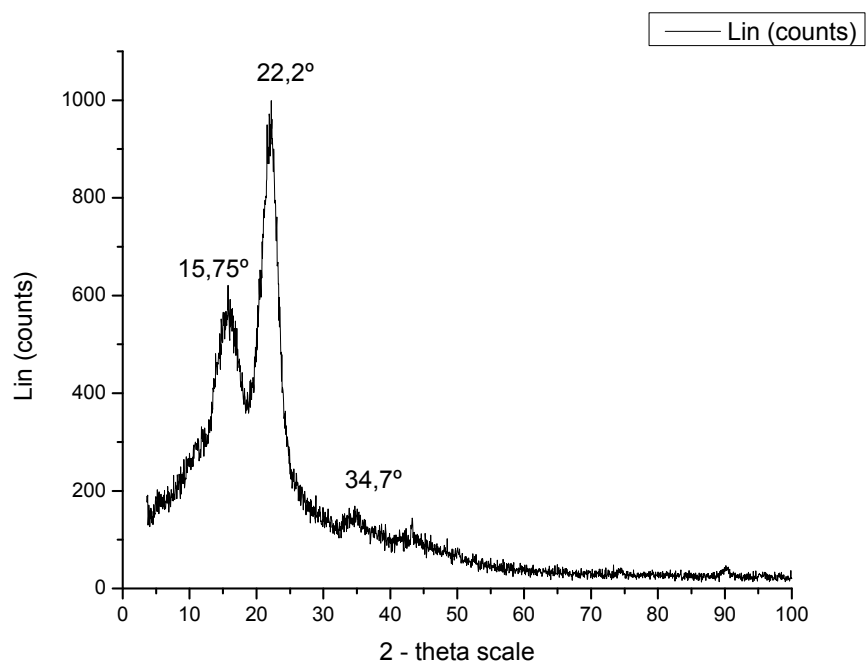


Figura 43 – Difratoograma da Fibra de Costus (Difração de Raios-X).

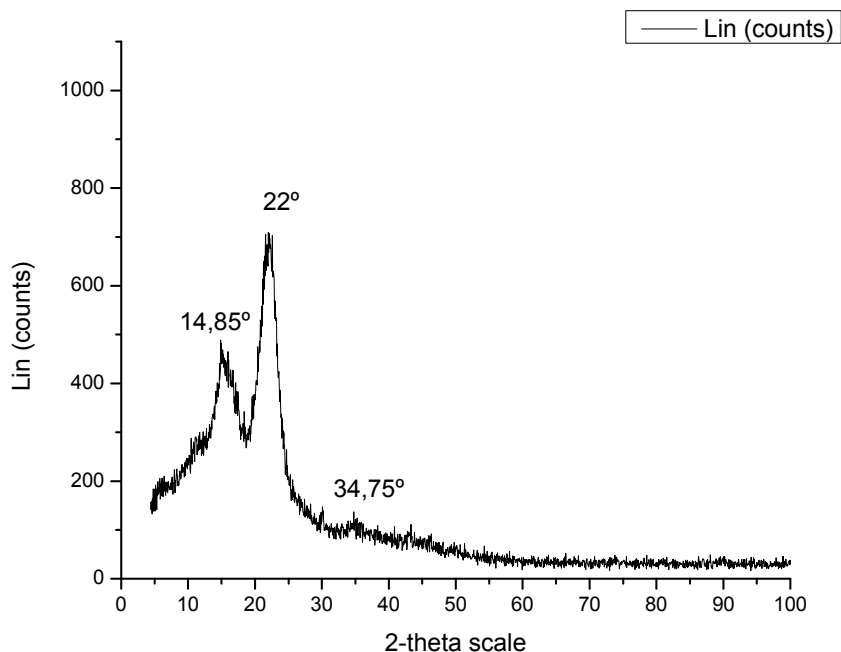


Figura 44 - Difratoograma da Fibra de Helicônia (difração de Raios-X).

O difratograma da fibra de Bastão do Imperador apresentou picos em: 22,36° correspondente ao plano (002) em 16° correspondente ao plano (101) e o terceiro pico em 34,55° correspondente ao plano (040).

O difratograma da fibra de Costus apresentou o primeiro pico em 22,2° (002), o segundo 15,75° (101) e o terceiro pico em 34,7° (040).

O difratograma da fibra de Helicônia apresentou o primeiro pico em 22° (002), o segundo pico é de 14,85° (101) e o terceiro pico correspondente ao plano (040), como ilustrado na Figura 44.

A partir desses resultados se verifica que as três fibras têm padrões semelhantes, e não se encontrou nenhum outro pico que mostre a presença de algum outro componente.

O pico principal correspondente ao plano (002) mostra a cristalinidade da celulose, já que a hemicelulose e lignina são amorfos, e o aumento do índice de cristalinidade esta ligado ao aumento de celulose.

O resultado obtido das três fibras, Bastão do Imperador, Costus e Helicônia mostrados na Tabela 2, é semelhante aos dados encontrados na literatura para as fibras de sisal [21] com picos em 22,4°, 15,2 ° e 34,4°, fibras de Tururi [26] com picos em 22,26°, 16,38° e 33,52°, e fibras de pupunha [22] com picos em 22,35°, 16,5° e 34,65°.

Tabela 2 - Picos nos difratogramas difração de Raios-X.

	Plano (002)	Plano (101)	Plano (040)
Bastão do Imperador	22,36°	16°	34,55°
Costus	22,2 °	15,75°	34,7°
Helicônia	22°	14,85°	34,7°

Os Índices de Cristalinidade calculados estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Índice de Cristalinidade.

Fibra	X= 18 °	X= 22 °	Índice de Cristalinidade (%)
Bastão do Imperador	376	907	58,5
Costus	401	956	57,79
Helicônia	294	709	58,53

Esses valores de índices de cristalinidade estão próximos dos encontrados na literatura para outras fibras ligno-celulósicas tais como a fibra de Tururi 60,6%, fibra de Pupunha 70% e fibra de Curauá 66% [14], Rami 68% [23].

Como as propriedades mecânicas das fibras ligno-celulósicas dependem do índice de cristalinidade, os valores encontrados foram semelhantes aos da literatura, como se mostra na Tabela 4. Baseando-se nestes resultados, pode-se afirmar que estas fibras podem ser utilizadas como reforço em compósitos não estruturais.

Tabela 4 - Picos nos difratogramas difração de Raios-X (comparativo)

	Plano (002)	Plano (101)	Plano (040)
Sisal	22,4°	15,2°	34,4°
Tururi	22,26 °	16,38°	33,52°
Pupunha	22,35°	16,5°	34,65°

4.3. Termogravimetria

As análises termogravimétricas realizadas para as fibras de Bastão do Imperador, Costus e Helicônia estão ilustradas nas Figura 45, Figura 46 e Figura 47, respectivamente.

Na Figura 45 pode-se observar três etapas importantes de degradação.

Na primeira ocorre uma perda de 8,96% em massa na faixa de temperatura de 32 a 88°C. Essa perda, segundo a literatura, é atribuída à perda de umidade. Pode-se observar que aproximadamente até 240°C as fibras de Bastão do Imperador são termicamente estáveis.

A segunda etapa, em que começa a degradação da fibra aproximadamente em 245°C até 330 °C pode ser atribuída à decomposição da Hemicelulose.

Na terceira etapa ocorre decomposição de Celulose. O pico máximo se registra em 358,7 °C no qual se observa a taxa máxima de perda de massa.

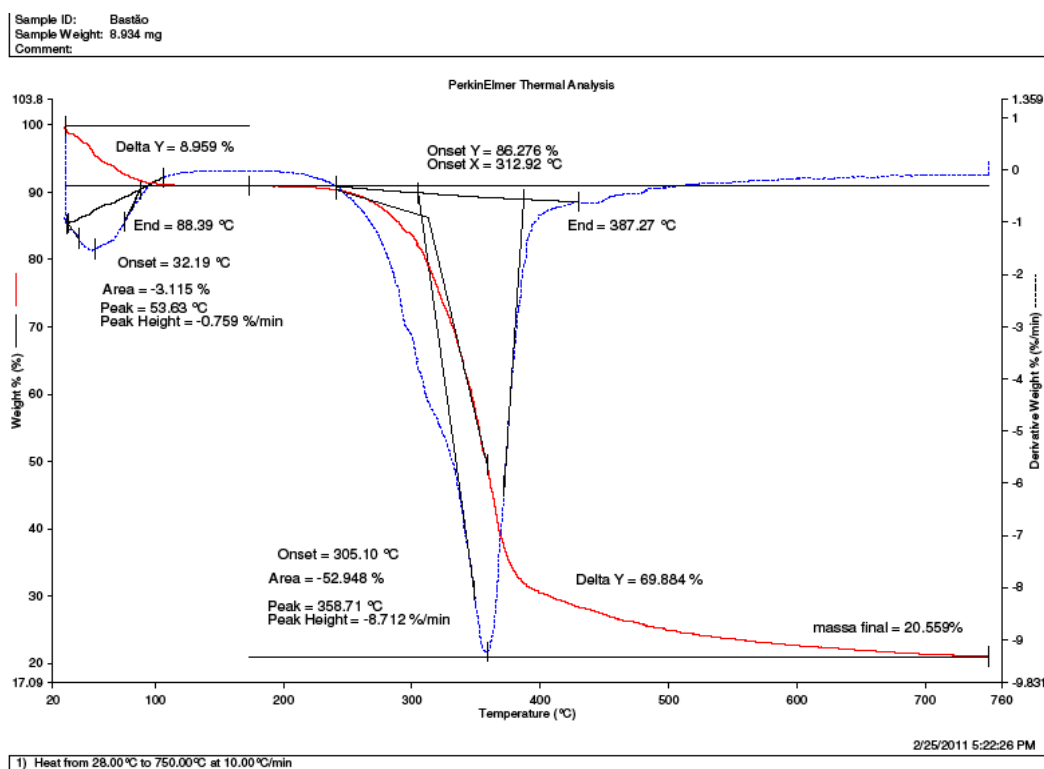


Figura 45 – Curvas de TGA (vermelho) e DTG (azul) para as fibras de Bastão do Imperador.

A Figura 46 apresenta as curvas de TGA e DTG para as fibras de Costus. Pode-se observar que na primeira etapa ocorre uma perda em massa de 7,87%,

correspondente à perda de umidade na faixa de temperatura de 36° até 89°. A estabilidade da fibra ocorre até aproximadamente 230°C.

A segunda etapa de degradação ocorre na faixa de 235° e 350°C aproximadamente, e é atribuída a decomposição da hemicelulose. Nessa etapa, o pico máximo de perda de massa ocorre em 339 °C.

A terceira etapa de degradação corresponde a decomposição da celulose, e ocorre aproximadamente entre 355° e 410 °C. Na curva DTG pode se observar a temperatura na qual ocorre a taxa máxima de perda de massa, igual a 379 °C.

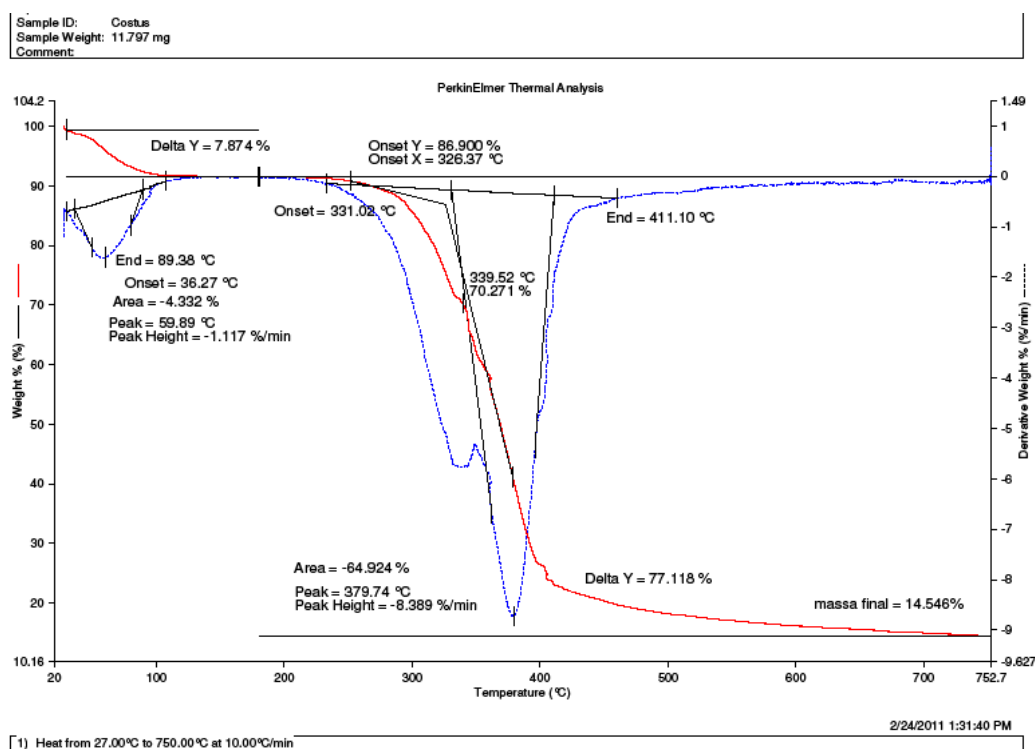


Figura 46 – Curvas de TGA (vermelho) e DTG (azul) da fibra de Costus.

Para as fibras de Helicônia, as curvas de TGA e DTG são mostradas na Figura 47. Ocorre uma perda de massa de 8,79%, na faixa de temperatura entre 32° e 78° C, como já mencionada correspondente à perda de umidade.

A fibra é termicamente estável até aproximadamente 210° C.

A segunda etapa de degradação correspondente à hemicelulose ocorre entre 215 °C e 330 °C. Nesta etapa, o pico máximo de perda de massa se encontra em 313 °C.

A terceira etapa correspondente à degradação de celulose apresenta um pico máximo em 370 °C, onde ocorre a taxa máxima de perda de massa.

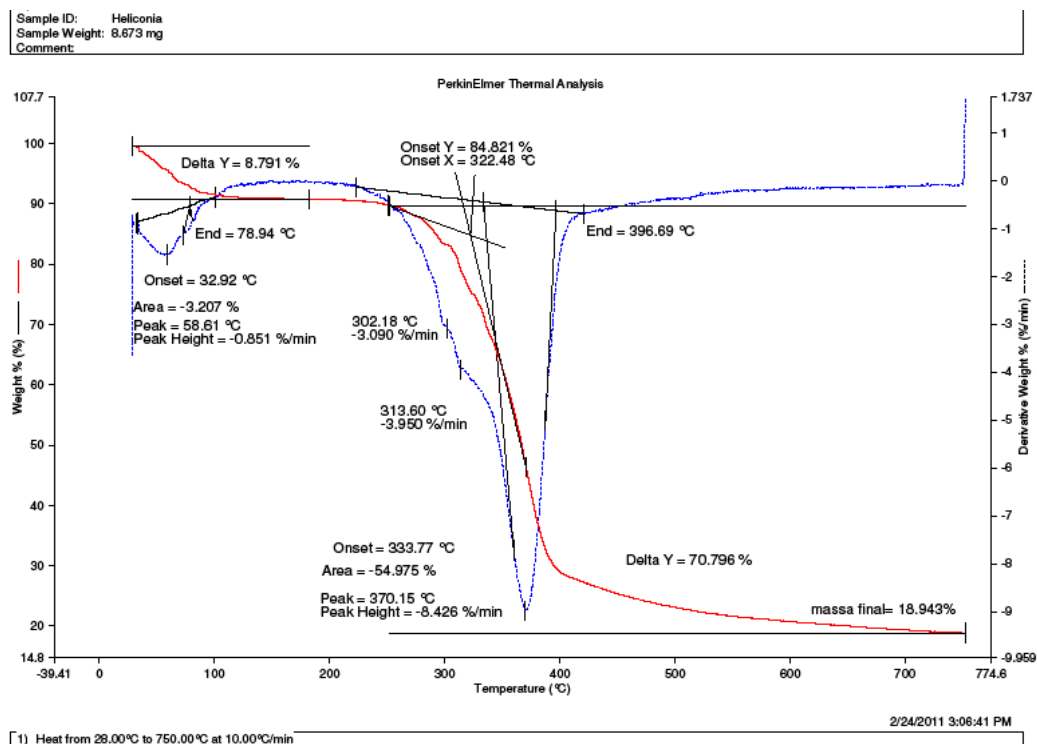


Figura 47 – Curva de TGA (vermelho) e DTG (azul) da fibra de Helicônia.

A Tabela 5 apresenta uma comparação da perda de umidade das fibras na primeira etapa acontecendo aproximadamente entre 32° C e 89° C.

Tabela 5 – Perda de umidade para as três fibras na primeira etapa.

Fibra	Perda de Umidade
Bastão do Imperador	8.95%
Costus	7.87%
Helicônia	8.79%

Na Tabela 6 pode se observar os valores principais de degradação da hemicelulose e o pico máximo de perda de massa na etapa de degradação da celulose, os valores apresentados são, mas altos do que outras fibras ligno-celulósicas.

Estes valores já eram esperados uma vez que existem diferenças entre materiais naturais de diferentes espécies. A composição dos materiais naturais varia de acordo com a espécie, idade entre outras características, o que pode vir a afetar as propriedades das fibras, incluindo suas temperaturas de degradação.

Tabela 6 - Comparação de temperaturas de degradação (TGA-DTG).

Fibra	Degradação de Hemicelulose (°C)	Máximo de perda de massa celulose (°C)
Bastão do Imperador	245 °C- 330 °C	358 °C
Costus	235 °C- 350 °C	379 °C
Helicônia	215 °C-330 °C	370 °C

Na Figura 46 observa-se que na segunda etapa de degradação, relacionada à da Hemicelulose, a fibra de Costus apresenta um pico maior. Isso se pode atribuir à maior quantidade de Hemicelulose. Já as fibras de Helicônia (Figura 47) e Bastão do Imperador (Figura 45) apresentam picos menores. Segundo a literatura, a quantidade de hemicelulose e lignina [21] estão diretamente ligadas a resistência à tração das fibras.

As segundas etapas de degradação das fibras estudadas apresentam picos diferentes a das outras fibras ligno-celulósicas estudadas.

Comparou-se com a decomposição da pectina sendo outro elemento das fibras ligno-celulósicas [44], mas a decomposição da pectina ocorre entre 200 °C e 280 °C aproximadamente como se mostra na Figura 48, inferior aos picos de degradação obtidos para as fibras Bastão do Imperador, Costus e Helicônia. Deste modo, não conseguiu se identificar essa diferença nas curvas TGA das fibras.

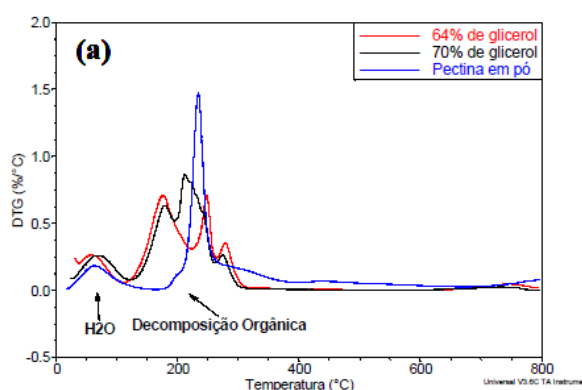


Figura 48 - DTG para Pectina em pó [44].

4.4. Medição da seção transversal

Na Figura 49 mostra-se o histograma de diâmetros circular equivalente para as fibras de Bastão do Imperador. As fibras são muito menores do que as fibras de Helicônia e Costus, e mostram mais uniformidade. Mediram-se 50 fibras onde a faixa de diâmetros varia entre 100 e 500 μm com uma média de 187 e um desvio padrão de 72.

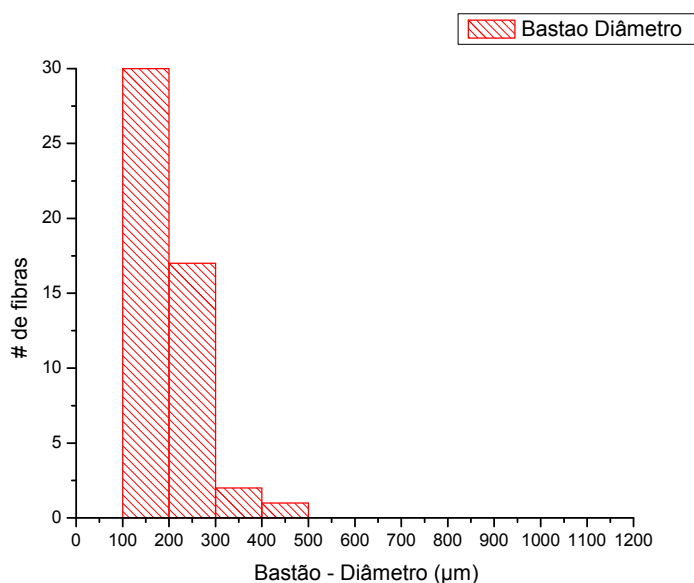


Figura 49 – Distribuição de diâmetros das fibras Bastão do Imperador.

A Figura 50 apresenta o histograma de diâmetros das fibras de Costus, que mostra grande variabilidade. Mediram-se 50 fibras onde a faixa varia entre 100 e 1100 μm , com uma media de 470 e um desvio padrão de 219.

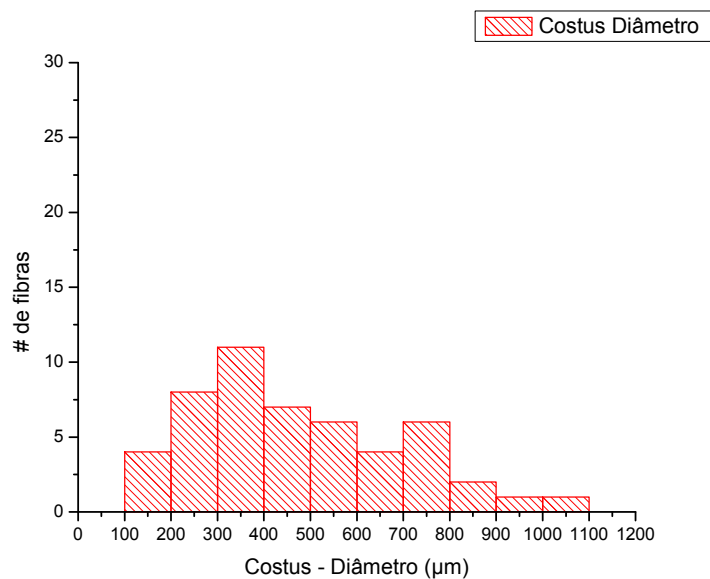


Figura 50 – Distribuição de diâmetros das fibras de Costus.

A Figura 51 mostra o histograma de diâmetros das fibras de Helicônia. Pode-se observar também uma grande variabilidade nos diâmetros, em uma faixa entre 100 e 1200 μm , média de 616 e desvio padrão de 271 para 40 fibras medidas.

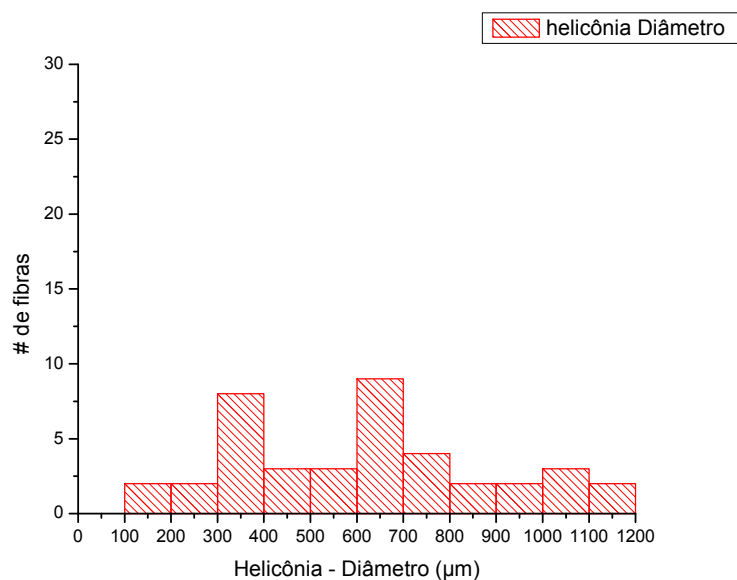


Figura 51 – Distribuição de diâmetros das fibras de Helicônia.

A Figura 52 apresenta um gráfico comparativo dos diâmetros das três fibras, que mostra a grande variabilidade de diâmetros e diferença entre as fibras.

Para as fibras de Costus, revela-se que 50% das fibras encontram-se entre 300-600 μm . A linha horizontal dentro da caixa mostra a mediana (450) nota-se também que a distribuição das fibras é levemente assimétrica pra cima.

Para as fibras de Bastão de Imperador, observa-se um gráfico mais simétrico, no qual 50% das fibras estão entre 100-200 μm . Logo, existe uma observação atípica neste conjunto de dados marcado em 500 μm . posto que esse valor encontra-se muito distante dos outros dados há uma possibilidade baixa de ocorrer.

Já para as fibras de Helicônia 50% das fibras encontram-se entre os valores de 300-700 μm . A mediana se encontra a 635, e a distribuição das fibras é levemente assimétrica pra baixo.

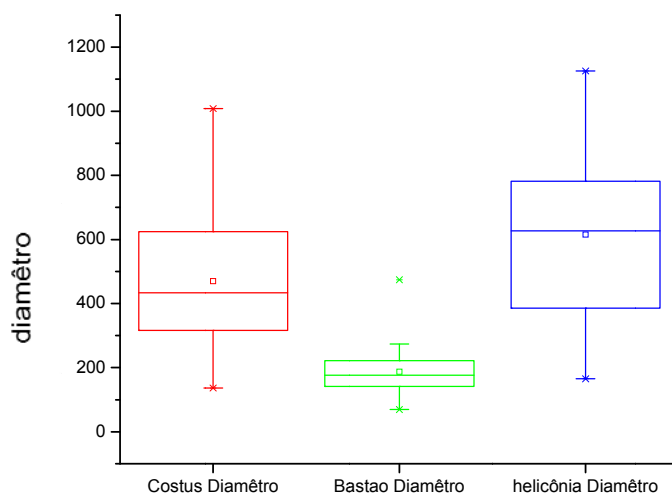


Figura 52 – Caixa e bigode dos diâmetros das fibras Costus, Bastão do Imperador e Helicônia.

Na Figura 53 pode-se observar o histograma da Razão de Aspectos das fibras de Bastão do Imperador. A faixa do histograma vai de 0,2 a 0,9, com média de 0,60 e desvio padrão de 0,15.

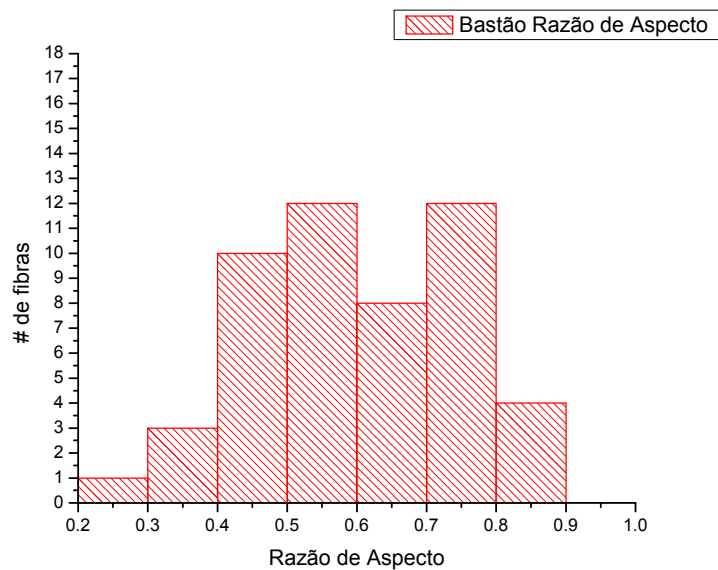


Figura 53 – Histograma de Razão de Aspectos para as fibras Bastão do Imperador.

A Figura 54 apresenta o histograma de Razão de Aspectos das fibras de Costus. Os valores variam na faixa de 0,3 a 0,9, com uma média de 0,63 e um desvio padrão de 0,14.

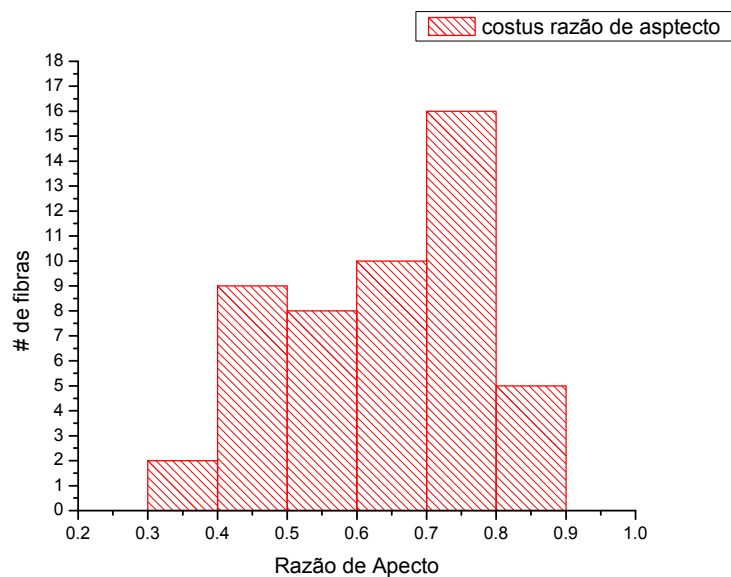


Figura 54 – Histograma de Razão de Aspectos para as fibras de Costus.

A Figura 55 apresenta o histograma de razão de aspectos da fibra de Helicônia. Os valores variam de 0,3 até 0,9, com uma média de 0,55 e um desvio padrão de 0,13.

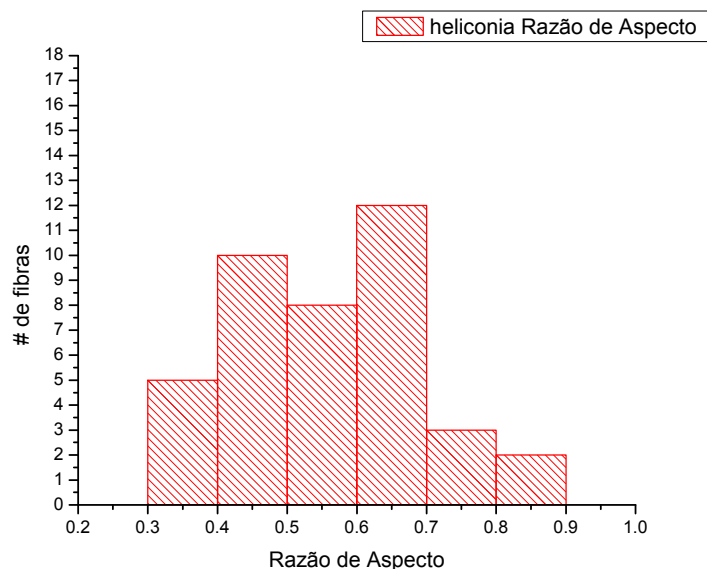


Figura 55 – Histograma de razão de aspectos para as fibras de Helicônia.

Comparando os histogramas de Razão de Aspectos para as três fibras, nota-se que as fibras de Bastão do Imperador e Costus tem uma concentração próxima de 0,4-0,8

Para as fibras de Helicônia, os valores se concentram entre 0,4 e 0,7. Estes resultados são muito dispersos, o que indica a necessidade de maior amostragem.

Quando mais próximo de “um” estiver a Razão de Aspecto, mais circular será o objeto em questão. Como os valores medidos para as três fibras (Bastão do Imperador com valor médio de 0,60, Costus, de 0,63 e Helicônia, de 0,55) são muito menores do que 1, pode se afirmar que considerar um diâmetro circular para cálculo das propriedades mecânicas das fibras traria grandes erros.

Para realizar uma comparação estatística entre as fibras utilizou-se o teste t, de Student para as distribuições de Diâmetro e Razão de Aspectos. Para isso, formularam duas hipóteses, a saber:

Hipótese nula – H_0 : não há diferença significativa entre as médias dos grupos estudados e,

Hipótese alternativa – H_1 : há diferença significativa entre as médias dos grupos.

O nível de significância dos testes foi de 0,05 (5%) com um grau de confiança de 95%. Os resultados são apresentados em tabelas nas quais se indica se houve ou não diferença significativa entre as médias

A Tabela 7 mostra o resultado para o diâmetro, indicando haver diferença significativa entre as três fibras.

Tabela 7 - Diferença significativa entre diâmetros médios.

	Bastão	Helicônia
Costus	Sim	Sim
Bastão	-	Sim

Na comparação entre fibras baseada na Razão de Aspectos identificou-se diferença significativa apenas entre Costus e Helicônia, conforme indicado na Tabela 8.

Tabela 8 – Diferença significativa entre Razão de Aspectos.

	Bastão	Helicônia
Costus	Não	Sim
Bastão	-	Não

Foram medidas 50 fibras de Bastão do Imperador, 50 fibras de Costus e 40 fibras de Helicônia, onde para cada fibra se mediram os parâmetros Área, Calibres (Ferets) Maximo e Mínimo e a Razão de Aspecto (Feretratio). Vide na Tabela 9 para os parâmetros medidos para as fibras de Helicônia.

Tabela 10 – Parâmetros calculados da fibra Helicônia.

	Área	Diâmetro	Feretmax.	Razão de Aspectos	Feretmin.
1	119988	390	556	0,64	355
2	90871	340	545	0,45	245
3	98141	353	510	0,64	326
4	145922	431	611	0,66	406
5	385021	700	950	0,61	578
6	995910	1126	1681	0,45	750
7	125991	400	559	0,63	349
8	73430	305	436	0,61	266
9	372711	688	1051	0,55	575
10	842940	1035	2167	0,44	944
11	57911	271	437	0,45	198
12	207503	514	706	0,66	469
13	57634,5	270	383	0,58	223
14	344415	662	1069	0,56	601
15	71644	302	412	0,85	352
16	291871	609	1055	0,43	452
17	950021	1099	1758	0,64	1117
18	475663	778	1358	0,38	515
19	485985	786	1392,82	0,42	586
20	231058	542	814,33	0,61	499
21	316804	635	882	0,69	612
22	23542	173	210	0,76	159
23	21320	164	225	0,64	144
24	813779	1017	1797	0,38	687
25	973443	1113	1744	0,65	1129
26	330678	648	1079	0,46	501
27	319937	638	1040	0,43	451
28	632706	897	1527	0,43	652
29	335557	653	1077	0,44	476
30	479502	781	1219	0,51	626
31	195902	499	738	0,5	371
32	730561	964	1768	0,36	645
33	335554	653	880	0,75	662
34	118879	389	579	0,58	334
35	252724	567	726	0,86	621
36	111073	376	591	0,56	330
37	699969	944	1748	0,33	584
38	308554	626	879	0,7	611
39	116757	385	586	0,51	296
40	627874	894	1548	0,39	600

Com estes dados se calcularam os fatores $\Delta F_{\max}$ e $\Delta F_{\min}$, sendo as estatísticas de erro da área estimada das fibras. Obtiveram-se estes fatores para cada uma das fibras medidas, escolhendo então o valor máximo o valor mínimo, além do cálculo da média.

Na Tabela 11 mostra-se o número de fibras medidas para as fibras de Bastão do Imperador, Costus e Helicônia, assim como os valores máximos, mínimos e o valor médio obtidos para os fatores $\Delta F_{\max}$ e $\Delta F_{\min}$.

Estas estatísticas de erro para o cálculo da área estimada das três fibras mostram que a média está muito distante do máximo ou do mínimo calculado, e que a estimativa de área tem um erro muito elevado comparado com a área verdadeira, mostrando a variabilidade de tamanho existente entre as fibras. Dependendo da amostragem ainda poderia se trabalhar com a moda ou mediana.

Tabela 11 – $\Delta F_{\max}$ e $\Delta F_{\min}$ para os três tipos de fibras medidas.

		Bastão do Imperador	Costus	Helicônia
# de Fibras medidas		50	50	40
$\Delta F_{\max}$ (%)	Máximo	273	267	337
	Mínimo	28	37	48
	Média	108	116	142
$\Delta F_{\min}$ (%)	Máximo	69	59.80	61
	Mínimo	2	5.28	2
	Média	31	23	31